

UNIVERSIDAD DE OVIEDO

Programa de Doctorado de Ciencia y Tecnología de  
Materiales

---

Desarrollo y optimización de técnicas de micrograbado para su  
aplicación en óptica integrada y en microfluídica bioanalítica

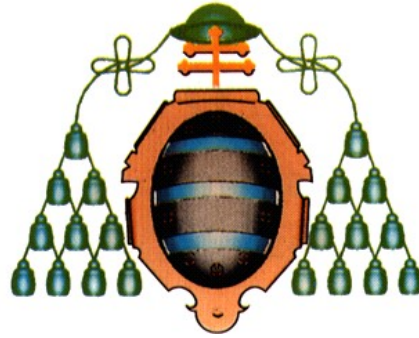
---

TESIS DOCTORAL

Adrián Fernández Gavela

Abril 2014





UNIVERSIDAD DE OVIEDO

Programa de Doctorado de Ciencia y Tecnología de  
Materiales

---

Desarrollo y optimización de técnicas de micrograbado para su  
aplicación en óptica integrada y en microfluídica bioanalítica

---

TESIS DOCTORAL

José Rodríguez García  
Miguel García Granda







- a) Determinación del índice de refracción y el espesor de microcapas poliméricas.
- b) Fabricación de microcanales en el polímero PDMS.
- c) Diseño y fabricación de nuevas guías ópticas canal poliméricos embebidas en vidrio (GOCPEV). Propuesta de un biosensor óptico por interferometría Mach-Zehnder (IMZ) fabricado con este tipo de guías ópticas y con la incorporación de microcanales poliméricos.
- d) Fabricación de microelectrodos de carbono para detección electroquímica para su aplicación en MEC.

#### **RESUMEN (en Inglés)**

The research performed during the realization of this Doctoral Thesis has its origin in the scientific collaboration that began in 2004 between the Integrated Optics (LOI) and the ImmunoElectroanalysis (LI) laboratories. The LI and LI belong to the Departments of Applied Physics and Physical and Analytical Chemistry, respectively, of the University of Oviedo. Their collaboration began when the LI laboratory requested etched microchannels in glass substrates produced by laser lithography for the fabrication of their capillary electrophoresis microchips (MEC). The quality of these microchannels plays an essential role in the efficiency of biosensors based on CEM. This collaboration was subsequently extended to other aspects of the development and optimization of MECs. Additionally, it also enabled the LOI laboratory to acquire knowledge and experience in the world of optical biosensors, which require the combination of three different disciplines: Integrated Optics, Microfluidic and Electrochemical Systems.

The scientific work presented in this Thesis has pursued the main goal of establishing and developing new protocols and procedures oriented to the design, fabrication and optimization of microfluidic systems for electrochemical and optical biosensing. Throughout the investigation, this main goal led to several specific



objectives, such as:

- a) Determination of the refractive index and thickness of polymeric microlayers.
- b) Manufacture of polymer PDMS microchannels.
- c) Design and fabrication of new polymeric channel optical waveguides embedded in glass. Proposal for a interferometric M-Z optical biosensor fabricated with this type of optical waveguides and incorporating polymeric microchannels.
- d) Manufacture of carbon microelectrodes for electrochemical sensing based on capillary electrophoresis microchips.





## Summary

The research performed during the realization of this Doctoral Thesis has its origin in the scientific collaboration that began in 2004 between the Integrated Optics (LOI) and the ImmunoElectroanalysis (LI) laboratories. The LOI and LI belong to the Departments of Applied Physics and Physical and Analytical Chemistry, respectively, of the University of Oviedo. Their collaboration began when the LI laboratory requested etched microchannels in glass substrates produced by laser lithography for the fabrication of their capillary electrophoresis microchips (MEC). The quality of these microchannels plays an essential role in the efficiency of biosensors based on CEM. This collaboration was subsequently extended to other aspects of the development and optimization of MECs. Additionally, it also enabled the LOI laboratory to acquire knowledge and experience in the world of optical biosensors, which require the combination of three different disciplines: Integrated Optics, Microfluidic and Electrochemical Systems.

The scientific work presented in this Thesis has pursued the main goal of establishing and developing new protocols and procedures oriented to the design, fabrication and optimization of microfluidic systems for electrochemical and optical biosensing. Throughout the investigation, this main goal led to several specific objectives, which are summarized.

In the first chapter, a theoretical modeling based on LSM (Longitudinal Section Magnetic) and LSE (Longitudinal Section Electric) formulation is proposed to determine with accuracy the refractive index and thickness of polymeric layers forming the core of planar optical step waveguides. This theoretical modeling algorithm was implemented in Matlab. The value of the refractive index and thickness of the polymer can be obtain in a fast and accurate way with this algorithm. Only the effective refractive index of each guided mode is required to calculate these two parameters. In addition, the comercial program Olympios was used to verify the algorithm implemented in Matlab.

In the second chapter, we proceeded to the experimental evaluation of the efficiency of the theoretical model in determining the refractive index and the thickness of polymer layers constituting the core of monomode and multimode polymeric planar optical waveguides. This task involve the design, fabrication and characterization of polymer planar optical waveguides, using as substrate the soda-lime and Borofloat®33 glass and as core of the guides the NOA 61 and PMMA polymers. The simulation program OlympIOs was used to design. The minimum and maximum thickness that ensures monomode regime for this type of optical waveguides was verified. Then, polymeric planar optical waveguides was fabricated using the spin coating technique. As for the characterization, the prism-coupling technique was used to evaluate the effective index of each guided mode. Once the the effective index of each mode was determined, the algorithm computed in Matlab was used to calculate the refractive index and the thickness of the polymer layer.

In the third chapter monomode and multimode channel polymer optical waveguides embedded in glass (GOCPEV) was designed, fabricated and characterized. For the design, we used the simulation program OlympIOs to determine the electromagnetic field profile of the guided modes in GOCPEV. It has been of great importance to know with accuracy the value of the refractive index and thickness of the polymers, as these values were used in the simulation program OlympIOs. To manufacture GOCPEV, a lithography laser system was employed was used to transfer the design to a metal mask pattern. To pattern the metallic mask on a vitreous substrates, microetching techniques was employed. GOCPEV characterization was carried out using the end-coupling technique. For this purpose, the cutting and polishing processes of glass, as well as glass wet etching and polymer deposition were optimized.

In the fourth chapter an evanescent field optical biosensor by Mach-Zehnder Interferometry (IMZ) manufactured with GOCPEV and a new microfluidic system is proposed. A micromold manufacturing process over glass substrates by using laser lithography techniques was optimized, to apply it in microetching PDMS polymer. The simulation program Olympios was used to design the IMZ biosensor. To manufacture

the device it was essential the knowledge gained in manufacturing GOCPEVs. Finally, the IMZ manufactured with GOCPEV and the microfluidic system were assembled.

In the fifth chapter, the research about electrochemical biosensors with Microchips Capillary Electrophoresis (MEC) which began in 2004 was continued. In this case, the PDMS microchannels manufacturing process for application in MEC was implemented. A new method of electrochemical detection in MECs was also developed: carbon microelectrodes. The microelectrodes were designed, fabricated and characterized in two different configurations: surface and embedded in glass. Moreover, carbon is present in a variety of ways, so it has been shown the possibility of manufacturing the microelectrodes with: carbon paste, carbon evaporated, carbon nanotubes and graphene.



# ÍNDICE

---

<b>ÍNDICE</b> .....	1
<b>CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN</b> .....	5
<b>CAPÍTULO 2: DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE REFRACCIÓN Y DEL ESPESOR DE CAPAS POLIMÉRICAS EN GUÍAS ÓPTICAS PLANAS: MODELIZACIÓN TEÓRICA Y SIMULACIÓN</b> .....	9
2.1. Introducción .....	10
2.2. La guía óptica .....	12
2.2.1. Concepto y tipos .....	12
2.2.1.1. Materiales utilizados.....	18
2.2.1.1.1. El vidrio .....	18
2.2.1.1.2. Los polímeros .....	21
2.3. La Guía óptica plana polimérica.....	26
2.3.1. Motivación.....	26
2.3.2. Modelización electromagnética.....	27
2.3.2.1. Modos LSM .....	28
2.3.2.1.1. Guías monomodo .....	34
2.3.2.1.2. Guías multimodo .....	37
2.3.2.2. Modos LSE.....	38
2.3.2.2.1. Guías monomodo .....	41
2.3.2.2.2. Guías multimodo .....	42
2.3.3. Simulación.....	43
2.3.3.1.1. Guías monomodo .....	43
2.3.3.1.2. Guías multimodo .....	49
<b>CAPÍTULO 3: : DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE REFRACCIÓN Y DEL ESPESOR DE CAPAS POLIMÉRICAS EN GUÍAS ÓPTICAS PLANAS: EVALUACIÓN EXPERIMENTAL</b> .....	51
3.1. Introducción .....	52
3.2. Evaluación experimental.....	53
3.2.1. Fabricación de guías ópticas planas poliméricas.....	53
3.2.1.1. Simulación .....	53
3.2.1.1.1. Soda-lime – NOA61 .....	54
3.2.1.1.2. Borofloat®33 – PMMA .....	60
3.2.1.2. Proceso de fabricación .....	64
3.2.1.2.1. Preparación del sustrato.....	64
3.2.1.2.2. Spin-coating.....	67
3.2.1.2.3. Curado del polímero .....	73
3.2.2. Caracterización de guías ópticas planas poliméricas .....	74
3.2.2.1. Método de acoplo de luz por prisma.....	75
3.2.2.2. Evaluación del índice de refracción y del espesor de la capa polimérica .....	82
3.2.2.2.1. Guías monomodo .....	82
3.2.2.2.2. Guías multimodo .....	86

<b>CAPÍTULO 4: GUÍAS ÓPTICAS CANAL POLIMÉRICAS EMBEBIDAS EN VIDRIO: DISEÑO, FABRICACIÓN Y CARACTERIZACIÓN</b> .....	93
4.1. Introducción .....	94
4.2. Guías ópticas canal poliméricas .....	95
4.2.1. Diseño .....	95
4.2.2. Proceso de fabricación.....	97
4.2.2.1. Fotolitografía láser y sistema de escritura láser.....	103
4.2.2.2. Fabricación de máscaras .....	113
4.2.2.3. Fabricación de microcanales en vidrio .....	115
4.2.3. Proceso de caracterización .....	120
4.2.3.1. Acoplo de luz por el extremo.....	121
4.2.4. Evaluación experimental .....	123
4.2.4.1. GOCPEV multimodo.....	124
4.2.4.1.1. Diseño .....	124
4.2.4.1.2. Fabricación .....	125
4.2.4.1.3. Caracterización .....	127
4.2.4.2. GOCPEV monomodo.....	129
4.2.4.2.1. Diseño .....	130
4.2.4.2.2. Fabricación .....	132
4.2.4.2.3. Caracterización .....	135
 <b>CAPÍTULO 5: MICROFLUÍDICA E INTERFEROMETRÍA MATCH-ZEHNDER CON GOCPEV: APLICACIÓN A BIOSENSORES ÓPTICOS</b> .....	137
5.1. Introducción .....	138
5.2. Microfluídica.....	139
5.2.1. Fabricación de micromoldes.....	141
5.2.1.1. Fotoresina KMPR.....	143
5.2.1.2. Fotoresina AZ 125nXT.....	146
5.2.2. Fabricación de microcanales en PDMS.....	149
5.3. Biosensores ópticos.....	151
5.3.1. Interferómetro Mach-Zehnder en guías ópticas canal.....	154
5.3.1.1. Diseño.....	155
5.3.1.2. Proceso de fabricación .....	164
5.3.1.2.1. Fabricación del IMZ en GOCPEV .....	164
5.3.1.2.2. Fabricación de los microcanales en PDMS (Microfluídica).....	166
5.3.1.2.3. Ensamblaje del dispositivo sensor (IMZ + Microfluídica) .....	168
5.3.1.3. Proceso de caracterización.....	169
 <b>CAPÍTULO 6: FABRICACIÓN DE MICROCHIPS DE ELECTROFORESIS CAPILAR: MICROFLUÍDICA Y MICROELECTRODOS DE CARBONO</b> .....	175
6.1. Introducción .....	176

6.2. Electroforesis capilar .....	177
6.2.1. Fenómenos de migración .....	178
6.2.2. Parámetros de separación .....	181
6.3. Microchips de electroforesis capilar .....	182
6.3.1. Diseño y funcionamiento de MEC .....	182
6.3.2. Detección electroquímica.....	186
6.3.2.1. Microelectrodos para detección electroquímica .....	190
6.3.3. Fabricación de MEC.....	192
6.3.3.1. Microfluídica.....	193
6.3.3.2. Microelectrodos de carbono .....	194
6.3.3.2.1. Pasta de carbono .....	196
6.3.3.2.2. Carbono evaporado.....	199
6.3.3.2.3. Nanotubos de carbono.....	200
6.3.3.2.4. Grafeno .....	202
6.3.4. Caracterización de MEC.....	204
<b>CONCLUSIONES Y FUTURAS LÍNEAS DE TRABAJO .....</b>	<b>205</b>
<b>CONTRIBUCIONES CIENTÍFICAS.....</b>	<b>213</b>
<b>LISTADO DE FIGURAS Y TABLAS.....</b>	<b>221</b>
<b>REFERENCIAS.....</b>	<b>237</b>

---



## **CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN**

---

La investigación llevada a cabo durante la realización de esta tesis doctoral tiene su origen en la colaboración científica que se inició en 2004 entre los Laboratorio de Óptica Integrada (LOI) y de Inmuno electroanálisis (LI). El LOI y el LI pertenecen a los departamentos de Física Aplicada y de Física y Química Analítica de la Universidad de Oviedo, respectivamente. Esta colaboración comenzó cuando el LI sugirió la fabricación de microcanales grabados en sustratos vítreos, utilizando el sistema de litografía láser, para su aplicación en microchips de electroforesis capilar (MEC). La calidad de estos microcanales juega un papel esencial en la eficiencia de los biosensores basados en MEC. Esta colaboración se extendió posteriormente a otros aspectos del desarrollo y optimización de los MECs. Además, también permitió al LOI adquirir conocimientos y experiencia en el mundo de los biosensores ópticos, que requieren la combinación de tres disciplinas diferentes: óptica integrada, microfluídica y sistemas electroquímicos.

El trabajo científico presentado en esta tesis ha perseguido el objetivo principal de establecer y desarrollar nuevos protocolos y procedimientos orientados al diseño, fabricación y optimización de técnicas de micrograbado para su aplicación en óptica integrada y en microfluídica analítica. A lo largo de la investigación, este objetivo principal a dado lugar a otros objetivos específicos, que se han desarrollado en cinco capítulos, que se resumen a continuación.

En el primer capítulo se propone una modelización teórica basada en la formulación LSM (*Longitudinal Section Magnetic*) y LSE (*Longitudinal Section Electric*), para determinar de manera precisa el índice de refracción y el espesor de capas poliméricas que formen el núcleo de guías ópticas planas de salto. Ésta modelización teórica se implementó en un algoritmo en Matlab, con el cual, se podrá obtener de una manera rápida y precisa el valor del índice de refracción y del espesor del polímero, con solamente disponer del índice de refracción efectivo de cada modo guiado. Además, se utilizó el programa de comercial OlympIOs para verificar el algoritmo implementado en Matlab.

En el segundo capítulo se procedió a la evaluación experimental de la eficiencia del modelo teórico en la determinación del índice de refracción y del espesor de capas

poliméricas constitutivas del núcleo de guías ópticas planas poliméricas monomodo y multimodo. Esta tarea implica el diseño, fabricación y caracterización de guías ópticas planas poliméricas, utilizando como sustrato el vidrio soda-lime y borofloat®33 y como núcleo de las guías los polímeros NOA 61 y PMMA. Para realizar el diseño se ha utilizado el programa de simulación OlympIOs, con el cual, se verificó el espesor mínimo y máximo que asegura el régimen monomodo para este tipo de guías ópticas. A continuación, se procedió a la fabricación de las guías ópticas planas poliméricas utilizando la técnica de *spin-coating* como herramienta de deposición. En cuanto a la caracterización, se utilizó la técnica de acoplo de luz por el prisma para obtener el índice de refracción efectivo de cada modo guiado. Una vez que se dispone del índice efectivo de cada modo, y con la ayuda del algoritmo computado en Matlab, se ha calculado el índice de refracción y el espesor de la capa de polímero.

En el tercer capítulo se han diseñado, fabricado y caracterizado guías ópticas canal poliméricas embebidas en vidrio (GOCPEV) monomodo y multimodo. Para el diseño, se ha utilizado el programa de simulación OlympIOs para determinar el perfil del campo electromagnético de los modos guiados en la GOCPEV. Hay que destacar la gran importancia de conocer el valor real del índice de refracción y del espesor de la capa polimérica para el diseño de este tipo de dispositivos. Para la fabricación de GOCPEV, se ha empleado el sistema de escritura láser para transferir el diseño a una máscara metálica patrón. A continuación, se utilizaron técnicas de micrograbado en vidrio para fabricar el dispositivo. La caracterización de GOCPEV se llevó a cabo con la técnica de acoplo de luz por el extremo. Para ello, se han tenido optimizar procesos de corte y pulido de vidrio, así como, de grabado húmedo de vidrio y de deposición de polímeros.

En el cuarto capítulo se propone un biosensor óptico de campo evanescente por interferometría Mach-Zehnder (IMZ) utilizando GOCPEV y un nuevo sistema de microfluídica. Utilizando técnicas de litografía láser, se han fabricado microcanales en polímero PDMS. Para ello, ha sido necesario previamente, fabricar un micromolde que servirá para hacer réplicas de microcanales. Se ha diseñado, utilizando el programa de simulación OlympIOs, y se ha fabricado un prototipo de biosensor óptico de campo evanescente por IMZ. Para ello, ha sido de gran importancia los conocimientos

adquiridos en la fabricación de GOCPEVs. Una vez fabricado el IMZ con GOCPEV, y el microcanal en PDMS se realiza el ensamblaje de ambos sistemas, obteniendo así un biosensor óptico por campo evanescente por IMZ.

En el quinto capítulo se continúa la línea de investigación de biosensores electroquímicos con Microchips de Electroforesis Capilar (MEC) que se inició en el año 2004. En este caso, se ha implementado el proceso de fabricación de microcanales en PDMS para su aplicación en MEC. Gracias al sistema de escritura láser, se tiene una gran versatilidad en el diseño de máscaras. También se ha desarrollado un nuevo método de detección electroquímica en MECs: los microelectrodos de carbono. Se han diseñado, fabricado y caracterizado electrodos con dos configuraciones diferentes: superficial y embebidos en vidrio. Además, el carbono se presenta en una gran variedad de formas, por lo que se ha comprobado la viabilidad de fabricar los microelectrodos con: pasta de carbono, carbono evaporado, nanotubos de carbono y grafeno.

La memoria finaliza con una conclusión, que recoge las principales aportaciones científicas del trabajo en conjunto y una serie de anexos. En ellos, se detallan las contribuciones científicas derivadas del trabajo realizado en esta tesis y en otras líneas de investigación del LOI, así como los distintos índices de figuras, referencias bibliográficas y diferentes contenidos de consulta.

**CAPÍTULO 2: DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE  
REFRACCIÓN Y DEL ESPESOR DE CAPAS  
POLIMÉRICAS EN GUÍAS ÓPTICAS PLANAS:  
MODELIZACIÓN TEÓRICA Y SIMULACIÓN**

---

## 2.1. Introducción

En el ámbito de esta investigación, resulta imprescindible el conocimiento muy preciso del verdadero índice de refracción de los materiales que son utilizados tanto en las técnicas de micrograbado como en la fabricación de microchips bioanalíticos basados en electroforesis capilar y en dispositivos ópticos integrados. Aunque los fabricantes suelen suministrar valores del índice de refracción para el material en cuestión, aparecen varios problemas que conducen a una fuerte incertidumbre en el conocimiento preciso de este parámetro crucial.

El primero de ellos se refiere a la dispersión. En este sentido, las casas comerciales suelen suministrar valores de índice de refracción para una sola longitud de onda o bien para un conjunto discreto de longitudes de onda al que no pertenece, en la mayoría de los casos, la verdadera longitud de onda de trabajo. Por lo tanto, es necesario identificar la longitud de onda de laboratorio y evaluar de forma muy precisa el índice de refracción que presenta el material cuando se le ilumina con dicha radiación.

Por otra parte, existen materiales, como los vidrios y cristales, cuyo índice de refracción no se ve significativamente alterado con el paso del tiempo, ofreciendo además un comportamiento reversible del valor del índice de refracción siempre y cuando no se hayan sometido a procesos no lineales de naturaleza térmica (radiación o calentamiento) o mecánica. Sin embargo, los polímeros y fotorresinas son materiales que se ven muy afectados por los condicionantes anteriores. Por una parte, y a pesar de proporcionarles un almacenamiento óptimo, tanto las fotorresinas como los polímeros presentan una marcada caducidad temporal, lo que conlleva variaciones físicas que afectan a su índice de refracción. Además, el uso de fotorresinas y polímeros implica la necesidad de realizar procesos de calentamiento y de irradiación electromagnética de estos materiales en las diferentes etapas de la fabricación, lo que provoca cambios significativos en su índice de refracción.

Así pues, resulta imprescindible disponer de técnicas y procedimientos que permitan evaluar de forma muy precisa el verdadero índice de refracción que presentan todos los materiales implicados en el dispositivo final.

De acuerdo con las ideas mencionadas, el control del índice de refracción para el caso de materiales vítreos y cristalinos es un objetivo que puede alcanzarse con relativa facilidad acudiendo a técnicas espectroscópicas específicas, técnicas de reflexión cuasi-normal y al uso de refractómetros. En nuestro caso, la determinación del índice de refracción de los sustratos vítreos se realizó mediante refractometría.

Si embargo, aunque las técnicas refractométricas pueden aplicarse para evaluar el índice de refracción de líquidos, en el caso de polímeros y fotorresinas esta solución no es la más adecuada. El motivo es que la consistencia, la viscosidad y en ocasiones la poca transparencia de estos materiales, invalidan la ejecución del protocolo. Así pues, uno de los objetivos troncales de esta investigación, ha sido el diseño y puesta en práctica de un procedimiento que permitiera determinar, en función de la longitud de onda y con una precisión del orden de  $10^{-4}$ , el índice de refracción de polímeros y fotorresinas.

La estrategia que se ha desarrollado se basa en las siguientes consideraciones previas:

1. Los polímeros y fotorresinas utilizados presentan una buena transparencia a todas las longitudes de onda de trabajo y se pueden depositar en forma de capa delgada y muy homogénea sobre un sustrato vítreo.
2. Es necesario seleccionar, como sustrato, un vidrio comercial con índice de refracción ligeramente inferior al de la capa de polímero o fotorresina cuyo índice de refracción se desea medir. En este sentido, los vidrios soda-lime, borofloat, BK7 y Corning presentan índices de refracción que satisfacen esta necesidad para los polímeros y fotorresinas utilizados.

Estas circunstancias han hecho posible el desarrollo de un método teórico que permite determinar el índice de refracción y el espesor de la capa de polímero depositada, la cual conforma el núcleo de una guía óptica plana con perfil de índice de

salto. Este método teórico se puede aplicar al caso de guías ópticas planas monomodo y multimodo y solo requiere la evaluación experimental de los índices efectivos de los modos guiados por la guía óptica plana constituida por un sustrato de vidrio y la capa de polímero cuyo índice de refracción y espesor se desean medir. Puesto que en este capítulo se explican en detalle los fundamentos teóricos y experimentales del método implementado, con el propósito de aportar una buena didáctica que ayude a una mejor comprensión, se ha decidido incluir algunos conceptos fundamentales sobre guías ópticas integradas. Por las razones mencionadas, haremos especial hincapié en las guías ópticas planas.

## **2.2. La guía óptica**

### **2.2.1. Concepto y tipos**

La guía de onda óptica es el elemento canónico de la óptica integrada. Puede definirse como una estructura física que permite el guiado y la propagación de las ondas electromagnéticas a frecuencias ópticas. La guía óptica puede utilizarse para establecer conexiones entre diferentes dispositivos de un circuito óptico y, además, permite fabricar dispositivos ópticos integrados en los cuales la luz puede ser: modulada, derivada, acoplada y filtrada.

La condición física troncal para el confinamiento y guiado de la luz se sustenta en la necesidad de disponer de una región del espacio con mayor índice de refracción que el medio circundante. Si a esta premisa añadimos la posibilidad de diseñar dicha región en función del dispositivo óptico que se desee fabricar, queda justificada la actual y amplia propuesta sobre los tipos de guías ópticas integradas. Con el propósito de simplificar, se pueden clasificar todas las guías ópticas en dos grupos: guías 1-D, que confinan la luz en una sola dirección, perpendicular a la de propagación; guías 2-D, que confinan la luz en las dos direcciones transversales a la dirección de propagación. Al primer tipo pertenecen las guías ópticas planas, mientras que el segundo grupo incluye las guías ópticas canal y sus variantes: *buried*, *strip* y *ridge* [1].



Puesto que en este capítulo nuestro interés se centra en la guía óptica plana, nos referiremos especialmente a ella y la utilizamos a continuación para recordar el principio o condición básica del guiado electromagnético: la reflexión interna total.

Una guía óptica integrada plana está formada por un sustrato con índice de refracción  $n_s$ , un núcleo con índice  $n_f$  y una cubierta con índice  $n_c$ , de tal forma que se cumple la relación:

La Figura 1 muestra la guía óptica integrada más sencilla: la guía óptica plana

$$n_f > n_s > n_c \quad (1)$$

(1-D).

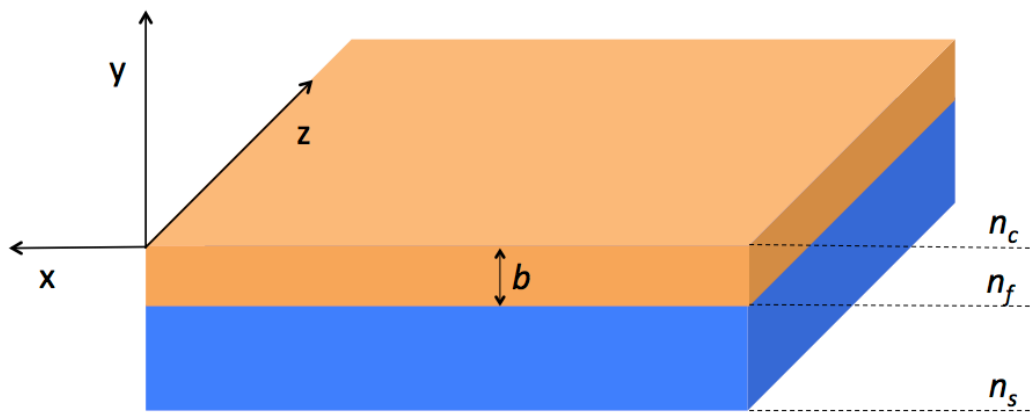


Figura 1. Estructura básica de una guía óptica plana o slab.

Si se verifican las condiciones anteriores, la luz podrá propagarse a través del núcleo, siempre y cuando la incidencia en las interfases núcleo-cubierta y núcleo-sustrato, supere las condiciones límites correspondientes. Para que la luz sea guiada deberá de producirse reflexión total en las interfases núcleo-cubierta y núcleo-sustrato. La Figura 2 muestra el modelo geométrico de la propagación de la luz en una guía óptica plana.

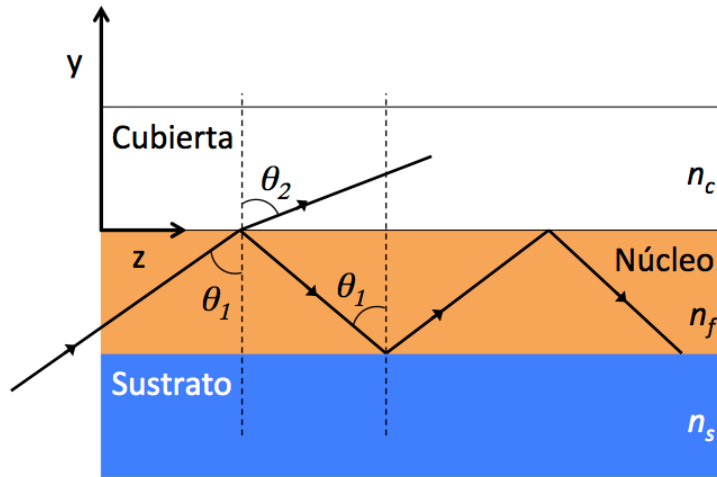


Figura 2. Vista transversal del modelo geométrico de la propagación de la luz en una guía óptica plana.

De la Figura 2, y acudiendo a la ley de Snell:

$$n_f \sin \theta_1 = n_c \sin \theta_2 \quad (2)$$

Para que se produzca reflexión total en la interfase núcleo-cubierta, el ángulo  $\theta_1$  ha de superar el ángulo límite,  $\theta_{lc}$ , en dicha interfase. A partir de la ecuación (2), e imponiendo  $\theta_2=90^\circ$ , se obtiene para  $\theta_{lc}$ :

$$\theta_{lc} = \sin^{-1} \frac{n_c}{n_f} \quad (3)$$

Procediendo de forma análoga, el ángulo límite,  $\theta_{ls}$ , en la interfase núcleo-sustrato se obtiene de la expresión:

$$\theta_{ls} = \sin^{-1} \frac{n_s}{n_f} \quad (4)$$

Como se puede apreciar, son los valores de los índices de refracción los que fijan las cuantías de los ángulos límite  $\theta_{lc}$  y  $\theta_{ls}$ . Cualquier onda electromagnética, cuyo rayo asociado incida con un ángulo de incidencia  $\theta_1$  superior a los dos ángulos límite, es una candidata para que pueda existir luz guiada. Se dice que la onda verifica la condición de reflexión interna total (RIT). Sin embargo, esta condición necesaria no es suficiente para garantizar la existencia de luz guiada. Para ello ha de verificarse también la condición de resonancia transversal (CRT) [2]. Sólo cuando se verifican simultáneamente estas dos condiciones, existirá luz guiada.

- **Guías ópticas planas**

Como ya hemos adelantado, las guías ópticas planas son las más sencillas, tanto en su fabricación como en su caracterización electromagnética.

En la mayoría de los casos la cubierta es el aire, es decir,  $n_c = 1$ . El índice de refracción del núcleo deberá ser ligeramente mayor que el de la cubierta y el sustrato. Si el índice de la cubierta es igual que el índice del sustrato, la guía se llama *simétrica* y en el caso contrario *asimétrica*. Una vez que la luz es introducida en el núcleo, quedará confinada en una dirección debido a la reflexión total que sufre en las interfases con la cubierta y el sustrato, de ahí que se denominan guías 1-D. En el caso de la Figura 2, la luz quedaría confinada en la dirección  $y$ , propagándose en la dirección  $z$ . El perfil de índice de refracción varía solamente en la dirección perpendicular  $y$ , de forma que, si el índice de refracción,  $n_f$ , en el núcleo es homogéneo, la guía plana se denomina de perfil de índice de salto. Cuando  $n_f$  es función de la coordenada  $y$ , la guía óptica se denomina de perfil de índice gradual.

Existen varios métodos de fabricación de guías ópticas planas, todos ellos se basan en dos tipos de procesos: físico-químicos y deposición. La diferencia fundamental entre ambas alternativas, es que en los procesos físico-químicos se realiza una modificación del índice de refracción directamente sobre el sustrato, mientras que en los procesos por deposición, se coloca una capa de un material con un índice de refracción,  $n_f$ , sobre un sustrato con un índice de refracción,  $n_s$ , de forma que  $n_f > n_s$ .

Dependiendo del proceso de fabricación que se emplee, se obtienen estructuras diferentes del núcleo. En general, los procesos de fabricación físico-químicos dan lugar a perfiles de índice de refracción gradual. En los procesos por deposición, en la mayoría de los casos, se obtienen perfiles de índice de refracción de salto. En la Figura 3 se muestran ambos tipos de perfiles de índice.

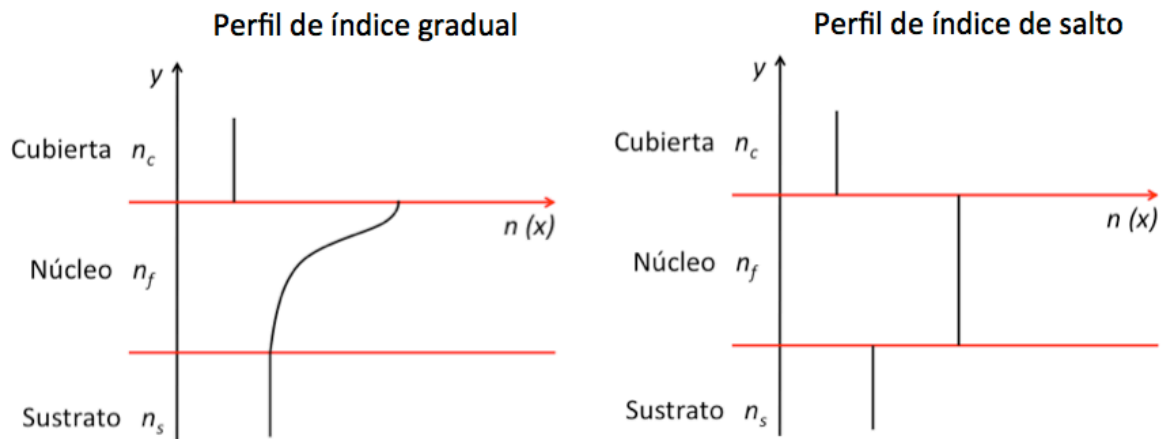


Figura 3. A la izquierda el perfil para una guía óptica plana de índice gradual. A la derecha el perfil para una guía óptica plana de perfil de índice de salto.

La ecuación (5) representa la expresión matemática de un perfil de índice de refracción gradual.

$$n(y) = \begin{cases} n_c = 1 & y > 0 \\ n_f = n_s + \Delta n \cdot f\left(\frac{y}{b}\right) & -b \leq y \leq 0 \\ n_s & y < -b \end{cases} \quad (5)$$

El perfil de índice de refracción de salto se puede escribir así:

$$n(y) = \begin{cases} n_c = 1 & y > 0 \\ n_f & -b \leq y \leq 0 \\ n_s & y < -b \end{cases} \quad (6)$$

donde:  $n_s$ ,  $n_f$  y  $n_c$  son los índices de refracción del sustrato, núcleo y cubierta, respectivamente;  $\Delta n$  representa el salto máximo del índice en el núcleo y  $f$  es una función que da cuenta de la variación gradual del índice de refracción en el núcleo, a lo largo de la dirección  $y$ .

Existen diferentes métodos de fabricación físico-químicos. En este grupo caben destacar, por ser los más utilizados: la difusión térmica [3, 4], la implantación iónica [5, 6], la escritura láser [7] o el intercambio iónico o protónico [8]. Por su sencillez, la técnica más utilizada, y que hasta el momento estaba implementada en el laboratorio de Óptica Integrada y Optoelectrónica de la Universidad de Oviedo era el intercambio iónico o protónico.

Para el caso de procesos por deposición, cabe destacar los siguientes métodos de fabricación: sputtering [9], crecimiento epitaxial [10] o el centrifugado (*dip-coating* [11] o *spin-coating* [12]). Debido a su sencillez y a su bajo coste, para el tipo de guías que queremos fabricar durante este trabajo, utilizaremos la técnica de *spin-coating*. Además, esta técnica de deposición permite controlar el espesor de gran variedad de materiales, y está disponible en cualquier lugar con equipo un estándar de litografía.

Este tipo de guías es el que se utilizará en el presente capítulo. En nuestro caso la cubierta será el aire, el núcleo un polímero y el sustrato un vidrio.

- **Guías ópticas canal**

La estructura básica de una guía acanalada se muestra en la Figura 4. Está constituida por un núcleo de índice  $n_f$ , rodeado por uno o más materiales de menor índice de refracción. Su denominación obedece al hecho que el núcleo es un canal de sección rectangular o de sección semicircular.

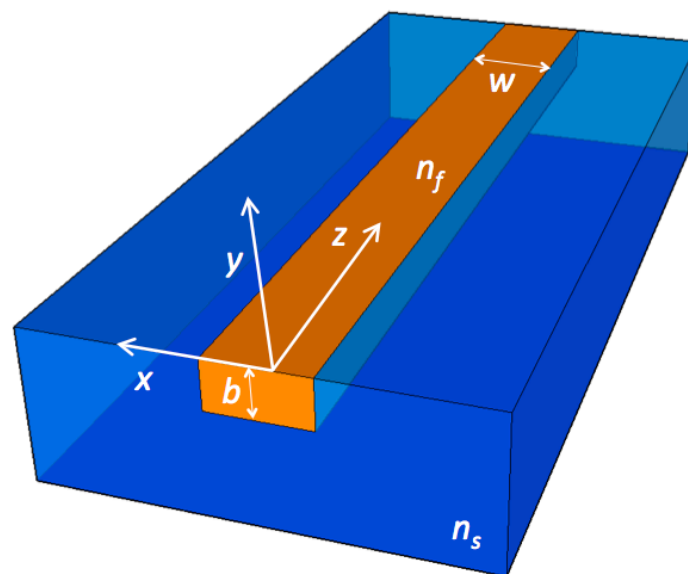


Figura 4. Estructura básica de una guía acanalada con núcleo de sección rectangular.

Este tipo de guías es también conocido como guías 2-D, ya que la luz está confinada en las dos direcciones transversales, y se propaga en la dirección  $z$ . Para el caso de guías ópticas canal de perfil de índice gradual, la función perfil de índice se puede escribir así:

$$n(x, y) = \begin{cases} n_c = 1 & y > 0 \\ n_s + \Delta n f\left(\frac{y}{b}\right) g\left(\frac{x}{w}\right) & -b \leq y \leq 0, -\frac{w}{2} \leq x \leq \frac{w}{2} \\ n_s & y < -b \end{cases} \quad (7)$$

Donde ahora las funciones  $f$  y  $g$  dan cuenta de la variación del índice de refracción en las direcciones  $y$ ,  $x$ , respectivamente.

Este tipo de guías será el que se utilizará en capítulos posteriores.

### 2.2.1.1. Materiales utilizados

La fabricación de dispositivos para microfluídica y óptica integrada requiere utilizar materiales apropiados, así como alguna técnica de procesado que permita su alteración de forma selectiva, con el objetivo de obtener las dimensiones adecuadas y modificar sus propiedades ópticas, fundamentalmente su índice de refracción. Teniendo en cuenta los objetivos de esta investigación, las características principales que debe ofrecer, son: facilidad para el micromecanizado químico y físico así como una baja absorción a las longitudes de onda de interés, para minimizar las pérdidas y aumentar su rendimiento. De este modo, son comúnmente utilizados materiales amorfos como el vidrio [13], la sílice [14], u óxido de aluminio [15]. También, por sus propiedades electroópticas y no lineales que permiten la fabricación de elementos activos, se utilizan determinados cristales como el Niobato de Litio (LiNbO<sub>3</sub>) [16] o el Tantalato de Litio (LiTaO<sub>3</sub>) [17]. Otro grupo de materiales lo constituyen ciertos semiconductores como el Arseniuro de Galio (GaAs), Fosfuro de Galio (GaP), Teluro de Zinc (ZnTe) o Seleniuro de Zinc (ZnSe).

#### 2.2.1.1.1. El vidrio

El material utilizado en esta memoria es el vidrio, debido a sus excelentes propiedades ópticas y a que el laboratorio donde se ha desarrollado este trabajo posee experiencia en el uso de este material y dispone de los medios tecnológicos adecuados para ello. Gracias a la colaboración existente entre el laboratorio de Óptica Integrada y del Laboratorio de Inmonoelectroanálisis de la Universidad de Oviedo, se trabaja desde 2004 en el diseño, fabricación y optimización de microchips de electroforesis capilar. Una parte muy importante de este tipo de dispositivos, es la microfluídica. Se ha desarrollado durante este tiempo una metodología para la fabricación de

microcanales en vidrio, que detallaremos en capítulos posteriores. Las razones de que el vidrio sea uno de los materiales más utilizados residen en su bajo coste, alta transparencia en el rango de longitudes de onda empleadas, rigidez, dureza, fácil mecanizado y versatilidad en cuanto a las posibilidades de adquisición en distintos tamaños, dependiendo de las necesidades del elemento. Durante este capítulo se han utilizado como sustratos para la fabricación de guías ópticas planas dos tipos de vidrios; el soda-lime y el borofloat®33.

- Soda-lime

Es el vidrio más común, utilizado en objetos cotidianos como botellas o ventanas, debido a que presenta una buena transmisión de la luz visible y permanece inalterado ante la presencia de la mayoría de productos químicos. Su utilización en la fabricación de portaobjetos de microscopio proporciona sustratos económicos y con una geometría regular, muy adecuados para su utilización como material de prueba en la fabricación de microcanales y dispositivos ópticos integrados. Se han utilizado durante todo el trabajo portaobjetos de microscopio de la marca Menzel-Glaser [18]. La Figura 5 muestra la composición química del vidrio soda-lime.

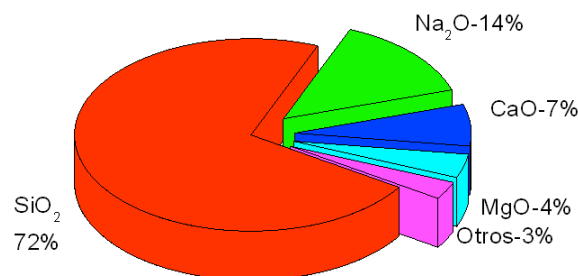


Figura 5. Composición química del vidrio soda-lime de la marca Menzel-Glaser.

Al tratarse de un vidrio comercial, cuyas aplicaciones convencionales no están relacionadas con la óptica integrada, no se disponen de las propiedades ópticas de este material para esta marca específica, aunque si se puede saber que sus características serán similares a las de cualquier otro vidrio soda-lime. Las propiedades más interesantes para nuestras necesidades son la trasmisión óptica y el índice de refracción. La Figura 6 muestra la transmisión óptica del soda-lime en función de la longitud de onda. El índice de refracción calculado por refractometría para este vidrio es 1.512 a  $\lambda = 632.8$  nm.

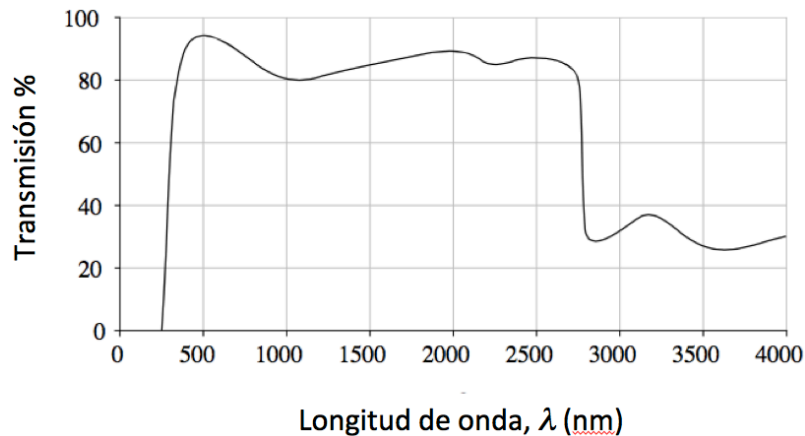


Figura 6. Transmisión óptica típica de un vidrio soda-lime en función de la longitud de onda.

- Borofloat®33

Pertenece a la familia de los borosilicatos, es un material ampliamente utilizado en elementos ópticos de calidad. Durante todo el trabajo se han utilizado vidrios de la marca Schott [19]. Debido a que se fabrica específicamente como material óptico, tanto las características de las muestras de este material, como su composición o su calidad superficial, son más fiables que en el caso del soda-lime, por lo que el borofloat®33 debe ser usado preferiblemente a la hora de fabricar dispositivos finales. La composición química de este tipo de material se puede ver en la Figura 7.

En este caso, al tratarse de un tipo de vidrio que se utiliza específicamente para la fabricación de dispositivos ópticos, se dispone de su curva de transmisión, que se puede ver en la Figura 8. En nuestro caso, trabajaremos con vidrios de un espesor de 1 mm.

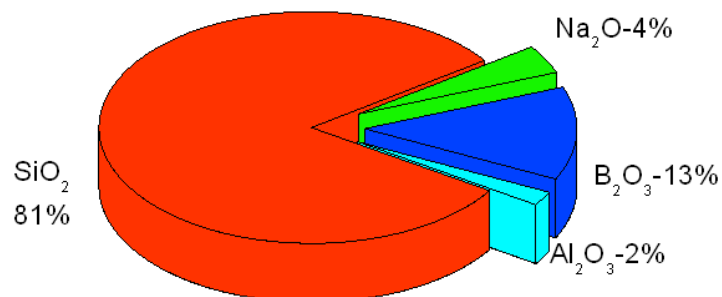


Figura 7. Composición química del vidrio borofloat®33 de la marca Schott.



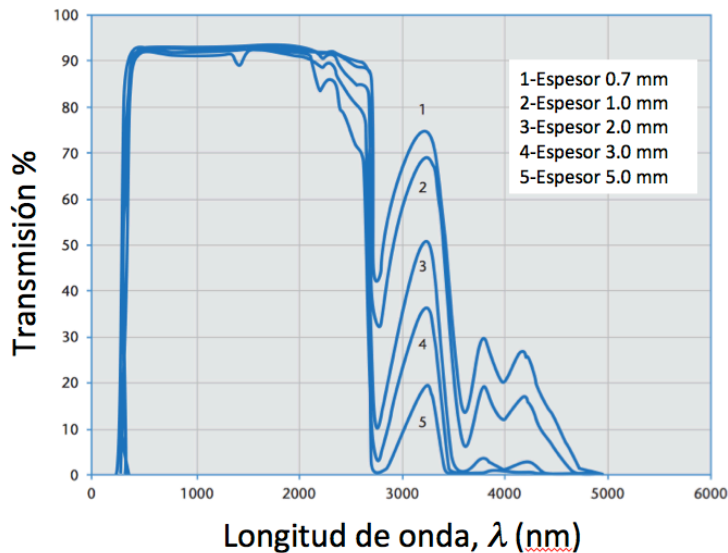


Figura 8. Curva de transmisión del vidrio borofloat®33 de la marca Schott.

El índice de refracción de este tipo de vidrio, evaluado por refractometría, es de 1.470 para  $\lambda=632.8$  nm.

Dependiendo de las necesidades en el diseño y fabricación, se utilizó un tipo de vidrio u otro. El soda-lime es un vidrio muy económico, que se utilizó para realizar los primeros ensayos, y verificar así los diseños y simulaciones. Para corroborar los resultados obtenidos, y obtener los dispositivos finales, se utilizó el borofloat®33, ya que tiene mejores propiedades ópticas.

#### 2.2.1.1.2. Los polímeros

La óptica integrada basada en materiales poliméricos se estudia desde hace más de tres décadas [20,21]. En el ámbito de la óptica integrada, no fue un material que se utilizase demasiado. Los polímeros, en general, tenían grandes pérdidas de propagación y, además, sus propiedades no se mantenían constantes porque no se podía controlar el ambiente de trabajo. Con el paso del tiempo, los avances en los sistemas de fabricación y caracterización, y la mejora del ambiente de trabajo, han ayudado a que los polímeros sean un material con grandes aplicaciones en la microelectrónica, microfluídica y en el ámbito de la óptica integrada. Recientemente, los polímeros se utilizan cada vez más, ya que éste es un material fácilmente manipulable y sobre todo porque el procesado es de bajo coste [22]. Mediante este trabajo, se ha conseguido introducir este tipo de materiales en la fabricación de dispositivos ópticos en el laboratorio.

Los polímeros son materiales formados por moléculas de tamaño gigante. Los polímeros se producen por la unión de cientos de miles de moléculas pequeñas denominadas monómeros que forman enormes cadenas de las formas más diversas. Existen polímeros naturales de gran significación comercial como el algodón, la seda o la lana. Sin embargo, la mayor parte de los polímeros que se usan en nuestra vida diaria son materiales sintéticos con propiedades y aplicaciones variadas. Lo que distingue a los polímeros de los materiales constituidos por moléculas de tamaño normal son sus propiedades mecánicas. En general, los polímeros tienen una excelente resistencia mecánica debido a que las grandes cadenas poliméricas se atraen.

En la actualidad, ya se han fabricado guías ópticas con diferentes polímeros [23,24]. Durante este capítulo, vamos a centrarnos básicamente en dos tipos de polímeros: NOA61 (Norland Optical Adhesive 61) [25] y PMMA (Polimetilmetacrilato) [26]. Se han elegido estos dos polímeros por sus propiedades ópticas y porque son fácilmente manipulables.

Otra de las características esenciales de este tipo de polímeros, es que son resinas epoxi o poliepóxidos; es decir, son un tipo de material que se endurece cuando se mezcla con un agente catalizador. A continuación, se resumen las diferentes propiedades de estos dos polímeros.

- NOA61

El NOA61 es un material que se presenta en formato líquido, y que se consigue endurecer al exponerlo a luz ultravioleta aplicándole una densidad de energía mínima de 3 Julios/cm<sup>2</sup>. En la Figura 9, se muestra una gráfica facilitada por el fabricante del epoxi, donde se representa el índice de refracción en función de la longitud de onda. En nuestro caso, se utilizó un láser en el rojo ( $\lambda = 632.8$  nm) para caracterizar las guías ópticas. En la gráfica se observa que para esa longitud de onda, el fabricante prevé un índice de refracción entorno a 1.557.

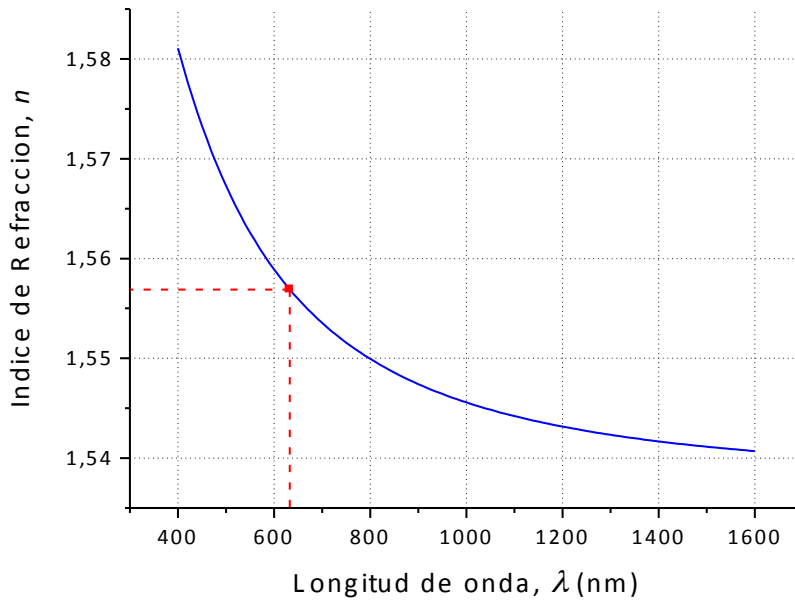


Figura 9. Índice de refracción del NOA61 frente a la longitud de onda.

Para calcular de una manera más precisa el índice de refracción del NOA61, se ha encontrado en la literatura [25] la siguiente ecuación específica para dicho polímero:

$$n_{25^{\circ}\text{C}} = 1.5375 + \frac{8290.45}{\lambda^2} - \frac{2.11046 \cdot 10^8}{\lambda^4} \quad (8)$$

siendo  $\lambda$  la longitud de onda de trabajo en nm.

El proceso de fabricación se realiza dentro de una sala limpia en la que se controla la temperatura y la humedad, siendo 19 °C y 40 %, respectivamente. Con la ayuda de la ecuación (8) se puede calcular el valor del índice de refracción del NOA61 según el fabricante a 25°C. Al existir solamente una diferencia de 6 °C entre el valor facilitado en la literatura y la temperatura de la sala limpia, en un principio se asumió la ecuación (8) como buena aproximación.

Se realizaron los cálculos para la longitud de onda de trabajo ( $\lambda = 632.8$  nm), obteniendo un valor de  $n^{\text{NOA61}} = 1.5568$ . Valor que se aproxima substancialmente al índice de refracción proporcionado por el fabricante. Como se describirá en detalle más adelante, las técnicas de micrograbado orientadas hacia la óptica integrada y a la microfluídica exigen la deposición mecánica por centrifugado y el calentamiento de los

polímeros elegidos. Estas acciones modifican las propiedades físicas de los polímeros; en particular, el índice de refracción se ve especialmente penalizado. Como consecuencia, ha sido necesario diseñar un procedimiento que permitiera conocer con buena exactitud y precisión el verdadero índice de refracción de los polímeros en su fase final; es decir, una vez sometidos a todos los protocolos de fabricación.

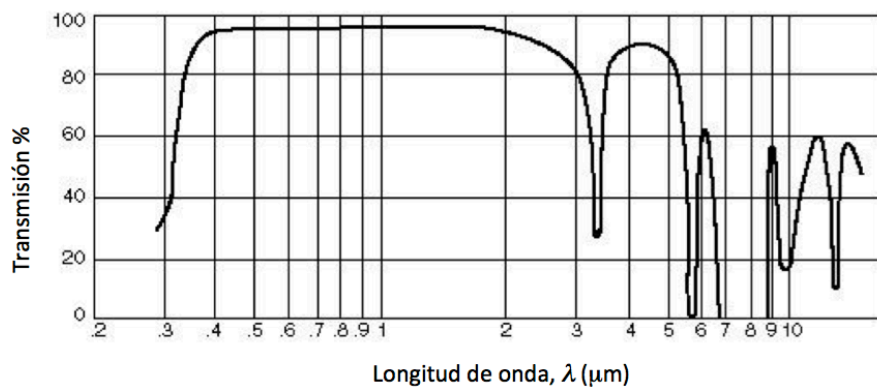


Figura 10. Transmitancia del NOA61 frente a la longitud de onda.

Por último, como se comentó anteriormente, para obtener una buena guía óptica, es importante que el polímero utilizado tenga una buena transmitancia, o lo que es lo mismo, una baja absorción a las longitudes de onda de interés. En la Figura 10, se observa que para la longitud de onda de trabajo ( $\lambda = 632.8 \text{ nm}$ ) se tiene una transmisión del 95 %.

- PMMA

Este tipo de polímero, que se presenta también en formato líquido, puede ser endurecido de diferentes maneras: utilizando *e-beam*, *Deep UV* (DUV) o rayos X, o simplemente aplicándole una temperatura elevada. Es un material muy utilizado en la actualidad [27,23] en el ámbito de la microfluídica y de la óptica integrada. Como se ha comentado en el anterior apartado, las dos propiedades más interesantes para un dispositivo de óptica integrada son el índice de refracción y la transmitancia, que se representan en la Figura 11 y en la Figura 12, respectivamente.

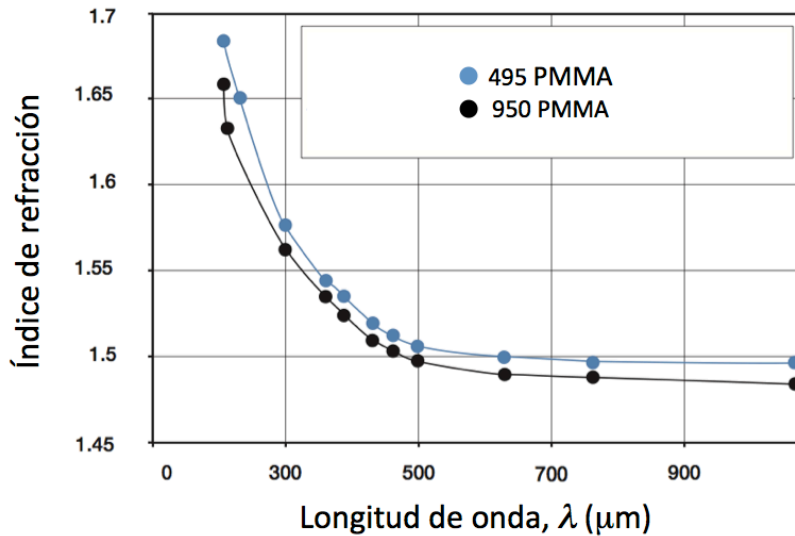


Figura 11. Índice de refracción del 950 PMMA y del 495 PMMA en función de la longitud de onda.

Se trabajó siempre con luz en el visible, y más concretamente utilizando el rojo ( $\lambda = 632.8 \text{ nm}$ ) o colores muy próximos a éste. Como se puede observar en la Figura 11, el PMMA tiene un índice de refracción aproximado de 1.490 para el rojo.

Se puede observar, que este tipo de polímero también tiene una transmitancia en el visible muy elevada, aproximadamente del 90%.

En resumen, los vidrios soda-lime y borofloat<sup>®</sup>33, así como los polímeros NOA61 y PMMA son unas alternativas excelentes como materiales en el ámbito de la óptica integrada y de la microfluídica; en ambas, las técnicas de micrograbado juegan un papel crucial.

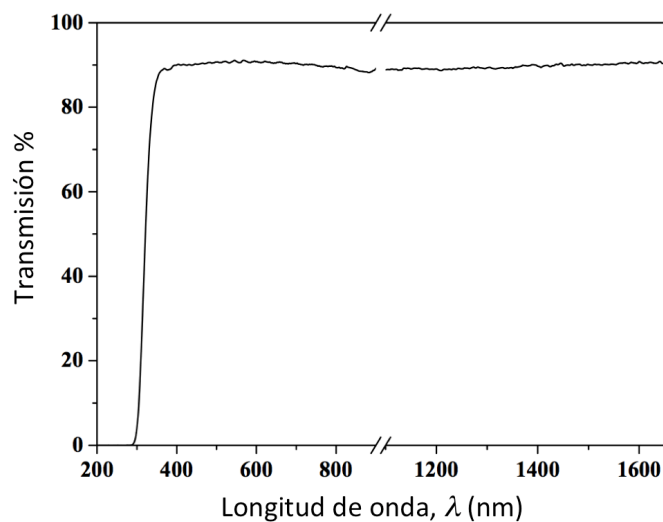


Figura 12. Transmitancia del PMMA en función de la longitud de onda.

## 2.3. La Guía óptica plana polimérica

### 2.3.1. Motivación

La motivación de este trabajo tiene sus raíces en la colaboración existente entre el Laboratorio de Inmuno electroanálisis y del Laboratorio de Óptica Integrada de la Universidad de Oviedo. Como ya se ha justificado, es necesario conocer con la máxima precisión y exactitud el índice de refracción de todos los materiales que se utilizan en las etapas de micrograbado y los que van a conformar los microdispositivos finales. En esta investigación, los vidrios y los polímeros son los materiales de especial interés. En cuanto a los vidrios, no se han encontrado mayores dificultades para determinar el índice de refracción. Técnicas de reflectometría cuasi-normal y refractométricas han proporcionado valores experimentales muy precisos.

Sin embargo, por las razones ya aducidas, la valoración experimental del verdadero índice de refracción de un polímero que ha sido sometido a procesos mecánicos y térmicos no es tarea rutinaria. Por este motivo, se ha desarrollado un método teórico que permite conocer, con muy buena aproximación, el índice de refracción y el espesor de una capa de polímero depositada sobre un sustrato de vidrio, constituyendo una guía óptica plana polimérica. El polímero se convierte así en el núcleo de una guía óptica plana convencional, cuya propagación modal puede ser abordada a partir de un modelo ondulatorio que esté respaldado por un planteamiento teórico riguroso y consistente. La idea gravita en que la metodología diseñada permita extraer el verdadero índice de refracción del polímero y, como dato adicional, el espesor de la capa del polímero depositado; es decir, del núcleo de la guía óptica plana polimérica.

A continuación se describe en detalle el método teórico que se ha diseñado al efecto y cuya formulación ondulatoria se apoya en las familias de modos LSM (*Longitudinal Section Magnetic*) y LSE (*Longitudinal Section Electric*). El procedimiento se puede aplicar al caso de guías ópticas planas monomodo y multimodo y solo requiere la evaluación experimental de los índices efectivos de los modos guiados.

### 2.3.2. Modelización electromagnética

Las guías ópticas acanaladas (2-D), propagan modos híbridos (con 6 componentes del campo electromagnético) [28,29,30,31,32,33,34]. Cuando una de las componentes transversales del campo eléctrico domina sobre las demás, de forma que puede considerarse componente fundamental, dichos modos se pueden clasificar en modos  $E^x_{pq}$  y modos  $E^y_{pq}$  si la componente fundamental del campo eléctrico tiene la dirección x o la dirección y, respectivamente. Si además, una de las componentes de campo es despreciable frente a las restantes, los modos  $E^x_{pq}$  y  $E^y_{pq}$  se pueden asimilar a las familias de modos designadas como LSE/LSM (con 5 componentes del campo electromagnético), las cuales permiten modelizar la propagación electromagnética en guías metálicas parcialmente llenas con dieléctricos [35,36,37] [38,39,40,41,42]. Las guías dieléctricas slab y las guías ópticas planas (1-D) propagan modos TE (*Transverse Electric*)/TM (*Transverse Magnetic*), que poseen una componente fundamental de campo eléctrico. El hecho de que ambos tipos de modos LSE/LSM y TE/TM posean una componente fundamental de campo eléctrico permite analizar la propagación electromagnética de guías dieléctricas slab y guías ópticas planas utilizando la formulación LSM/LSE [41,42,43]. Además, como nuestra región de interés no posee fuentes, las ecuaciones de Maxwell  $\text{div}\mathbf{E}=0$  y  $\text{div}\mathbf{H}=0$  permiten calcular los campos  $\mathbf{E}$  y  $\mathbf{H}$  a partir de los potenciales vector de Hertz [35,40,41,44].

Si se aplica esta estrategia al estudio de los modos guiados por guías dieléctricas slab y guías ópticas planas (1-D), se pueden obtener los modos LSM eligiendo un potencial vector eléctrico, perpendicular a las interfases sustrato-región de guiado-cubierta. En este caso, las dos componentes del campo magnético yacen en un plano perpendicular a la dirección del potencial vector, siendo nula la componente de campo magnético en esa dirección. Para los modos LSE se pueden aplicar las mismas consideraciones, pero utilizando un potencial vector magnético perpendicular a las interfases.

Para el caso de guías ópticas planas con perfil de índice de salto, la geometría transversal que condiciona la propagación del campo electromagnético se muestra en la Figura 13, donde  $n_s$ ,  $n_f$  y  $n_c$  representan los índices de refracción del sustrato, del polímero en la región de guiado y de la cubierta, respectivamente. Las coordenadas x e

y son transversales a la dirección de propagación  $z$ . La condición de modos guiados exige que se verifique la relación  $n_c < n_s < n_f$ .

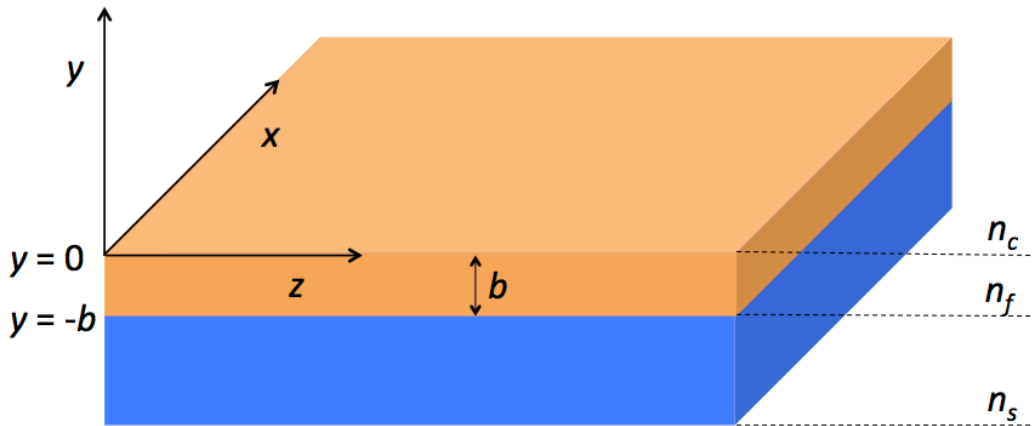


Figura 13. Estructura básica de una guía óptica plana.

Puesto que estamos interesados en guías ópticas planas asimétricas fabricadas mediante la deposición de polímeros sobre vidrio, el índice de refracción,  $n_f$ , en la región de guiado es constante. Además, puesto que la cubierta será aire, se tomará de aquí en adelante  $n_c=1$ .

### 2.3.2.1. Modos LSM

Para el caso de los modos  $E_{pq}^y(\text{LSM})$ , y de acuerdo con el sistema de coordenadas mostrado en la Figura 13, se pueden expresar las componentes del campo electromagnético a partir de un potencial vector de Hertz de tipo eléctrico,  $\vec{M}_e$ , cuya dependencia con las tres coordenadas espaciales se puede escribir en la forma:

$$\vec{M}_e = \phi^e(x, y)e^{-\gamma z}\vec{a}_y \quad (9)$$

donde  $\gamma$  representa la constante de propagación en la dirección  $z$  y escribimos en la forma:

$$\gamma = \alpha + jk_z \quad (10)$$

siendo  $\alpha$  la constante de atenuación y  $k_z$  la constante de fase en la dirección  $z$ .

El potencial vector  $\vec{M}_e$  cumple la ecuación general [45]:

$$\nabla^2 \vec{M}_e + n^2 k_0^2 \vec{M}_e - \phi \vec{\nabla} n^2 = 0 \quad (11)$$



donde  $k_0(=2\pi/\lambda_0)$  representa la constante de fase en el espacio libre y  $\varphi$  es una función escalar. La ecuación (11) se verifica en cada una de las tres regiones de la sección transversal de la guía óptica plana. Por otra parte, como estamos interesados en guías ópticas planas, (1-D), la función perfil de índice,  $n=n(x,y)$ , solo depende de la coordenada perpendicular,  $y$ , con lo que se escribe  $n=n(y)$ . Además, para guías ópticas con perfil de índice de salto, como es el caso, el sustrato y la región de guiado son homogéneas con respecto al índice de refracción, lo que permite escribir  $\vec{\nabla}n^2 = 0$  en cada una de las regiones. Como consecuencia, la ecuación (11) se puede escribir así:

$$\nabla^2 \vec{M}_e + n^2 k_0^2 \vec{M}_e = 0 \quad (12)$$

Sustituyendo en la ecuación (12) la expresión de  $\vec{M}_e$  propuesta en la ecuación (9), suponiendo guías sin pérdidas ( $\alpha=0$ ), derivando dos veces respecto de  $z$  y eliminando la exponencial  $e^{-jk_z}$ , obtenemos:

$$\nabla_t^2 \varphi^e(x, y) + (n^2 k_0^2 - k_z^2) \varphi^e(x, y) = 0 \quad (13)$$

donde  $\nabla_t^2$  representa la componente transversal de la laplaciana.

Puesto que las tres regiones transversales se pueden considerar infinitas en la dirección  $x$ , el potencial  $\varphi^e$  solo variará con la coordenada  $y$ , al igual que sucedía con el índice de refracción. Como consecuencia, la ecuación (13) se puede reescribir así:

$$\nabla_t^2 \varphi^e(y) + (n^2 k_0^2 - k_z^2) \varphi^e(y) = 0 \quad (14)$$

Definiendo  $k_p^2 = n^2 k_0^2 - k_z^2$ , la ecuación (14) toma la forma:

$$\nabla_t^2 \varphi^e(y) + k_p^2 \varphi^e(y) = 0 \quad (15)$$

La condición  $n_c < n_s < n_f$ , permite suponer una mayor concentración de la energía electromagnética en la región de guiado ( $n=n_f$ ); por lo tanto, parece adecuado asignar una propagación o distribución senoidal de la energía en dicha región y suponer distribuciones exponenciales decrecientes en el sustrato y en la cubierta.

Con estas consideraciones, se asignó a la ecuación diferencial (14) las siguientes soluciones para el potencial  $\varphi^e(y)$  [45]:

$$\phi^e(y) = \begin{cases} A e^{-\eta_0 y} & y \geq 0 \\ B \cos k_y y + C \sin k_y y & -b \leq y \leq 0 \\ D e^{\eta_1(y+b)} & y \leq -b \end{cases} \quad (16)$$

Donde los parámetros  $\eta_0$ ,  $k_y$ ,  $\eta_1$  son las constantes de propagación transversales en los respectivos medios: aire, región de guiado y sustrato, verificándose:

$$k_p = \begin{cases} \eta_0 & y \geq 0 \\ k_y & -b \leq y \leq 0 \\ \eta_1 & y \leq -b \end{cases} \quad (17)$$

Siendo  $\eta_1$  real o imaginario puro, mientras que  $k_y$  y  $\eta_0$  son siempre reales.

Sustituyendo las soluciones de la ecuación (16) en la ecuación diferencial (14) se obtienen las relaciones que verifican los índices de refracción y las constantes de propagación en cada una de las regiones:

$$\text{En la región } y \leq -b \text{ se obtiene: } (\eta_1^2 + n_s^2 k_0^2 - k_z^2) \phi^e(y) = 0$$

de donde:

$$k_z^2 = n_s^2 k_0^2 + \eta_1^2 \quad (18)$$

$$\text{En la región } -b \leq y \leq 0 \text{ se obtiene: } (-k_y^2 + n_f^2 k_0^2 - k_z^2) \phi^e(y) = 0$$

de donde:

$$k_z^2 = n_f^2 k_0^2 - k_y^2 \quad (19)$$

$$\text{En la región } y \geq 0 \text{ se obtiene: } (\eta_0^2 + k_0^2 - k_z^2) \phi^e(y) = 0$$

de donde:

$$k_z^2 = k_0^2 + \eta_0^2 \quad (20)$$

Por lo tanto, se pueden escribir las siguientes relaciones entre los índices de refracción, las constantes de propagación transversales y la constante de fase en la dirección de propagación z:

$$k_z^2 = n_s^2 k_0^2 + \eta_1^2 = n_f^2 k_0^2 - k_y^2 = k_0^2 + \eta_0^2 = n_{eff}^2 k_0^2 \quad (21)$$

donde  $n_{eff}$  representa el índice de refracción efectivo que experimenta el campo electromagnético del modo guiado en su propagación en la dirección  $z$ .

Con el objeto de calcular las constantes  $A$ ,  $B$ ,  $C$  y  $D$  de la solución asignada a  $\varnothing^e(y)$ , aplicaremos las condiciones de contorno a las componentes del campo electromagnético que son tangenciales a las interfases. Para el caso de los modos  $E_{pq}^y$  (LSM), dichas componentes son  $E_z$  y  $H_x$  y vienen dadas por las expresiones:

$$E_z = -j \frac{k_z}{n^2} \frac{\partial \varnothing^e(y)}{\partial y} = \begin{cases} +jk_z \eta_0 A e^{-\eta_0 y} & y \geq 0 \\ -j \frac{k_z}{n_f^2} k_y (-B \sin k_y y + C \cos k_y y) & -b \leq y \leq 0 \\ -j \frac{k_z}{n_s^2} \eta_1 D e^{\eta_1 (y+b)} & y \leq -b \end{cases} \quad (22)$$

$$H_x = -\omega \varepsilon_0 k_z \varnothing^e(y) = \begin{cases} -\omega \varepsilon_0 k_z A e^{-\eta_0 y} & y \geq 0 \\ -\omega \varepsilon_0 k_z (B \cos k_y y + C \sin k_y y) & -b \leq y \leq 0 \\ -\omega \varepsilon_0 k_z D e^{\eta_1 (y+b)} & y \leq -b \end{cases} \quad (23)$$

Aplicando la continuidad de las componentes  $E_z$  y  $H_x$  en  $y=0$  y en  $y=-b$ , se obtiene:

**En  $y=0$ :**

$$\text{Continuidad de } H_x: -\omega \varepsilon_0 k_z A = -\omega \varepsilon_0 k_z B \Rightarrow A = B \quad (24)$$

$$\text{Continuidad de } E_z: +jk_z \eta_0 A = -j \frac{k_z}{n_f^2} k_y C \Rightarrow C = -\frac{\eta_0 n_f^2}{k_y} A \quad (25)$$

**En  $y=-b$ :**

$$\begin{aligned} \text{Continuidad de } H_x: -\omega \varepsilon_0 k_z (B \cos k_y b - C \sin k_y b) = \\ = -\omega \varepsilon_0 k_z D \Rightarrow D = B \cos k_y b - C \sin k_y b \end{aligned} \quad (26)$$

$$\begin{aligned}
\text{Continuidad de } E_z : -j \frac{k_z}{n_f^2} k_y (+B \sin k_y b + C \cos k_y b) &= \\
= -j \frac{k_z}{n_s^2} \eta_1 D \Rightarrow D &= \frac{k_y n_s^2}{n_f^2 \eta_1} (B \sin k_y b + C \cos k_y b)
\end{aligned} \tag{27}$$

A partir de las ecuaciones (24)-(26) se pueden expresar todas las constantes en función de A:

$$B = A \tag{28}$$

$$C = -\frac{\eta_0 n_f^2}{k_y} A \tag{29}$$

$$D = A \left( \cos k_y b + \frac{\eta_0 n_f^2}{k_y} \sin k_y b \right) \tag{30}$$

Reescribiendo  $E_z$  con las nuevas constantes:

$$\begin{aligned}
E_z &= -j \frac{k_z}{n^2} \frac{\partial \phi^e(y)}{\partial y} \\
&= \begin{cases} j k_z \eta_0 A e^{-\eta_0 y} & y \geq 0 \\ j \frac{k_z}{n_f^2} k_y A \left( \sin k_y y + \frac{\eta_0 n_f^2}{k_y} \cos k_y y \right) & -b \leq y \leq 0 \\ -j \frac{k_z}{n_s^2} \eta_1 A \left( \cos k_y b + \frac{\eta_0 n_f^2}{k_y} \sin k_y b \right) e^{\eta_1 (y+b)} & y \leq -b \end{cases}
\end{aligned} \tag{31}$$

Acudiendo a la continuidad para  $E_z$  en  $y=-b$  y utilizando las ecuaciones (28)-(30), se obtiene:

$$\begin{aligned}
j \frac{k_z}{n_f^2} k_y A \left( -\sin k_y b + \frac{\eta_0 n_f^2}{k_y} \cos k_y b \right) &= \\
= -j \frac{k_z}{n_s^2} \eta_1 A \left( \cos k_y b + \frac{\eta_0 n_f^2}{k_y} \sin k_y b \right)
\end{aligned} \tag{32}$$

La ecuación (32) se transforma fácilmente en la relación:

$$\eta_0 \cos k_y b - \frac{k_y}{n_f^2} \sin k_y b = -\frac{\eta_1}{n_s^2} \cos k_y b - \frac{\eta_0 \eta_1 n_f^2}{n_s^2 k_y} \sin k_y b \tag{33}$$

Lo que permite escribir la ecuación característica para modos LSM, en la forma:

$$\eta_0 \cos k_y b - \frac{k_y}{n_f^2} \sin k_y b + \frac{\eta_1}{n_s^2} \cos k_y b + \frac{\eta_0 \eta_1 n_f^2}{n_s^2 k_y} \sin k_y b = 0 \quad (34)$$

Con el objeto de obtener la expresión analítica que proporciona el espesor,  $b$ , de la capa guiante, la ecuación (34) se puede expresar así:

$$\left( \eta_0 + \frac{\eta_1}{n_s^2} \right) \cos k_y b = \left( \frac{k_y}{n_f^2} - \frac{\eta_0 \eta_1 n_f^2}{n_s^2 k_y} \right) \sin k_y b \quad (35)$$

o lo que es lo mismo:

$$\tan b k_y = \frac{(\eta_0 n_s^2 + \eta_1) n_f^2 k_y}{n_s^2 k_y^2 - \eta_0 \eta_1 n_f^4} \quad (36)$$

Puesto que la función tangente es una función periódica, de período  $\pi$ , podemos escribir la ecuación (36) en la forma:

$$\tan(b k_y \pm m \pi) = \frac{(\eta_0 n_s^2 + \eta_1) n_f^2 k_y}{n_s^2 k_y^2 - \eta_0 \eta_1 n_f^4} \text{ siendo } m \in \mathbb{N} \quad (37)$$

lo que permite obtener la *expresión analítica* para el espesor,  $b$ , de la región de guiado:

$$b = \frac{\tan^{-1} \frac{(\eta_0 n_s^2 + \eta_1) n_f^2 k_y}{n_s^2 k_y^2 - \eta_0 \eta_1 n_f^4}}{k_y} \pm \frac{m \pi}{k_y} \quad (38)$$

Puesto que la ecuación (38) se verifica para cada modo guiado  $i$ -ésimo ( $i=1,2,3,\dots$ ) perteneciente a la familia LSM, su aspecto general es el siguiente:

$$b = \frac{\tan^{-1} \frac{(\eta_{0i} n_s^2 + \eta_{1i}) n_f^2 k_{yi}}{n_s^2 k_{yi}^2 - \eta_{0i} \eta_{1i} n_f^4}}{k_{yi}} \pm \frac{m \pi}{k_{yi}} \quad (39)$$

donde  $n_s$  es el índice de refracción del sustrato, siendo éste conocido, mientras que las constantes de propagación transversales,  $\eta_{1i}$  y  $\eta_{0i}$ , para cada modo guiado  $i$ -ésimo, se pueden calcular directamente a partir del índice efectivo medido,  $n_{effi}$ ,

utilizando la ecuación (21). Así pues, las incógnitas a determinar son: la constante de propagación transversal de cada modo guiado  $i$ -ésimo,  $k_{yi}$ , el índice de refracción de la guía,  $n_f$ , y el espesor de la misma,  $b$ .

La ecuación (21) relaciona cada uno de los valores de  $k_{yi}$  con el índice efectivo,  $n_{effi}$ , de cada modo guiado  $i$  perteneciente a la familia LSM, resultando:

$$n_{effi}^2 = n_f^2 - \frac{k_{yi}^2}{k_0^2} \quad (40)$$

En nuestro caso, el objetivo consiste en determinar el índice de refracción,  $n_f$ , y el espesor,  $b$ , de la región de guiado a partir de los valores experimentales de los índices efectivos de los modos guiados,  $n_{effi}$ . La estrategia que se presenta en este trabajo pretende ser aplicable a guías monomodo y multimodo.

Una vez que se han evaluado experimentalmente los índices efectivos,  $n_{effi}$ , de los  $i$  modos guiados, se comienza eligiendo el modo fundamental ( $i=1$ ). Para generalizar la notación, se denota con el subíndice  $i$  a cualquier modo guiado  $i$ -ésimo, incluyendo el modo fundamental. Notar también que, para cada modo guiado  $i$ -ésimo, las incógnitas son:  $k_{yi}$ ,  $n_f$  y  $b$ .

#### 2.3.2.1.1. Guías monomodo

En este caso, la guía solo propaga el modo fundamental, con lo que ( $i=1$ ). Se denota como  $n_{eff1}$  el índice efectivo experimental. En este caso, la ecuación (21), aplicada al modo fundamental, se convierte en:

$$k_{z1}^2 = n_s^2 k_0^2 + \eta_{11}^2 = n_f^2 k_0^2 - k_{y1}^2 = k_0^2 + \eta_{01}^2 = n_{eff1}^2 k_0^2 \quad (41)$$

donde el subíndice 1 sirve para identificar dicho modo.

A su vez, la ecuación característica (34) toma la forma:

$$\eta_{01} \cos k_{y1} b - \frac{k_{y1}}{n_f^2} \sin k_{y1} b + \frac{\eta_{11}}{n_s^2} \cos k_{y1} b + \frac{\eta_{01} \eta_{11} n_f^2}{n_s^2 k_{y1}} \sin k_{y1} b = 0 \quad (42)$$

y la expresión analítica para  $b$  se convierte en:

$$b = \frac{\tan^{-1} \frac{(\eta_{01}n_s^2 + \eta_{11})n_f^2 k_{y1}}{n_s^2 k_{y1}^2 - \eta_{01}\eta_{11}n_f^4}}{k_{y1}} \pm \frac{m\pi}{k_{y1}} \quad (43)$$

A partir de la ecuación (41), y puesto  $n_{eff1}$ ,  $n_s$  y la longitud de onda experimental,  $\lambda_0$ , son conocidas, se pueden obtener la constante de fase,  $k_{z1}$ , en la dirección de propagación  $z$  y las constantes de propagación transversales,  $\eta_{11}$  y  $\eta_{01}$ , en el substrato y cubierta, respectivamente, siguiendo la dirección  $y$ . Así pues, las únicas incógnitas de la ecuación (42) o, lo que es lo mismo, de la ecuación (43) son:  $k_{y1}$ ,  $n_f$  y  $b$ .

Los valores buscados de  $k_{y1}$ ,  $n_f$  y  $b$  se obtendrán resolviendo la ecuación característica (42), o su equivalente dado por la ecuación (43). Para ello, recordemos que la ecuación (41) relaciona  $k_{y1}$ ,  $n_f$  y  $n_{eff1}$ , pudiendo escribirse así:

$$k_{y1} = \left( \sqrt{n_f^2 - n_{eff1}^2} \right) k_0 \quad (44)$$

Sustituyendo (44) en la ecuación (43) se obtiene la nueva expresión analítica de  $b$ , de forma que  $b = f(n_f, n_s, n_{eff1}, \lambda)$ , siendo todos los parámetros conocidos a excepción de  $n_f$ .

$$b = \frac{\tan^{-1} \frac{(n_s^2 \sqrt{n_{eff1}^2 - 1} + \sqrt{n_{eff1}^2 - n_s^2}) n_f^2 \sqrt{n_f^2 - n_{eff1}^2}}{n_s^2 (n_f^2 - n_{eff1}^2) - n_f^4 \sqrt{n_{eff1}^2 - 1} \sqrt{n_{eff1}^2 - n_s^2}}}{\frac{2\pi}{\lambda_0} \sqrt{n_f^2 - n_{eff1}^2}} \pm \frac{m\pi}{\frac{2\pi}{\lambda_0} \sqrt{n_f^2 - n_{eff1}^2}} \quad (45)$$

Para encontrar las soluciones de las ecuaciones equivalentes (42) y (45) se puede establecer un proceso iterativo consistente en ir asignando valores a  $n_f$  mediante incrementos sucesivos,  $\Delta n$ . Puesto que  $k_y$  es real, para que exista un modo de propagación ha de verificarse que  $n_f > n_{eff1}$ , por lo que  $n_{eff1}$  se constituye en límite inferior de  $n_f$ . Por lo tanto, podemos expresar  $n_f$  en la forma:

$$n_f = n_{eff1} + \sum_m \Delta n \quad (46)$$

donde el sumatorio en  $m$  simboliza los incrementos sucesivos,  $\Delta n$ , del índice efectivo.

La ecuación (46) se utilizará en el proceso iterativo para resolver las ecuaciones (42) y (45). También debe verificarse que  $n_s < n_{eff1}$ , por lo que el incremento de índice,  $\Delta n$ , se puede calcular a partir de la expresión:

$$\Delta n = (n_{eff1} - n_s)/N \quad (47)$$

donde  $N$  es un número entero que permite fijar la precisión del cálculo.

Para resolver las ecuaciones (42) y (45) se comienza asignando un valor a  $N$  en la ecuación (47), lo que permite fijar el incremento de índice,  $\Delta n$ . El proceso secuencial se ejecuta de forma que, para cada iteración  $m$ , se asigna un valor  $n_f = n_{eff1} + \sum_m \Delta n$ . Dicho valor se sustituye en la ecuación (42) y/o (45) para obtener la solución correspondiente de  $b$ . El cálculo se repite de forma iterativa, incrementando  $n_f$ , en cada iteración  $m$ , en la cantidad  $\Delta n$  y calculando el nuevo valor correspondiente de  $b$ . En cada iteración, el valor de  $b$  así obtenido es una solución posible pero no la solución definitiva. Cuando se detenga el proceso de cálculo, se habrá obtenido una serie de pares  $(n_{fm}, b_m)$ , de forma que cada par  $m$  permite la propagación del único modo guiado LSM de índice efectivo  $n_{eff1}$ .

Puesto que la guía óptica es monomodo para las familias LSM y LSE, se puede aplicar el mismo procedimiento para el único modo LSE, cuyo índice efectivo se ha evaluado experimentalmente. Utilizando un potencial de naturaleza magnética, y acudiendo a la formulación de campos para modos LSE, se procede de forma análoga para obtener la ecuación característica correspondiente a los modos LSE y la expresión analítica del espesor,  $b$ , de la guía óptica. Aplicando el mismo proceso iterativo, se obtiene otra serie de pares de soluciones  $(n_{fm}, b_m)$ , cada una de las cuales permite la propagación del único modo LSE, con el mismo índice efectivo. La intersección de las dos series  $(n_{fm}, b_m)_{LSM, LSE}$  permite obtener el par  $(n_{fm}, b_m)$  que constituye la verdadera solución.



Notemos que el algoritmo solo necesita los siguientes parámetros para el cálculo: índice de refracción del sustrato,  $n_s$ ; índice efectivo,  $n_{eff1}$  (LSM y LSE); valor de  $N$  y longitud de onda,  $\lambda_0$ .

### 2.3.2.1.2. Guías multimodo

En este caso, supondremos la existencia de  $r$  modos guiados,  $i=1,2,3, \dots, r$ , cuyos índices efectivos,  $n_{effi}$ , se han determinado experimentalmente. La ecuación característica (34) para modos LSM se verifica para cada uno de los modos guiados por lo que adopta la forma siguiente:

$$\eta_{0i} \cos k_{yi}b - \frac{k_{yi}}{n_f^2} \sin k_{yi}b + \frac{\eta_{1i}}{n_s^2} \cos k_{yi}b + \frac{\eta_{0i}\eta_{1i}n_f^2}{n_s^2 k_{yi}} \sin k_{yi}b = 0 \quad (48)$$

Acudiendo de nuevo a la ecuación (21), y puesto que  $n_{effi}$ ,  $n_s$  y la longitud de onda experimental,  $\lambda_0$ , son conocidas, se pueden obtener la constante de fase,  $k_{zi}$ , en la dirección de propagación  $z$  y las constantes de propagación transversales,  $\eta_{1i}$  y  $\eta_{0i}$ , en el sustrato y cubierta, respectivamente, para cada modo guiado  $i$ -ésimo. Por ello, las únicas incógnitas de la ecuación (45) son:  $k_{yi}$ ,  $n_f$  y  $b$ . Además, la ecuación (21) permite expresar la constante de propagación transversal para cada modo  $i$ -ésimo,  $k_{yi}$ , en función del índice de refracción desconocido  $n_f$ , según la expresión:

$$k_{yi} = \sqrt{(n_f^2 - n_{effi}^2)}k_0 \quad (49)$$

Sustituyendo la expresión de  $k_{yi}$  en la ecuación (48), se obtiene una *ecuación característica* con dos incógnitas,  $n_f$  y  $b$ , para cada modo guiado  $i$ -ésimo. Dicha ecuación tiene el siguiente aspecto:

$$\begin{aligned} & \eta_{0i} \cos \left[ \sqrt{(n_f^2 - n_{effi}^2)}k_0 b \right] - \frac{\sqrt{(n_f^2 - n_{effi}^2)}k_0}{n_f^2} \sin \left[ \sqrt{(n_f^2 - n_{effi}^2)}k_0 b \right] + \\ & + \frac{\eta_{1i}}{n_s^2} \cos \left[ \sqrt{(n_f^2 - n_{effi}^2)}k_0 b \right] + \frac{\eta_{0i}\eta_{1i}n_f^2}{n_s^2 \left[ \sqrt{(n_f^2 - n_{effi}^2)}k_0 \right]} \sin \left[ \sqrt{(n_f^2 - n_{effi}^2)}k_0 b \right] = 0 \end{aligned} \quad (50)$$

Puesto que disponemos de  $r$  modos guiados, se obtiene un sistema de  $r$  ecuaciones características, idénticas a la ecuación (50), con dos incógnitas. De esta

forma, el problema es resoluble analíticamente, siendo  $n_f$  y  $b$  las dos incógnitas a determinar. La ecuación (50) puede ser resuelta por el método de la bisección.

Evidentemente, se pueden plantear varios sistemas de dos ecuaciones tomando pares de valores cualesquiera de los índices efectivos evaluados experimentalmente. Así pues, se necesitan solamente dos modos guiados para poder aplicar este algoritmo.

### 2.3.2.2. Modos LSE

Para el caso de los modos  $E_{pq}^x$  (LSE), y de acuerdo con el sistema de coordenadas mostrado en la Figura 13, podemos expresar las componentes del campo electromagnético a partir de un potencial vector de Hertz de tipo magnético,  $\vec{M}_h$ , cuya dependencia con las tres coordenadas espaciales se puede escribir en la forma:

$$\vec{M}_h = \phi^h(x, y) e^{-\gamma z} \vec{a}_y \quad (51)$$

El potencial vector  $\vec{M}_h$  cumple la ecuación general:

$$\nabla^2 \vec{M}_h + n^2 k_0^2 \vec{M}_h - \phi \vec{\nabla} n^2 = 0 \quad (52)$$

Operando de una manera análoga a la empleada para los modos LSM en el apartado 2.3.2.1, podremos solucionar la ecuación (52) teniendo en cuenta que  $\phi^h(y)$  es el potencial magnético y se le pueden asignar las siguientes soluciones:

$$\phi^h(y) = \begin{cases} A' e^{-\eta_0 y} & y \geq 0 \\ B' \cos k_y y + C' \sin k_y y & -b \leq y \leq 0 \\ D' e^{\eta_1(y+b)} & y \leq -b \end{cases} \quad (53)$$

Con el objeto de calcular las constantes  $A'$ ,  $B'$ ,  $C'$  y  $D'$  de la solución asignada a  $\phi^h(y)$ , aplicaremos las condiciones de contorno a las componentes del campo electromagnético que son tangenciales a las interfases. Para el caso de los modos  $E_{pq}^x$  (LSE), dichas componentes son  $E_x$  y  $H_z$  y vienen dadas por las expresiones [35]:

$$E_x = \omega \mu_0 k_z \phi^h = \begin{cases} \omega \mu_0 k_z A' e^{-\eta_0 y} & y \geq 0 \\ \omega \mu_0 k_z (B' \cos k_y y + C' \sin k_y y) & -b \leq y \leq 0 \\ \omega \mu_0 k_z D' e^{\eta_1(y+b)} & y \leq -b \end{cases} \quad (54)$$

$$H_z = -jk_z \frac{\partial \phi^h}{\partial y} = \begin{cases} +jk_z \eta_0 A' e^{-\eta_0 y} & y \geq 0 \\ -jk_z k_y (C' \cos k_y y - B' \sin k_y y) & -b \leq y \leq 0 \\ -jk_z \eta_1 D' e^{\eta_1 (y+b)} & y \leq -b \end{cases} \quad (55)$$

Aplicando la continuidad de las componentes  $E_x$  y  $H_z$  en  $y=0$  y en  $y=-b$ , obtenemos:

**En  $y=0$ :**

$$\text{Continuidad de } E_x: jk_z \eta_0 A' = -jk_z k_y C' \Rightarrow C' = -\frac{\eta_0}{k_y} A' \quad (56)$$

$$\text{Continuidad de } H_z: jk_z \eta_0 A' = -jk_z k_y C' \Rightarrow C' = -\frac{\eta_0}{k_y} A' \quad (57)$$

**En  $y=-b$ :**

Continuidad de  $E_x$ :

$$\begin{aligned} \omega \mu_0 k_z (B' \cos k_y b - C' \sin k_y b) \\ = \omega \mu_0 k_z D' \Rightarrow \end{aligned} \quad (58)$$

$$\Rightarrow D' = B' \cos k_y b - C' \sin k_y b$$

$$\begin{aligned} \text{Continuidad de } H_z: -jk_z k_y (C' \cos k_y b + B' \sin k_y b) = \\ jk_z \eta_1 D' \Rightarrow \end{aligned} \quad (59)$$

$$\Rightarrow D' = \frac{k_y}{\eta_1} (B' \sin k_y b + C' \cos k_y b)$$

A partir de las ecuaciones (56)-(58) se pueden expresar todas las constantes en función de  $A'$ :

$$B' = A' \quad (60)$$

$$C' = -\frac{\eta_0}{k_y} A' \quad (61)$$

$$D' = A' \left( \cos k_y b + \frac{\eta_0}{k_y} \sin k_y b \right) \quad (62)$$

Reescribimos  $H_z$  con las nuevas constantes:

$$H_z = -jk_z \frac{\partial \phi^h}{\partial y} = \begin{cases} jk_z \eta_0 A' e^{-\eta_0 y} & y \geq 0 \\ jk_z k_y A' \left( \frac{\eta_0}{k_y} \cos k_y y + \sin k_y y \right) & -b \leq y \leq 0 \\ -jk_z \eta_1 A' \left( \cos k_y b + \frac{\eta_0}{k_y} \sin k_y b \right) e^{\eta_1 (y+b)} & y \leq -b \end{cases} \quad (63)$$

Acudiendo a la continuidad para  $H_z$  en  $y=-b$  y utilizando las ecuaciones (60)-(62), obtenemos:

$$jk_z k_y A \left( \frac{\eta_0}{k_y} \cos k_y b - \sin k_y b \right) = -jk_z \eta_1 A \left( \cos k_y b + \frac{\eta_0}{k_y} \sin k_y b \right) \quad (64)$$

La ecuación (64) se transforma fácilmente en la relación:

$$k_y \left( \frac{\eta_0}{k_y} \cos k_y b - \sin k_y b \right) = -\eta_1 \left( \cos k_y b + \frac{\eta_0}{k_y} \sin k_y b \right) \quad (65)$$

Lo que permite escribir la *ecuación característica* para modos LSM, en la forma:

$$\eta_1 \cos k_y b + \frac{\eta_0 \eta_1}{k_y} \sin k_y b + \eta_0 \cos k_y b - k_y \sin k_y b = 0 \quad (66)$$

Con el objeto de obtener la expresión analítica que proporciona el espesor,  $b$ , de la capa guiante, la ecuación (66) se puede expresar así:

$$(\eta_0 + \eta_1) \cos k_y b = \left( k_y - \frac{\eta_0 \eta_1}{k_y} \right) \sin k_y b \quad (67)$$

lo que permite obtener:

$$\tan b k_y = \frac{(\eta_0 + \eta_1) k_y}{k_y^2 - \eta_0 \eta_1} \quad (68)$$

Puesto que la función tangente es una función periódica, de período  $\pi$ , podemos escribir la ecuación (68) de la siguiente manera:

$$\tan(b k_y \pm t \pi) = \frac{(\eta_0 + \eta_1) k_y}{k_y^2 - \eta_0 \eta_1} \text{ siendo } t \in \mathbb{N} \quad (69)$$

lo que permite obtener:

$$b = \frac{\tan^{-1} \frac{(\eta_0 + \eta_1)k_y}{k_y^2 - \eta_0 \eta_1}}{k_y} \pm \frac{t\pi}{k_y} \quad (70)$$

Puesto que la ecuación (70) se verifica para cada modo guiado  $j$ -ésimo ( $j=1,2,3,\dots$ ) perteneciente a la familia LSE (para la familia LSM utilizábamos la notación  $i$  para cada modo), su aspecto general es el siguiente:

$$b = \frac{\tan^{-1} \frac{(\eta_{0j} + \eta_{1j})k_{yj}}{k_{yj}^2 - \eta_{0j} \eta_{1j}}}{k_{yj}} \pm \frac{t\pi}{k_{yj}} \quad (71)$$

donde  $n_s$  es el índice de refracción del sustrato, siendo éste conocido, mientras que las constantes de propagación transversales,  $\eta_{1j}$  y  $\eta_{0j}$ , para cada modo guiado  $j$ -ésimo, se pueden calcular directamente a partir del índice efectivo medido,  $n_{effj}$ , utilizando la ecuación (21). Así pues, las incógnitas a determinar son: la constante de propagación transversal de cada modo guiado  $j$ -ésimo,  $k_{yj}$ , el índice de refracción de la guía,  $n_f$ , y el espesor de la misma,  $b$ .

Al igual que vimos en el apartado 2.3.2.1, podemos relacionar cada uno de los valores de  $k_{yj}$  con el índice efectivo,  $n_{effj}$ , de cada modo guiado  $j$  perteneciente a la familia LSE utilizando la ecuación (40)

Recordamos que nuestro objetivo es determinar el índice de refracción,  $n_f$ , y el espesor,  $b$ , de la región de guiado a partir de los valores experimentales de los índices efectivos de los modos guiados,  $n_{effj}$ . La estrategia que se presenta en este trabajo pretende ser aplicable a guías monomodo y multimodo.

Una vez que se han evaluado experimentalmente los índices efectivos,  $n_{effj}$ , de los  $j$  modos guiados, se comienza eligiendo el modo fundamental ( $j=1$ ). Para generalizar la notación, denotaremos con el subíndice  $j$  a cualquier modo guiado  $j$ -ésimo, incluyendo el modo fundamental. Notemos también que, para cada modo guiado  $j$ -ésimo, las incógnitas son:  $k_{yj}$ ,  $n_f$  y  $b$ .

#### 2.3.2.2.1. Guías monomodo

Al igual que en el apartado 2.3.2.1.1, podremos reescribir la ecuación (21) en función del índice efectivo experimental,  $n_{eff1}$ , obteniendo de la misma manera la

ecuación (41). De esta manera, podemos reescribir la ecuación (66) de la siguiente forma:

$$\eta_{11} \cos k_{y1} b + \frac{\eta_{01} \eta_{11}}{k_{y1}} \sin k_{y1} b + \eta_{01} \cos k_{y1} b - k_{y1} \sin k_{y1} b = 0 \quad (72)$$

y la expresión analítica para  $b$  se convierte en:

$$b = \frac{\tan^{-1} \frac{(\eta_{01} + \eta_{11}) k_{y1}}{k_{y1}^2 - \eta_{01} \eta_{11}}}{k_{y1}} \pm \frac{t\pi}{k_{y1}} \quad (73)$$

De manera análoga a la utilizada en el apartado 2.3.2.1.1, podremos calcular la constante de fase,  $k_{z1}$ , en la dirección de propagación  $z$  y las constantes de propagación transversales,  $\eta_{11}$  y  $\eta_{01}$ , en el sustrato y cubierta, respectivamente, siguiendo la dirección  $y$ . De la misma manera recordemos que la ecuación (41) relaciona  $k_{y1}$ ,  $n_f$  y  $n_{eff1}$ . De esta manera se obtiene la nueva expresión analítica de  $b$ , de forma que  $b = f(n_f, n_s, n_{eff1}, \lambda)$ , siendo todos los parámetros conocidos a excepción de  $n_f$ .

$$b = \frac{\tan^{-1} \left( \frac{(\sqrt{n_{eff1}^2 - 1} + \sqrt{n_{eff1}^2 - n_s^2}) \sqrt{n_f^2 - n_{eff1}^2}}{(n_f^2 - n_{eff1}^2) - \sqrt{n_{eff1}^2 - 1} \sqrt{n_{eff1}^2 - n_s^2}} \right)}{\frac{2\pi}{\lambda_0} \sqrt{n_f^2 - n_{eff1}^2}} \pm \frac{t\pi}{\frac{2\pi}{\lambda_0} \sqrt{n_f^2 - n_{eff1}^2}} \quad (74)$$

Como ya explicamos en el apartado 2.3.2.1.1, podremos encontrar las soluciones de las ecuaciones equivalentes (72) y (74) mediante un proceso iterativo consistente en ir asignando valores a  $n_f$  mediante incrementos sucesivos,  $\Delta n$ . De esta forma obtendremos una serie de pares  $(n_{fm}, b_m)$ , de forma que cada par  $m$  permite la propagación del único modo guiado LSE de índice efectivo  $n_{eff1}$ .

La intersección de las dos series  $(n_{fm}, b_m)_{LSM, LSE}$  para cada familia de modos permite obtener el par  $(n_{fm}, b_m)$  que constituye la verdadera solución.

#### 2.3.2.2.2. Guías multimodo

En este caso, supondremos la existencia de  $t$  modos guiados,  $j=1,2,3, \dots, t$ , cuyos índices efectivos,  $n_{effj}$ , se han determinado experimentalmente. La ecuación

característica (66) para modos LSE se verifica para cada uno de los modos guiados por lo que adopta la forma siguiente:

$$\eta_{0j} \cos k_{yj}b - k_{yj} \sin k_{yj}b + \eta_{1j} \cos k_{yi}b + \frac{\eta_{0j}\eta_{1j}}{k_{yj}} \sin k_{yj}b = 0 \quad (75)$$

Si operamos de una manera análoga a la vista en el apartado 2.3.2.1.2, obtendremos una *ecuación característica* con dos incógnitas,  $n_f$  y  $b$ , para cada modo guiado  $j$ -ésimo. Dicha ecuación tiene el siguiente aspecto:

$$\begin{aligned} &\eta_{0j} \cos \sqrt{(n_f^2 - n_{effj}^2)}k_0b - \sqrt{(n_f^2 - n_{effj}^2)}k_0 \sin \sqrt{(n_f^2 - n_{effj}^2)}k_0b + \\ &+ \eta_{1j} \cos \sqrt{(n_f^2 - n_{effj}^2)}k_0b + \frac{\eta_{0j}\eta_{1j}}{\sqrt{(n_f^2 - n_{effj}^2)}k_0} \sin \sqrt{(n_f^2 - n_{effj}^2)}k_0b = 0 \end{aligned} \quad (76)$$

Se puede resolver la ecuación (76) de una forma analítica, como se ha explicado en el apartado 2.3.2.1.2.

Evidentemente, se pueden plantear varios sistemas de dos ecuaciones tomando pares de valores cualesquiera de los índices efectivos evaluados experimentalmente. Así pues, se necesitan solamente dos modos guiados LSM ó LSE para poder aplicar este algoritmo; en otras palabras, el número mínimo de modos guiados necesario para aplicar este procedimiento es dos.

### 2.3.3. Simulación

Con el objeto de validar la formulación teórica descrita anteriormente, es necesario resolver las ecuaciones (45) y (74) (guías monomodo) y las ecuaciones (50) o (76) (guías multimodo), que proporcionan las incógnitas,  $n_f$  y  $b$ . Para este propósito, se ha programado el algoritmo en Matlab. Para comprobar la aplicabilidad de la formulación LSE y LSM, así como la precisión del algoritmo, se ha utilizado el método del índice efectivo [46, 47, 48] en el programa de simulación comercial OlympIOs.

#### 2.3.3.1.1. Guías monomodo

La Tabla 1 contiene los resultados de las simulaciones para guías ópticas planas monomodo poliméricas.

Se han simulado con OlympIOs las guías ópticas planas poliméricas monomodo que se especifican en la Tabla 1 mediante la etiqueta SI0i (i=1,2,...6) . Con éste programa se han obtenido los índices efectivos asumiendo que  $\lambda_0 = 632.8$  nm para todas las muestras y asignando  $n_s = 1.470$  para las guías SI01, SI02, SI05 y SI06, y  $n_s = 1.512$  para las muestras SI03 y SI04. La Tabla 1 contiene los datos de entrada propuestos,  $n_f^O$  y  $b^O$ , para OlympIOs y los índices efectivos obtenidos para los modos LSM y LSE. A continuación, y con el objeto de obtener el índice de refracción,  $n_f^M$ , y el espesor,  $b^M$ , de la capa de guiado, los datos de salida,  $n_{eff}^{LSM}$  y  $n_{eff}^{LSE}$ , proporcionados por el OlympIOs, han sido utilizados como datos de entrada para la formulación LSM/LSE, que ha sido programada en Matlab.

La última columna de la Tabla 1 muestra los resultados obtenidos con el algoritmo para  $n_f^M$  y  $b^M$ . En todos los casos, los valores propuestos de  $n_f^O$  y  $b^O$ , como datos de entrada para el OlympIOs, concuerdan con los datos de salida,  $n_f^M$  y  $b^M$ , obtenidos con Matlab. La Figura 14 describe el flujo completo de la simulación.

Guía	Datos de entrada en OlympIOs		Datos de salida de OlympIOs y de entrada de Matlab		Datos de salida de Matlab	
	$n_f^O$	$b^O$ ( $\mu\text{m}$ )	$n_{eff}^{LSM}$	$n_{eff}^{LSE}$	$n_f^M$	$b^M$ ( $\mu\text{m}$ )
SI01	1.490	1.20	1.4784	1.4791	1.490	1.20
SI02	1.490	1.50	1.4814	1.4819	1.490	1.45
SI03	1.557	0.50	1.5160	1.5193	1.558	0.50
SI04	1.557	1.00	1.5384	1.5400	1.557	0.99
SI05	1.480	0.90	1.4700	1.4700	1.480	0.92
SI06	1.480	0.92	1.4700	1.4701	1.480	0.92

Tabla 1. Datos de entrada y salida del OlympIOs (O), que han sido utilizados para verificar el algoritmo desarrollado en Matlab (M) para el régimen monomodo. Se observa la concordancia entre los datos de entrada del OlympIOs y los datos de salida de Matlab.



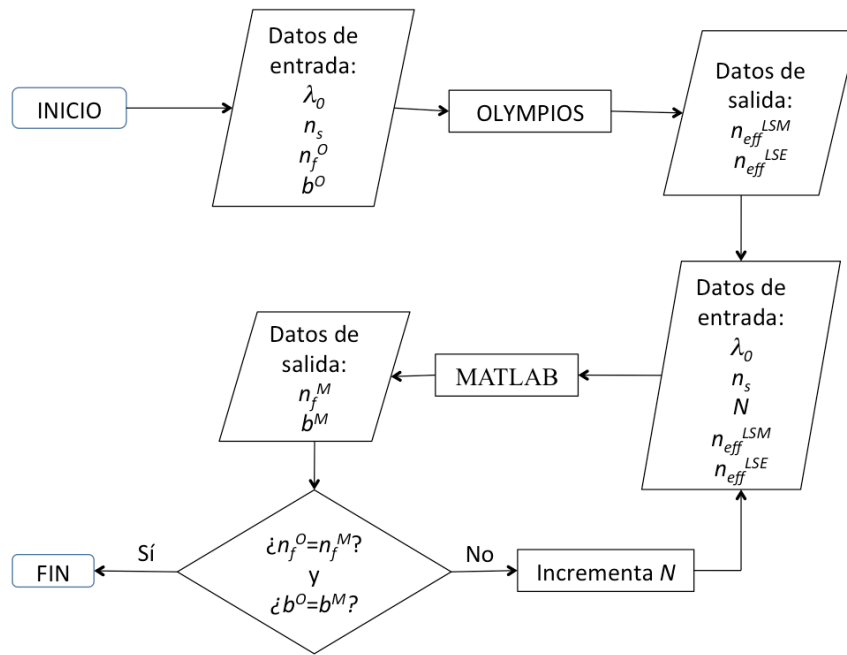


Figura 14. Diagrama de flujo para la simulación numérica completa. Se ha verificado la formulación programada en Matlab con el programa de simulación OlympiOs.

Utilizando el proceso iterativo descrito en la sección 2.3.2.1.1 y en 2.3.2.2.1, el algoritmo proporciona una gráfica con las posibles soluciones matemáticas de  $n_f$  y  $b$ . Éstas soluciones son los puntos de intersección de las curvas obtenidas para LSM y LSE para cada pareja de valores  $m$  y  $t$ . En la Figura 15, se muestra la gráfica obtenida para la muestra SI01.

Cada curva corresponde a un valor de  $m$  y  $t$ , en la ecuación (45) y (74) para la formulación LSM y LSE, respectivamente. Por lo tanto, para cada par  $(m,t)$  se obtienen dos curvas que se intersectan en los puntos solución. Sin embargo, el punto de intersección de las curvas LSM y LSE que proporciona el valor positivo más pequeño del espesor,  $b$ , corresponde con la solución física correcta de  $n_f$  y  $b$ . Como se observa en el zoom de la Figura 15, para la muestra SI01, ésta condición se verifica cuando  $m=t=1$ . El índice de refracción y el espesor de la capa de polímero para la guía SI01 son:  $n_f = 1.490$  y  $b = 1.2 \mu\text{m}$ , que concuerdan con los datos de entrada del OlympiOs. En general,  $m$  y  $t$  tienen el mismo valor; sin embargo, cuando el modo guiado está cerca del corte,  $m$  y  $t$  pueden ser diferentes. De hecho, la formulación LSE y LSM demuestra que existen tres posibles regiones para la solución en el caso de guías monomodo: dos regiones en las cuales  $m$  y  $t$  son iguales y una tercera región, en la que  $m$  y  $t$  son

diferentes. Estos casos especiales, se muestran en la Figura 16 y en la Figura 17 para las muestras SI05 y SI06, respectivamente.

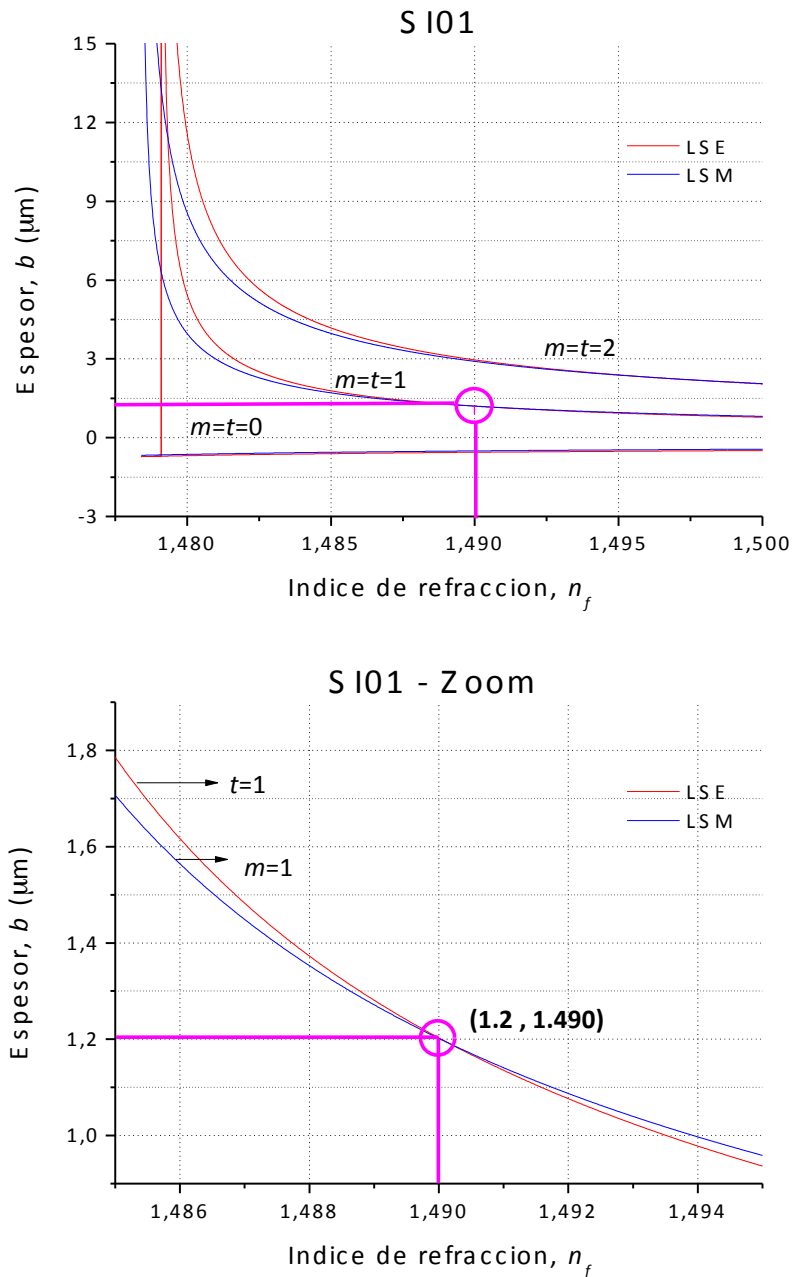


Figura 15. En la gráfica superior: espesor,  $b$ , en función del índice de refracción,  $n_f$ , para la muestra SI01 y para varios valores de  $m$  y  $t$ . La solución física se obtiene cuando  $m=t=1$  al que les corresponde el punto de intersección  $(1.2, 1.490)$ . En la gráfica inferior, zoom de la zona de estudio.

La solución física correcta se corresponde con el punto de intersección de las dos curvas, que proporciona el espesor,  $b$ , positivo y más pequeño. Con esta consideración, se ha modificado el algoritmo, de tal forma que, identifica el punto intersección cuyos valores de  $n_f$  y  $b$  constituyen la solución física buscada.

En la Figura 18, se muestra la gráfica que devuelve el algoritmo cuando se pretende diseñar una guía monomodo cuya capa de polímero presenta un índice de refracción sustancialmente mayor que las muestras anteriores. En estos casos el modelo teórico también es capaz de encontrar la solución correcta para el índice de refracción,  $n_f$ , y el espesor,  $b$ , del polímero depositado. Además, se demuestra que trabajando con índices efectivos mayores, como es el caso de las muestras SI03 y SI04, el algoritmo sigue funcionando correctamente.

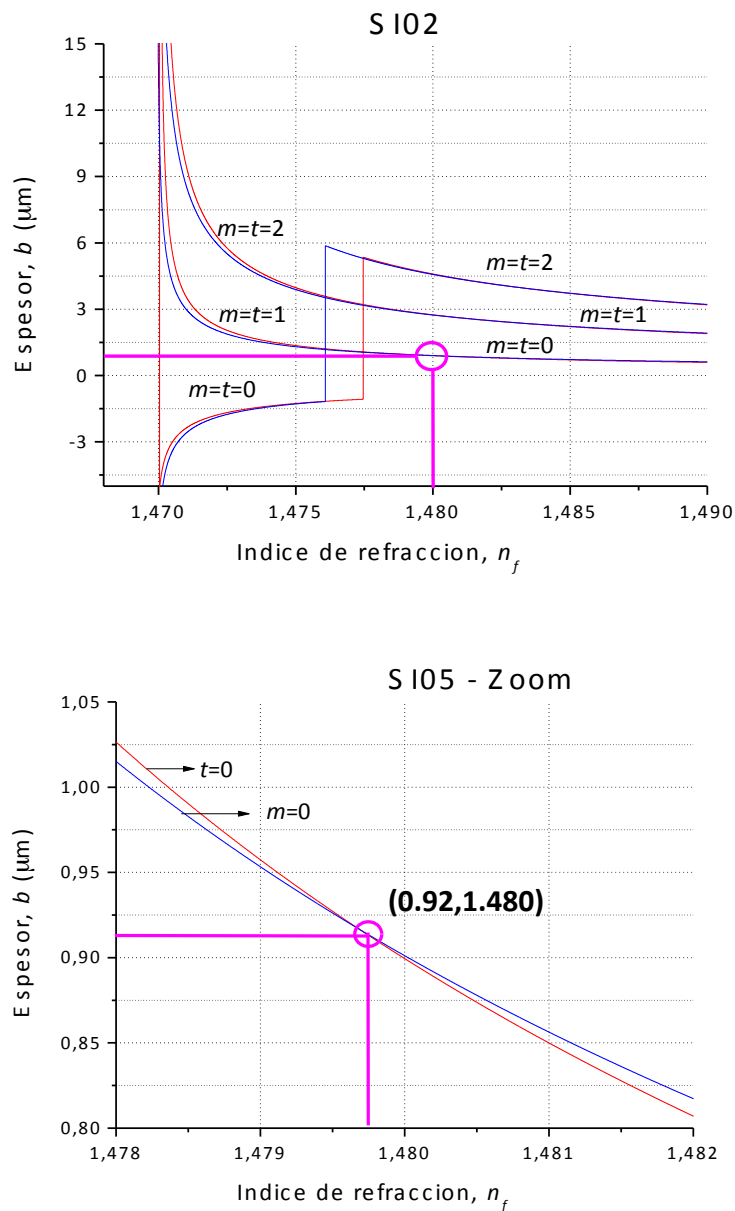


Figura 16. En la parte superior, el espesor,  $b$ , en función del índice de refracción,  $n_f$ , para la muestra SI05 y para varios valores de  $m$  y  $t$ . La solución física correcta se obtiene cuando  $m=t=0$ , al que le corresponde el punto de intersección (1.48,0.9). Abajo, zoom insertado.

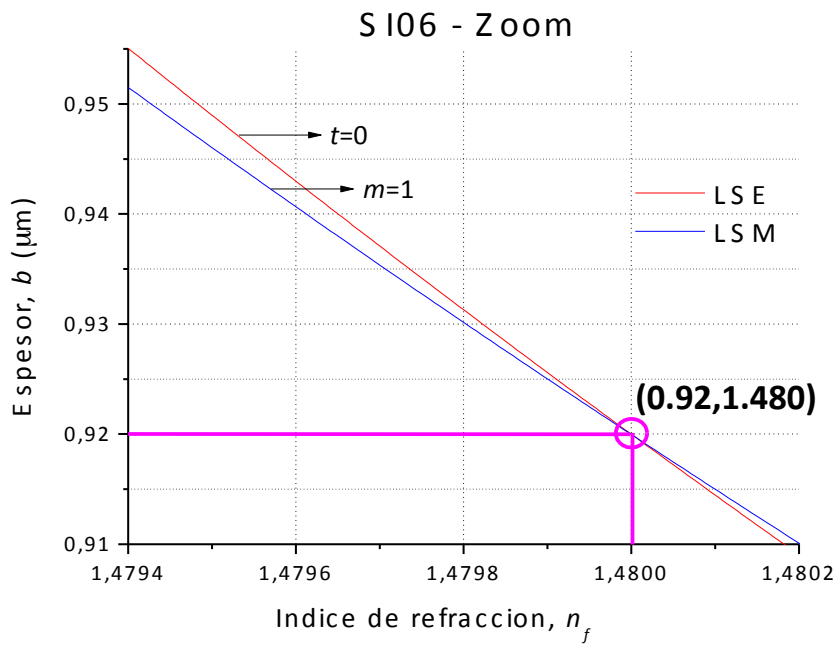
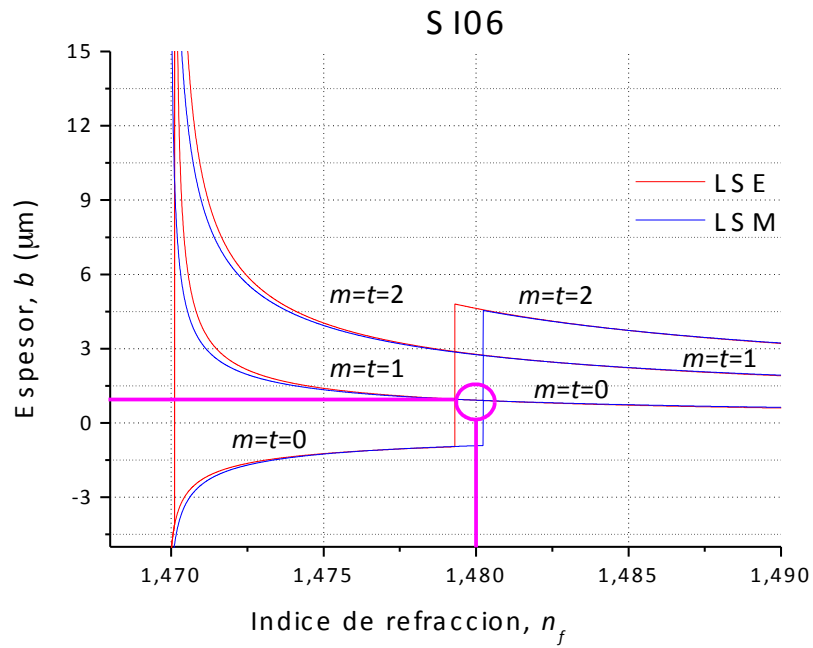


Figura 17. En la parte superior, espesor,  $b$ , en función del índice de refracción,  $n_f$ , para la muestra S I06 y para varios valores de  $m$  y  $t$ . La solución física correcta se obtiene cuando  $m=1$  y  $t=0$ , al que le corresponde el punto de intersección  $(1.48, 0.9)$ . Abajo, zoom insertado.

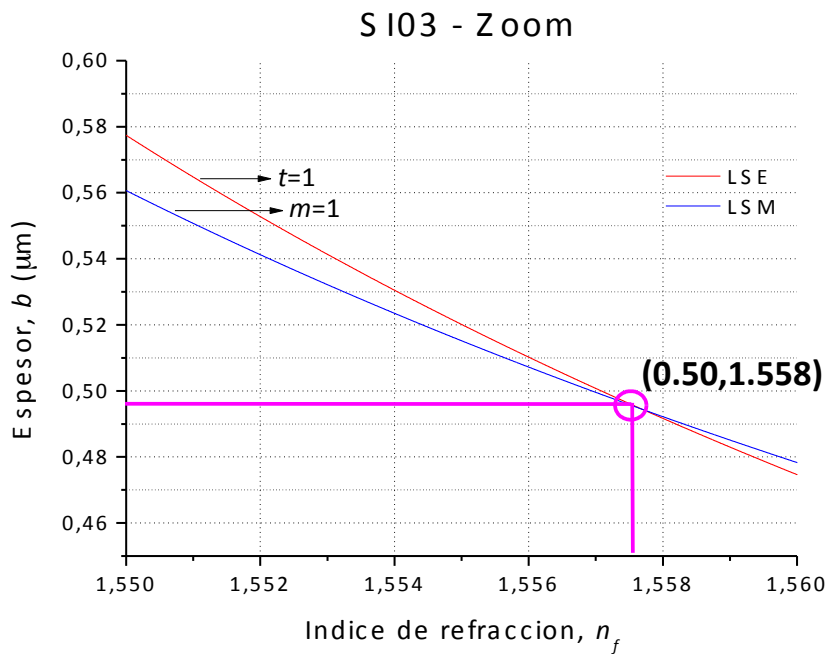
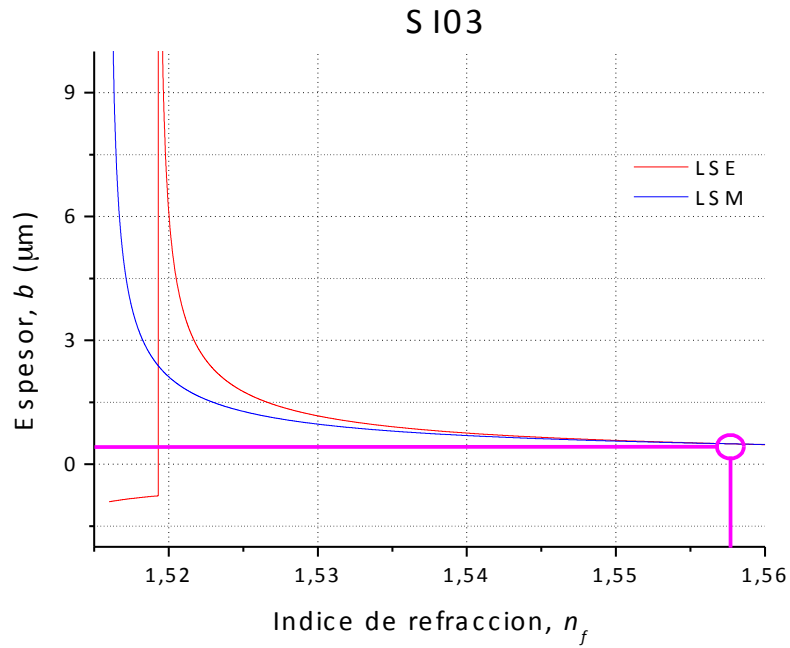


Figura 18. En la parte superior, el espesor,  $b$ , en función del índice de refracción,  $n_f$ , para la muestra S I03 con los valores de  $m$  y  $t$  que proporcionan la solución física correcta. Abajo, un zoom de la zona donde se cruzan las líneas de interés.

### 2.3.3.1.2. Guías multimodo

Una vez que se ha verificado la formulación teórica para guías ópticas planas poliméricas monomodo, se ha aplicado el mismo procedimiento para simular guías ópticas planas multimodo. El diagrama de flujo es el mismo que se muestra en la Figura 14.

La Tabla 2 contiene los datos de entrada,  $n_f^O$  y  $b^O$ , utilizados en el OlympIOs para la simulación de las muestras SI07, SI08, SI09 y SI10 que se han elegido para este ejemplo. En este caso, los datos de entrada para OlympIOs son:  $\lambda_0 = 632.8$  nm para todos los casos,  $n_s = 1.512$  para las guías SI07 y SI08 y  $n_s = 1.470$  para las guías SI09 y SI10. La Tabla 2 muestra los índice efectivos,  $n_{eff}^{LSM}$  y  $n_{eff}^{LSE}$ , obtenidos para las guías ópticas planas poliméricas multimodo simuladas. A continuación, el algoritmo desarrollado en Matlab fue verificado para estas guías multimodo introduciendo como datos de entrada los índices efectivos suministrados por OlympIOs y el resto de parámetros:  $\lambda_0$ ,  $n_s$  y  $N$ , el cual fijará la precisión del cálculo para el método de la bisección. Aplicando el proceso explicado para guías multimodo, el algoritmo devuelve directamente el valor de  $n_f$  y  $b$ . Como se muestra en la Tabla 2, los datos de salida obtenidos con el algoritmo coinciden con los datos de entrada del programa de simulación OlympIOs. De esta manera, se ha verificado que el algoritmo también funciona correctamente para el régimen multimodo.

Guía	Datos de entrada en Olympios		Datos de salida de Olympios y de entrada de Matlab		Datos de salida de Matlab	
	$n_f^O$	$b^O$ ( $\mu\text{m}$ )	$n_{eff}^{LSM}$	$n_{eff}^{LSE}$	$n_f^M$	$b^M$ ( $\mu\text{m}$ )
SI07	1.560	2.0	1.5538 1.5358 1.5105	1.5542 1.5370 1.5115	1.560	2.0
SI08	1.560	3.0	1.5570 1.5481 1.5335 1.5144	1.5571 1.5485 1.5344 1.5156	1.560	3.0
SI09	1.490	2.5	1.4862 1.4753	1.4863 1.4758	1.490	2.5
SI10	1.490	4.0	1.4883 1.4833 1.4752	1.4883 1.4834 1.4756	1.490	4.0

Tabla 2. Datos de entrada y salida del OlympIOs (O), que han sido utilizados para verificar el algoritmo desarrollado en Matlab (M) para el régimen multimodo. Se observa la concordancia entre los datos de entrada de OlympIOs y los datos de salida del algoritmo computado en Matlab.

**CAPÍTULO 3: : DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE  
REFRACCIÓN Y DEL ESPESOR DE CAPAS  
POLIMÉRICAS EN GUÍAS ÓPTICAS PLANAS:  
EVALUACIÓN EXPERIMENTAL**

---

### 3.1. Introducción

Se ha procedido a la valoración experimental de la eficiencia del modelo teórico, en la determinación del índice de refracción y del espesor de capas poliméricas, constitutivas del núcleo de guías óptica planas poliméricas monomodo y multimodo. Esta tarea implica la ejecución de varias acciones consecutivas:

1. En primer lugar es necesario proceder a un diseño muy cuidadoso de las guías ópticas poliméricas a partir de los materiales vítreos elegidos para el sustrato y del tipo de polímero seleccionado para el núcleo. El proceso de diseño exige realizar una simulación del confinamiento y guiado electromagnético en función de los parámetros físicos de las guías: índices de refracción y espesor del núcleo de polímero. Esta tarea permite definir qué valores de índices y de espesores proporcionan guías ópticas planas poliméricas monomodo y multimodo. Aunque el modelo teórico descrito en el capítulo anterior también permite realizar esta simulación, se ha elegido para ello el paquete de software comercial OlympIOs, con el objeto de utilizar otra alternativa diferente y plenamente contrastada.

2. Posteriormente, y de acuerdo con los parámetros físicos de diseño, es necesario fabricar las guías ópticas monomodo y multimodo que hayan sido seleccionadas. A continuación se requiere la caracterización experimental de las guías ópticas para verificar su régimen monomodo o multimodo y medir el índice efectivo de cada modo guiado.

3. Una vez que se han obtenido experimentalmente los índices efectivos de los modos guiados, se introducen en el modelo teórico para obtener el índice de refracción y el espesor del polímero que conforma el núcleo de la guía. Finalmente, y para corroborar experimentalmente que el espesor del polímero se ajusta a las predicciones teóricas, se procede a su medición mediante técnicas de perfilometría.



## 3.2. Evaluación experimental

### 3.2.1. Fabricación de guías ópticas planas poliméricas

Para fabricar una guía óptica plana, se debe tener especialmente en cuenta el índice de refracción de los materiales con los que se trabaja. Como se comentó en el capítulo anterior, se han utilizado básicamente, dos tipos de vidrio y dos tipos de polímero. Teniendo en cuenta la relación (1) entre los índices de refracción y las características de cada material, se fabricaron dos tipos de guías ópticas planas: en un caso se utilizó vidrio soda-lime como sustrato y NOA61 como polímero en la capa de guiado; para la otra configuración, se utilizó borofloat como sustrato y PMMA como núcleo de la guía. En la Figura 19 se resumen ambas configuraciones.

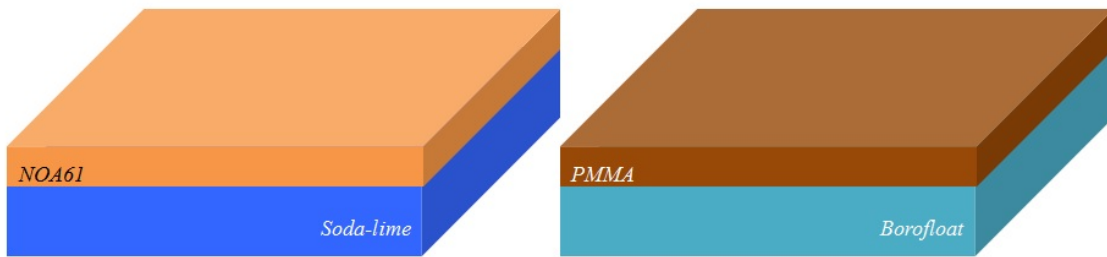


Figura 19. Esquema de las dos configuraciones de guías ópticas planas poliméricas que utilizaremos en este capítulo.

#### 3.2.1.1. Simulación

Cuando se realiza el diseño de un dispositivo óptico, el primer paso es verificar mediante un programa de simulación, si la luz se propaga por el núcleo de las guías ópticas que constituyen el dispositivo. Para ello, hay que tener en cuenta diferentes variables. En este capítulo, vamos a centrarnos en guías ópticas planas poliméricas en las que los parámetros más importantes que se estudian son: el índice de refracción y el espesor de la capa de polímero depositada sobre el sustrato.

Para realizar las simulaciones hemos utilizado el programa comercial OlympIOs. La Figura 20 muestra la sección transversal de una guía óptica plana para su simulación mediante OlympIOs.

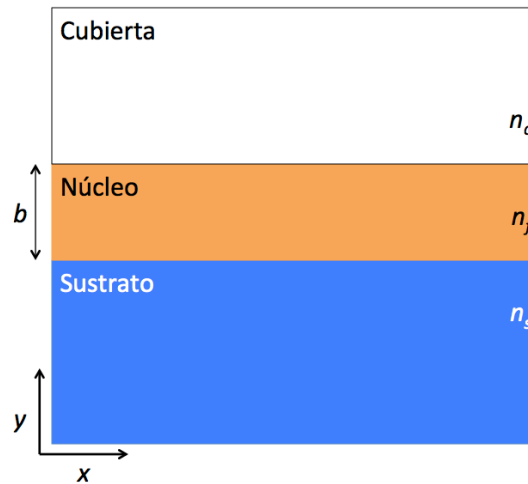


Figura 20. Vista transversal de una guía óptica plana sometida a la simulación mediante OlympIOs.

En la Figura 20  $b$  es el espesor de la capa de polímero depositada, mientras que  $n_c$ ,  $n_f$  y  $n_s$  es el índice de refracción de la cubierta, núcleo y sustrato, respectivamente. A lo largo de este capítulo, se utilizó como cubierta el aire, que tiene como índice de refracción  $n_c = 1$ . Además, a no ser que se mencione lo contrario, se trabajó siempre con una longitud de onda  $\lambda = 632.8$  nm.

#### 3.2.1.1.1. Soda-lime – NOA61

Cuando se realiza la simulación de una guía óptica plana, el elemento que se puede variar es el espesor,  $b$ , del polímero. El índice de refracción del sustrato, que es el vidrio soda-lime, se verificó por refractometría, resultando ser  $n_s = 1.512$ . Como valor de índice de refracción para el polímero NOA61, que constituye el núcleo se tomó, en primera instancia, el dato suministrado por el fabricante, cuyo valor es  $n_f = 1.5568$ .

Se realizó un estudio del número de modos que propaga la guía en función del espesor,  $b$ , y se calculó el índice efectivo de cada modo. Para que exista luz guiada, el índice efectivo del modo fundamental debe ser mayor que el índice de refracción del sustrato, es decir,  $n_{eff1} > n_s$ . Por ello, la primera simulación que se ha realizado, es comprobar a partir de que espesor,  $b$ , se comienza a tener luz propagada por el núcleo.

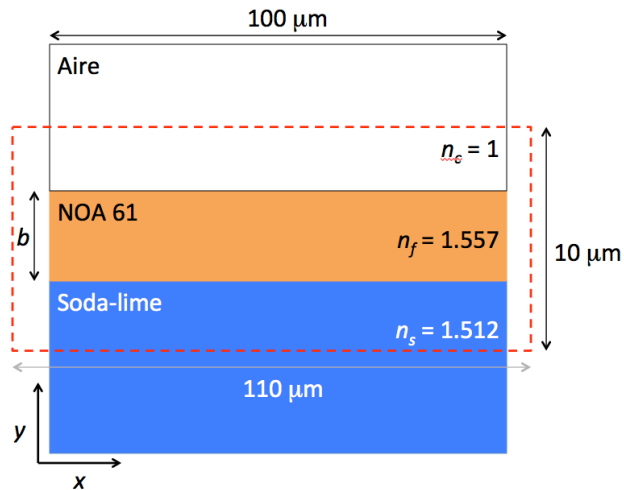


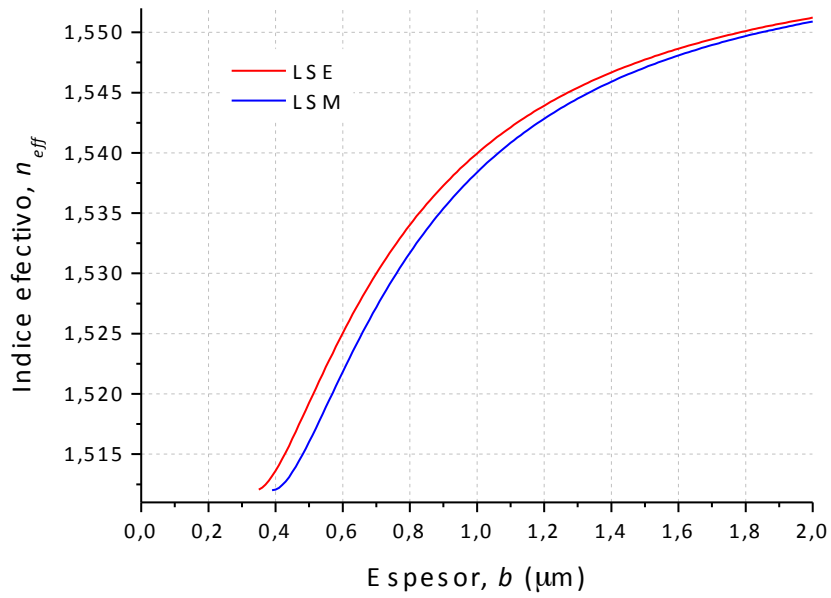
Figura 21. Vista transversal de la guía óptica plana simulada: soda-lime, como sustrato, y NOA 61, como núcleo.

Como se puede ver en la Figura 21, se fija la misma anchura,  $100\ \mu\text{m}$ , del núcleo y del sustrato, ya que se trabaja con una guía óptica plana. Para agilizar las simulaciones, normalmente no se trabaja sobre toda la sección transversal de la guía, sino que se presta total atención a la zona donde predomina el confinamiento óptico. La línea roja punteada representa la ventana de simulación utilizada. Además, se ha fijado el número de puntos que se estudian dentro de la ventana, que es de  $1024 \times 1024$ .

Teniendo en cuenta las consideraciones mencionadas en el párrafo anterior, se ha variado el espesor,  $b$ , desde  $0\ \mu\text{m}$  a  $2\ \mu\text{m}$ , con intervalos de  $0.01\ \mu\text{m}$ . En la Figura 22 se muestran los resultados obtenidos del índice efectivo en función del espesor,  $b$ , para el modo fundamental, de la familia de modos LSE y LSM.

Como se observa en la Figura 22, se tiene luz guiada por el núcleo siempre y cuando  $b > 0.35\ \mu\text{m}$ , para modos LSE, ó  $b > 0.39\ \mu\text{m}$  para modos LSM. La Tabla 3 muestra la distribución transversal del campo eléctrico, para el modo fundamental, en función del espesor,  $b$ , del polímero y de la polarización de la luz.

### Modo fundamental para el soda-lime-NOA 61



### Zoom para el modo fundamental para el soda-lime-NOA 61

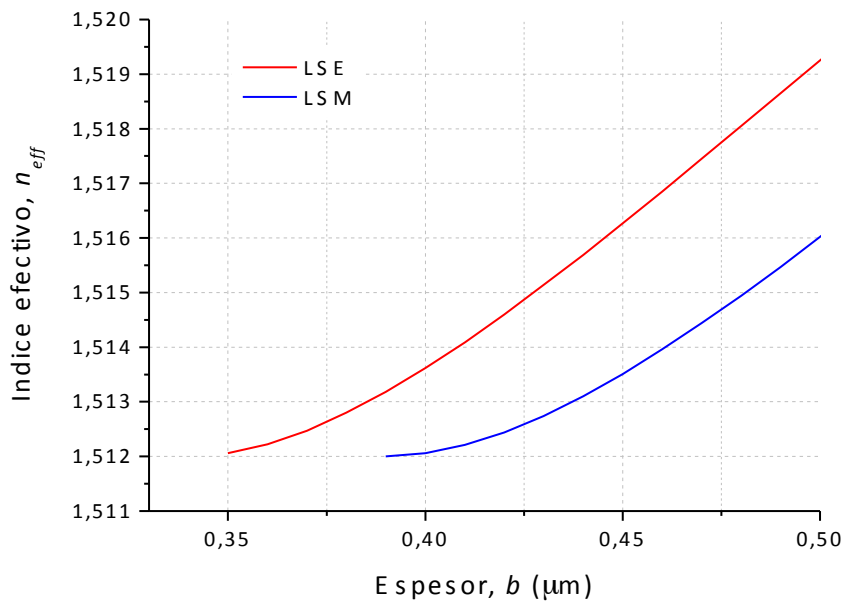


Figura 22. Representación del índice efectivo del modo fundamental frente al espesor para una guía óptica plana soda-lime - NOA 61.

	Modos LSM	Modos LSE
$b = 0.4 \mu\text{m}$	<p>b = 0.4 micras para modos LSM</p> <p><math>n_{eff}^{LSM} = 1.5121</math></p>	<p>b = 0.4 micras para modos LSE</p> <p><math>n_{eff}^{LSE} = 1.5136</math></p>
$b = 2 \mu\text{m}$	<p>b = 2 micras para modos LSM</p> <p><math>n_{eff}^{LSM} = 1.5509</math></p>	<p>b = 2 micras para modos LSE</p> <p><math>n_{eff}^{LSM} = 1.5512</math></p>

Tabla 3. Campo electromagnético del modo fundamental para diferentes espesores de guías planas soda-lime – NOA61.

Para el caso  $b = 0.4 \mu\text{m}$ , se está muy cerca del corte, con lo cual, la luz está menos confinada en el núcleo. Se observa una gran diferencia en la concentración de campo entre el modo fundamental LSE y LSM cuando los espesores están próximos al corte. Como se vio en la Figura 22, para modos LSM se comienza a tener luz guiada por el núcleo si  $b > 0.39 \mu\text{m}$ , mientras que para modos LSE, la propagación se inicia cuando  $b > 0.35 \mu\text{m}$ . Se observa que para modos LSM gran parte de la luz se irradia por el sustrato.

Para espesores mayores ( $b = 2 \mu\text{m}$ ) no existen grandes diferencias en la configuración de campo entre ambas polarizaciones, como se observa en la Tabla 3. Si se aumenta el espesor,  $b$ , empiezan a propagarse nuevos modos guiados. Dependiendo de la aplicación final del dispositivo que se diseñe, será de gran importancia conocer el número de modos guiados que propaga el núcleo. A continuación, se calcula el espesor,  $b$ , para el cual, una guía de soda-lime - NOA 61 deja de comportarse en régimen monomodo.

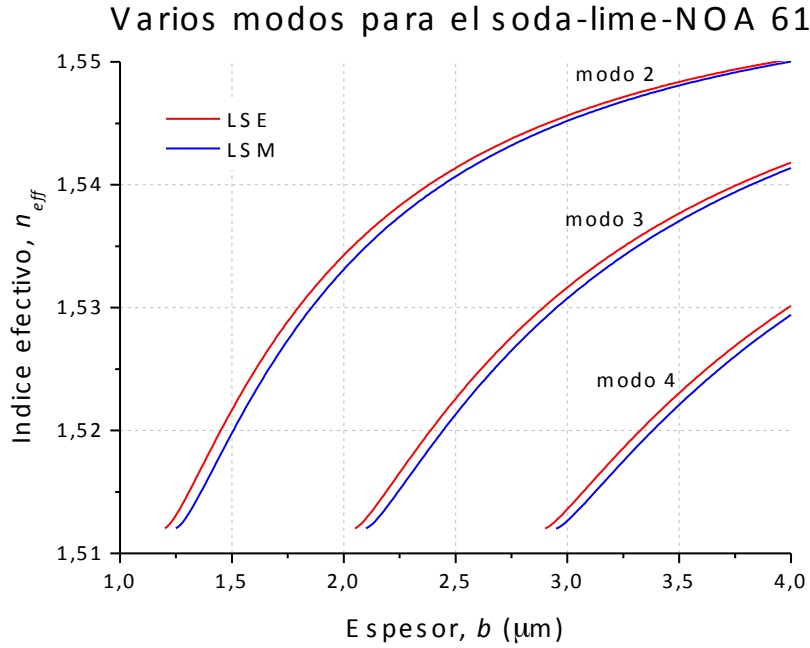


Figura 23. Índice efectivo, para una guía multimodo soda-lime - NOA 61, en función del espesor,  $b$ , del polímero.

Como se puede observar en la Figura 23, la guía comienza a comportarse en régimen multimodo siempre y cuando el espesor  $b > 1.2 \mu\text{m}$  para modos LSE, y  $b > 1.25 \mu\text{m}$  para modos LSM.

También se ha realizado un estudio riguroso sobre el número de modos que propaga la guía en función del espesor,  $b$ , del polímero que constituye el núcleo. Estos resultados se muestran en la Figura 24.

Observando la Figura 24, se llega a la conclusión de que tendremos una guía monomodo siempre y cuando  $0.35 \mu\text{m} < b < 1.2 \mu\text{m}$ , además, será bimodal si  $1.2 \mu\text{m} < b < 2.05 \mu\text{m}$ , y así sucesivamente para modos LSE. Para el caso de polarización LSM, se obtienen unos resultados similares, con una variación del espesor de  $0.05 \mu\text{m}$  aproximadamente, es decir, será bimodal si  $1.25 \mu\text{m} < b < 2.1 \mu\text{m}$ . Observando la Figura 24, se deduce que el número de modos aumenta de una manera lineal en función del espesor. Si se realiza un ajuste de la gráfica, se puede obtener una relación entre el espesor y el número de modos, resultando:  $b = 0.35 + 0.85(\text{orden del modo} - 1)$ , para modos LSE, y  $b = 0.31 + 0.85(\text{orden del modo} - 1)$ , para modos LSM, siendo  $\text{orden del modo} = 1$  para el modo fundamental.

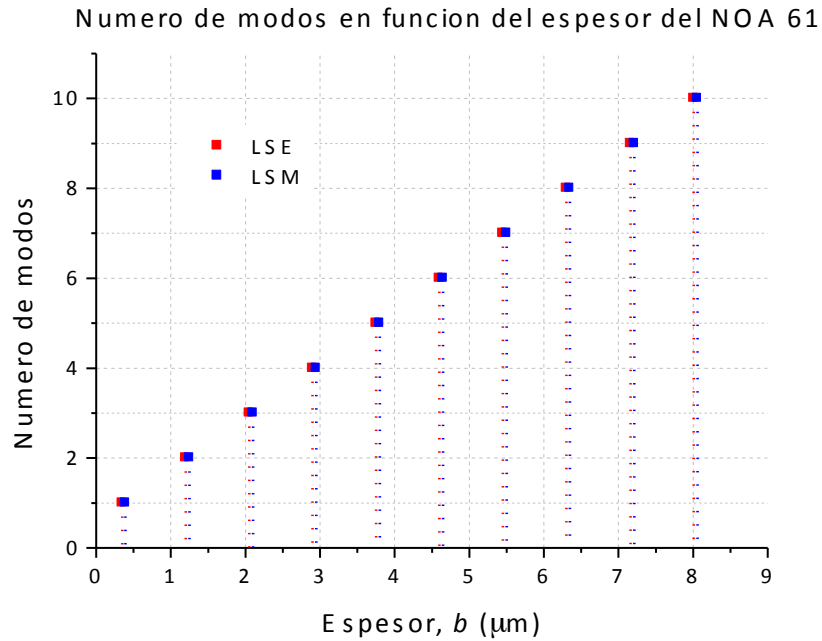


Figura 24. Número de modos que propaga la guía plana soda-lime – NOA 61 en función del espesor del núcleo.

Para finalizar esta sección, se estudia cómo es el perfil del campo electromagnético para una guía bimodal en función del espesor,  $b$ , de la capa de polímero.

En la Tabla 4 se observa que sucede algo similar a lo visto en la Tabla 3; es decir, la distribución de campo electromagnético para polarizaciones LSE y LSM es prácticamente igual, a excepción de cuando se está próximo al espesor mínimo para que el segundo modo sea propagado; situación en la que, de nuevo, el campo electromagnético del segundo modo LSE está más confinado que el segundo modo LSM.

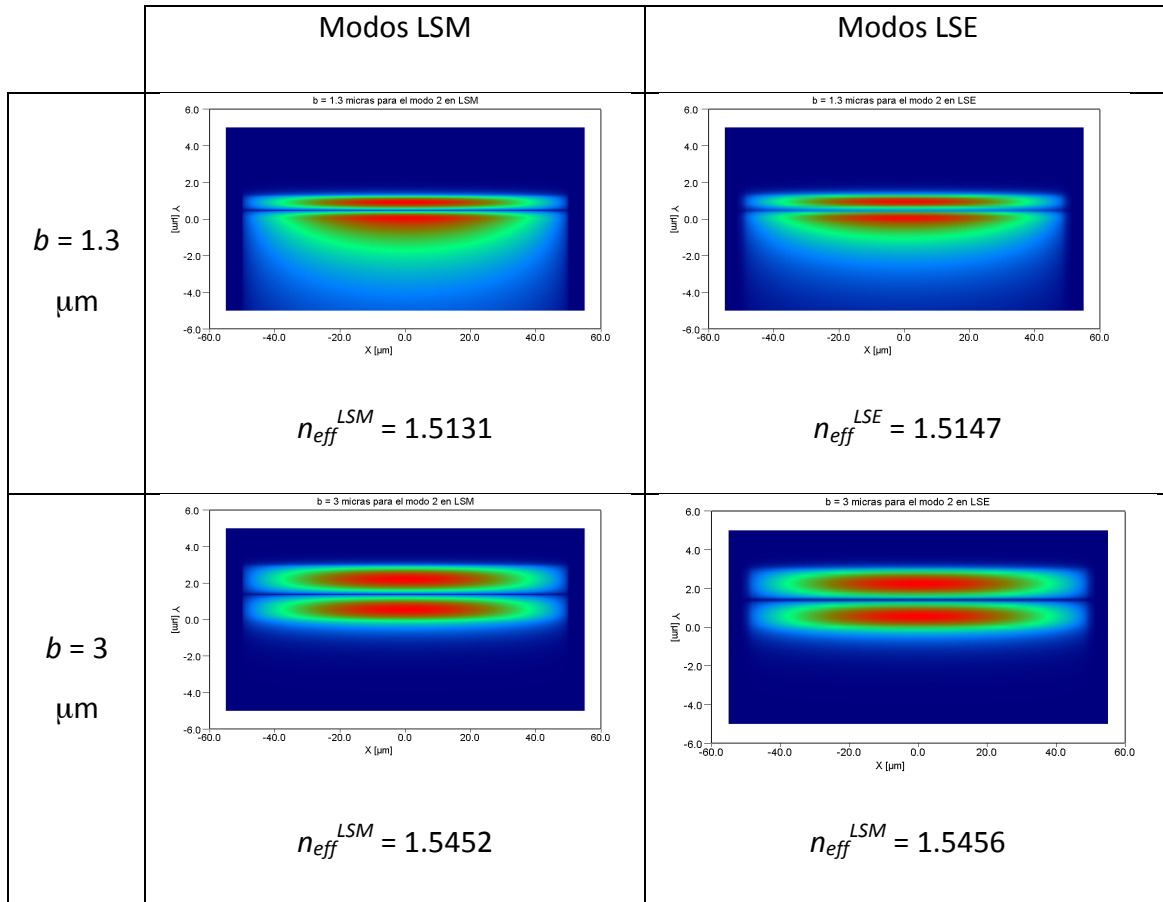


Tabla 4. Campo electromagnético del segundo modo para diferentes espesores de guías soda-lime – NOA 61.

### 3.2.1.1.2. Borofloat®33 – PMMA

Se realizaron simulaciones similares a las anteriores utilizando otro tipo de materiales. En este caso se utilizó como sustrato el vidrio borofloat®33, cuyo índice de refracción, evaluado con el refractómetro resultó ser  $n_s = 1.470$ . El núcleo está constituido por el polímero PMMA, cuyo índice de refracción asignado es  $n_f = 1.490$ .

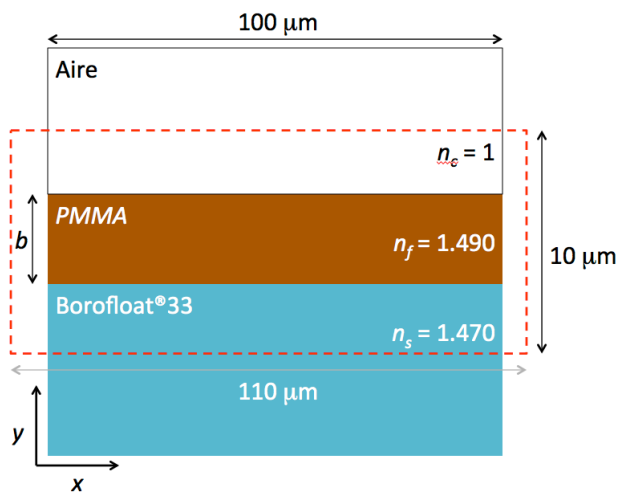


Figura 25. Vista transversal de la guía óptica plana simulada: borofloat®33, como sustrato, y PMMA, como núcleo..



Utilizando los datos que se muestra en el esquema de la Figura 25, se calculó el espesor,  $b$ , necesario para que la guía óptica comience a propagar la luz. Para ello, se determinó el índice efectivo del modo fundamental en función del espesor,  $b$ , del polímero. También, al igual que en la sección anterior, se calculó el espesor,  $b$ , para el cual la guía para el cual guía pasa a ser bimodal para modos LSE y LSM.

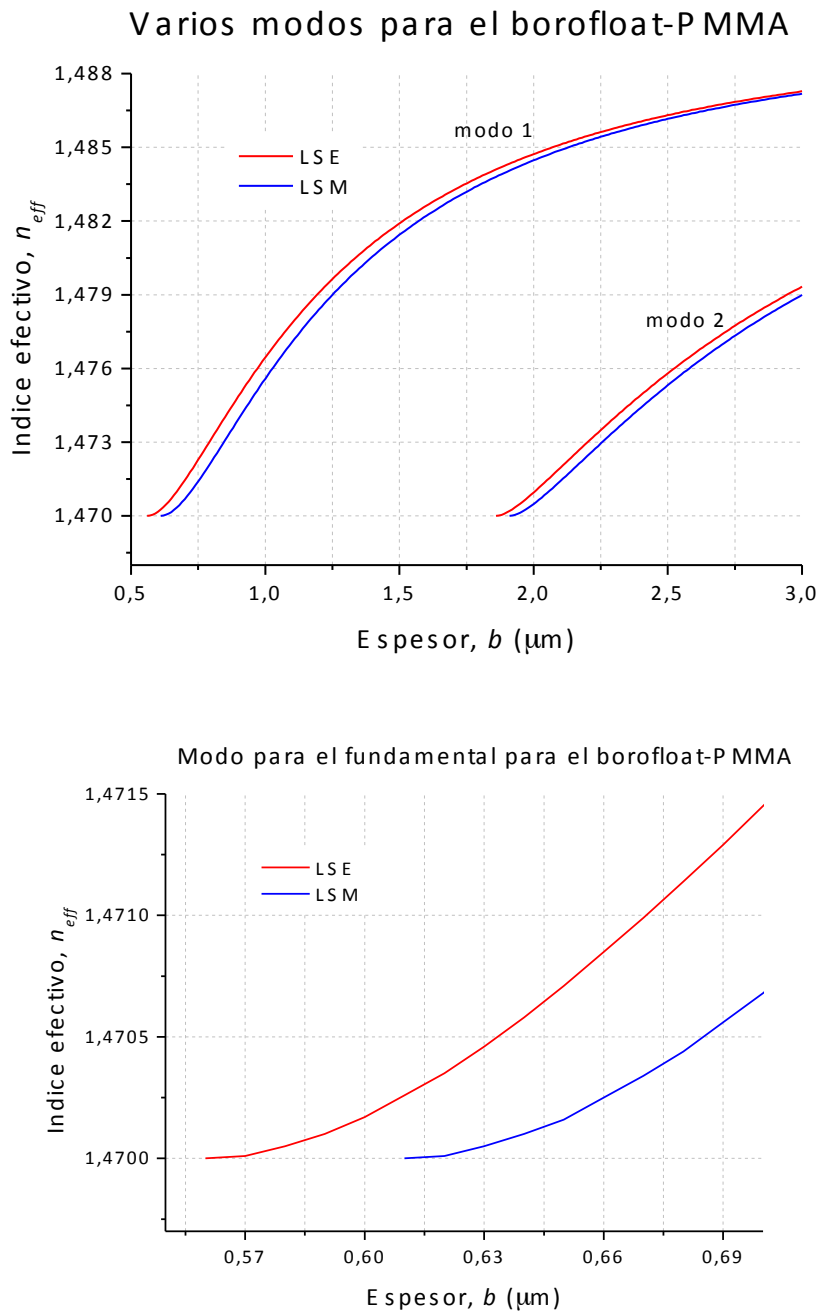


Figura 26. Representación del índice efectivo del modo fundamental frente al espesor para una guía óptica plana bofofloat®33-PMMA.

Como se puede observar en la Figura 26, hay luz guiada por el núcleo siempre y cuando  $b > 0.56 \mu\text{m}$  para modos LSE ó  $b > 0.61 \mu\text{m}$  para modos LSM. También se observa que la guía comenzará a ser multimodo a partir de  $b > 1.85 \mu\text{m}$  para modos LSE o  $b > 1.90 \mu\text{m}$  para modos LSM. A continuación, se estudió como sería la distribución del campo para el modo fundamental, en función del espesor,  $b$ , del polímero y de la polarización de la luz. Como en el caso de las guías soda-lime – NOA 61 se presentan los resultados más interesantes, que corresponden a un espesor próximo al corte,  $b = 0.65 \mu\text{m}$ , y a un espesor que ofrece un comportamiento monomodo, pero próximo al régimen multimodo,  $b = 1.80 \mu\text{m}$ .

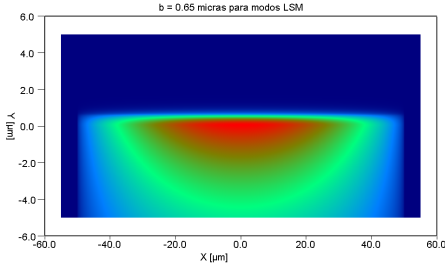
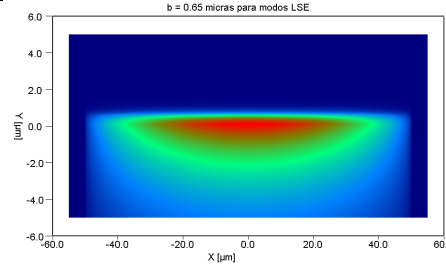
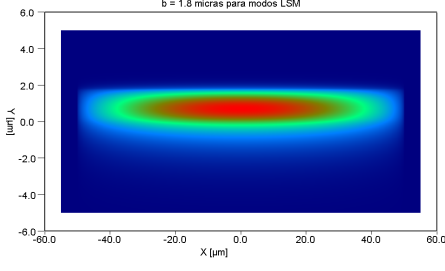
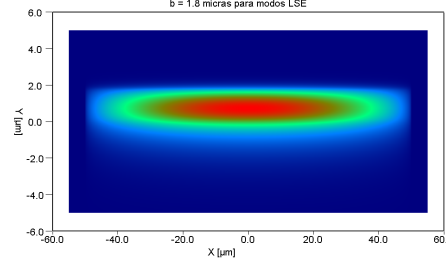
	Modos LSM	Modos LSE
$b = 0.65 \mu\text{m}$	 <p><math>n_{eff}^{LSM} = 1.4702</math></p>	 <p><math>n_{eff}^{LSE} = 1.4707</math></p>
$b = 1.80 \mu\text{m}$	 <p><math>n_{eff}^{LSM} = 1.4835</math></p>	 <p><math>n_{eff}^{LSM} = 1.4838</math></p>

Tabla 5. Campo electromagnético del modo fundamental para diferentes espesores de guías borofloat<sup>®</sup>33 - PMMA.

Al igual que sucedía el apartado anterior, se puede observar en la Tabla 5 que la luz está más confinada si el espesor es mayor. De la misma forma, se ve que para espesores elevados no se aprecia diferencia en la distribución de campo entre los modos LSE y LSM. Sin embargo, cuando se trabaja en condiciones próximas al corte, y al igual que sucedía para guías soda-lime – NOA61, se observan fuertes diferencias en la concentración del campo entre los modos guiados con polarización LSM y LSE.

Por último, se realizó un estudio de la distribución del campo electromagnético para una guía bimodal. Se calculó el campo para un espesor próximo al corte del régimen bimodal,  $b = 2 \mu\text{m}$ , y otro con un espesor mayor,  $b = 3 \mu\text{m}$ .

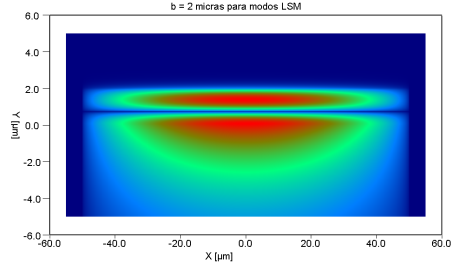
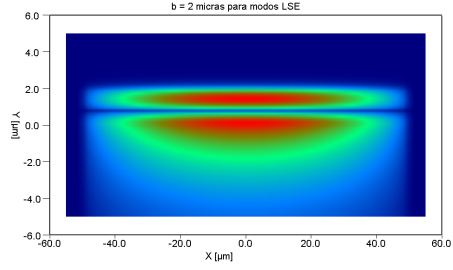
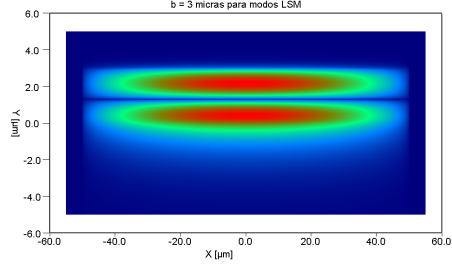
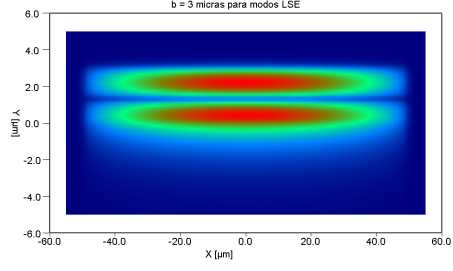
	Modos LSM	Modos LSE
$b = 2 \mu\text{m}$	 <p><math>n_{eff}^{LSM} = 1.4705</math></p>	 <p><math>n_{eff}^{LSE} = 1.4710</math></p>
$b = 3 \mu\text{m}$	 <p><math>n_{eff}^{LSM} = 1.4790</math></p>	 <p><math>n_{eff}^{LSM} = 1.4794</math></p>

Tabla 6. Campo electromagnético del segundo modo para diferentes espesores de guías boroflat<sup>®</sup>33 – PMMA.

En la Tabla 6 se aprecia un comportamiento similar al observado en las tablas anteriores; es decir, el campo electromagnético se concentra más en el núcleo siempre y cuando el espesor de la capa guiante sea mayor que el necesario para excitar el segundo modo.

En conclusión, para fabricar una guía óptica plana monomodo utilizando como sustrato el vidrio borofloat<sup>®</sup>33 y como núcleo el polímero PMMA, se debe de trabajar siempre con un espesor  $0.56 \mu\text{m} < b < 1.85 \mu\text{m}$  para modos LSE y con un espesor  $0.61 \mu\text{m} < b < 1.90 \mu\text{m}$  para modos LSM. Como se verá en capítulos posteriores, tener un régimen monomodo en una guía óptica puede ser muy útil para algunas aplicaciones, como puede ser el biosensado óptico.

### 3.2.1.2. Proceso de fabricación

Existen varios métodos de fabricación de guías ópticas planas, agrupándose básicamente en dos tipos de procesos: físico-químicos y por deposición. La diferencia fundamental entre ambas alternativas, es que en los procesos físico-químicos se realiza una modificación del índice de refracción directamente en el sustrato, mientras que en los procesos por deposición, se coloca una capa de un material con un índice de refracción,  $n_f$ , sobre un sustrato cuyo índice de refracción,  $n_s$ , es inferior a  $n_f$ .

En la Figura 27, se esquematizan los pasos principales para la fabricación de una guía óptica plana de polímero.

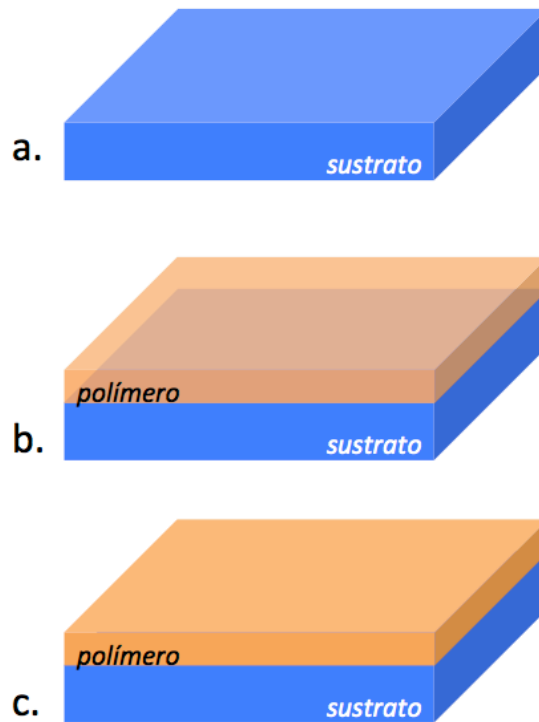


Figura 27. Esquema de la fabricación de una guía óptica plana polimérica. a) Preparación del sustrato, b) deposición del polímero sobre el vidrio, c) curado del polímero.

A continuación, vamos a estudiar detalladamente cada una de las etapas para la fabricación de guías ópticas planas poliméricas.

#### 3.2.1.2.1. Preparación del sustrato

Puesto que el sustrato, que en nuestro caso será vidrio, es la base de la que parte todo el proceso, su estado debe cuidarse especialmente a la hora de comenzar la fabricación. Por esto, se debe emplear un proceso de lavado a fin de eliminar todas las

partículas e impurezas que se hayan depositado sobre la superficie del material. La presencia de esta suciedad provocaría irregularidades y falta de adhesión en la capa de polímero que constituye el núcleo de la guía, lo cual acarrearía problemas en las fases siguientes del procesado. Aunque existen muchos métodos de limpieza propuestos, en los que se usan sucesivos baños en diferentes compuestos químicos, exposición a vapores, ataques ácidos, etc., la complejidad añadida no siempre produce una mejora de resultados en la misma medida. Además, la exposición a excesivos productos presenta el riesgo de provocar diferentes reacciones sobre el material, que resultarían perjudiciales.

Por todo ello, se realizó la limpieza de los sustratos en la sala limpia construida en el Laboratorio de Óptica Integrada de la Universidad de Oviedo. La Figura 28 muestra los medios tecnológicos de la misma. Para su diseño, se tuvieron en cuenta las consideraciones que se mencionan a continuación:

- Sellado de grietas para evitar aire contaminado del exterior.
- Paredes y techos lisos y pintados con pintura que evite el desprendimiento de partículas.
- Disposición de una antesala previa a la sala limpia; es decir, un espacio cerrado que separe la sala limpia del resto del laboratorio.
- Aire tratado mediante filtros absolutos de ultra alta eficacia (HEPA), lo que proporciona una adecuada ventilación a la vez un aire libre de partículas.
- Indumentaria especial constituida con materiales especiales que no desprendan ni acumulen polvo o partículas.
- Iluminación mediante lámparas fluorescentes en el amarillo para la manipulación de fotorresinas.

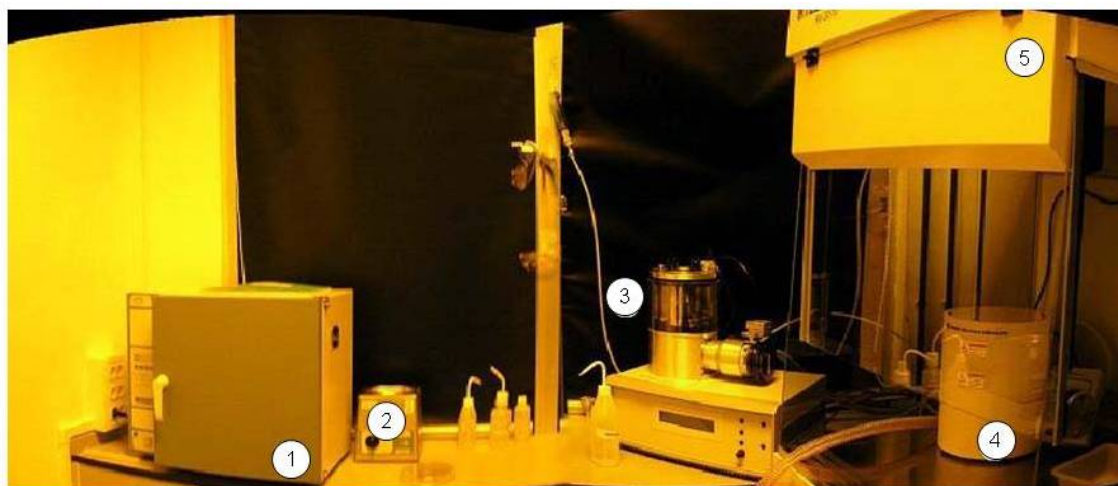


Figura 28. Sala limpia del laboratorio donde se puede ver la estufa de secado (1), equipo de ultrasonidos (2) evaporadora metálica (3), spin-coating (4) instalado dentro de la campana de flujo laminar (5).

El método de limpieza de sustratos utilizado en nuestro caso se describe a continuación:

1. Baño de ultrasonidos en agua desionizada y jabón durante 30 minutos como prelavado.
2. Frotado de las muestras y aclarado en sucesivos baños de agua desionizada para eliminar las partículas que puedan estar adheridas por el empaquetado de los sustratos.
3. Baño de ultrasonidos en acetona durante 30 minutos para eliminar el jabón que pueda haber quedado en los pasos anteriores, así como, los componentes orgánicos.
4. Baño de ultrasonidos en piraña ácida ( $\text{H}_2\text{SO}_4:\text{H}_2\text{O}_2$  3:1) durante 30 minutos para quitar los componentes inorgánicos y para mejorar la adhesión de la capa que se deposita.
5. Aclarado en agua desionizada para eliminar los restos de piraña.
6. Baño de ultrasonidos en propanol durante 30 minutos para retirar los posibles restos de la piraña que pudieran haber quedado.
7. Secado con nitrógeno a presión. Esto deberá hacerse rápidamente para que no queden marcas de las gotas del propanol.

Es importante resaltar la necesidad de utilizar agua desionizada, pues los iones presentes en el agua corriente podrían reaccionar con las moléculas de la superficie del sustrato formando una película contaminante difícil de eliminar.

El almacenaje de los sustratos antes de su uso también requiere atención. Si los sustratos se almacenan en un ambiente húmedo pueden aparecer hongos sobre su superficie, que serían difíciles de eliminar en el proceso de lavado e impedirían la correcta adhesión del polímero. Por esto, es recomendable almacenar los sustratos en presencia de un deshumidificador, o en un recipiente cerrado con algún absorbente de la humedad, como el gel de sílice.

### 3.2.1.2.2. *Spin-coating*

Esta parte del proceso de fabricación de una guía es el más importante y quizá el más complicado. Durante esta etapa se deposita el polímero sobre el sustrato, y dependiendo de varios factores que se comentan a continuación, se obtendrá una buena deposición [49]. Además, como se verá en posteriores capítulos, el *spin-coating* (recubrimiento por centrifugado) es una técnica que se aplica para la deposición de diferentes materiales. Es de gran importancia conocer como es el comportamiento de los fluidos, al ser depositados mediante este método.

Antes de realizar la deposición del polímero sobre el sustrato, es interesante conocer el espesor,  $b$ , aproximado que proporciona el fabricante. La Figura 29 muestra el espesor del PMMA en función de la velocidad de *spin-coating*.

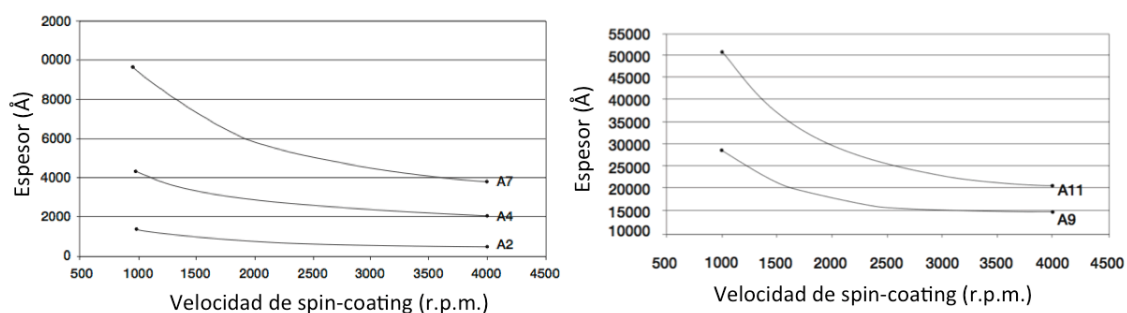


Figura 29. Espesor del PMMA en función de la velocidad de *spin-coating*.

Colocado el sustrato en la máquina de *spin-coating*, se realiza el vacío entre la muestra y el portamuestras, y se inicia el proceso de centrifugado que consta de los pasos que se resumen en la Figura 30.

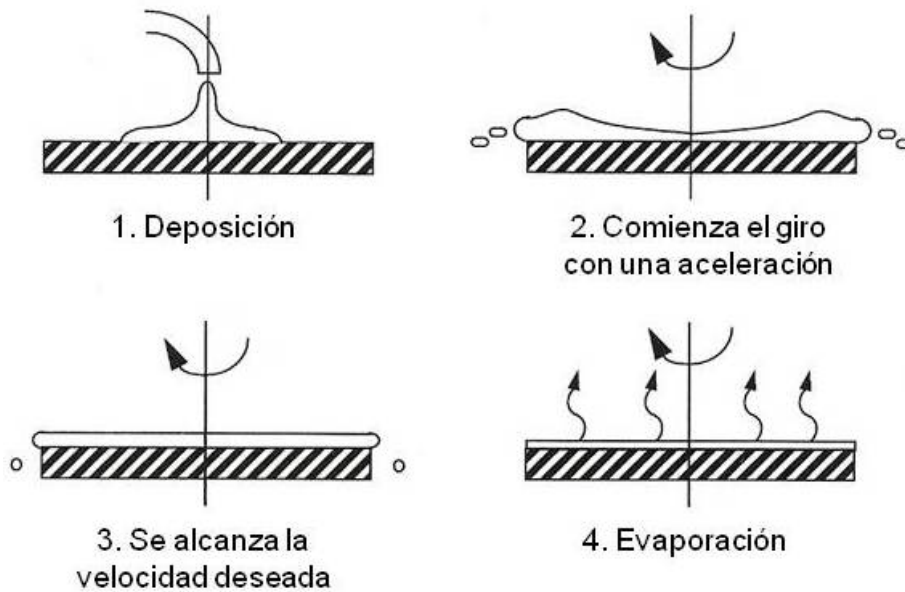


Figura 30. Esquema general de las etapas de un proceso de spin-coating.

A continuación, se hace una descripción más detallada de cada uno de los pasos del proceso:

### 1. Deposición

En esta etapa, se coloca una pequeña cantidad de polímero sobre el sustrato, de tal manera que el líquido quede lo más centrado posible, para que se produzca una deposición más uniforme. En el caso de que el material depositado sea muy espeso, podremos realizar un pequeño giro (muy despacio y durante unos 10 segundos) para extenderlo mejor.

### 2. Comienzo del giro

Una vez depositado el polímero correctamente sobre el sustrato, se cierra la tapa del centrifugador y se programan los siguientes pasos: la aceleración, la velocidad y el tiempo de giro deseados.

Se pone en funcionamiento el centrifugador y con la aceleración seleccionada comenzará a girar. Procediendo de esta manera, y debido a la fuerza centrífuga, se consigue eliminar el exceso de polímero y cubrir toda la superficie del sustrato.



### 3. Se alcanza la velocidad de giro

Una vez alcanzada la velocidad de giro deseada, se mantendrá ésta durante un tiempo determinado. En los primeros segundos de giro a esta velocidad, se consigue extender de manera uniforme todo el polímero por el sustrato, quedando depositada una fina capa.

### 4. Evaporación

Llegará un momento durante el giro, en el que la capa de polímero ya esté totalmente extendida. En este punto se comenzará a evaporar el exceso de disolvente. Éste es un proceso complejo ya que, dependiendo de la geometría del sustrato, una parte del polímero estará más en contacto con la atmósfera que el resto, con lo cual, éste proceso no se dará de igual forma en toda la superficie.

En la Figura 31 se muestran unas fotografías de la máquina de *spin-coating* utilizada (WS-400A-6NPP. Laurell Technologies Corporation. USA).



Figura 31. Proceso de *spin-coating*. a) Equipo de *spin-coating*. b) Colocación del sustrato. c) Programación de los datos de centrifugado.

Debido a la gran importancia de esta parte del proceso de fabricación, se profundizó en el estudio de los mecanismos físicos que intervienen en su ejecución. Se realizó una revisión del modelado teórico y un estudio sobre las imperfecciones más comunes en cada deposición.

#### **A. Modelado del *spin-coating***

El flujo del fluido sobre el sustrato está gobernado por la ecuación de continuidad y por la conservación de masas [49]:

$$\frac{\partial b}{\partial t} = \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( r \cdot \frac{\rho \omega^2 r b^3}{3\mu} \right) + \frac{m}{\rho} \sqrt{1 + \left( \frac{\partial b}{\partial r} \right)^2} \quad (77)$$

Siendo  $b$  el espesor,  $r$  la distancia radial,  $\omega$  la velocidad angular,  $\rho$  la densidad del fluido,  $\mu$  la viscosidad del fluido y  $m$  el variación de masa del disolvente en el tiempo.

El primer término de la ecuación, corresponde a la eliminación del fluido del sustrato debido a las fuerzas centrífugas. El segundo término corresponde a la etapa de evaporación.

Se han realizado muchos estudios para obtener el espesor de la capa depositada de una manera teórica. Emslie, Bonner y Peck fueron el primer grupo en investigar el proceso de *spin-coating* usando fluidos newtonianos [50]. Para ello, asumieron un espesor inicial  $b_0$  y despreciaron el factor de evaporación, llegando a la siguiente conclusión:

$$b = b_0 \left( \frac{1}{\sqrt{1 + \left( \frac{4\rho\omega^2 r b^3}{3\mu} \right)}} \right) \quad (78)$$

Es decir, el espesor de la capa generada es inversamente proporcional a la raíz cuadrada de la velocidad de giro [51].

Por otra parte, Meyerhofer [52] incluyó la evaporación como función de la velocidad de centrifugado, e introdujo un factor de evaporación  $e$ . La inclusión de la evaporación disminuye la precisión en la resolución analítica de la ecuación (77). Para ello, se consideran dos etapas diferentes. En la primera solamente existen las fuerzas centrífugas en el fluido, y en la segunda, es sólo la evaporación la que afecta al líquido, obteniendo la siguiente aproximación:

$$b = \left( 1 - \frac{\rho_0}{\rho} \right) \left( \frac{3\mu_0 e}{2\rho\omega^2 \frac{\rho_0}{\rho}} \right)^3 \quad (79)$$

donde subíndice 0 indica el valor del parámetro antes de comenzar el centrifugado.

Se puede decir que la técnica del *spin-coating* es muy útil para la fabricación de guías ópticas poliméricas, ya que, será relativamente fácil controlar el espesor de la capa depositada. Esto será de gran utilidad para fabricar diferentes tipos de guías ópticas poliméricas. Además, la fina capa de polímero depositada, será progresivamente más uniforme, de tal forma que, si se continua con esta etapa durante un tiempo excesivo, el espesor se mantiene y no disminuye.

Esta técnica de fabricación, también tiene sus inconvenientes; por ejemplo, del fluido que depositemos sobre el sustrato, solamente se utilizará entre un 2% y un 5%. Otra de las desventajas que tiene el *spin-coating* es que, dependiendo de la geometría del sustrato, se obtendrá una mejor o peor deposición, siendo lo idóneo disponer de sustratos circulares, para que las fuerzas centrífugas sean por igual durante todo el proceso. En cambio, en este trabajo se han utilizado sustratos rectangulares, lo que provoca los siguientes problemas:

### ***B. Imperfecciones en la deposición***

#### *i. Ondulaciones en los bordes*

Este problema aparece tanto en los sustratos rectangulares como en los circulares. Debido a la fricción con el aire que se produce en los bordes del sustrato, habrá una mayor evaporación del fluido en esa región, lo que provocará la formación de una pared que dificultará el flujo del polímero procedente de la zona central de la muestra. Por esta razón el polímero se ve obligado a fluir por encima de las capas secas y formar, por tanto, las ondulaciones antes mencionadas. Se puede ver un esquema de este efecto en la Figura 32.

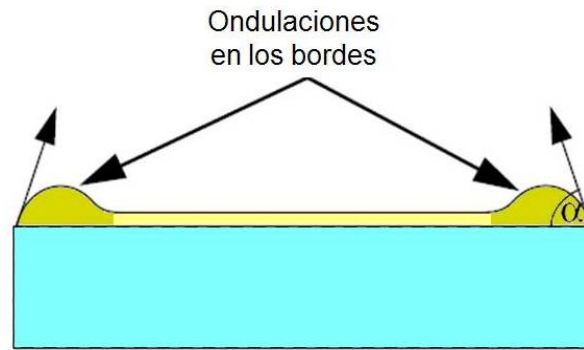


Figura 32. Descripción gráfica de un corte transversal de una muestra sobre la que se depositó un fluido mediante la técnica de spin-coating.

### ii. Efectos geométricos

Este efecto ocurre fuera de la circunferencia inscrita en la muestra, pues es donde se pierde la uniformidad radial, debido a la geometría rectangular de los sustratos. Como consecuencia, el efecto de las ondulaciones en los bordes, será mucho más pronunciado en las esquinas, ya que aumentará la fricción con el aire a medida que aumenta el radio de giro, lo que se traduce en una mayor tasa de evaporación del disolvente.

### iii. Efecto Bernoulli

Por otro lado, el problema más significativo en el centrifugado de sustratos rectangulares es el efecto Bernoulli, causado por la acumulación de fotorresina en los bordes de avance (en el sentido del giro) del sustrato. Esto, crea un plano aerodinámico en el que las corrientes de aire se separan a medida que el sustrato gira. De la aerodinámica se sabe que, cuando una corriente es separada en dos caminos desiguales, la parte de la corriente cuyo recorrido es mayor se ve acelerada, mientras que, la corriente que recorre un camino más corto ve reducida su velocidad. Cuando el sustrato gira, la corriente por su parte superior se ve forzada a circular más rápido, creando por tanto una depresión. Este hecho aumenta notablemente la tasa de evaporación del disolvente, creando una gran acumulación de fotorresina seca cerca de las esquinas, donde el espesor puede llegar a ser de 2 a 5 veces el alcanzado en la región central del sustrato. Este efecto viene descrito por la ecuación siguiente:

$$\frac{P_1}{\rho} + \frac{V_1^2}{2} + gz_1 = \frac{P_2}{\rho} + \frac{V_2^2}{2} + gz_2 \quad (80)$$

donde  $\rho$  es la densidad del fluido,  $P$  la presión,  $V$  la velocidad,  $z$  la altura y  $g$  la gravedad. En el esquema de la Figura 33, se muestra este efecto, así como los parámetros de la ecuación (80).

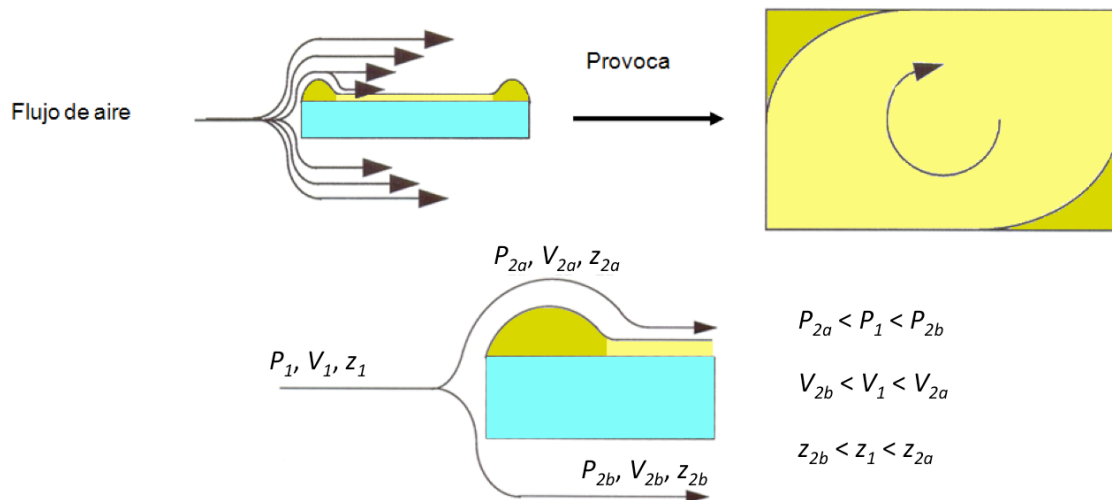


Figura 33. Esquema del efecto Bernoulli en el centrifugado de un polímero sobre un sustrato rectangular.

Como conclusión, se observa que la utilización de sustratos rectangulares merma el aprovechamiento de las capas de fotorresina y dificulta el proceso de fabricación. Debido a las irregularidades que se producen, y para garantizar la homogeneidad de la fotorresina, en un sustrato típico (76 x 26 mm) sólo será aprovechable el tercio central.

### 3.2.1.2.3. Curado del polímero

Una vez que se ha depositado el polímero sobre el sustrato, se debe endurecer para obtener la capa polimérica que constituye el núcleo de la guía óptica. Las dos etapas anteriores del proceso de fabricación son comunes para los tipos de guías ópticas poliméricas que se han estudiado en las simulaciones, ya que el método de trabajo era el mismo. Para esta última etapa de curado, hay que diferenciar si se quiere endurecer el NOA61 o el PMMA.

Para endurecer el NOA61 se debe realizar un proceso de fotopolimerización [53]. Consiste en utilizar la luz como fuente de energía, para inducir una conversión de las pequeñas moléculas insaturadas en estado líquido, a macromoléculas en estado

sólido. Como ya se comentó en la sección 2.2.1.1.2, el NOA61 es un epoxi UV; es decir, que el polímero se endurece al estar sometido a luz ultravioleta durante un tiempo determinado. El tiempo de exposición dependerá del polímero utilizado, de la distancia de la fuente de luz ultravioleta al polímero y de la potencia de la lámpara ultravioleta. Se utilizó una lámpara UV (LTF Labortechnik, Germany), con una potencia de  $1.3 \text{ mW/cm}^2$  en la base, donde se coloca la muestra. Para conseguir una completa polimerización del NOA61, es necesario aplicar un mínimo de densidad de energía, que se sitúa en torno a  $3 \text{ J/cm}^2$  [25]. La muestra tendrá que mantenerse bajo la luz UV, para su completa polimerización, un mínimo de 38 minutos y 28 segundos. Para asegurar un resultado satisfactorio, se ha dejado la muestra durante 60 minutos bajo la lámpara. Finalizada la fotopolimerización, se introduce la muestra en un horno, durante 12 horas a  $60 \text{ }^\circ\text{C}$ , para eliminar cualquier tipo de disolvente que pueda haber quedado en la muestra. De esta manera, se consigue que el NOA61 quede perfectamente adherido al vidrio soda-lime.

Para el caso de las muestra fabricadas con PMMA, el proceso de curado es diferente. En este caso, solamente se necesita que el PMMA quede adherido al borofloat<sup>®</sup>33. Para ello, se aplica una fuente de calor a la muestra. Una vez depositado el polímero, se coloca la muestra sobre una placa calefactora a  $250 \text{ }^\circ\text{C}$  durante 5 minutos.

### **3.2.2. Caracterización de guías ópticas planas poliméricas**

Una vez fabricadas las guías ópticas, se comprobó si las simulaciones realizadas en la sección 3.2.1.1 son correctas. Además, se realizó la evaluación experimental del índice de refracción y del espesor de la capa de polímero depositada sobre el sustrato.

Existen diferentes métodos para caracterizar guía ópticas mediante acoplo: acoplo por prisma, acoplo por el borde, acoplo por *grating*, etc. [54]. Como ya se ha comentado en secciones anteriores, para evaluar el índice de refracción,  $n_f$ , y el espesor,  $b$ , de la capa de polímero, el modelo desarrollado solo precisa conocer el índice efectivo de cada uno de los modos guiados por la guía óptica plana polimérica. Debido a su sencillez y alta eficiencia, se ha utilizado el método de acoplo de luz por

prisma (*prism coupling*), implementado en el laboratorio y que se detalla a continuación.

### **3.2.2.1. Método de acoplo de luz por prisma**

Esta técnica de caracterización aporta directamente los parámetros básicos de una guía óptica plana: número de modos guiados y sus índices de refracción efectivos o constantes de fase. Además, indirectamente, se puede calcular el perfil de índice en función de la profundidad y el espesor de la capa guiante. Por esta razón, es una de las técnicas más utilizadas. Los primeros en estudiar el uso de un prisma para excitar modos de propagación en una guía óptica plana fueron P. K. Tien y Ulrich en 1970 [55]. Desde entonces, se ha convertido en una técnica muy habitual en óptica integrada [56,57,58].

Este método se basa en acoplar la luz en el interior del núcleo de la guía óptica utilizando un prisma con un índice de refracción adecuado y superior al índice de refracción del núcleo de la guía. Como se muestra en la Figura 34, el prisma se coloca sobre la guía, formándose una imperceptible banda de aire, de aproximadamente 0.1  $\mu\text{m}$ , entre el prisma y la capa superior de la guía. A continuación, un haz láser incide sobre el prisma con un determinado ángulo, provocando la reflexión de la luz en la base del prisma y generando un campo evanescente en la capa de aire. Dicho campo evanescente es el responsable de que la luz se acople a la guía, lo que ocurre cuando dicho campo evanescente, entre el prisma y la superficie de la guía, “observa” el mismo índice de refracción efectivo que el que ofrece la guía para uno de sus posibles modos guiados. Esta condición se verifica para un conjunto discreto de ángulos de incidencia que se designan ángulos de acoplo. Cada ángulo de acoplo proporciona un modo guiado. Según Ulrich, la eficiencia del acoplo puede ser mayor del 90%, dependiendo del espesor de la capa de aire existente entre el prisma y la guía.

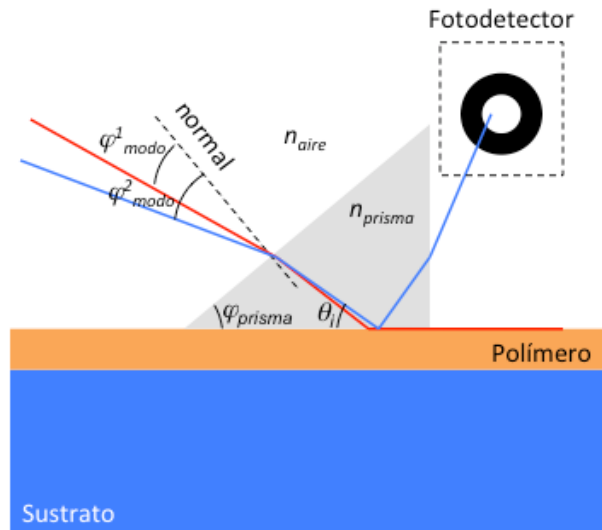


Figura 34. Parámetros ópticos y geométricos del acoplo de luz por prisma.

Para realizar una primera aproximación sobre el número de modos de la guía, no se incide solamente con un ángulo,  $\varphi_{modo}$ . Mediante un sistema de lentes constituido por un expansor, colimador y concentrador de luz, se consigue incidir con todos los ángulos posibles de acoplo, como se muestra en la Figura 35. De esta forma, se están excitando todos los modos guiados que puede propagar la guía óptica.

Una vez que la luz ya ha sido acoplada, existen dos formas diferentes para detectar y visualizar los modos acoplados. Éstas dependen del montaje experimental que esté implementado. En la primera de ellas, la luz que ha sido acoplada mediante el prisma, se propaga por la guía para posteriormente, ser desacoplada por otro prisma idéntico y dispuesto de forma inversa al primero. De esta forma, la luz se irradia al exterior, llegando así a una pantalla o a un detector colocados a la salida del segundo prisma, tal y como muestra la Figura 35-a. A la salida del segundo prisma, se observan líneas brillantes, que se corresponden con los modos que se propagan por la guía y que, en virtud del principio de reciprocidad en la propagación de la luz se acopla al segundo prisma. Cada línea brillante corresponde a un modo de propagación. Por esta razón, esta alternativa se conoce como técnica de los modos brillantes.

En la segunda propuesta experimental, la luz que ha sido acoplada mediante el prisma y que se propaga por el núcleo de la guía estará ausente en el cono de luz que emerge por la cara opuesta del prisma. De esta manera, una pantalla o un detector colocado a la salida del prisma, presentará un mínimo de energía por cada modo de



propagación acoplado. Así pues, al incidir con todos los ángulos a la vez, se observará una ausencia de luz (líneas oscuras) para cada modo acoplado a la guía óptica, tal y como se muestra en la Figura 35-b.

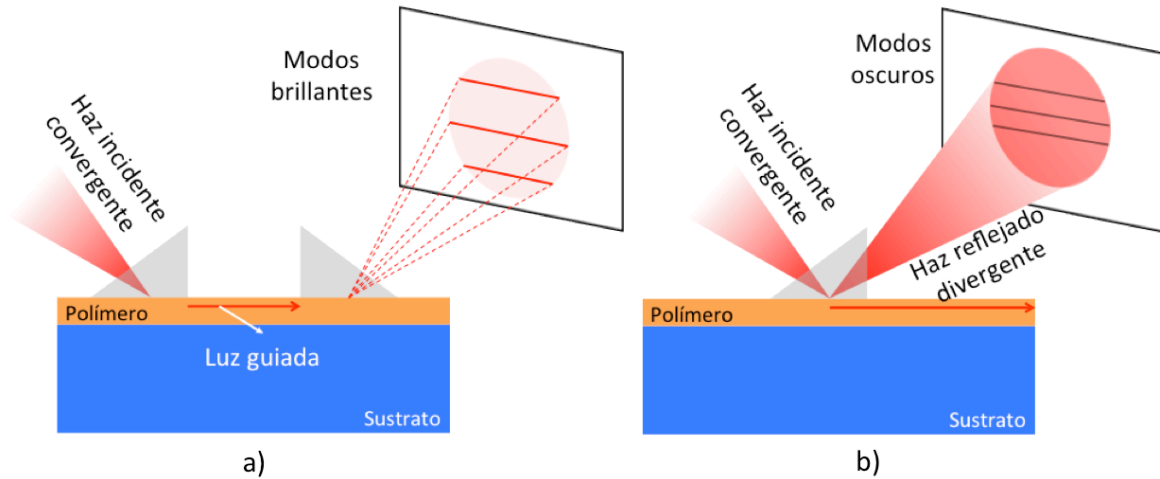


Figura 35. Esquema del montaje utilizado para acoplo de luz por prisma: a) técnica de modos brillantes. b) técnica de modos oscuros.

Para este trabajo, se ha utilizado el método de las líneas oscuras, ya que es mucho más preciso porque no hay tantas pérdidas de propagación, al haber solamente un prisma.

En general, los prismas más utilizados por su índice de refracción son los de vidrio SF11 (con  $n = 1,779$  para  $\lambda = 632.8$  nm), para guías cuyos núcleos presentan índices de refracción inferiores a este valor, y los de Rutilo (con  $n = 2.4$  para  $\lambda = 632.8$  nm) para guías con índices en el rango intermedio, como es el caso del  $\text{LiNbO}_3$  y el silicio y sus compuestos. Ambos cubren un espectro de índices, que incluye a la mayoría de los materiales de estudio en óptica integrada. De todas formas es necesario elegir un prisma cuyo índice de refracción y ángulo garanticen el acoplo de luz para el índice de refracción del núcleo de la guía óptica.

Para determinar el índice efectivo de cada modo guiado, es necesario incidir con un único rayo de luz que forme un ángulo,  $\varphi_{modo}$ , con la normal del prisma. Es decir, el índice efectivo del modo guiado  $m$ -ésimo se determina a partir de la evaluación experimental del ángulo de acoplo,  $\varphi_m$ , que excita el modo guiado  $m$ -ésimo. Esta situación se recuerda en la Figura 34. Se simboliza con una línea roja un rayo de luz de un modo guiado, y en azul un rayo que no fue acoplado.

Está demostrado teóricamente [56] que, para cada modo acoplado, el ángulo de incidencia de acoplo de la luz sobre la cara frontal del prisma,  $\varphi_{modo}$ , está relacionado con el índice de refracción del prisma,  $n_{prisma}$ , su ángulo,  $\varphi_{prisma}$ , y el ángulo de incidencia de la luz en el punto de contacto entre el prisma y la guía,  $\theta_i$ . Éste, a su vez, está relacionado con el índice efectivo,  $n_{effmodo}$ , o constantes de fase del modo propio de propagación (modo guiado) de la guía en cuestión, según la siguiente ecuación.

$$n_{effmodo} = n_{prisma} \sin \left[ \varphi_{prisma} + \sin^{-1} \left( \frac{n_{aire} \sin(\varphi_{modo})}{n_{prisma}} \right) \right] \quad (81)$$

Así pues, una determinación de los ángulos de incidencia para los que hay acoplo o ausencia de luz, permite conocer cuantos modos propaga una guía óptica y, posteriormente, calcular el índice efectivo de cada modo. Para la caracterización de las guías, se ha utilizado un prisma de SF11 con  $n_{prisma} = 1.779$  a  $\lambda = 632.8$  nm y con un ángulo  $\varphi_{prisma} = 45^\circ$ .

Experimentalmente, para lograr un espesor de aire, entre la base del prisma y la superficie de la guía, que permita el acoplo, se aplica un punto de presión, ejercido con un tornillo micrométrico, tal y como se muestra en la Figura 36. Se ha comprobado que siempre que se produce acoplo de luz, el espesor de la capa de aire genera una mancha oscura en la base del prisma. Al variar la presión, esta mancha puede reforzarse aumentando de tamaño, pero hay que tener cuidado no presionar demasiado, ya que se puede llegar a romper la guía. En estas condiciones, la eficiencia del acoplo, o lo que es lo mismo, la calidad de la imagen de líneas, depende del tamaño de la mancha y de la posición en la que incide el haz respecto al centro de ésta.

Para llevar a la práctica el método de acoplo de luz por prisma, se utiliza el procedimiento experimental que se muestra en la Figura 37; es decir, se hace incidir un cono de luz con todos los ángulos de incidencia sobre el prisma. Para ello, se dispone de un láser emisor a  $\lambda = 632.8$  nm y de un sistema de lentes compuesto por un expansor, un colimador y un concentrador. De esta forma, se observa el cono de luz reflejado, de tal forma que, si algún modo es acoplado por la guía, se observa una línea

oscura en el cono de luz que emerge por la otra cara del prisma por cada uno de los modos acoplados a la guía. Este procedimiento es muy útil para verificar si en la guía se acopla luz y para conocer el número de modos que soporta la guía óptica.

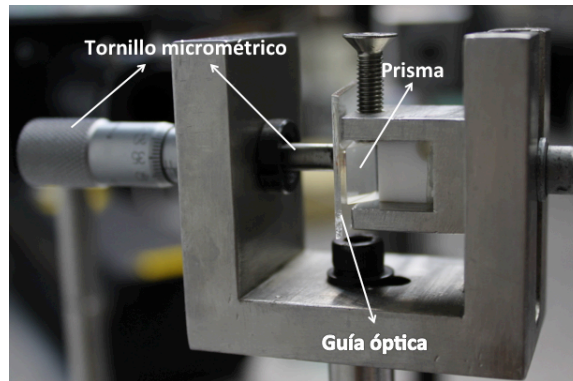


Figura 36. Soporte para posicionar el prisma y la guía óptica.

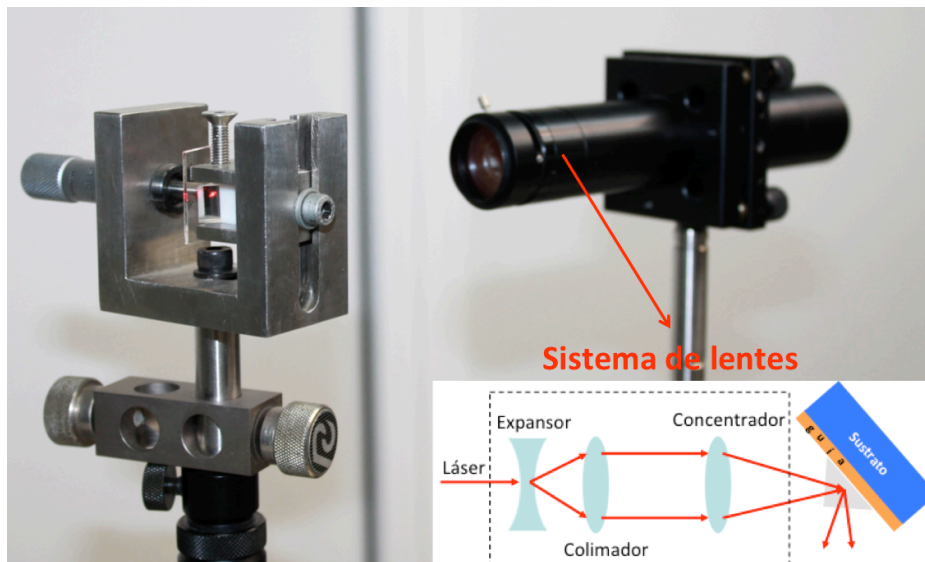


Figura 37. A la izquierda: detalle del sistema de sujeción para la técnica del acoplo de luz por prisma para modos oscuros. A la derecha: sistema de lentes.

En la Figura 38, se puede observar el cono de luz emergente por la cara opuesta del prisma para el caso de una guía óptica plana que puede propagar tres modos. Cada línea oscura corresponde a un modo guiado.

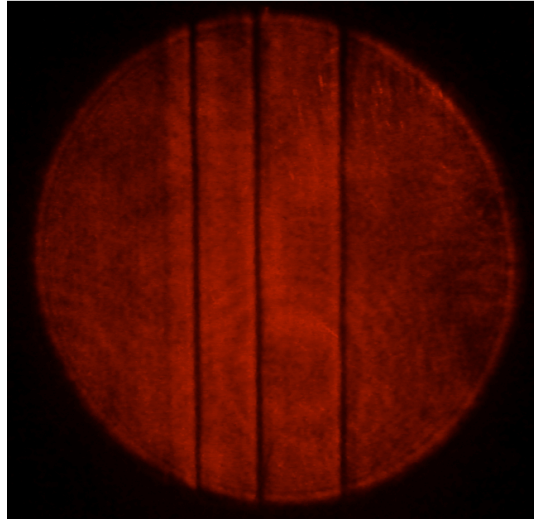


Figura 38. Modos oscuros para una guía óptica plana que propaga tres modos guiados.

Todo el conjunto formado por el sistema de sujeción, prisma y guía óptica está montado sobre un goniómetro motorizado y computarizado encargado de rotar todo el conjunto. La Figura 39 muestra la disposición experimental diseñada para evaluar el número de modos guiados.

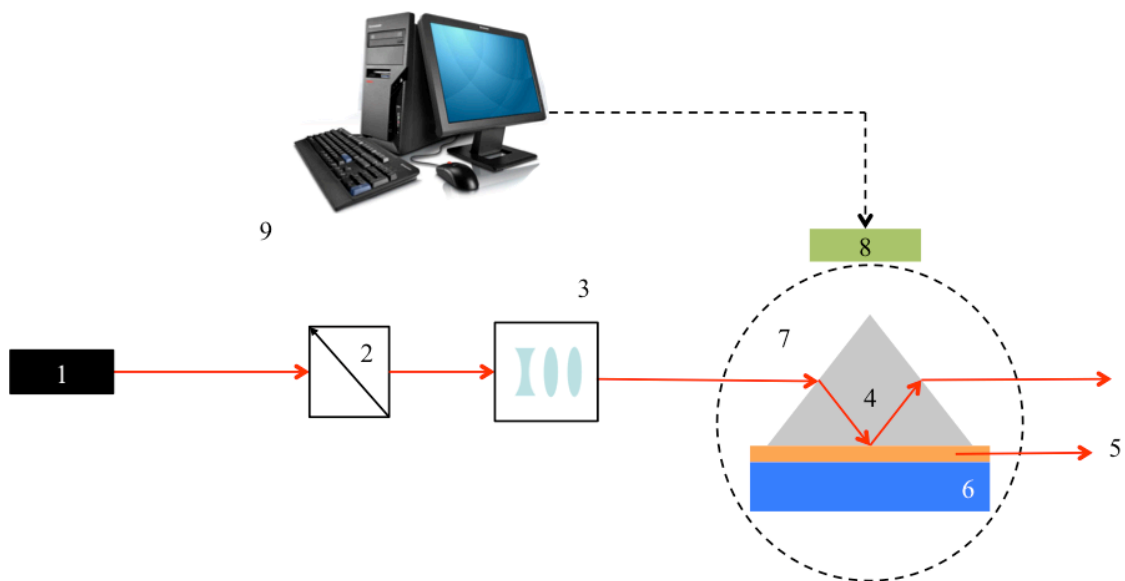
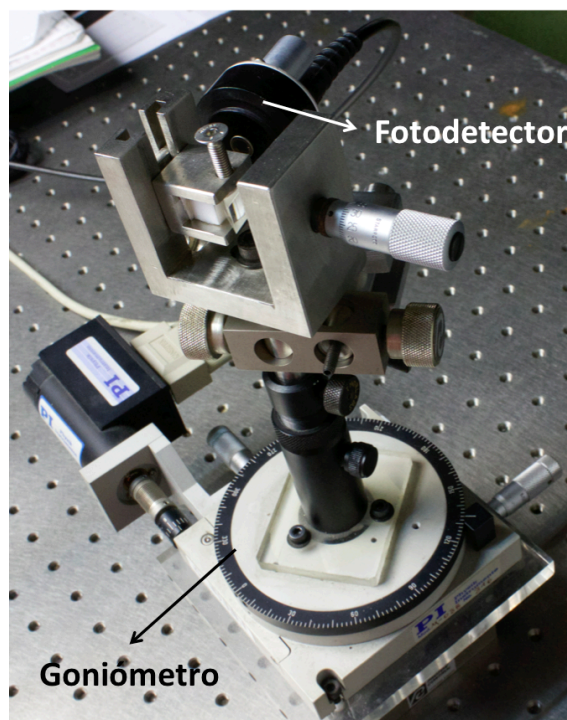


Figura 39. Esquema general del sistema de acoplo de luz por prisma. 1-Láser, 2-Polarizador, 3-Sistema de lentes: expansor-colimador-condensador, 4-Prisma, 5-Polímero, 6-Sustrato, 7-Goniómetro, 8-Sistema piezoeléctrico que mueve el goniómetro y 9-Ordenador.

Para determinar el índice efectivo de cada modo guiado, se ha de incidir sobre el prisma con un único rayo de luz, tal y como se ha explicado en la Figura 34. Para ello, es necesario retirar el sistema de lentes: expansor-colimador-condensador y se hace incidir el rayo láser sobre la cara de entrada del prisma. Antes de comenzar a realizar

las medidas, se debe buscar la normal del prisma. Para ello, se hace girar el prisma hasta hacer coincidir el rayo reflejado de la cara de entrada del prisma con el rayo de incidencia. Alcanzada la normal, se toma esa posición del goniómetro como ángulo,  $\varphi_{modo} = 0^\circ$ . A continuación, se hace girar el conjunto prisma-guía óptica mediante el goniómetro motorizado (Physik Instrumente, modelo M038) para variar el ángulo de incidencia. De esta forma, para cada ángulo se producirá una reflexión en la base del prisma (si no hay modo guiado), representado en la figura en azul, o una transmitancia total de la luz (si hay modo acoplado), representado en rojo. Para verificar si hay acoplo de luz a la guía se dispone de un fotodetector situado lo más próximo posible a la cara de salida del prisma y solidario con el conjunto prisma-guía de forma que le acompaña en el giro del goniómetro. Para automatizar las medidas se realiza el montaje que vemos en la Figura 40.



*Figura 40. Detalle del conjunto solidario formado goniómetro, sistema de sujeción prisma-guía y fotodetector.*

El fotodetector, modelo DET-110 de la casa Thorlabs, es capaz de medir en un rango de longitudes de onda de 300 a 1100 nm, y dispone de un área de sensado de  $3.6 \text{ mm}^2$ . Además, está conectado a un medidor de potencia óptica (Thorlabs, modelo PM300E). A su vez, el medidor de potencia está conectado a un ordenador que permite registrar las medidas realizadas, a través de un software programado en

Labview. En la Figura 41 se muestra un esquema general de todo del sistema de medida diseñado.

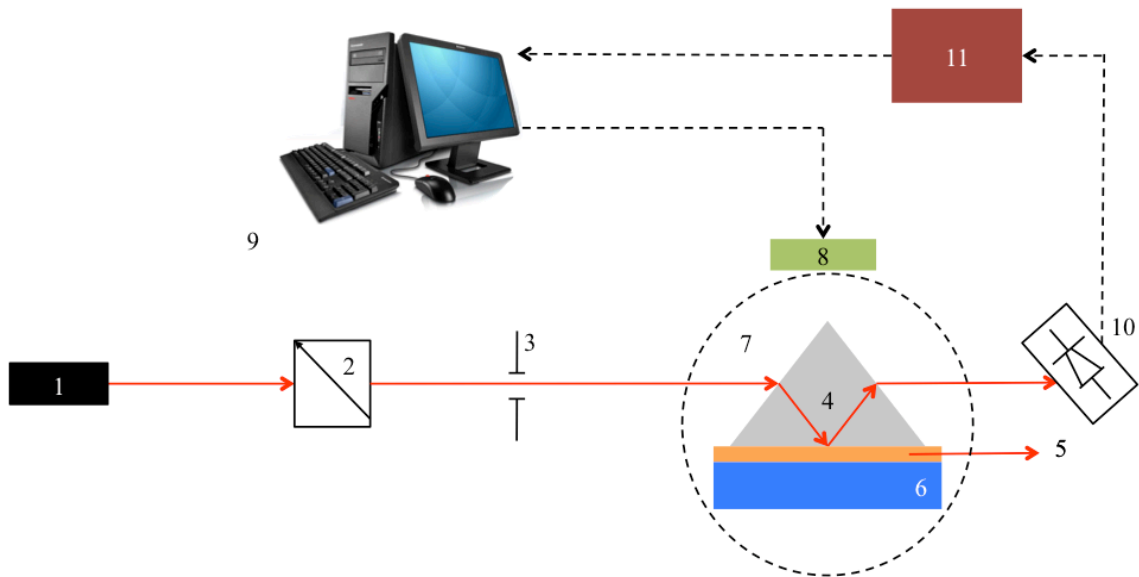


Figura 41. Esquema general del sistema de acoplamiento de luz por prisma. 1-Láser, 2-Polarizador, 3-Diafragma, 4-Prisma, 5-Polímero, 6-Sustrato, 7-Goniómetro, 8-Sistema piezoeléctrico que mueve el goniómetro, 9-Ordenador, 10-Fotodetector y 10-Medidor de potencia óptica.

Utilizando la ecuación (81), se puede calcular el índice efectivo para cada modo guiado, ya que se conocen todas las variables:  $n_{prisma} = 1.779$ ,  $\varphi_{prisma} = 45^\circ$ ,  $n_{aire} = 1$  y  $\varphi_{modo}$ . El método de acoplamiento de luz por prisma ha sido implementado en el laboratorio. Se ha programado un algoritmo en LabVIEW que gobierna tanto el movimiento del goniómetro, así como el medidor de potencia. Como datos de entrada del programa se introducen: el rango de ángulos que se desea medir, el sentido de giro del goniómetro, el paso de cada medida y el número de medidas en cada paso. El programa proporciona como dato de salida un archivo en formato de texto, en el que se incluyen el ángulo de incidencia y su correspondiente potencia óptica.

### 3.2.2.2. Evaluación del índice de refracción y del espesor de la capa polimérica

#### 3.2.2.2.1. Guías monomodo

Una vez que se ha verificado el algoritmo de Matlab para guías monomodo, como vimos en el capítulo anterior, éste se ha aplicado para caracterizar una guía óptica monomodo fabricada en el laboratorio. Para fabricar la guía monomodo se ha utilizado borofloat®33 como material para el sustrato, y el PMMA como polímero para

el núcleo. En el proceso de fabricación, se siguen los pasos descritos en la sección 3.2.1.2. Para obtener una guía óptica monomodo con estos materiales, el núcleo deberá tener un espesor  $0.61 \mu\text{m} < b < 1.85$ . Para ello, se dispone del polímero PMMA A4. Acudiendo a la Figura 29, se observa que, situando una velocidad de centrifugado de 1.000 r.p.m. se obtiene un espesor de  $0.4 \mu\text{m}$ , aproximadamente; por ello, será necesario utilizar varias capas de polímero para obtener una guía óptica monomodo. En la Figura 42, se muestra un esquema de la guía óptica fabricada. Se puede observar que ha sido necesario depositar tres capas de PMMA sobre el sustrato. Para ello, primero se deposita la capa 1 y se cura. A continuación, se deja enfriar la muestra, y se coloca la capa 2 de la misma manera. Se procede de igual forma para la capa 3.

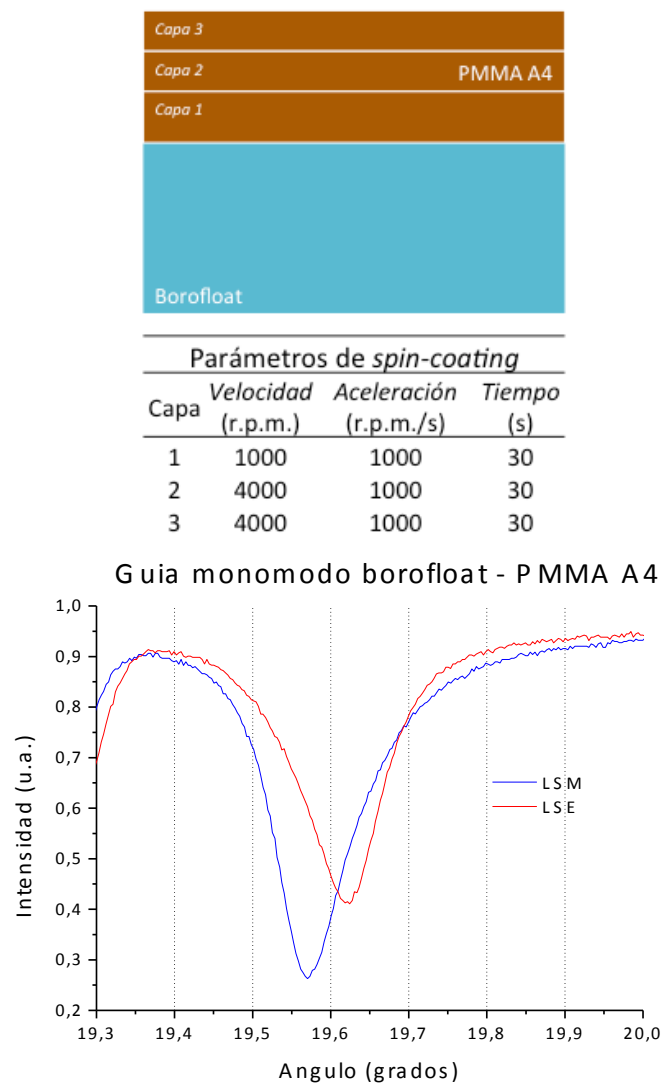


Figura 42. A la izquierda: vista transversal de una guía óptica monomodo con sus parámetros de fabricación. A la derecha: medidas realizadas de los ángulos de acoplo utilizando el método de acoplo de luz por prisma.

Una vez fabricada la guía óptica, se procede a su caracterización experimental. Los parámetros que se desean conocer son: el índice de refracción,  $n_f$ , y el espesor,  $b$ , del polímero. Para calcular estos parámetros, es necesario conocer el índice efectivo del único modo guiado para ambas polarizaciones, LSE y LSM. Se procede como se indicó en la sección 3.2.2.1, para determinar el índice efectivo de cada modo. En la Figura 42, se muestran las medidas realizadas mediante la técnica de acoplo de luz por prisma. Se realizaron cinco medidas para cada polarización, y a continuación, se trabajó con la media aritmética de las mismas. Cada uno de los mínimos, representa el ángulo de incidencia,  $\varphi_{modo}$ , para el cual existe un modo acoplado. Utilizando la ecuación (81) se calculan los índices efectivos de cada modo, resultando:  $n_{eff}^{LSE} = 1.4728$  y  $n_{eff}^{LSM} = 1.4723$ .

Así pues, ya se conocen todos los parámetros necesarios para calcular, a partir del modelo teórico propuesto en el capítulo 2, el índice de refracción,  $n_f$ , y el espesor,  $b$ , de la capa de polímero depositada sobre el sustrato. Para ello, se introducen en el algoritmo programado en Matlab los valores:  $\lambda_0 = 632.8$  nm,  $N = 1000$ ,  $n_s = 1.470$ ,  $n_{eff}^{LSE} = 1.4728$  y  $n_{eff}^{LSM} = 1.4723$  y se obtiene como resultado la gráfica que se muestra en la Figura 43. Observando el punto donde se cruzan las curvas correspondientes a los modos LSE y LSM, se obtienen los valores buscados, obteniendo:  $n_f = 1.483$  y  $b = 1.1$   $\mu$ m.

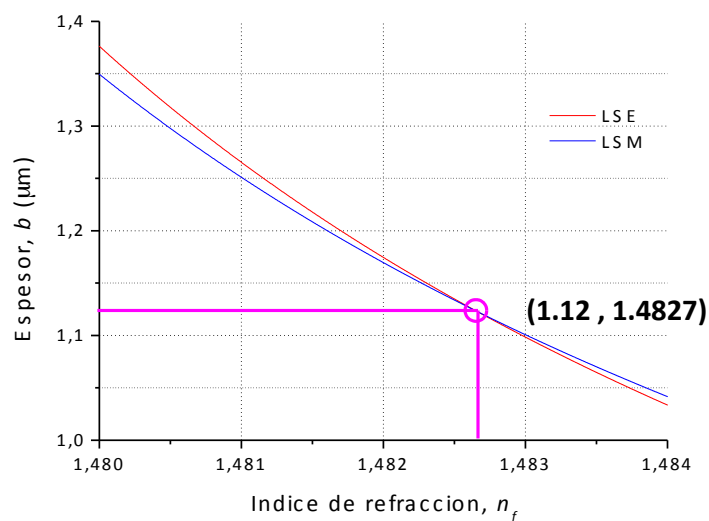


Figura 43. Índice de refracción,  $n_f$ , y espesor,  $b$ , de la capa de polímero PMMA obtenida mediante el algoritmo de Matlab para la guía monomodo.



Para verificar los resultados obtenidos a través del algoritmo, se han realizado medidas del espesor de la capa polimérica con un perfilómetro (Veeco. Modelo Dektak 6M). Para conseguir un escalón, en el que se pueda medir el espesor, se utilizó un trozo de cinta adhesiva durante el proceso de fabricación. Antes de depositar la primera capa de PMMA, se colocó un trozo de cinta adhesiva sobre el sustrato, de tal forma, que cubriese parte de la superficie. A continuación, se depositaron las 3 capas de polímeros sobre la muestra, y finalmente se retiró el trozo de celo, obteniendo así un escalón que se utilizó para verificar el espesor. Se realizaron cinco medidas en diferentes posiciones del escalón, y se obtuvo la media aritmética de los resultados. En la Figura 44, se muestra la media de las cinco medidas realizadas con el perfilómetro. Se tomaron como referencia los valores de la parte inicial y final de la medida, ya que la parte central corresponde al ruido existente en la discontinuidad polímero-vidrio, lo que es debido a la eliminación irregular del polímero cuando se retira la cinta adhesiva. Se verificó que el espesor es de  $1\ \mu\text{m}$ , aproximadamente.

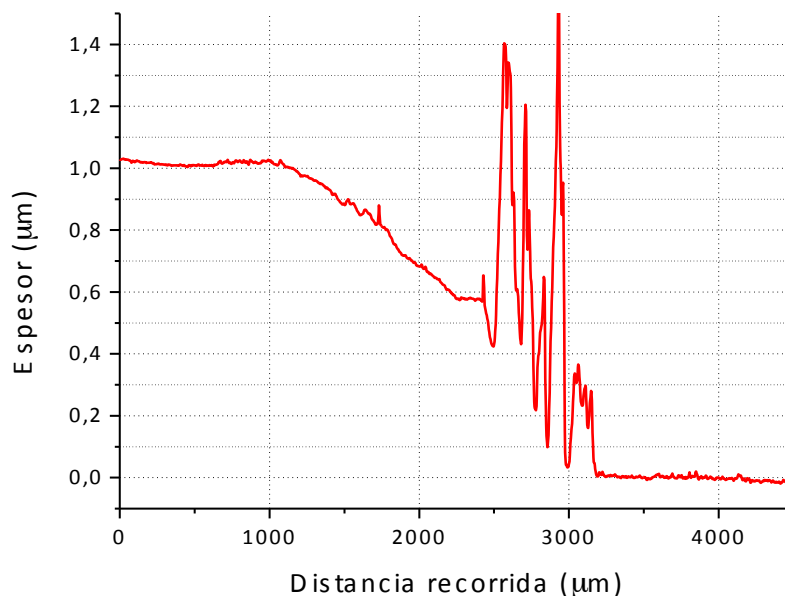


Figura 44.. Medida realizada con el perfilómetro del espesor,  $b$ , de la capa de polímero PMMA.

Si se analizan los resultados obtenidos para el espesor,  $b$ , mediante el algoritmo y el perfilómetro, se observa un excelente acuerdo. La diferencia de  $0.1\ \mu\text{m}$  entre ambos resultados se justifica por las limitaciones de exactitud del propio perfilómetro y del proceso de fabricación. En cuanto al índice de refracción,  $n_f$ , se han obtenido:  $n_f =$

1.483 para  $\lambda_0 = 632.8$  nm. Este valor, comparado con el índice de refracción suministrado por el fabricante ( $n_f = 1.490$ ), supone una variación de índice de 0.007.

### 3.2.2.2.2. Guías multimodo

#### i. Soda-lime – NOA 61

El proceso de fabricación para este tipo de guías ópticas, se ha descrito en la sección 3.2.1.2. Para obtener guías ópticas poliméricas multimodo se modificó la viscosidad del polímero, justo antes de ser depositado sobre el sustrato. Con esta modificación, se consigue variar el espesor de la capa polimérica y, por lo tanto, el número de modos de la guía óptica fabricada. Para modificar la viscosidad del NOA 61 se utilizaron dos procedimientos diferentes e independientes: calentamiento del polímero y disolución del NOA 61 en acetona.

Se fabricaron varias guías ópticas con diferentes espesores, variando la viscosidad del polímero. Se observó que el número modos guiados aumenta de forma directamente proporcional al espesor de la capa de polímero. El NOA 61 es un polímero bastante denso, con lo cual, para conseguir una deposición homogénea sobre el sustrato, es recomendable hacer el *spin-coating* en tres pasos diferentes, pero consecutivos. En la Tabla 7, se describen los parámetros utilizados. Es necesario un primer paso a una baja velocidad de *spin-coating*, para conseguir que el polímero cubra toda la superficie. Con estos parámetros se fabricaron tres guías diferentes variando la viscosidad. En la primera guía no se realizó ninguna modificación del NOA 61, mientras que en la segunda se diluyó el polímero en acetona, NOA61:Acetona 1:2, y para la última guía, el NOA 61 fue calentado a 90°C, justo antes de ser depositado.

Paso	Velocidad (r.p.m.)	Tiempo (s)	Aceleración (r.p.m./s)
1	500	15	100
2	6000	20	1000
3	2000	25	1000

Tabla 7. Parámetros de *spin-coating* para depositar NOA61.

Utilizando la técnica de acoplo de luz por prisma, se midió el número de modos guiados de cada guía para la polarización LSE. Recordemos que para el caso de guías poliméricas multimodo el modelo teórico permite obtener el índice de refracción,  $n_f$ , y el espesor,  $b$ , de la capa polimérica midiendo solo para una de las polarizaciones. En la

Figura 45, se representa la medida realizada en el laboratorio de la muestra en la que se calentó el NOA 61 a 90°C, antes de ser depositado.

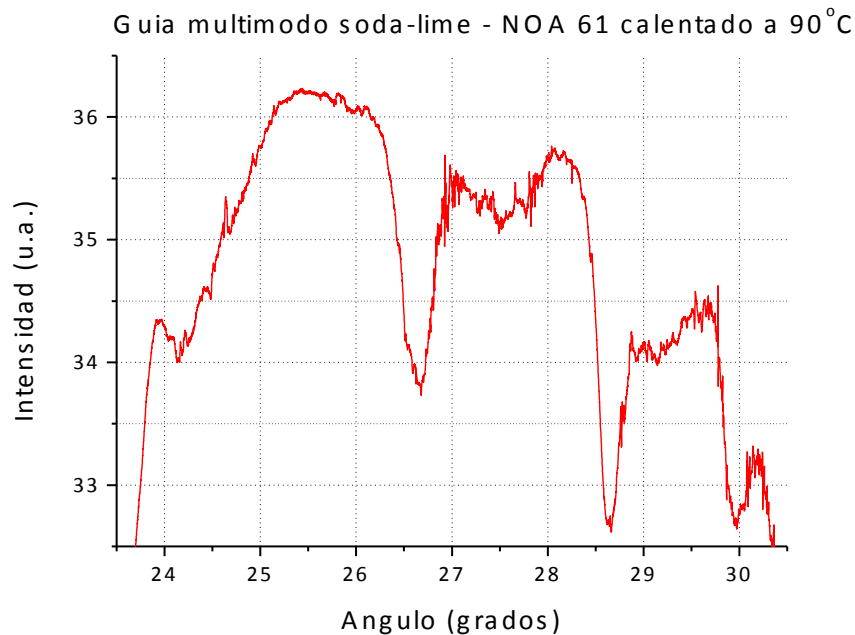


Figura 45. Medida de los ángulos de acoplo utilizando la técnica acoplo de luz por prisma para la guía soda-lime – NOA 61. El NOA 61 fue calentado a 90°C antes de su deposición.

Como se puede observar en la Figura 45, aparece bastante ruido en la medida, y los mínimos encontrados son algo confusos. Este problema aparecía en todas las medidas realizadas para este tipo de guías. Para solucionar este inconveniente, se acudió al sistema Metricón [59] de la Universidad de Santiago de Compostela. El Metricón es un sistema de caracterización de guías ópticas, que utiliza el acoplo de luz por prisma como técnica de medida. En la Figura 46, se observan las medidas realizadas por el sistema Metricón en las tres guías ópticas fabricadas. Para el NOA 61 sin modificar, se obtienen 8 modos de propagación, para el NOA 61:Acetona 1:2 se tienen 6 modos, y para el NOA 61 que fue calentado a 90°C antes de ser depositado, se obtienen 3 modos de propagación. Se confirma así que existe una relación entre la viscosidad del polímero, y el número de modos de propagación, o lo que es lo mismo, entre la viscosidad y el espesor de la capa depositada.

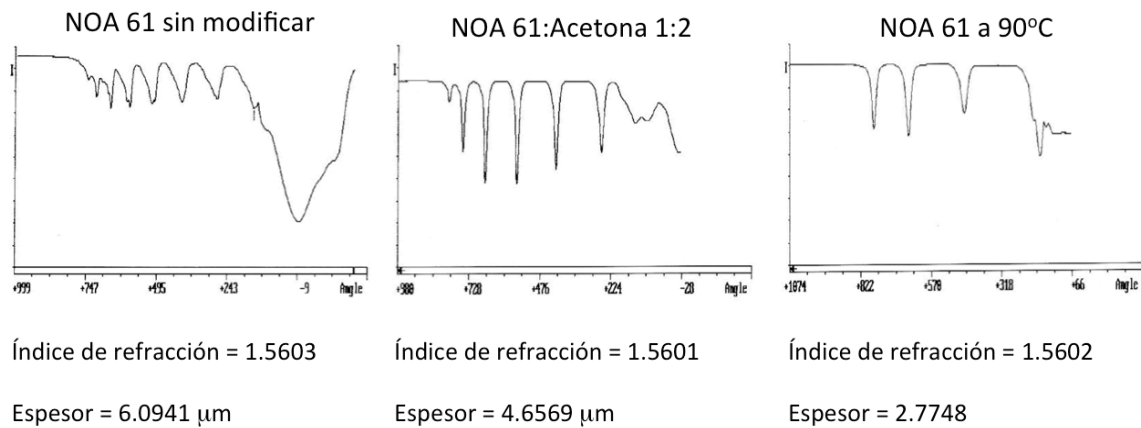


Figura 46. Medidas de los ángulos de acoplo para las tres guías ópticas multimodo soda-lime – NOA 61, utilizando el sistema Metricón.

El sistema Metricón proporciona como resultados, además de la gráfica en la que se representa la intensidad de la luz no acoplada frente al ángulo de incidencia, el índice efectivo de cada modo guiado  $n_{eff\text{modo}}$ , el espesor,  $b$ , y el índice de refracción,  $n_f$ , del polímero que forma el núcleo de la guía óptica. Los índices efectivos proporcionados por el sistema Metricón se utilizaron para determinar el índice de refracción,  $n_f$ , y el espesor,  $b$ , de cada núcleo polimérico de las guías, a la vez que verificar el acuerdo entre los valores calculados por el algoritmo en Matlab y los proporcionados por el sistema Metricón.

Muestra	Metricón		Algoritmo en Matlab	
	$b$ (μm)	$n_f$	$b$ (μm)	$n_f$
NOA 61 sin modificar	6.09	1.5603	6.1	1.5604
NOA 61:Acetona 1:2	4.66	1.5601	4.65	1.5601
NOA 61 a 90°C	2.77	1.5602	2.77	1.5602

Tabla 8. Espesor,  $b$ , e índice de refracción,  $n_f$ , de las tres guías fabricadas. Se comparan los resultados proporcionados por el sistema Metricón con los obtenidos por el algoritmo de Matlab.

En la Tabla 8, contiene los espesores e índices de refracción, calculados mediante el algoritmo teórico descrito en el capítulo 2, a partir de los índices efectivos medidos con el Metricón. Como se puede observar, los resultados son plenamente satisfactorios.

Por último, y para cada una de las tres guías ópticas poliméricas se verificó experimentalmente el espesor,  $b$ , de la capa de polímero que constituye el núcleo. Se

utilizó un perfilómetro para medir el escalón entre el polímero y el vidrio. En la Figura 47, Figura 48 y Figura 49, se muestran los resultados obtenidos.

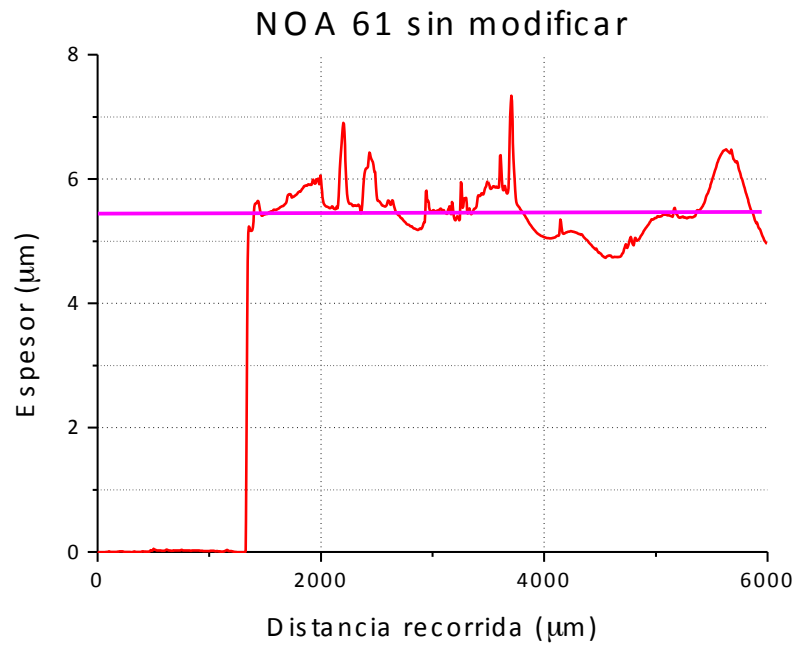


Figura 47. Medida realizada con el perfilómetro del espesor,  $b$ , de la capa de polímero para una guía soda-lime – NOA 61 con el NOA 61 sin modificar.

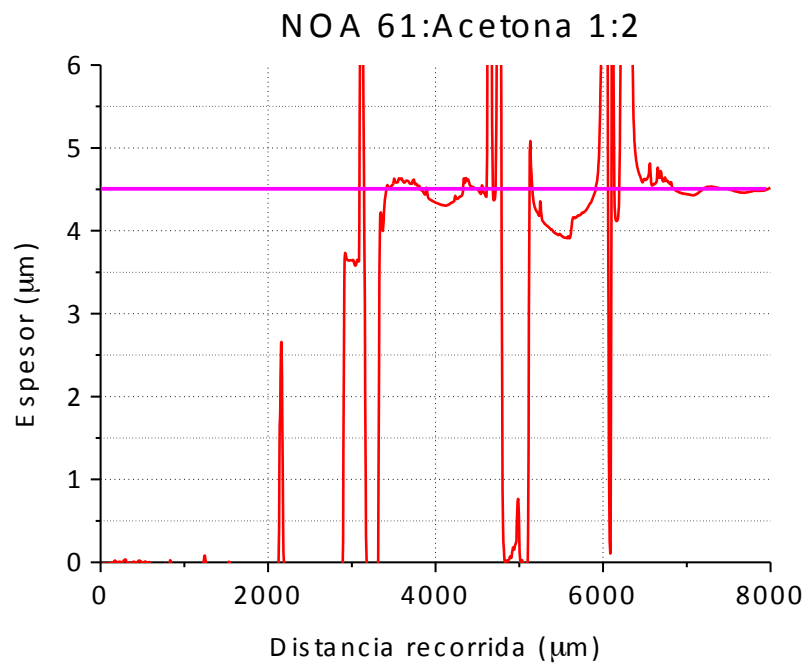


Figura 48. Medida realizada con el perfilómetro del espesor,  $b$ , de la capa de polímero para una guía soda-lime – NOA 61 con NOA 61:Acetona 1:2.

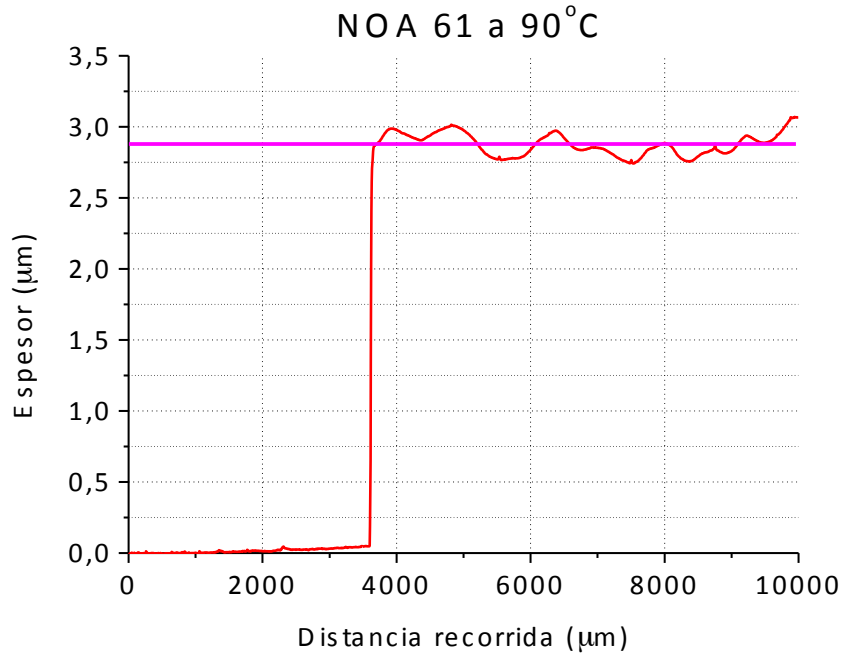


Figura 49. Medida realizada con el perfilómetro del espesor,  $b$ , de la capa de polímero para una guía soda-lime – NOA 61 con el NOA 61 a  $90^{\circ}\text{C}$ .

Si se comparan los resultados de la Tabla 8, con los obtenidos con el perfilómetro, se observa que los espesores se ajustan al valor esperado.

#### ii. Borofloat<sup>®</sup>33 – PMMA

Se fabricaron varias guías ópticas planas poliméricas multimodo utilizando borofloat<sup>®</sup>33 como sustrato y el PMMA como núcleo. El proceso de fabricación se detalló en la sección 3.2.1.2. En este caso, se utilizó el PMMA A11, ya que se obtienen mayores espesores que con el PMMA A4, que se utilizó para fabricar guías monomodo, como se puede ver en la Figura 29. Para obtener diferentes espesores y diferente número de modos, se varió el parámetro de la velocidad en el proceso de *spin-coating*, utilizando 1.000 r.p.m., 3.000 r.p.m. y 5.000 r.p.m. Según los datos presentados en la Figura 29, para estas velocidades deberán obtenerse unos espesores aproximados de 5  $\mu\text{m}$ , 2.5  $\mu\text{m}$  y 2  $\mu\text{m}$  respectivamente. Se utilizó la técnica del acoplo de luz por prisma para determinar los índices efectivos de los modos, y poder calcular el espesor,  $b$ , y el índice de refracción,  $n_f$ , del polímero de las guías ópticas fabricadas, utilizando el algoritmo teórico propuesto en el capítulo 2 y programado en Matlab. Se realizaron las medidas utilizando polarización LSE. La Figura 50, Figura 51 y Figura 52 presentan los resultados obtenidos para los ángulos de acoplo.

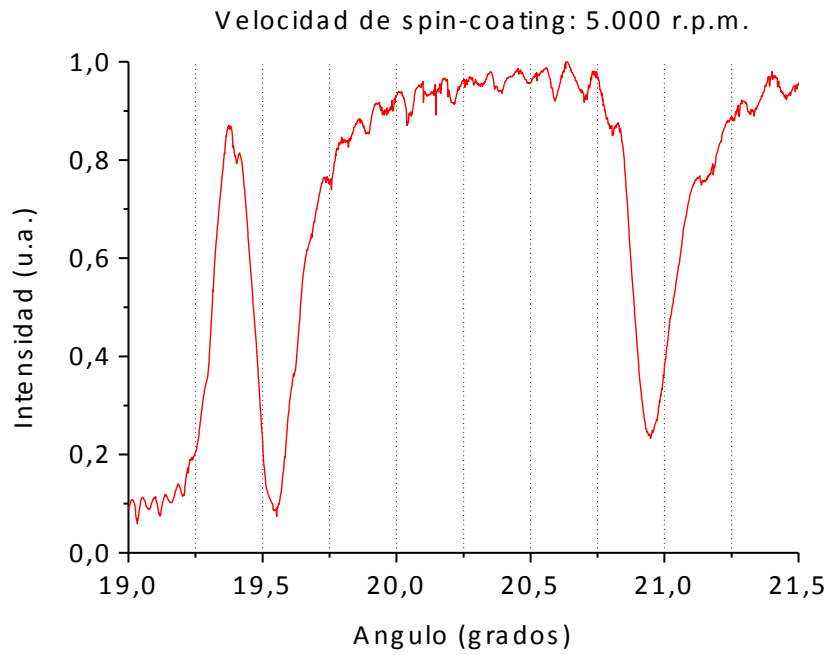


Figura 50. Medida de los ángulos de acoplo utilizando la técnica acoplo de luz por prisma para la guía borofloat®33 y PMMA A11 cuyo polímero se depositó a 5000 r.p.m.

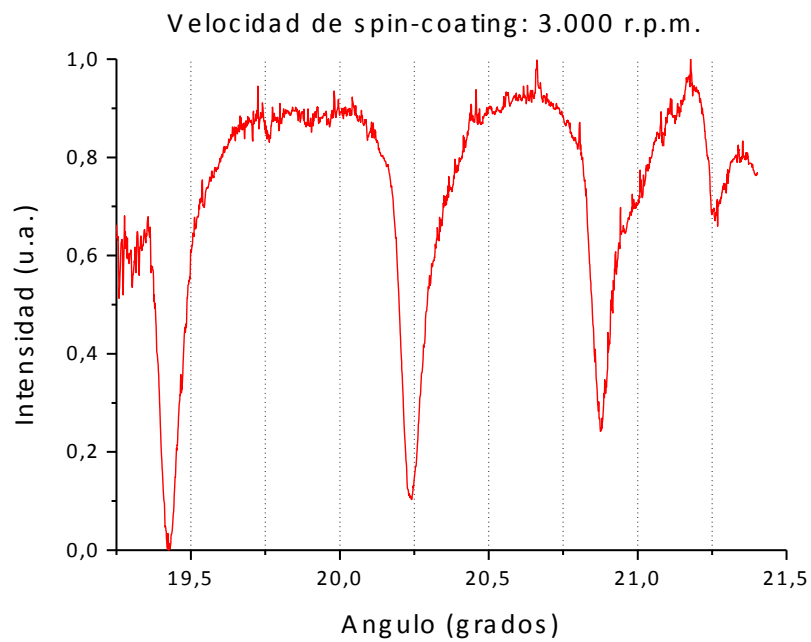


Figura 51. Medida de los ángulos de acoplo utilizando la técnica acoplo de luz por prisma para la guía borofloat®33 y PMMA A11 cuyo polímero se depositó a 3000 r.p.m.

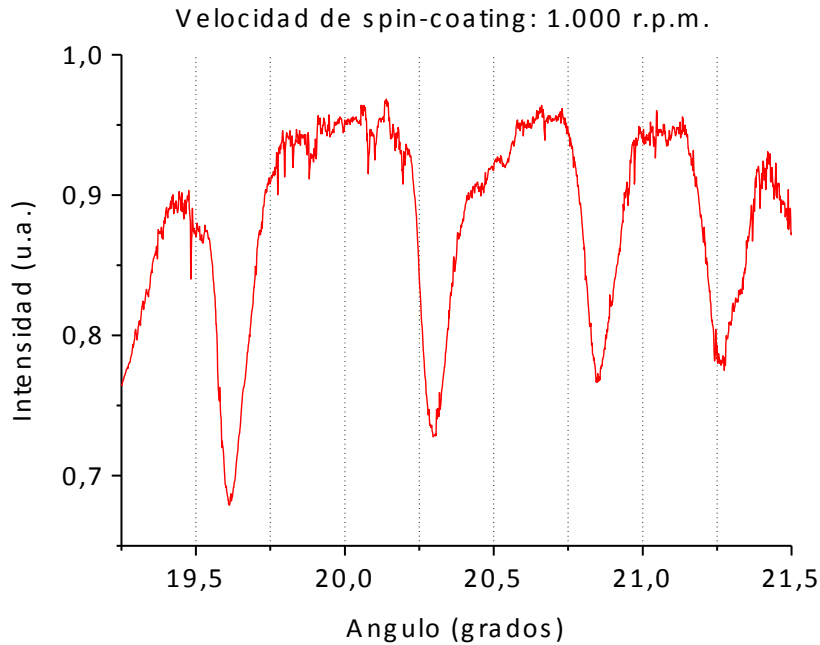


Figura 52. Medida de los ángulos de acoplo utilizando la técnica acoplo de luz por prisma para la guía borofloat®33 y PMMA A11 cuyo polímero se depositó a 1000 r.p.m.

A partir de las medidas mostradas en las Figura 50, Figura 51 y Figura 52, se calculó el índice efectivo de cada modo guiado, y se aplicó el algoritmo de Matlab para calcular el espesor,  $b$ , y el índice de refracción,  $n_f$ , de cada una de las guías ópticas. La Tabla 9 contiene los resultados obtenidos.

Velocidad de spin (r.p.m.)	Número de modos	$b$ ( $\mu\text{m}$ )	$n_f$
5000	2	2.1	1.49
3000	3	4.7	1.49
1000	4	5.2	1.489

Tabla 9. Espesor,  $b$ , e índice de refracción,  $n_f$ , obtenidos utilizando el algoritmo de Matlab.

Comparando los resultados de la Tabla 9, con los pronosticados en la Figura 29, se observa que el espesor,  $b$ , coincide para las velocidades de *spin-coating* de 5.000 r.p.m. y 1.000 r.p.m. Para velocidad de 3.000 r.p.m. según la bibliografía, el espesor debería ser próximo a 2.5  $\mu\text{m}$ , mientras que se ha obtenido un espesor,  $b$ , de 4.7  $\mu\text{m}$  por el procedimiento utilizado. Por otro lado, el índice de refracción coincide para las tres muestras, ya que el proceso de fabricación utilizado no altera el índice de refracción del polímero en ninguna de sus etapas.



## **CAPÍTULO 4: GUÍAS ÓPTICAS CANAL POLIMÉRICAS EMBEBIDAS EN VIDRIO: DISEÑO, FABRICACIÓN Y CARACTERIZACIÓN**

---

## 4.1. Introducción

En los capítulos anteriores se ha presentado y verificado experimentalmente un modelo teórico que permite determinar el verdadero índice de refracción y el espesor de una capa de polímero que constituye el núcleo de una guía óptica plana. El procedimiento establecido a tal fin jugará un papel esencial en este capítulo, cuyo objetivo troncal es el diseño, fabricación y caracterización de Guías Ópticas Canal Poliméricas Embebidas en Vidrio (GOCPEV).

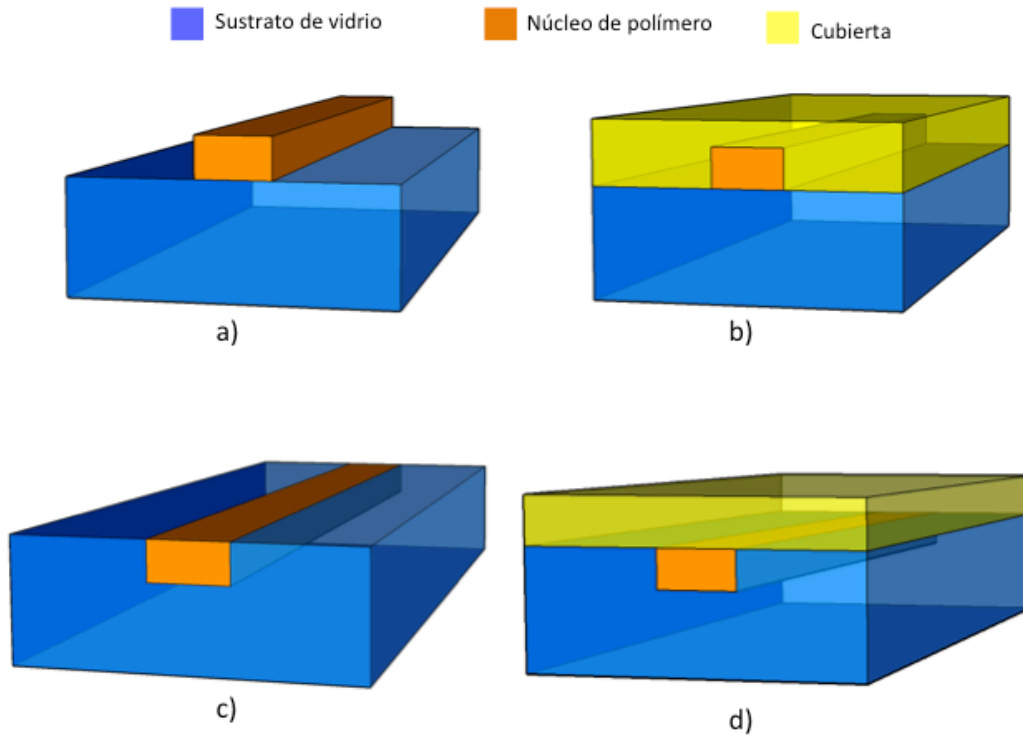
En el año 2004, con el fin de fabricar microcanales en sustratos vítreos, para su aplicación en microchips de electroforesis capilar [60,61] se inició una colaboración científica entre el Laboratorio de Óptica Integrada (LOI), y el Laboratorio de Inmunolectroanálisis (LI) de la Universidad de Oviedo. Para ello, resultó decisivo el sistema de litografía láser que se implementó en el LOI, y que se constituye en una de las herramientas por excelencia en las tareas de micrograbado con aplicación en óptica integrada y microfluídica. Como se verá en los siguientes capítulos, ésta colaboración continúa de una manera activa y está generando resultados de gran interés.

Existen diferentes métodos de fabricación de una guía óptica canal: intercambio iónico, [62] intercambio protónico [63], mediante difusión de titanio [64], utilizando técnicas de escritura laser directa [65], mediante *Reactive Ion Exchange (RIE)* [11,66] o acudiendo a técnicas de inyección [67]. En este capítulo, se presenta una alternativa nueva y diferente para la fabricación de guías ópticas canal. La novedad reside en la utilización de polímeros que son embebidos en vidrio, para constituir el núcleo de la guía. Para hacer posible el nuevo método de fabricación, fueron esenciales los resultados obtenidos previamente de la colaboración entre el LOI y el LI.

El bagaje de conocimientos descrito en capítulos anteriores, junto con la experiencia obtenido en la fabricación de microcanales en vidrio, ha hecho posible el diseño, la fabricación y la caracterización de GOCPEVs. Todos los pormenores científicos relativos a este objetivo se describen en el presente capítulo.

## 4.2. Guías ópticas canal poliméricas

En la Figura 53, se muestran diferentes alternativas de guías ópticas canal poliméricas que se pueden fabricar.



*Figura 53. Sección transversal de diferentes tipos de guías canal poliméricas: a) El polímero se deposita sobre el sustrato y como cubierta el aire. b) Igual que a) pero colocando una cubierta; por ejemplo, otro polímero. c) El polímero está embebido en el sustrato, resultando un GOCPEV. d) Igual que c) pero cubriendo la muestra con otro material que ejerce de cubierta.*

En este capítulo, nos referimos exclusivamente a las GOCPEV; es decir, las guías canal que se representan en la Figura 53-c. Para conseguir este tipo de guía, el primer paso consiste en grabar un microcanal sobre un sustrato de vidrio; a continuación, éste se rellena con un polímero, que debe tener un índice de refracción mayor que el sustrato.

### 4.2.1. Diseño

Para realizar una GOCPEV, el primer paso es la elección del tipo de materiales que se van a utilizar. Al igual que para las guías ópticas planas, se trabajó con dos tipos diferentes de polímeros (NOA 61 y PMMA) y dos tipos de vidrios (soda-lime y borofloat®33). Debido a sus características ópticas, que se detallaron en el capítulo 2, se sabe que estos materiales son buenos candidatos para fabricar guías ópticas. En la

Figura 54, se muestra la vista transversal de una GOCPEV con sus parámetros geométricos y ópticos.

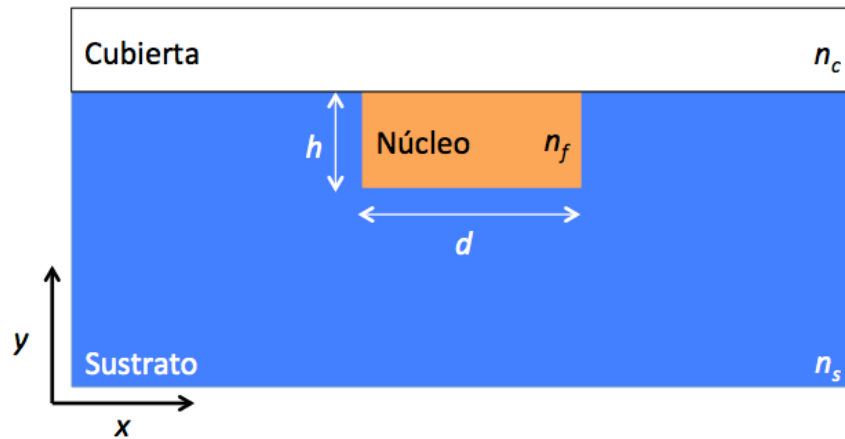


Figura 54. Vista transversal de una GOCPEV.

Para este tipo de guías, los parámetros geométricos más importantes que se pueden variar son: la anchura,  $d$ , y la profundidad,  $h$ , de la guía. Se ha trabajado siempre utilizando como cubierta el aire,  $n_c = 1$ , como sustrato el vidrio soda-lime ( $n_s = 1.557$ ) o el borofloat<sup>®</sup>33 ( $n_s = 1.470$ ) y como núcleo el NOA 61 ( $n_f = 1.560$ ) o el PMMA ( $n_f = 1.490$ ). Todos los valores de índices para  $\lambda = 632.8$  nm y evaluados mediante el algoritmo descrito en los capítulos anteriores. Los índices de refracción de los polímeros pueden variar en función del proceso de fabricación de la guía óptica. Se puede asignar un valor aproximado del índice de refracción, el proporcionado por el fabricante; sin embargo, para aproximar hasta la tercera cifra decimal, se utilizó el algoritmo descrito en los capítulos precedentes. Para ello, antes de diseñar la guía canal, se fabricó una guía óptica plana polimérica con los mismos parámetros durante la etapa de deposición y curado del polímero. En concreto, se utilizaron los mismos parámetros de la sección 3.2.1.

Una vez seleccionados los materiales, se utilizó el programa de simulación OlympIOs, para obtener el perfil del campo electromagnético de la luz propagada por la guía óptica canal. Se realizó un estudio del comportamiento de la guía en función de la profundidad,  $h$ , y de la anchura,  $d$ , para cada material.

#### 4.2.2. Proceso de fabricación

Con las simulaciones realizado con OlympIOs, se obtuvieron los parámetros: profundidad,  $h$ , y anchura,  $d$ , que condicionan el protocolo de fabricación. En la Figura 55, se muestran las etapas del proceso de fabricación de una GOCPEV.

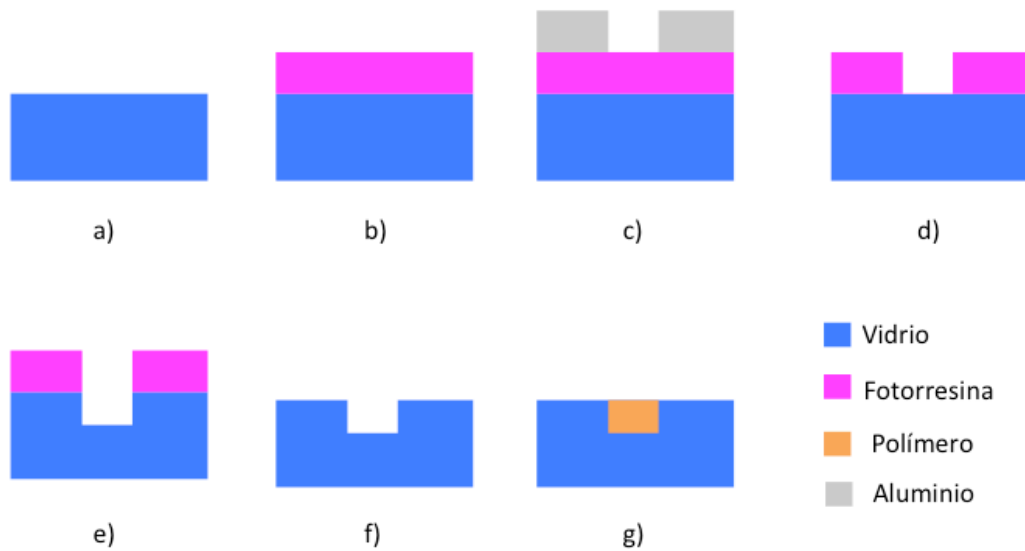


Figura 55. Protocolo de fabricación de una GOCPEV. a) Preparación del sustrato. b) Deposición de fotoresina. c) Exposición a luz UV con una máscara de aluminio. d) Revelado y recocido de la fotoresina. e) Grabado del vidrio. f) Elimina la fotoresina. g) Deposición del polímero.

Existen pasos comunes entre el proceso de fabricación de una guía óptica canal y de una plana. La primera etapa consiste en la preparación del sustrato (a), aplicando el mismo método de limpieza que en la sección 3.2.1.2.1. Teniendo en cuenta las consideraciones de la sección 3.2.1.2.2, se deposita una fotoresina positiva sobre el sustrato, utilizando la técnica de *spin-coating* (b). A continuación, se describen el resto de las etapas del proceso.

##### A. Exposición a luz UV

Utilizando una máscara de aluminio, fabricada como se explicará posteriormente, se expone de manera selectiva la fotoresina a luz UV (c). La fabricación de la máscara será una de las etapas más importante de todo el proceso. La anchura de las líneas o ventanas de la máscara fabricada mediante litografía láser, deben de ser del orden de la anchura,  $d$ , que ha sido calculada previamente con el programa de simulación OlympIOs.

Existen diversas formas de irradiar la fotoresina. No obstante, por los motivos ya mencionados de facilidad, simplicidad y coste, en este trabajo, se han utilizado la insolación con máscara (o litografía de contacto), y la escritura láser directa sobre la fotoresina.

La técnica más simple de las dos, es la litografía de contacto. En ella, se utiliza una máscara, previamente fabricada, que se coloca directamente sobre la superficie de la fotoresina. La máscara deja al descubierto las zonas donde queremos exponer la fotoresina a la radiación, y mantendrá el resto oculto. A continuación, el conjunto debe someterse a una fuente de luz ultravioleta.

Por supuesto, la intensidad luminosa generada por la lámpara debe ser conocida. El tiempo de exposición, será el necesario para alcanzar la dosis mínima de irradiación (energía total por unidad de superficie), para la completa sensibilización de la zona de fotoresina expuesta a radiación.

### ***B. Revelado y recocido***

Existen dos tipos diferentes de fotoresinas: negativas y positivas. Dependiendo del tipo de fotoresina que se utilice, se observan dos comportamientos diferentes. Para el caso de la fotoresinas positivas, al realizar el revelado, se elimina la parte que ha sido expuesta a la luz UV (d), mientras que, para las negativas ocurre lo contrario. En esta sección, se utilizan siempre fotoresinas positivas. Para eliminar la fotoresina, se emplea el revelador apropiado a la fotoresina utilizada, que será proporcionado por el fabricante.

El revelado se realiza introduciendo directamente la muestra en el revelador. La muestra debe estar sumergida y agitada de forma continua, para evitar la acumulación de los productos de la reacción en la superficie de la fotoresina irradiada, lo que dificultaría el acceso del revelador a la misma. Después del revelado, la muestra debe ser lavada bajo un chorro de agua desionizada durante uno o dos minutos, a fin de eliminar todo residuo de revelador, que provocaría un ensanchamiento indeseado en el patrón de la fotoresina. Se debe tener especial cuidado con este paso también, ya

que si se revela la muestra más tiempo de lo deseado, la anchura de la línea se verá incrementada.

Una vez finalizado el revelado, debe realizarse el recocido de la fotoresina remanente. En este paso, la muestra se coloca sobre un *hotplate*, a una temperatura y durante un tiempo determinado, dependiendo de la fotoresina utilizada. El propósito del recocido es endurecer totalmente la fotoresina, fijar el patrón que ha sido revelado, y restaurar la adhesión al sustrato que pudo haberse debilitado durante el revelado, debido a la penetración del revelador bajo la capa de fotoresina.

El recocido resulta imprescindible cuando la muestra va a ser tratada mediante grabado húmedo en pasos posteriores. Si, por el contrario, se va a realizar un proceso suave de grabado seco, el recocido no es necesario.

### **C. Grabado**

El proceso fotolitográfico proporciona un patrón en la fotoresina, quedando definido por la fotoresina que ha sido eliminada durante el revelado. El siguiente paso, es utilizar dicho patrón para grabar el sustrato (e).

Existen dos procesos de grabado: húmedo y seco. En un ataque húmedo, el material se disuelve, cuando es sumergido en una solución química. En un ataque seco, el material es bombardeado o disuelto utilizando iones reactivos o una fase vapor.

#### *o Grabado seco*

Grabado RIE (Reactive Ion Etching) [68, 69]. En este tipo de grabado, el sustrato se sitúa dentro de un reactor, en el cual se introducen diferentes gases. Se genera un plasma en la mezcla de gases, mediante una fuente de radiofrecuencias, rompiendo las moléculas de gas en iones. Los iones son acelerados hacia la superficie del material donde reaccionan, formando un nuevo material gaseoso. Esta es la parte química del proceso RIE. La parte física, está relacionada con la energía de los iones que al chocar con la superficie la muestra arrancan átomos del material, sin que se produzca reacción química.

Grabado DRIE (Deep RIE) [70, 71]. En este proceso, se pueden conseguir profundidades de grabado del orden de centenares de micras y con pared casi vertical. La tecnología primaria se basa en el “proceso Bosch” [72], donde se alternan dos composiciones de gas dentro del reactor. La primera crea un polímero sobre la superficie del sustrato, y la segunda lo graba. El polímero es bombardeado por la parte física del proceso, pero tan sólo de manera horizontal. Debido a la baja disolución del polímero en el proceso químico, éste se coloca en las paredes de la hendidura, protegiéndolas del ataque.

Se ha realizado alguna prueba utilizando el método de grabado DRIE, con el sistema de bombardeo iónico recientemente implantado en los servicios comunes de la Universidad de Oviedo. Se ha conseguido realizar algún microcanal, pero de una forma un tanto aleatoria. Al tratarse de un equipo recientemente instalado, todavía no se controlan bien todos los parámetros del sistema. Con este tipo de grabado, se pueden conseguir paredes perfectamente verticales, de  $90^\circ$ , lo que facilita la propagación de la luz. Sería interesante en un futuro realizar más pruebas con el sistema, de cara a optimizar el proceso de fabricación de microcanales mediante DRIE.

#### ○ *Grabado húmedo*

Es la tecnología de grabado más simple y económica, ya que no se requiere de costosos equipos para su aplicación. Éstas han sido las razones para la elección de ésta técnica durante la ejecución del trabajo recogido en esta memoria. Además, como ya comentamos anteriormente, gracias a la colaboración entre el LOI y el LI, es una técnica ya conocida e implementada en el laboratorio [60, 61].

Tan sólo se requiere de un contenedor con una solución que disuelva el material utilizado como sustrato. Éste se sumerge en la disolución de grabado, la cual ataca el material de vidrio sin afectar a la fotoresina, consiguiéndose así trasladar la estructura deseada al sustrato. Esta etapa es especialmente crítica, y llevarla a cabo con buenos resultados, depende en gran medida, de que todos los pasos previos se hayan realizado en las condiciones óptimas, ya que de ello, dependerá que la fotoresina soporte el grabado húmedo. En el grabado húmedo del vidrio, se emplean disoluciones muy agresivas en las que el componente principal es el ácido fluorhídrico



(HF). Este paso, también será de gran relevancia para la fabricación de una GOCPEV, ya que condicionará la profundidad,  $h$ , de la guía óptica canal.

#### **D. Eliminación de la fotoresina**

Una vez que se ha fabricado el microcanal en el vidrio, para eliminar la fotoresina y obtener una muestra totalmente vítrea, se realizará un enjuague con un disolvente orgánico, como por ejemplo, la acetona (f).

#### **E. Corte y pulido de la muestra**

Para la caracterización experimental de la muestra, que se explicará posteriormente, es necesario obtener un microcanal que se extienda a lo largo de toda la muestra, desde un extremo al otro, tal como muestra la Figura 56-b. Además, deberá estar perfectamente pulido en los extremos para poder acoplar la luz de una manera satisfactoria a la guía óptica que será fabricada mediante la deposición de polímero en dicho canal. En la Figura 56, se esquematiza como evoluciona la muestra tras el corte y pulido.

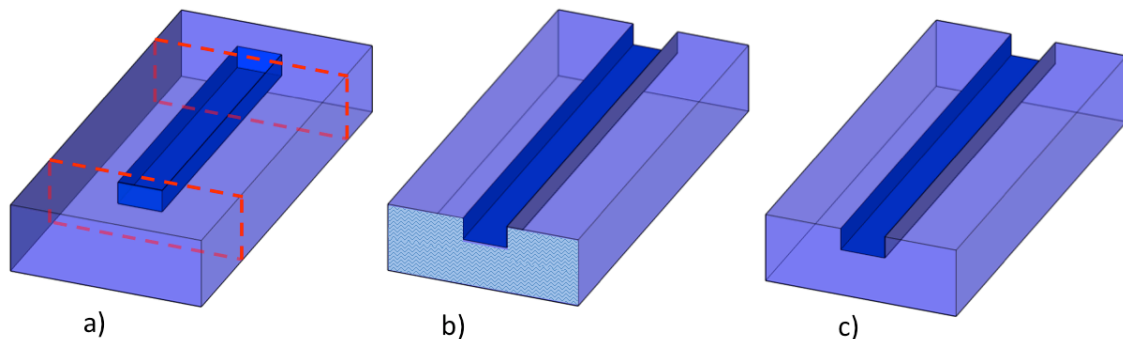


Figura 56. a) Microcanal después de eliminar la fotoresina. En rojo se marca la zona por donde se hace el corte. b) Muestra recién cortada. Obsérvese el extremo irregular. c) Muestra final, una vez ha sido pulida.

En la sección 3.2.1.2.2, se mostraron las imperfecciones que se producen al utilizar la técnica del *spin-coating*, como por ejemplo, las ondulaciones en los bordes de la fotoresina. Debido a este problema, se trabaja normalmente con el centro de la muestra, ya que cerca de los extremos tendremos imperfecciones. Como se observa en la Figura 56-a, el microcanal no atraviesa la muestra de un extremo a otro, por lo que se debe realizar un corte. En este trabajo se ha utilizado una cortadora de precisión (Buehler, modelo Isomet 4000) que se muestra en la Figura 57.

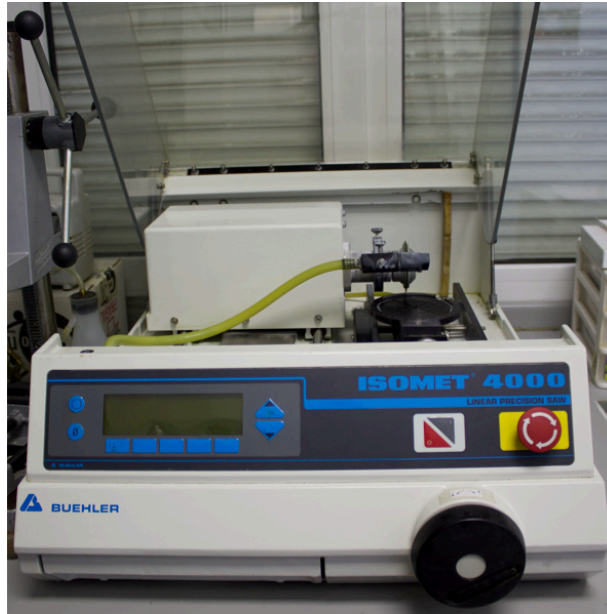


Figura 57. Cortadora de precisión.

Con esta cortadora, se obtienen cortes muy precisos y limpios, pero para poder realizar un buen acoplo de la luz en la guía, se debe tener un extremo en la muestra sin rugosidades e imperfecciones; es decir, se debe conseguir un pulido óptico ( $\lambda/10$ ). Para lograr esta calidad de pulido se ha utilizado una pulidora de alta gama (Logitech, modelo PM5), que recoge la Figura 58.

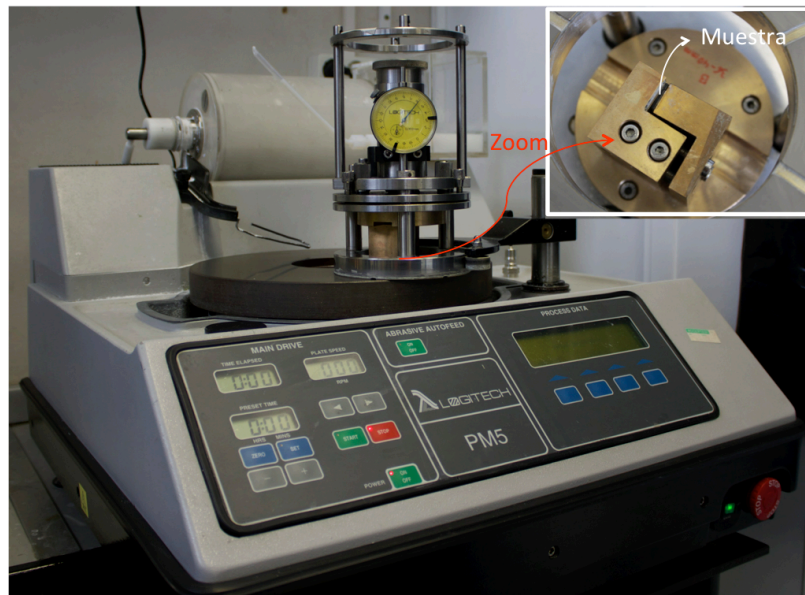


Figura 58. A la izquierda, una fotografía de la pulidora. A la derecha, un aumento del Jig (pieza en la que se coloca la muestra).

## F. Deposición del polímero

Para asegurar una perfecta limpieza de toda la muestra, antes de depositar el polímero (g), se vuelve a repetir el proceso de lavado explicado en la 3.2.1.2.1.

Como ya se comentó anteriormente, se utilizaron como polímeros el NOA 61 y el PMMA. La deposición del polímero se realiza de la manera descrita en la 3.2.1.2; es decir, se utiliza la técnica de *spin-coating* y, posteriormente, se cura el polímero.

En un principio, se había planteado la posibilidad de realizar un pulido de la superficie de la muestra, para obtener una estructura similar a la representada en la Figura 54. Como se verá en las simulaciones posteriores, es posible obviar este último paso, y dejar un capa del polímero sobre toda la muestra. De esta manera, se ha trabajado durante el resto de la memoria con una estructura de GOCPEV como la que se muestra en la Figura 59.

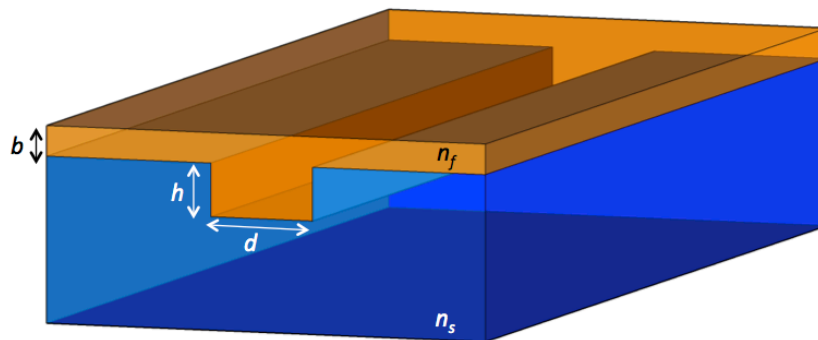


Figura 59. Estructura final de una GOCPEV.

### 4.2.2.1. Fotolitografía láser y sistema de escritura láser.

Para fabricar una GOCPEV, tal y como se comentó en el apartado anterior, es necesario fabricar una máscara con el patrón a transferir a la fotoresina. Para elaborar dicha máscara, es necesario disponer de un proceso fotolitográfico. Con este objetivo, se ha implementado en el laboratorio, un sistema de escritura laser que se detalla a continuación.

En 1978, Becker, Sopori y Chang [73] dan cuenta del desarrollo de un nuevo sistema litográfico mediante haz láser focalizado. Usando un láser de argón (longitud de onda de  $\lambda = 458$  nm), un sistema óptico sencillo y unos desplazadores micrométricos movidos por un simple motor síncrono, consiguieron fabricar guías de

onda integradas de 4  $\mu\text{m}$  de anchura, y las aplicaron a diversos tipos de acopladores ópticos.

En los años 80 se siguieron construyendo sistemas de escritura láser, añadiéndoles más complejidad, como filtros espaciales, o control por ordenador en ambos ejes, llegando así, a obtener dispositivos de una precisión y calidad equivalente a los fabricados mediante haz de iones.

Por lo tanto, el sistema de escritura láser en el rango visible se ha convertido en una herramienta de enorme versatilidad, facilidad de construcción y coste moderado, que sirve de verdadera alternativa a los más caros y complejos sistemas litográficos, como el haz de iones o de rayos X. Además, estos sistemas proporcionan una gran libertad y capacidad de adaptación, a la hora de orientar esta tecnología hacia la realización de nuevas aplicaciones.

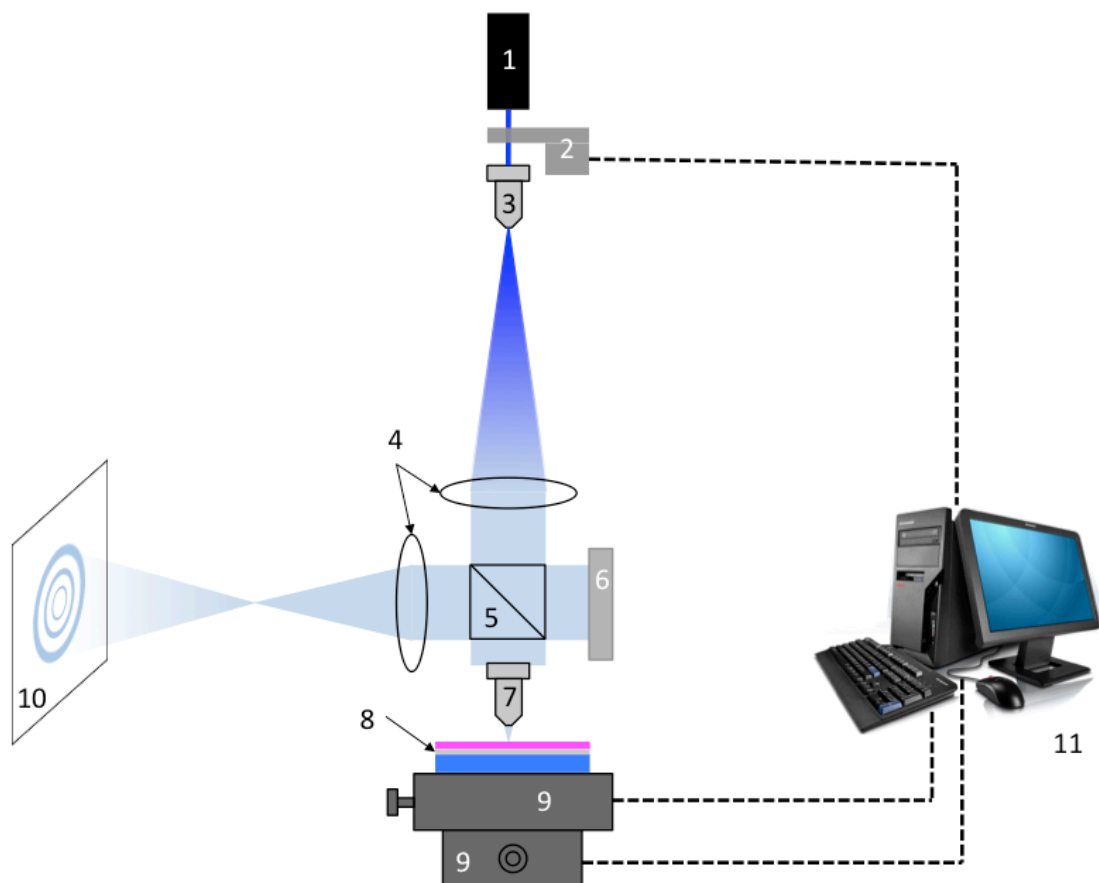


Figura 60. Esquema básico del sistema de escritura láser. 1-Láser, 2-Shutter, 3-Objetivo 40x, 4-Lentes, 5-Divisor de haz, 6-Espejo, 7-Objetivo 20x, 8-Muestra, 9-Microdesplazadores, 10- Interferencia Michelson-Morley y 11- Ordenador. Los elementos 5, 6, 7 y 8 constituyen un interferómetro Michelson-Morley [74].

Los principios de un sistema de escritura láser, se basan en la focalización de la luz sobre la fotoresina, formando un disco luminoso lo más pequeño posible, que se desplace sobre la superficie describiendo el patrón deseado. Controlando la potencia de la luz, y la velocidad de desplazamiento del disco de escritura, se consigue crear en la fotoresina un patrón de irradiación de líneas de la anchura deseada, que posteriormente dará forma a la máscara final.

Dada su versatilidad, eficiencia, y coste moderado, se ha optado por el diseño, implementación y puesta a punto de un sistema de escritura láser, para la realización de máscaras. En la Figura 60, se muestra el esquema del sistema de escritura láser que ha sido implementado en el LOI.

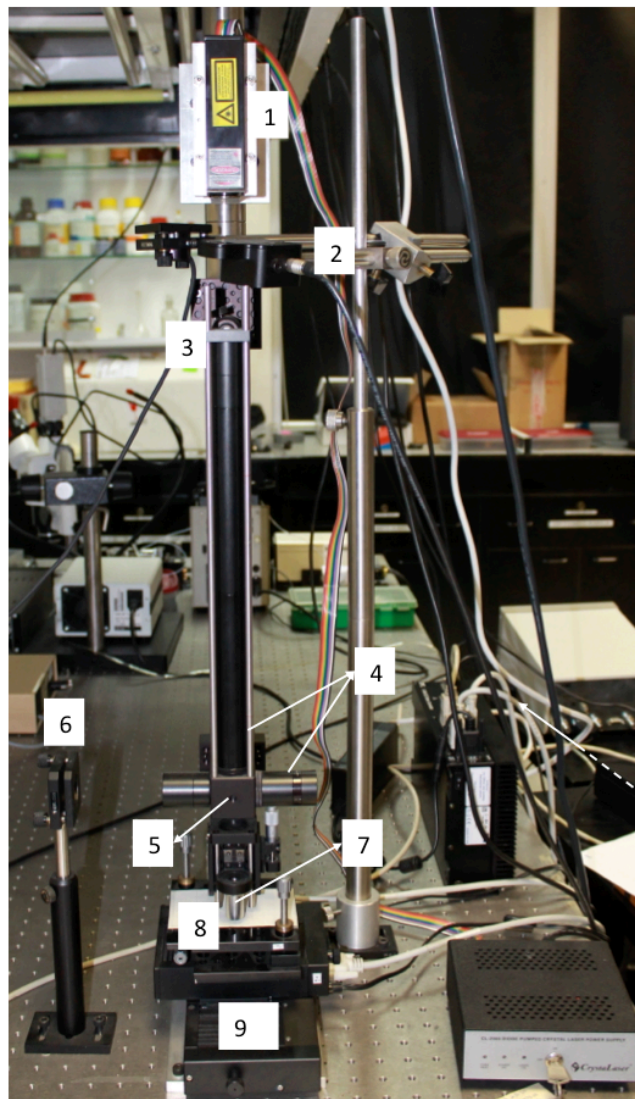


Figura 61. Fotografía del sistema de escritura láser. 1-Láser, 2-Shutter, 3-Objetivo 40x, 4-Lentes, Interferómetro de Michelson-Morley (5-Divisor de haz, 6-Espejo, 7-Objetivo 20x, 8- Muestra) y 9-Microdesplazadores.

En la Figura 61 se presenta una fotografía del sistema de escritura laser implementado en el LOI. Si comparamos el esquema de la Figura 60 con la fotografía de la Figura 61, se pueden observar todos los elementos del sistema. Posteriormente, se mostrará un zoom de la zona de los microdesplazadores, donde se podrá ver la muestra colocada bajo el objetivo 20x de escritura.

A continuación, se describen los componentes y el funcionamiento del sistema de escritura láser.

### ***A. La fuente láser***

La fuente láser es el elemento fundamental. Su adecuado funcionamiento condicionará el resultado de todo el proceso litográfico.

Entre sus características, destaca su longitud de onda, que debe encontrarse en el rango de sensibilización de la fotoresina. Este rango comprende el ultravioleta y las longitudes de onda más cortas del visible. Los láseres ultravioleta son especialmente caros, y presentan la evidente desventaja de que su radiación no es visible, lo que añadiría una complicación adicional al desarrollo del sistema. En cuanto al espectro visible, en los últimos años se han desarrollado láseres de estado sólido de baja longitud de onda, en el rango que comprende desde el violeta hasta el verde. Atendiendo a la geometría, potencia y precio de este tipo de láseres, se ha seleccionado para el montaje, un láser de Nd:YAG de la firma CrystaLaser, cuya longitud de onda fundamental es de 946 nm, bombeado por medio de un diodo láser de 810 nm, y dotado de un doblador de frecuencia que proporciona una emisión final de 473 nm.

La estabilidad de la emisión del láser es vital, pues una emisión inestable haría imposible la calibración del sistema y la obtención de resultados repetibles y predecibles. Por ésta razón, ha sido necesario incorporar un estabilizador de corriente eléctrica, que es muestra en la Figura 62. También es necesaria la intervención periódica en la fuente de alimentación del propio laser, pues un cambio de ambiente de trabajo o un largo periodo de funcionamiento, pueden hacer necesario un ajuste en

los potenciómetros que regulan el control de temperatura del cristal emisor, y del diodo láser de bombeo.



Figura 62. Estabilizador de corriente eléctrica para el láser.

### **B. El sistema óptico**

La luz procedente del láser, debe ser concentrada sobre un disco de dimensiones mínimas, en la superficie de la muestra que se vaya a grabar. De ello dependerá la precisión del sistema de escritura. El mínimo disco focal se consigue si el haz láser se expande y se colima previamente a ser concentrado. Por lo tanto, la misión del sistema óptico de la escritura láser consiste en expandir, colimar y concentrar la luz, controlando con gran precisión que el plano focal imagen del sistema coincida con la superficie de la muestra.

Para expandir inicialmente el haz láser, se emplea un objetivo de microscopio 40x de la casa Olympus. A continuación, el haz se colima utilizando una lente convergente colocada de tal forma que su punto focal objeto coincide con el punto focal imagen del objetivo 40x. Esta lente está dotada de un recubrimiento antirreflectante para el rango del azul, lo que evitará reflejos e interferencias indeseadas en el sistema. Finalmente, se ha utilizado otro objetivo de microscopio de menor potencia (20x) para concentrar la luz que ha sido expandida. El punto focal imagen de este objetivo debe estar situado sobre la superficie de la muestra, para conseguir un disco de escritura del menor tamaño posible. Esta situación se esquematiza en la Figura 63.

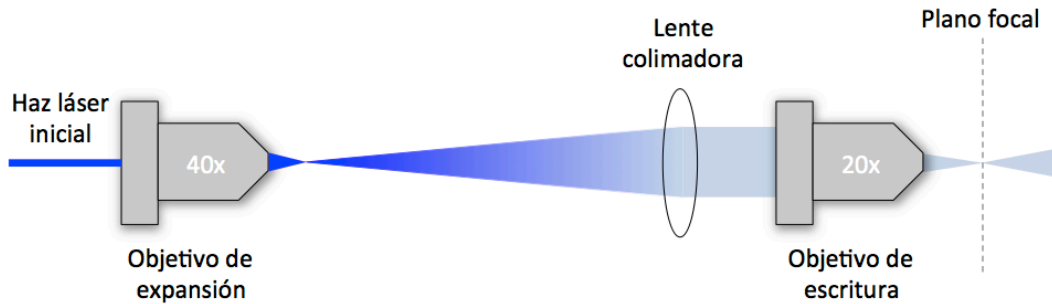


Figura 63. Sistema óptico para expandir, colimar y focalizar el haz láser sobre el plano focal del sistema, en el que debe estar colocada la muestra.

Es necesario asegurar que el haz se focalice exactamente sobre la muestra. El mejor método para garantizar esta exigencia, es utilizar las propiedades de interferencia, que darán cuenta de la calidad de la focalización, y de que ésta se mantiene en todos los puntos y regiones de irradiación de la muestra; es decir, es necesario que el punto focal imagen esté sobre la superficie de la muestra a lo largo de todo el proceso de escritura. Para ello, se ha incorporado, al sistema de escritura, un interferómetro de Michelson-Morley, en el que un haz de luz es dividido en dos haces que son desviados hacia dos espejos, y luego recombinados para mostrar un patrón de interferencia. El aspecto de este patrón, viene dado por la forma de los frentes de onda que lo componen.

De ésta forma, si se hacen interferir frentes de onda curvos, y los espejos están colocados perpendicularmente al camino del haz, se obtendrá la conocida figura de interferencia de anillos concéntricos. Si ahora giramos ligeramente alguno de los espejos, la figura se distorsionará hacia uno u otro lado dando lugar, progresivamente, a un patrón de líneas rectas. Sin embargo, si los frentes de onda que interfieren son planos, se obtendrá en todo caso una figura de interferencia formada por líneas rectas.

Trasladando esta idea al sistema de escritura láser, el objetivo 20x de escritura recibe un frente de onda que se puede considerar plano, pues ha sido cuidadosamente colimado, y lo transforma en un frente de onda esférico que se dirige a la muestra, sobre la cual se refleja. De la misma manera, el frente de onda reflejado vuelve a atravesar el objetivo, del cual emerge con una curvatura diferente. Si el punto focal imagen del objetivo, se encuentra situado en la superficie de la muestra, los haces incidente y reflejado tendrán la misma curvatura, y por tanto, el haz reflejado



emergerá del objetivo nuevamente en forma de frente de onda plano, como se muestra en la Figura 64-a. Si por el contrario, el punto focal no se encuentra en la superficie de la muestra, el haz reflejado tendrá una curvatura distinta al incidente, y emergerá del objetivo como haz curvo. La Figura 64-b representa el caso en el que la muestra está más cerca del objetivo que el punto focal imagen, mientras que la Figura 64-c recoge la situación en la que la muestra está más alejada del objetivo que el plano focal. En azul se representa el haz incidente y en rojo el haz reflejado.

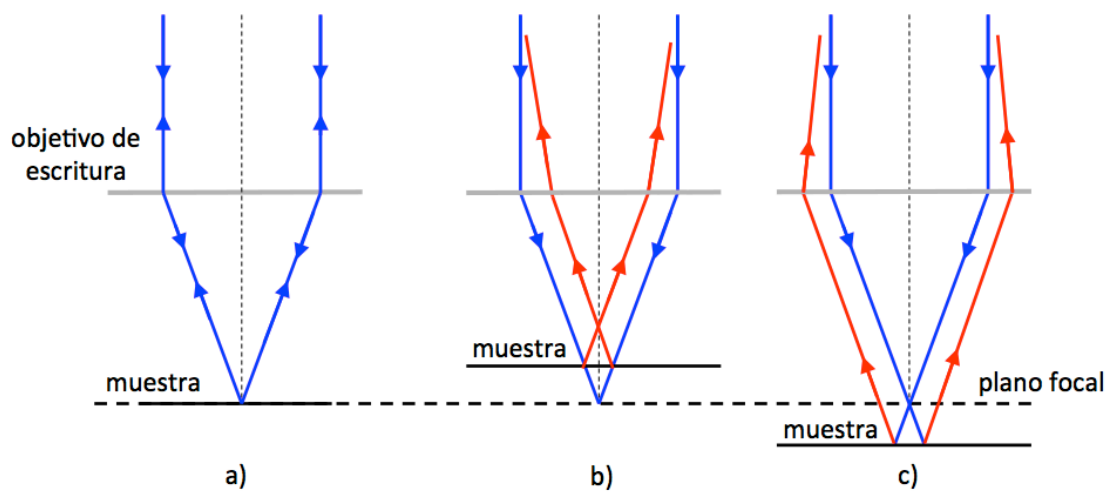


Figura 64.a) Objetivo focalizado sobre el sustrato de manera que el haz reflejado emerge con la misma curvatura que el incidente. b) y c) Objetivo desenfocado, mostrando el haz reflejado una curvatura distinta al incidente.

Por lo tanto, si se incluye un interferómetro de Michelson-Morley en el sistema óptico, siendo la muestra uno de los espejos, se obtiene una forma eficaz de comprobar si la focalización se está realizando correctamente. Para implementar el interferómetro, se debe interponer un divisor de haz entre la lente colimadora y el objetivo 20x. Parte del haz se dirige al objetivo, al cual atraviesa, se refleja en la muestra, y vuelve al divisor atravesando de nuevo el objetivo. Por otro lado, el resto del haz es desviado a un espejo plano, en el que se refleja y regresa al divisor, interfiriendo con el haz procedente de la muestra. Si la muestra está en el punto focal, se obtiene una interferencia de dos haces con frentes de onda planos y, por tanto, se ve una imagen de interferencia formada por líneas rectas en una pantalla, Figura 65-a. Si por el contrario, la muestra no está colocada en el punto focal, se obtiene la interferencia entre un haz plano (del espejo) y un haz esférico (de la muestra), que darán lugar a un patrón de interferencia de líneas curvas Figura 65-b.

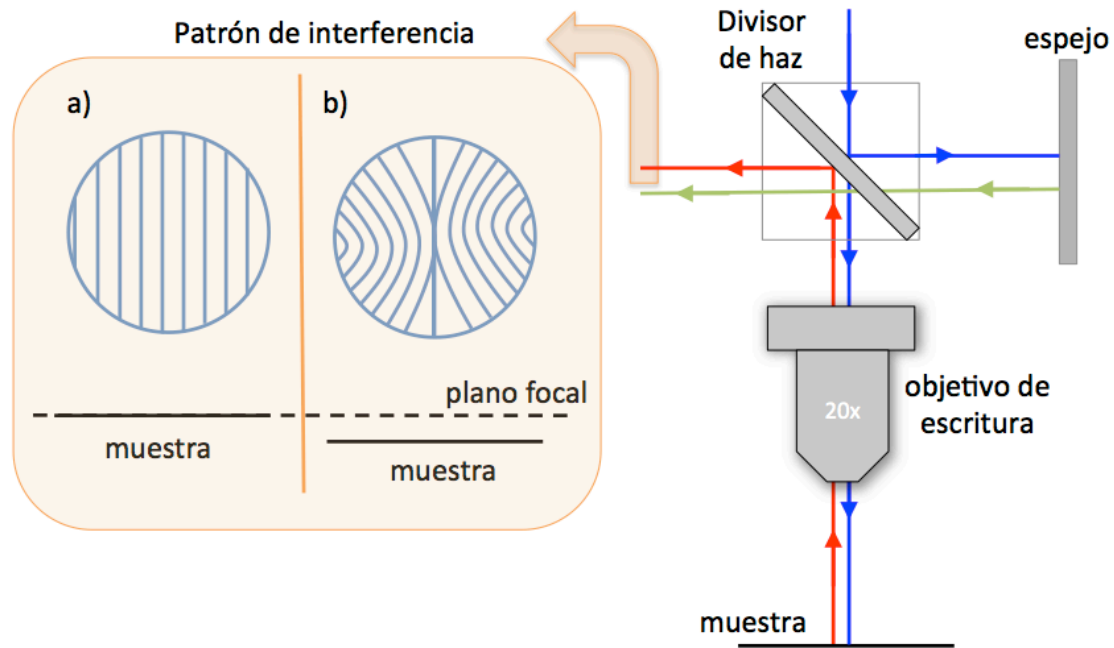


Figura 65. Esquema del interferómetro de Michelson-Morley y patrón de interferencia para una muestra bien alineada (a) y una muestra mal alineada (b) con respecto al plano focal imagen del sistema.

El sistema está dotado de un ajuste fijo, mediante un tornillo micrométrico, que permite variar con precisión la posición del objetivo 20x, y así buscar el punto focal. Se puede ver sobre la pantalla, cómo va cambiando la figura de interferencia, partiendo de un patrón de líneas curvas cuando la focal se halla por encima de la muestra, pasando por un patrón de líneas rectas paralelas cuando la focal coincide con la superficie de la muestra, y obteniendo de nuevo un patrón curvo cuando se ha sobrepasado la muestra. Para verificar y asegurar que el enfoque correcto se mantiene en toda la región de escritura, se ha introducido un sistema de ajuste en las tres direcciones del espacio, como luego se explicará.

### C. Control de movimiento

Puesto que el disco focal debe desplazarse sobre la superficie de la muestra para irradiar la fotoresina, se incorporó un sistema mecánico que permite un movimiento controlado y altamente preciso. Con el objetivo de mantener todo el sistema óptico fijo, a salvo de vibraciones, y hacer que sea la muestra quien describa los movimientos, se han empleado dos microdesplazadores lineales, modelo M-605, de la firma Physik Instruments (P.I.), controlados por ordenador.

Los desplazadores están colocados uno sobre otro, con sus ejes de movimiento perpendiculares, de forma que pueden mover la muestra en un plano bidimensional (x,y), como se puede observar en la Figura 66.

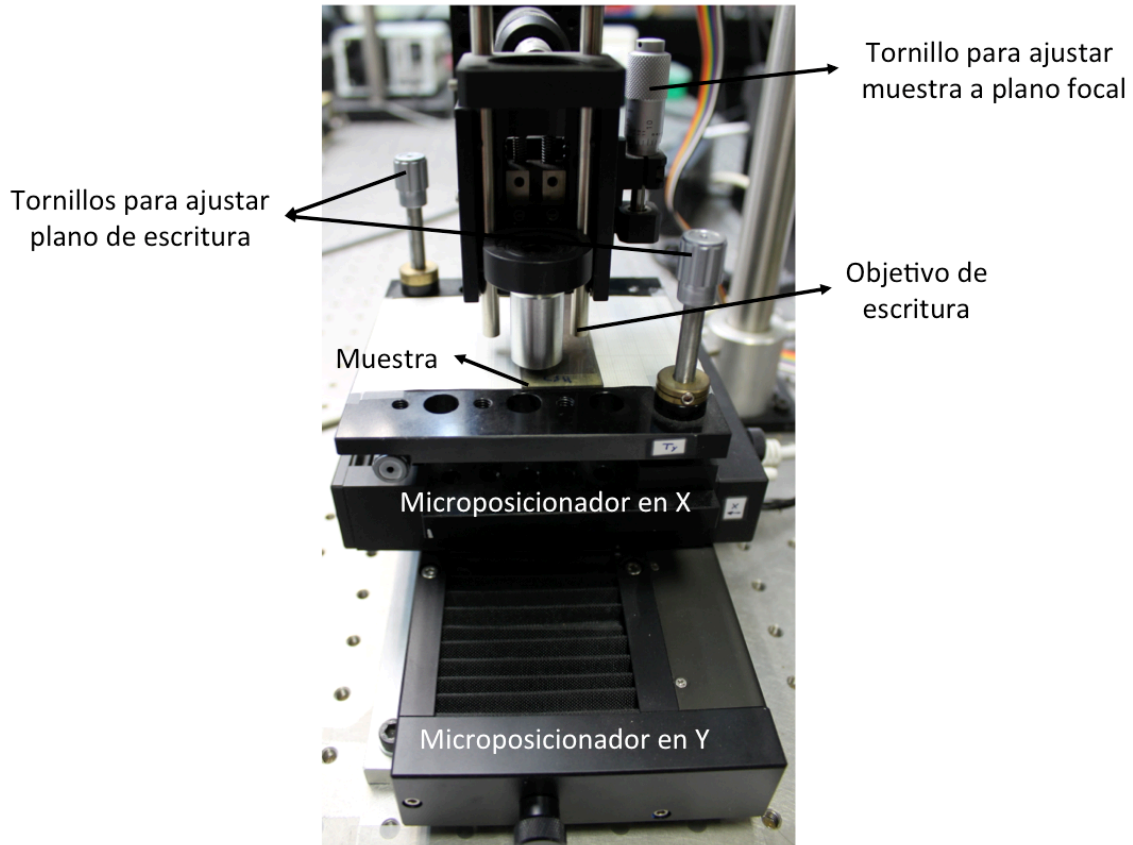


Figura 66. Muestra colocada sobre los microposicionadores y bajo el objetivo de escritura.

Si la muestra se sitúa directamente sobre los desplazadores, existiría la posibilidad de que su superficie no estuviera colocada totalmente perpendicular respecto al eje óptico del sistema, debido a falta de planitud de la propia muestra, o a la presencia de polvo o irregularidades en la superficie que la sustenta. En esta situación, el movimiento de los desplazadores en el plano (x,y) provocaría también que la superficie de la muestra variase su altura (z), y por tanto, se perdería la posición del plano focal. Esto derivaría en el grabado de líneas de anchura irregular a lo largo de la superficie de la muestra.

Para evitar este problema, se sitúa sobre los desplazadores un soporte de precisión que permite controlar la inclinación de la superficie de la muestra mediante dos ejes situados según x e y (alabeo y cabeceo), además de su orientación respecto a

las direcciones de desplazamiento, por medio de un tercer eje situado según z. Para actuar sobre los ejes, el soporte cuenta con tres tornillos de paso fino, como se puede ver en la Figura 66. La colocación y planitud óptimas de la muestra, se obtienen cuando la figura de interferencia muestra líneas rectas paralelas, que no varían de forma ni tamaño mientras los desplazadores mueven la muestra según los ejes x e y.

Los desplazadores se controlan mediante ordenador para conseguir una secuencia de movimientos precisa y a velocidad constante. Sin embargo, para realizar correctamente un patrón de escritura láser, hace falta controlar también, no solo el movimiento de los desplazadores, sino el momento exacto del encendido y apagado del laser. Es decir, la máscara de un dispositivo óptico integrado puede requerir la existencia de líneas independientes, o de la confluencia de varias líneas en un mismo punto. Para hacer tales diseños, es necesario que los desplazadores realicen movimientos durante los cuales no haya emisión del láser (esto es equivalente, por ejemplo, a levantar la mano del papel mientras se escribe con un lápiz para comenzar a dibujar una nueva letra). Por esto, es necesaria la inclusión de un nuevo elemento: un cortador de haz, o *shutter*, que debe estar sincronizado con los desplazadores para abrir o cerrar el paso de la luz cuando sea necesario. Este *shutter* se ha colocado a la salida del láser, antes del sistema óptico, como se puede observar en la Figura 67.

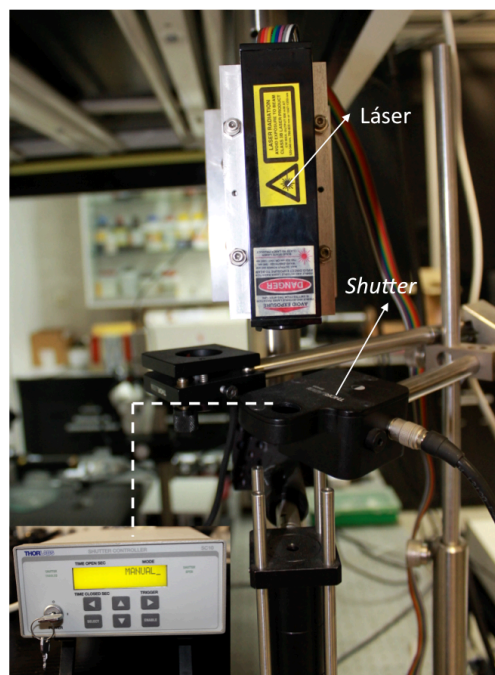


Figura 67. Shutter a la salida del láser y entrada del sistema óptico.

El modelo de shutter elegido ha sido el SH05 de la marca ThorLabs, junto con la unidad controladora SC10, de la misma firma. El controlador permite, bien un funcionamiento independiente, o bien un funcionamiento regido por ordenador.

Puesto que los desplazadores y el shutter son elementos independientes, de distintos fabricantes, y de propósito totalmente general, su control integrado por ordenador y su aplicación al caso concreto de la escritura láser requirió la elaboración de un software de control específico [75].

#### 4.2.2.2. Fabricación de máscaras

La aplicación más interesante del sistema de escritura láser es la posibilidad de fabricar máscaras patrón. El proceso de fabricación de una máscara se representa en la Figura 68.

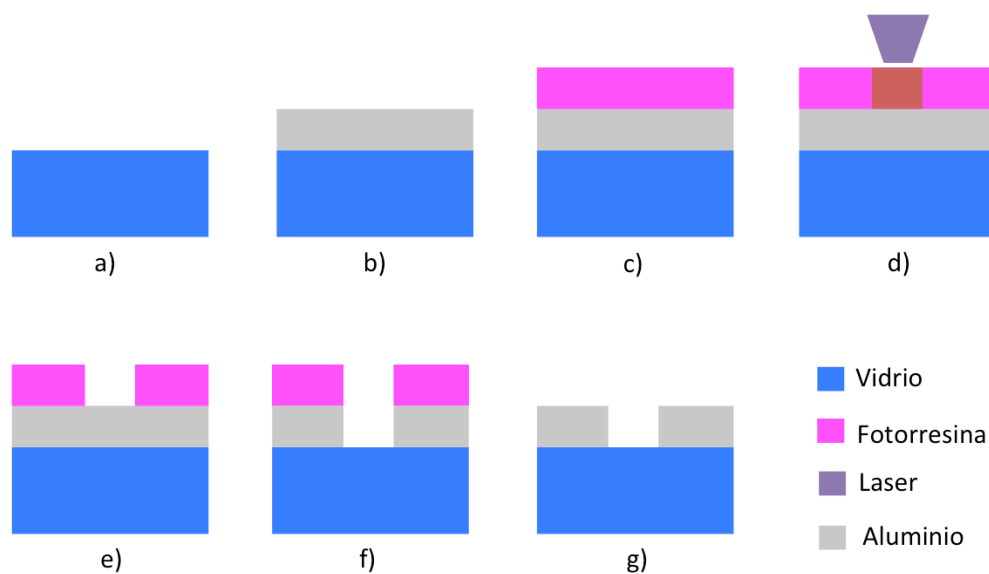


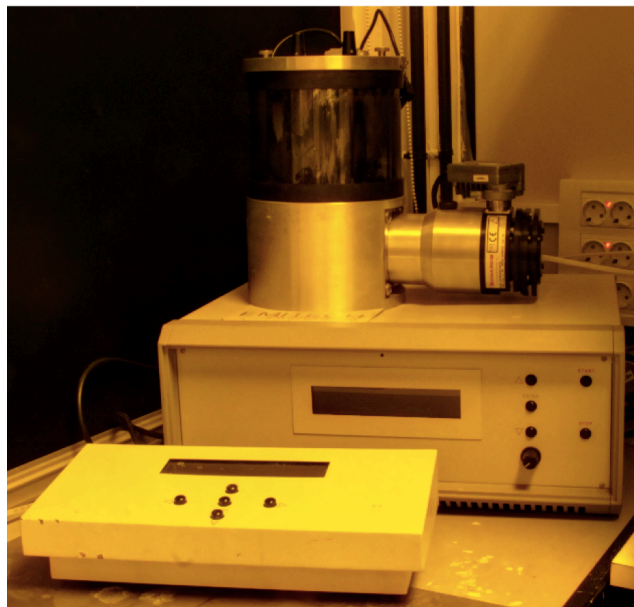
Figura 68. Proceso de fabricación de una máscara de aluminio. a) Preparación del sustrato. b) Evaporación de una capa de aluminio. c) Deposición de fotorresina mediante spin-coating. d) Sensibilización de la fotorresina utilizando el sistema de escritura láser. e) revelado de la fotorresina. f) Grabado del aluminio. g) Eliminación de la fotorresina.

La mayoría de las etapas del proceso de fabricación de una máscara mediante un sistema de litografía láser, ya fueron descritas en apartados anteriores. Como novedad en este proceso, está la evaporación de una capa fina de aluminio (b), así como el grabado de la misma (f). A continuación, se detallan estas dos etapas del proceso.

### **A. Evaporación de aluminio**

La evaporación en alto vacío es una técnica muy utilizada para deposición de capas de materiales metálicos. Esta tecnología permite crear láminas metálicas muy homogéneas y espesor controlado. En esta memoria se ha puesto a punto un sistema de evaporación de alto vacío, utilizando una evaporadora Emitech K950X, que se muestra en la Figura 69.

Mediante esta técnica, los sustratos se introducen en una cámara de vacío, en la que se alcanzan presiones del orden de  $10^{-5}$  bar, gracias al uso de una bomba turbomolecular. En la parte inferior de la cámara, se sitúa un filamento de wolframio que sostiene la fuente de material a evaporar, habitualmente en forma de hilo o granulado. Cuando el alto vacío ha sido alcanzado, se hace pasar por el filamento una corriente eléctrica, del orden de 10-20 A. El calor disipado por la resistencia del filamento produce la evaporación gradual del metal, que se va depositando sobre todas las paredes de la cámara y, en particular, sobre los sustratos, que están colocados en la parte superior de ésta. De este modo, los sustratos quedan cubiertos por una capa uniforme de metal, cuyo grosor va aumentando progresivamente mientras dura el proceso de evaporación.



*Figura 69. Evaporadora Emitech K950X instalada en el interior de la sala limpia.*

Para controlar el grosor depositado, se dispone de un medidor piezoeléctrico (K150X Film Thickness Monitor) que, debidamente calibrado, permite ajustar los espesores con gran precisión.

### ***B. Grabado del aluminio***

La penúltima etapa del proceso de fabricación de una máscara de aluminio, es el grabado del aluminio que permanece al descubierto en las ventanas abiertas en la fotoresina tras el revelado. Para ello, es necesario acudir a una disolución que ataque al aluminio, pero no afecte a la fotoresina. Las muestras se han introducido en una disolución de  $\text{H}_3\text{PO}_4:\text{HCl}:\text{H}_2\text{O}$  (17:1:2). El tiempo del grabado, será proporcional al espesor de la capa de aluminio depositada sobre el vidrio. Se suele hacer el grabado durante unos 30-60 minutos.

#### **4.2.2.3. Fabricación de microcanales en vidrio**

En la Figura 55, se muestra el proceso de fabricación de una GOCPEV. Se comentó anteriormente, que las dos variables geométricas que se tendrán en cuenta para la fabricación de este tipo de guías, es la anchura,  $d$ , fijada mediante el proceso de escritura laser y la profundidad,  $h$ , fijada mediante el proceso de grabado del vidrio. El proceso de fabricación de un microcanal, es análogo al mostrado en la Figura 55, a excepción del último paso de deposición del polímero, que para este caso, no será necesario realizar. Será de gran importancia conocer la velocidad de grabado húmedo del vidrio, en función de la disolución que se utilice para hacer el microcanal.

Se trabajó con dos tipos de vidrios diferentes, soda-lime y borofloat®33, con lo cual, es necesario conocer el tiempo de grabado requerido para cada tipo de vidrio con el objeto de obtener la profundidad,  $h$ , necesaria para la fabricación de la GOCPEV. Gracias a la colaboración entre el LOI y el LI, se realizó un estudio riguroso y detallado del proceso de fabricación de microcanales en vidrio soda-lime [76, 77].

El vidrio es un material isotrópico frente al grabado húmedo, por lo que no tienen ninguna dirección privilegiada. Por ésta razón en un proceso de grabado húmedo grabará en todas las direcciones a la misma velocidad, resultando así una geometría de canales hemisférica. Así mismo, la anchura del canal depende

directamente de la ventana expuesta a la disolución y de la profundidad que se requiera en el grabado. Así, la anchura final,  $d$ , del canal es igual a la abertura de la ventana,  $x$ , que viene determinada por la máscara que se utilice, incrementada dos veces la profundidad,  $h$ . Esta consideración se muestra en la Figura 70.

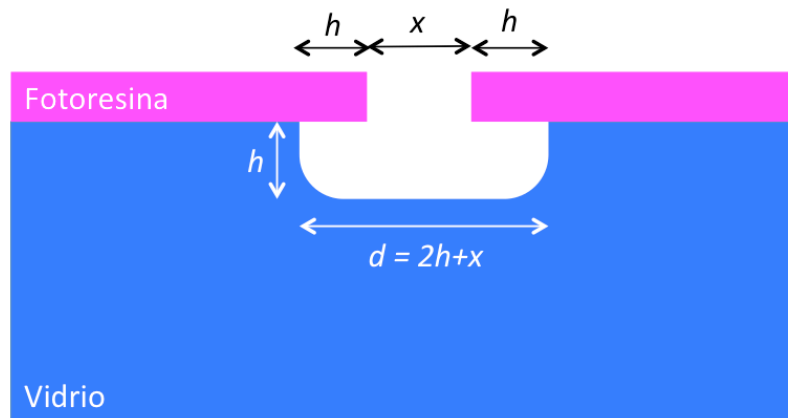


Figura 70. Dimensiones teóricas de un microcanal obtenido mediante grabado húmedo en un sustrato isotrópico.

Los diferentes componentes del vidrio, pueden ser disueltos en soluciones basadas en ácido fluorhídrico (HF), formándose los correspondientes fluoruros, muchos de los cuales dan lugar a precipitaciones ( $\text{CaF}_2$ ,  $\text{MgF}_2$ ...). Para evitar que estos fluoruros den lugar a imperfecciones en el microcanal, se utiliza un sistema de agitación magnética para que la disolución de HF sea renueve en la zona de ataque. En la Figura 71, se muestra un esquema de la disposición de la muestra para realizar el grabado con agitación magnética.

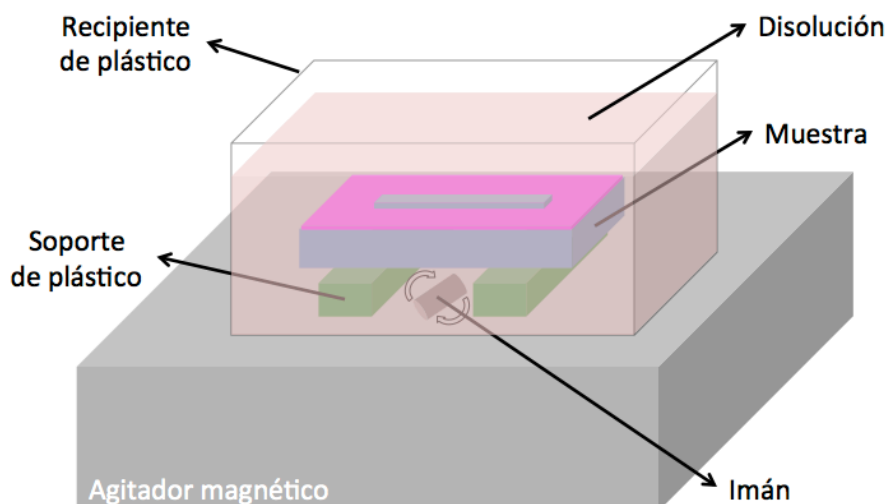


Figura 71. Esquema de la disposición de la muestra durante el grabado húmedo.



Para realizar el estudio sobre el grabado del soda-lime, se utilizaron diferentes disoluciones. Para cada muestra, se midió la profundidad del microcanal en función del tiempo de grabado. En la Tabla 10 se muestran los resultados obtenidos.

Disoluciones de grabado	Velocidad de grabado en soda-lime ( $\mu\text{m}/\text{min}$ )
5% (HF:NH <sub>4</sub> F 1:7):9.25% HCl	0.25 +- 0.07
HF:H <sub>2</sub> O 1:10	0.5 +- 0.1
HF:NH <sub>4</sub> F:H <sub>2</sub> O 1:5:5 (BOE)	1.3 +- 0.2
HF:NH <sub>4</sub> F 1:6 (BHF)	0.8 +- 0.1
HF:HNO <sub>3</sub> :AcOH:H <sub>2</sub> O 1:2:1:4 (HNA)	0.9 +- 0.3

Tabla 10. Velocidad de grabado en el vidrio soda-lime en función de la disolución empleada. Se utilizó la fotoresina S1813 de la casa Shipley.

La velocidad de grabado más alta, en los vidrios soda-lime, se obtuvo empleando “buffered oxide etch” (BOE). El empleo del fluoruro amónico (NH<sub>4</sub>F) mejora el ataque húmedo, incrementando la velocidad de grabado, como se puede observar cuando se utiliza el BOE y el “buffered HF” (BHF), en comparación con la disolución de HF:H<sub>2</sub>O 1:10.

El empleo de ácido nítrico (HNO<sub>3</sub>) y ácido acético (AcOH) en la disolución de HF también mejora la velocidad de grabado. Sin embargo, esta disolución es muy agresiva, lo que provoca que la fotoresina se empiece a levantar poco después de iniciarse el ataque.

Como se ha utilizado el vidrio borofloat®33 para la fabricación de GOCPEV, previamente, hubo que realizar un estudio similar al anterior para este tipo de vidrio. El primer paso consistió en comprobar que tipo de fotoresina es el más conveniente para este grabado húmedo. Se observó en el estudio del grabado de microcanales en soda-lime que, para algunas fotoresinas, a partir de un cierto tiempo de grabado, ésta comenzaba a levantarse, provocando así un grabado irregular del microcanal en la muestra. Se probaron cuatro tipos de fotoresinas diferentes: S1813, SPR220, AZ4562 y AZ6632. Además, para mejorar la adhesión de la fotoresina al vidrio, se utilizó un agente adherente, colocado entre el sustrato y la fotoresina, llamado PRIMER. En la Tabla 11 se muestran los parámetros de fabricación para cada fotoresina.

Fotoresina	Velocidad spin (r.p.m.)	Tª Precocido (°C)	Tiempo precocido (s)	Tiempo exposición UV (min)
PRIMER	3000	120	120	
AZ4562	4000	100	50	7
S1813	5000	115	60	2
SPR220	4000	115	90	8
AZ6632	4000	110	50	4

Fotoresina	Revelador	Tiempo revelado (s)	Tª Recocido (°C)	Tiempo recocido (s)
PRIMER				
AZ4562	az400k:agua 1:4	90	115	50
S1813	MF-24	90	115	90
SPR220	MF-24	90	115	90
AZ6632	AZ826MIF	60	125	50

Tabla 11. Parámetros de fabricación para diferentes fotoresinas.

Todas las fotoresinas fueron depositadas utilizando una aceleración de 1000 r.p.m./s y durante un tiempo de 30 s. Posteriormente, con la ayuda de un *hotplate* se calienta la muestra para endurecer la fotoresina (recocido o *softbake*). Utilizando una máscara de aluminio fabricada con el sistema de escritura laser, se expone a luz UV la fotoresina, consiguiendo así fotosensibilizar la parte de la fotoresina expuesta a la luz. A continuación, con la ayuda de un revelador, se elimina la parte de la fotoresina fotosensibilizada y, por último, se vuelve a calentar la muestra (recocido o *postbake*) en el *hotplate*. Con este último calentamiento se consigue una mejor adhesión de la fotoresina al vidrio, antes de realizar el grabado húmedo.

El borofloat®33 es un vidrio que presenta mayor dureza que el soda-lime, con lo cual, si se utiliza el BHF para realizar el grabado húmedo, no se apreciará ningún microcanal para tiempos cortos. Para tiempos largos, la fotoresina comienza a levantarse, con lo cual, se prescinde del BHF para este tipo de vidrio. Observando la velocidad de grabado de cada disolución en la Tabla 10, se llega a la conclusión de que, para este tipo de vidrio, la mejor opción es utilizar BOE como disolución de grabado.

Con las consideraciones expuestas anteriormente, se fabricaron varios microcanales con los cuatro tipos de fotoresinas, utilizando BOE como disolución de grabado húmedo. Se estudiaron diferentes tiempos de grabado: 15 min., 30 min., 45

min. y 60 min., para comprobar la resistencia de las fotoresinas. En la Tabla 12 se muestran los resultados obtenidos.

Fotoresina	Tiempo de grabado con BOE			
	15 min.	30 min.	45 min.	60 min.
AZ4562	NO	NO	NO	NO
S1813	SI	NO	NO	NO
S1813 + PRIMER	SI	SI	NO	NO
SPR220	SI	NO	NO	NO
SPR220 + PRIMER	SI	SI	SI	SI
AZ6632	SI	NO	NO	NO
AZ6632 + PRIMER	SI	SI	NO	NO

Tabla 12. Resistencia de la fotoresina a un grabado húmedo con BOE.

El NO significa que la fotoresina no soportó el ataque húmedo durante el tiempo señalado, comenzando a levantarse. El caso en que la fotoresina aguanta perfectamente el grabado húmedo, se identifica con SI.

Si se quieren hacer grabados profundos en un vidrio borofloat®33 utilizando BOE, se deberá de utilizar la fotoresina SPR220 con una capa intermedia de PRIMER depositada entre la fotoresina y el vidrio.

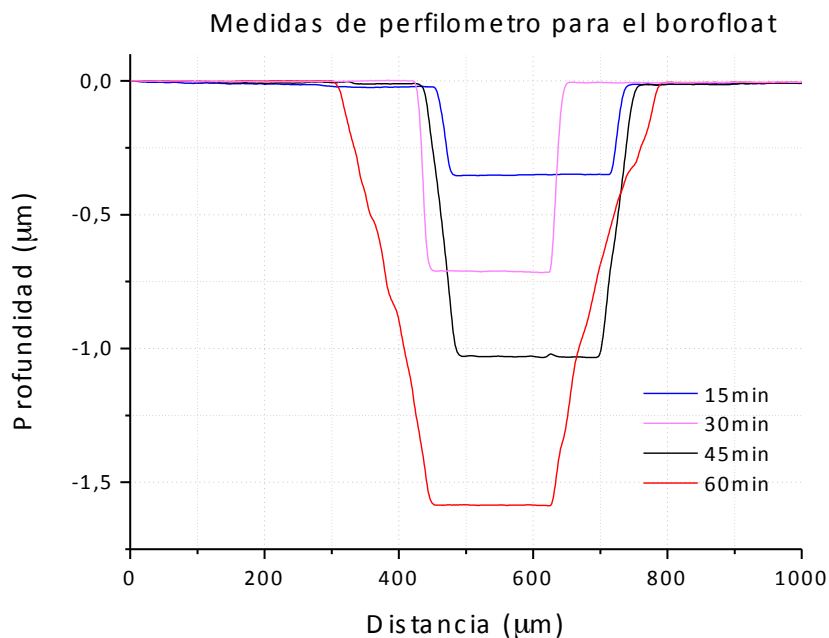


Figura 72. Medidas obtenidas con el perfilómetro para microcanales grabados en vidrio borofloat. Se utilizó BOE como disolución de ataque.

Para verificar la profundidad y la calidad de los microcanales fabricados, se utilizó un perfilómetro. En la Figura 72 y Figura 73 se muestran los resultados obtenidos.

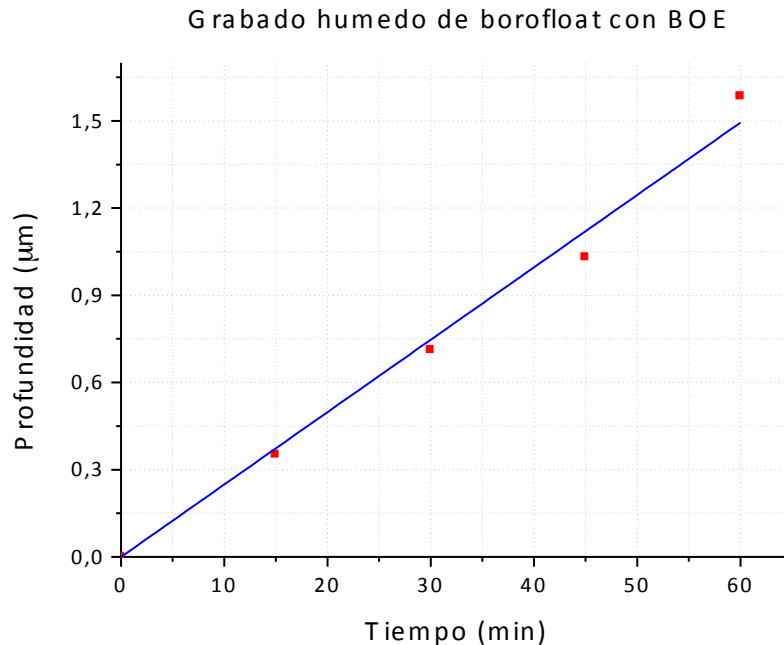


Figura 73. Profundidad de ataque húmedo de BOE sobre el borofloat, en función del tiempo de grabado.

En la Figura 72 se observa que la perpendicularidad de las paredes del microcanal disminuye al incrementar el tiempo de grabado. En la Figura 73, se realizó un ajuste lineal (en azul) de los puntos obtenidos, de tal forma, que se pudo calcular una expresión analítica para aproximar la profundidad de grabado húmedo del BOE sobre el vidrio borofloat®33. En la ecuación (41) se muestra la expresión.

$$h = 0.0249t \pm 0.0008 \tag{82}$$

Siendo  $h$  la profundidad de grabado, en  $\mu\text{m}$ , y  $t$  el tiempo, en minutos, de grabado húmedo.

#### 4.2.3. Proceso de caracterización

En la caracterización de una guía óptica canal, se pueden analizar diferentes parámetros, como son: pérdidas de propagación, eficiencia de acoplo y perfil del campo electromagnético de los modos guiados. Al tratarse de guías ópticas canal novedosas, se ha analizado especialmente el perfil del campo electromagnético de los

modos guiados por las GOCPEV fabricadas. Las pérdidas de propagación y la eficiencia del acoplo son dos parámetros muy importantes en los dispositivos de óptica integrada; sin embargo, al no ser objetivo de esta investigación, se ha decidido incluir su evaluación y optimización en trabajos futuros.

Para caracterizar una guía óptica canal existen diferentes métodos de acoplo de luz [45,2]: acoplador enrejado (*grating-coupling*), acoplo de luz por prima (*prism-coupling*) o acoplo de luz por el extremo (*end-coupling*). Debido a la tecnología disponible en el laboratorio, tanto para la fabricación como para la caracterización de dispositivos de óptica integrada, se optó por utilizar la técnica de acoplo de luz por el extremo, la cual se detalla a continuación.

#### 4.2.3.1. Acoplo de luz por el extremo

El equipamiento del que se dispone en el LOI ha permitido la caracterización electromagnética de las GOCPEV mediante el acoplo de la luz por el extremo de la guía (*end-coupling*). La Figura 74 muestra el acoplo de luz, mediante la técnica *end-coupling*, para el caso de un láser de haz gaussiano. Con propósito de obtener una gran eficiencia en el acoplo, el extremo de la guía ha de estar perfectamente pulido. Además, se mejora la eficiencia de acoplo cuanto más se aproxime el perfil del campo del modo acoplado en la guía al perfil del campo de incidencia del láser.

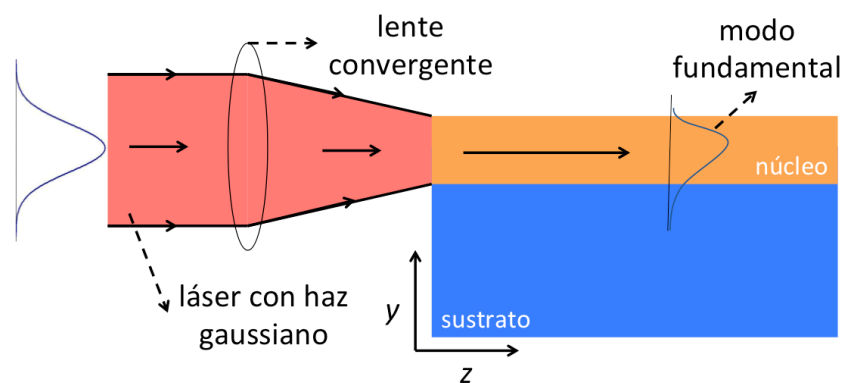


Figura 74. Acoplo de luz mediante la técnica *end-coupling*.

Para optimizar el acoplo de luz utilizando este método, se ha diseñado una disposición experimental cuya estructura y equipamiento se muestra en la Figura 75.

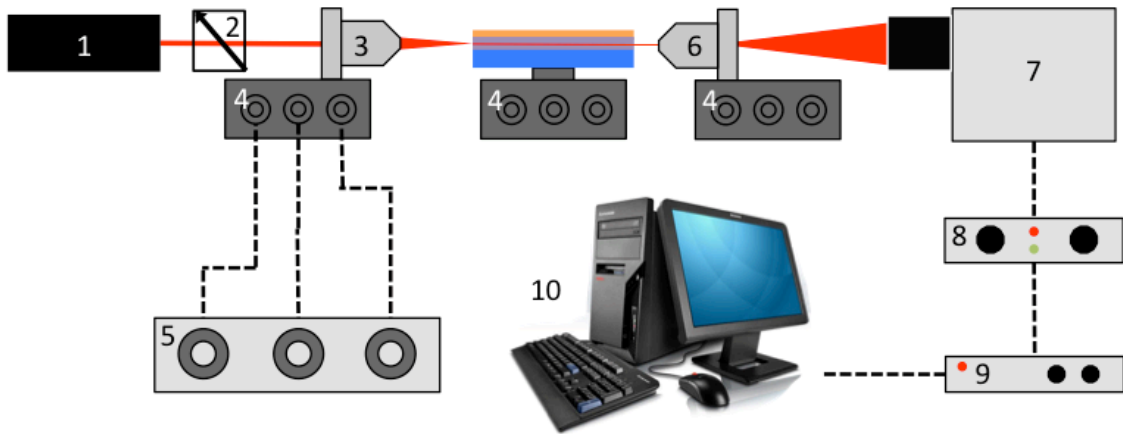


Figura 75. Disposición experimental para el acoplamiento de luz mediante la técnica end-coupling: 1) Láser. 2) Polarizador. 3) Objetivo de entrada 60x. 4) Microposicionador piezoeléctrico. 5) Controlador de los microposicionadores. 6) Objetivo de salida 100x. 7) Cámara de vídeo. 8) Control de cámara. 9) Procesador de imagen. 10) Ordenador.

Para proceder al acoplamiento de la luz, se hace pasar el rayo láser a través de un polarizador para incidir sobre la guía utilizando la polarización TE o TM, según convenga (si no se especifica lo contrario, de aquí en adelante se trabaja siempre con polarización TE). Se utiliza un objetivo 60x para hacer converger el haz láser y conseguir así un mejor acoplamiento, como muestra la Figura 76. Con el propósito de hacer coincidir el punto focal del objetivo y el núcleo de la guía óptica canal polimérica, se han utilizado varios microposicionadores piezoeléctricos. Para obtener un acoplamiento mucho más eficiente, se conectó un controlador de microposicionador piezoeléctrico en el objetivo de entrada. De esta manera, se consigue mover de una manera mucho más precisa el objetivo de entrada.

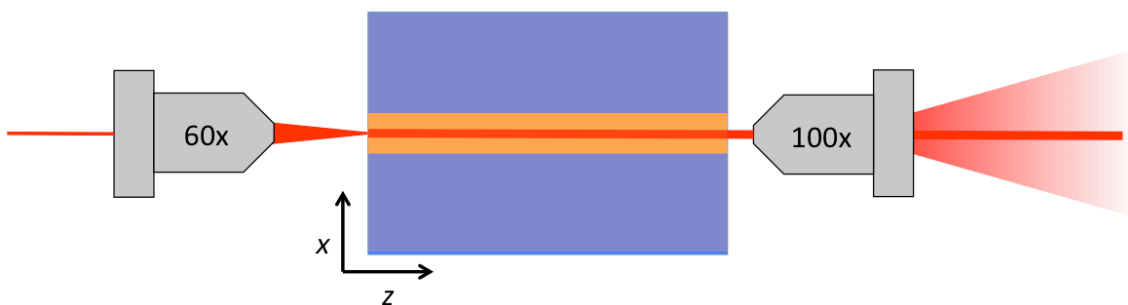


Figura 76. Vista superior del acoplamiento de luz por el extremo.

Para observar la luz acoplada por la guía, se ha utilizado un objetivo de salida de 100x, que diverge la luz, de tal forma, que se dirige hacia una cámara de vídeo (Hamamatsu, modelo C2400). La cámara está conectada a un control de cámara CCD (Hamamatsu, modelo C2400) y éste a su vez a un sistema de procesamiento de imagen

(Hamamatsu, modelo DVS-3000). Se ha utilizado un ordenador para poder captar la salida del procesador de imagen. En la Figura 77 se muestra una fotografía de la zona principal del acoplo de luz por el extremo. Se observa que en el microposicionador piezoeléctrico de la derecha de la Figura 77 salen tres cables conectados al controlador de microposicionadores piezoeléctricos, lo que proporciona una mayor precisión de movimiento en el objetivo de entrada.

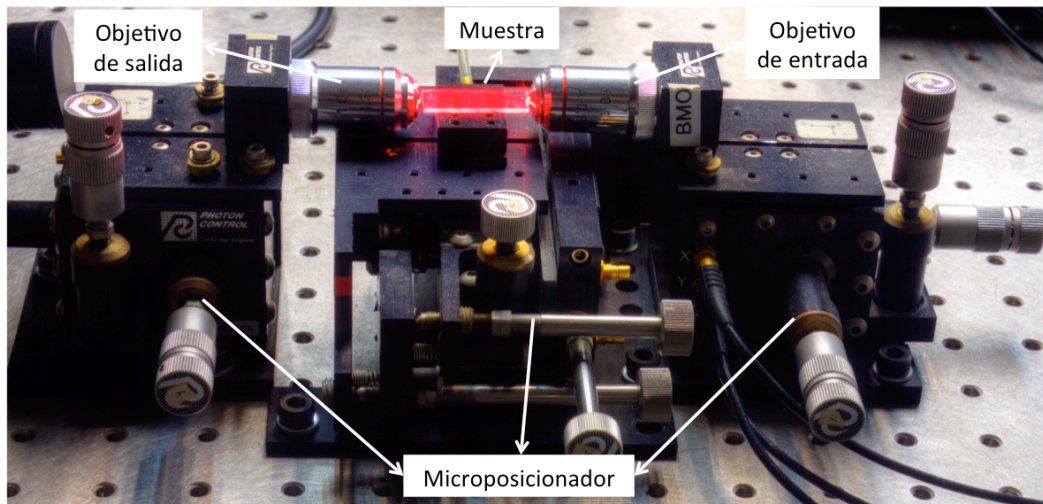


Figura 77. Acoplo de luz por el extremo.

Gracias a este sistema de caracterización, se ha observado la salida de las GOPCEV y se ha obtenido el perfil del campo de los modos acoplados.

#### 4.2.4. Evaluación experimental

La evaluación experimental de GOCPEV se realizó de manera análoga a la presentada en el capítulo anterior. Se comenzó realizando una simulación con el programa OlympIOs, para determinar los parámetros de fabricación de la guía óptica canal. La evaluación experimental del índice de refracción, descrita en el capítulo anterior, resulta imprescindible para realizar simulaciones numéricas alimentadas por los parámetros reales de los polímeros. Una vez fijadas las dimensiones del dispositivo, para cada vidrio y polímero, se procedió a su fabricación. La primera etapa del proceso consistió en fabricar una máscara utilizando el sistema de escritura laser, para fijar la anchura,  $d$ , del canal. Posteriormente, se utilizó el procedimiento descrito en el apartado 4.2.2.3, para fabricar un microcanal y alcanzar así la profundidad,  $h$ , obtenida con el programa OlympIOs. Se depositó el polímero sobre la superficie de la muestra y,

tras la preparación de la guía óptica canal (corte y pulido) para su evaluación, se acudió al acoplo de luz por el extremo para su caracterización.

#### 4.2.4.1. GOCPEV multimodo

Debido a sus propiedades ópticas, los materiales seleccionados para la fabricación de GOCPEV multimodo, han sido el vidrio soda-lime y el polímero NOA 61. El índice de refracción para el vidrio soda-lime se ha medido por refractometría resultando ser  $n_s = 1.512$  para  $\lambda = 632.8$  nm. Para el polímero NOA 61, el fabricante proporciona un índice de refracción aproximado de  $n_f = 1.557$  para  $\lambda = 632.8$  nm. Con el objeto de conocer de forma más precisa el verdadero índice de refracción del polímero, se acudió a la formulación de modos LSE y LSM, descrita en los capítulos anteriores. El valor obtenido resultó ser  $n_f = 1.560$  para  $\lambda = 632.8$  nm. En la Figura 78 se muestra la guía óptica canal con la que se ha trabajado.

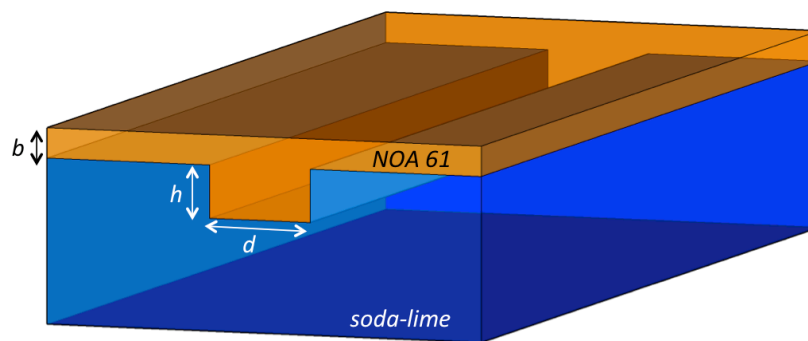


Figura 78. Guía canal polimérica multimodo que se ha diseñado, fabricado y caracterizado.

##### 4.2.4.1.1. Diseño

Para el caso de GOCPEV multimodo de soda-lime – NOA 61, no ha sido necesario realizar un estudio exhaustivo de las dimensiones del dispositivo. Debido a las características de los materiales, y a la tecnología de la que se dispone en el laboratorio, es imposible fabricar una guía óptica canal polimérica monomodo con estos materiales. El diseño, fabricación y caracterización de GOCPEV es una línea de investigación nueva en el laboratorio, con lo cual, antes de optimizar el proceso de fabricación y caracterización de este tipo de dispositivos, fue necesario verificar si este tipo de diseño de guías canal es viable. Para ello, el primer paso consistió en fabricar GOCPEV con unas dimensiones,  $h$  y  $d$ , amplias, que aseguren el acoplo de la luz, y que faciliten todo lo posible la fabricación y caracterización de este tipo de dispositivos.



Como ejemplo, se realizó la simulación de una GOCPEV con los siguientes parámetros:  $b = 6 \mu\text{m}$ ,  $h = 16 \mu\text{m}$  y  $d = 90 \mu\text{m}$ . Para obtener unos resultados más precisos de la distribución de campo, se utilizó el método de diferencias finitas [78,79] con el programa de simulación OlympIOs. En la Figura 79 se calcula el perfil del campo para el modo fundamental de una GOCPEV multimodo de soda-lime – NOA 61. Se puede observar que, prácticamente, el 100% de la energía del campo electromagnético del modo fundamental está confinada en el microcanal relleno de polímero (núcleo de la guía canal). Además, se garantiza que la energía luminosa presente en la fina capa de polímero, que cubre el resto de la muestra, es despreciable. Este resultado confirma las buenas posibilidades de las GOCPEV.

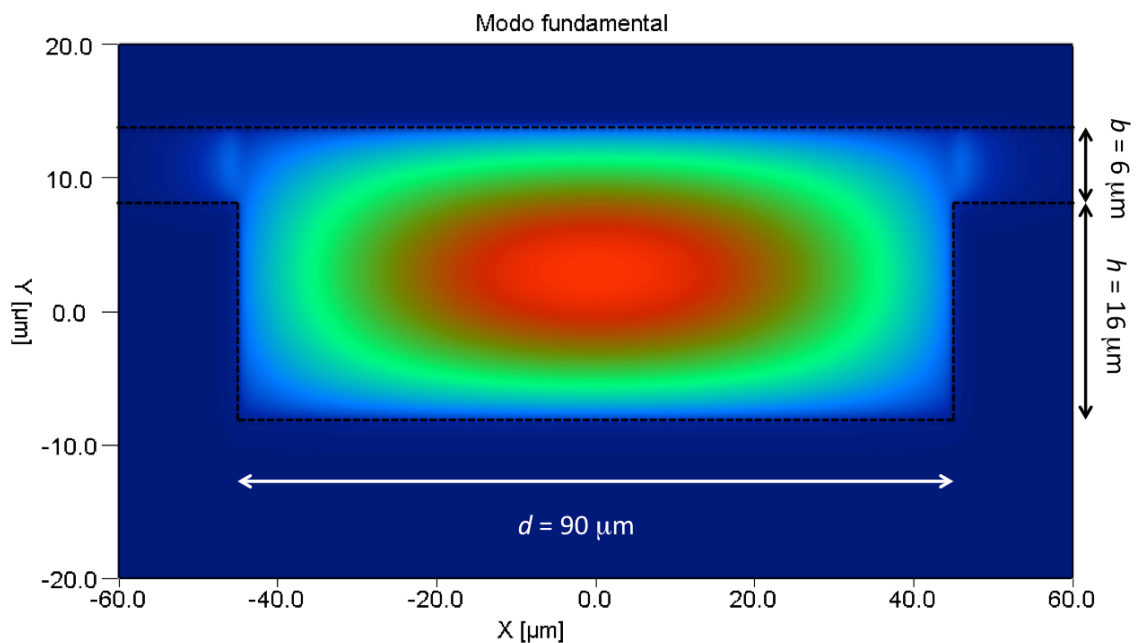


Figura 79. Campo electromagnético del modo fundamental para una GOCPEV multimodo soda-lime – NOA 61.

#### 4.2.4.1.2. Fabricación

Antes de comenzar la fabricación de la guía, como se comentó anteriormente, hay que fabricar una máscara de aluminio, utilizando el sistema de escritura laser, que determine la anchura,  $d$ , del núcleo. En este caso, como no se necesita una anchura,  $d$ , específica, se ha optado por reutilizar una máscara fabricada anteriormente en el laboratorio. En la Figura 80 se muestra la máscara utilizada para la fabricación de una GOCPEV multimodo de soda-lime – NOA 61.

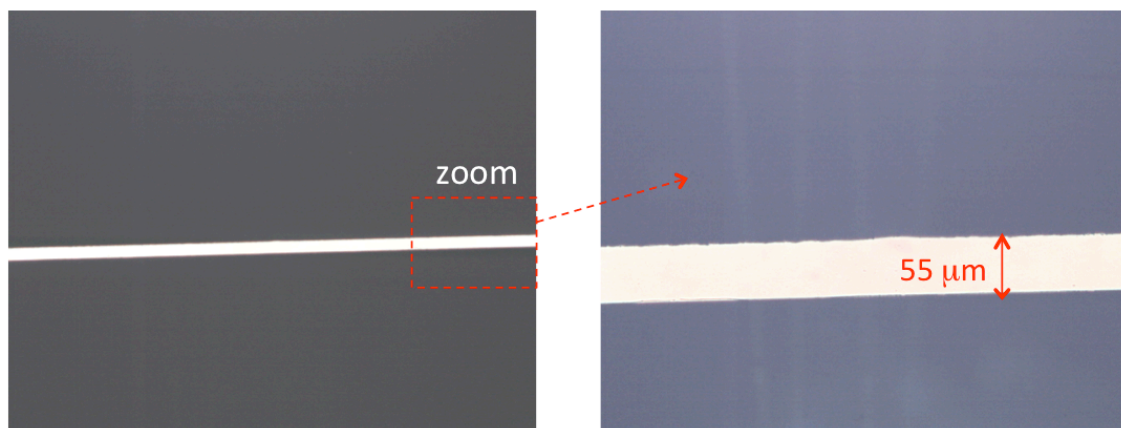


Figura 80. Fotografía tomada, con un microscopio óptico, de la máscara utilizada para fabricar una GOCPEV multimodo de soda-lime - NOA 61. A la izquierda: se aplicó un aumento de 40x. A la derecha: se aplicó un aumento de 200x.

Utilizando la máscara que se muestra en la Figura 80, se fabricó una GOCPEV multimodo, siguiendo las etapas descritas en la sección 4.2.2. Aplicando las pautas marcadas por anteriores ensayos realizados en el laboratorio [76,77], para la fabricación del microcanal se utilizó la fotoresina SPR-220 y como disolución de ataque el BHF. Se sumergió la muestra dentro de la disolución durante 20 minutos, con lo cual, se obtuvo un microcanal con una profundidad,  $h = 16 \mu$ . Dependiendo de los tiempos de exposición UV, de revelado, o de ataque húmedo, la anchura,  $d$ , del microcanal se ve modificada. Cuanto mayores sean los tiempos de cada etapa, más se ve incrementada la anchura,  $d$ , del microcanal. Para este caso, se utilizó una máscara con una anchura de  $55 \mu\text{m}$  y se obtuvo un microcanal con una anchura,  $d = 90 \mu\text{m}$ . Una vez que se ha fabricado el microcanal, se rellenó con NOA 61 como se indicó en la sección 4.2.2, obteniendo un espesor,  $b = 6 \mu\text{m}$ , como se ha mostrado en el capítulo anterior. Para realizar la caracterización de la guía óptica utilizando la técnica de acoplo de luz por el extremo, es necesario cortar y pulir la muestra. En la Figura 81 se muestra la GOCPEV multimodo fabricada con soda-lime – NOA 61, antes y después de ser pulida.

En la Figura 81 se compara el extremo de la guía antes y después de ser pulida. A la izquierda de la Figura 81, se observa como el NOA 61 está distribuido de una forma homogénea sobre toda la superficie y, además, se muestra la irregularidad del extremo. A la derecha de la Figura 81, se observa un extremo muy bien pulido, pero aparece una imperfección en la deposición del NOA 61.

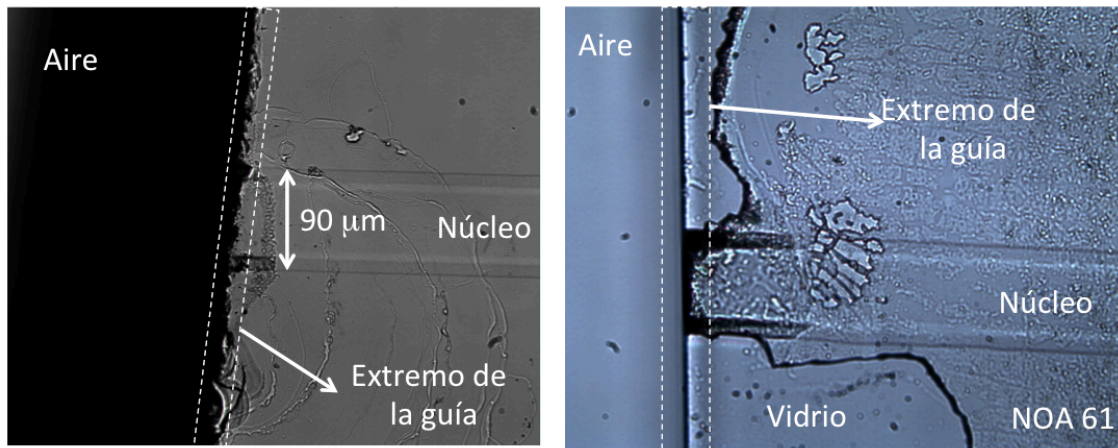


Figura 81. Vista superior con una aumento de 200x de una GOCPEV multimodo soda-lime - NOA 61. A la izquierda, la muestra antes de pulir el extremo. A la derecha, la muestra después de pulir el extremo.

Al realizar el pulido del extremo, no existe ningún problema con el vidrio; sin embargo en cuanto al polímero, se observa que parte del NOA 61 que se encuentra sobre la muestra es arrancado durante el proceso. Este hecho va a dificultar la caracterización de la guía mediante la técnica de acoplo por el extremo, pero como veremos a continuación, es posible acoplar la luz y medir la propagación del campo a la salida.

En resumen, se ha fabricado una GOCPEV multimodo de soda-lime – NOA 61 con los siguientes parámetros:  $b = 6 \mu\text{m}$ ,  $h = 16 \mu\text{m}$  y  $d = 90 \mu\text{m}$ .

#### 4.2.4.1.3. Caracterización

Una vez que se ha fabricado la guía, se colocó en el sistema de acoplo de luz por el extremo. Primero se incidió con el rayo láser sobre el extremo de la muestra, y se buscó el núcleo de la guía y la distancia focal que le corresponde al objetivo de entrada. Para ello, se utilizaron los microposicionadores del objetivo de entrada y del portamuestra de forma manual. Posteriormente, se utilizó manualmente el microposicionador del objetivo de salida para encontrar el canal de la GOCPEV multimodo y observar el campo. Finalmente, para optimizar el acoplo de la luz, se utilizó el controlador de microposicionadores piezoeléctricos que mueve el objetivo de entrada y obtener así una mayor precisión de movimiento.

En la Figura 82 se muestra el campo a la salida de la GOCPEV multimodo de soda-lime – NOA 61. Se confirma que el campo electromagnético está totalmente confinado en el núcleo de la guía.

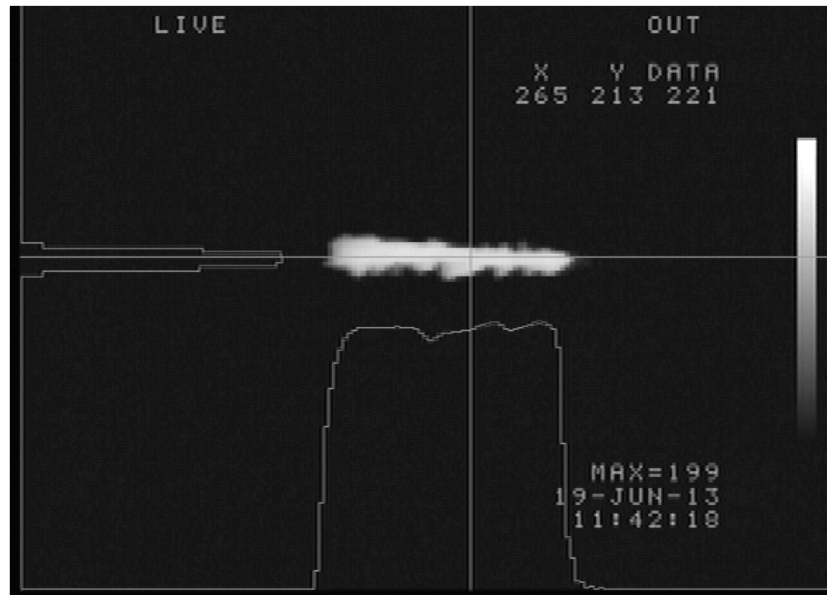


Figura 82. Campo electromagnético a la salida de la GOCPEV multimodo soda-lime - NOA 61. Se observa, en color gris, el perfil del campo en los ejes transversales x e y.

Para realizar el alineamiento del objetivo de entrada y del núcleo de la guía, se utilizó una lupa que permite observar el movimiento de los elementos, tal y como muestra la Figura 83. Se ha conectado una cámara de video a la lupa, para observar a través del ordenador la zona de acoplo. En la Figura 84, y utilizando este sistema de visión, se observa la luz acoplada a una GOCPEV soda-lime – NOA 61. A la derecha de la Figura 84 se observa el objetivo de entrada, encargado de la convergencia del láser. La técnica de acoplo de luz por el extremo presenta bastantes pérdidas en la zona de acoplo, como se puede observar en la Figura 84, ya que existe mucha luz reflejada a la entrada de la guía y también dispersada a lo largo de toda la muestra. Si la luz estuviese perfectamente acoplada, y se consiguiese fabricar una guía óptica sin pérdidas, no se observaría la luz propagándose a través del núcleo de la guía. Debido a estas pérdidas, parte de la luz es dispersada al exterior y se puede observar a través del sistema de visión, como muestra la Figura 84.

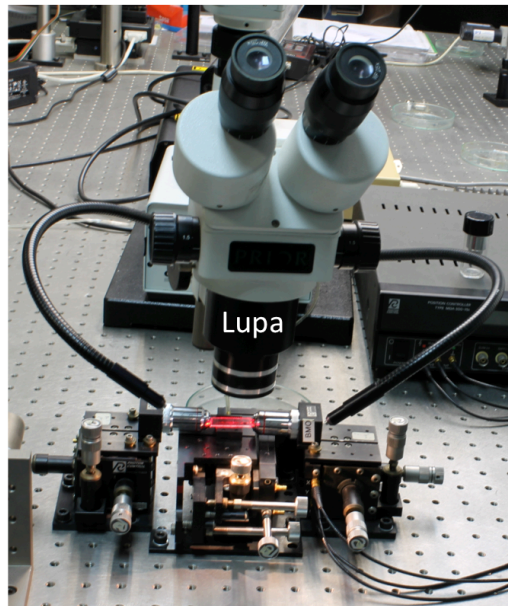


Figura 83. Sistema de acoplo de luz por el extremo.

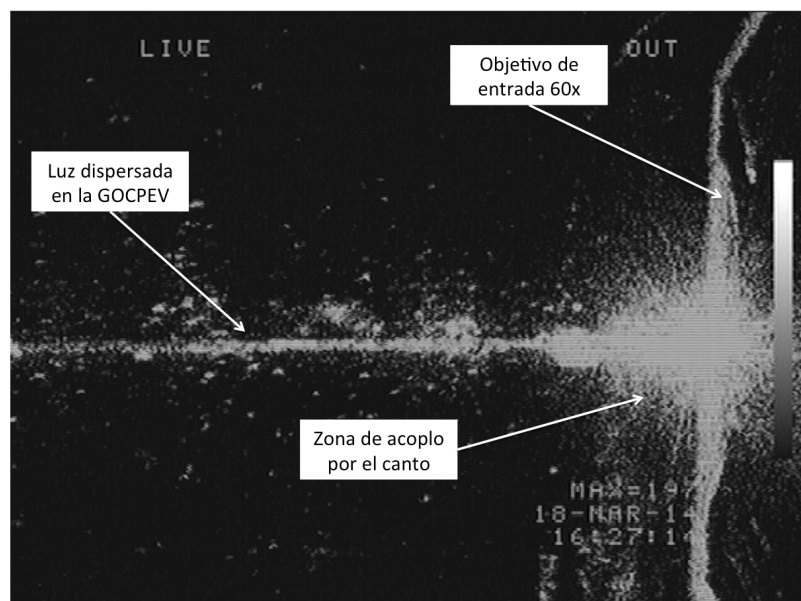


Figura 84. Vista superior de luz acoplada en una GOCPEV utilizando el método de acoplo de luz por el extremo.

#### 4.2.4.2. GOCPEV monomodo

Debido a las características propias que presenta el proceso de fabricación utilizado para obtener una GOCPEV monomodo, es necesario disponer de materiales que tengan un índice de refracción muy próximo, y poder así trabajar con dimensiones de  $b$ ,  $h$  y  $d$  menos restrictivas dimensionalmente. Para ello, se ha optado por utilizar como material de sustrato el vidrio borofloat<sup>®</sup>33, cuyo índice de refracción, medido por refractometría, es  $n_s = 1.470$  para  $\lambda = 632.8$  nm. Como material del núcleo de la

guía se optó por el PMMA, cuyo índice de refracción utilizando la formulación LSE y LSM resultó ser  $n_f = 1.490$  para  $\lambda = 632.8$  nm. En la Figura 85 se muestra la guía óptica canal con la que se ha trabajado.

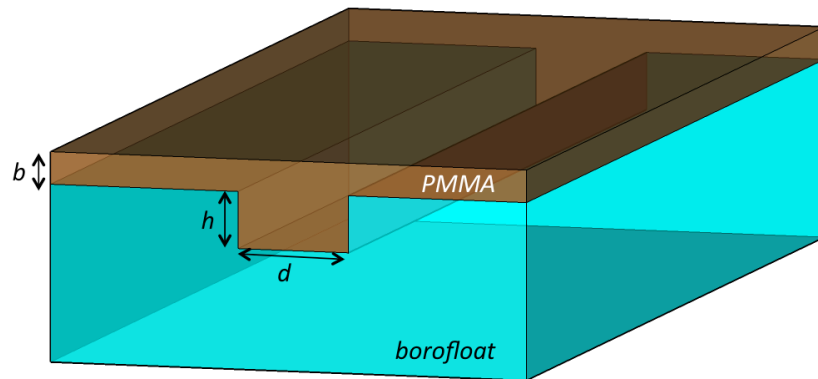


Figura 85. Guía canal polimérica monomodo que se ha diseñado, fabricado y caracterizado.

#### 4.2.4.2.1. Diseño

Para diseñar GOCPEVs monomodo, el primer paso es calcular los parámetros  $b$ ,  $h$  y  $d$  que aseguren el régimen monomodo. Para agilizar las simulaciones con el programa OlympIOs, al igual que se hizo para el diseño de guías ópticas planas poliméricas, se fijó una ventana de simulación, que se representa por una línea discontinua roja en la Figura 86.

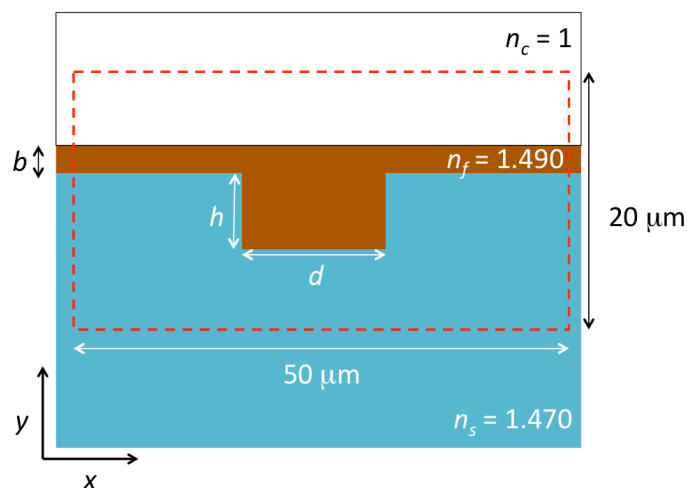


Figura 86. Vista transversal de la guía óptica canal simulada: borofloat®33, como sustrato; PMMA, como núcleo.

Se comenzó fijando un espesor,  $b$ , que está relacionado con la velocidad de *spin-coating*, como se explicó en capítulos anteriores. Acudiendo a la Figura 29, se observa que el PMMA A4 depositado sobre el sustrato, a una velocidad de *spin-coating*

de 4000 r.p.m., proporciona un espesor,  $b = 0.2 \mu\text{m}$ , que será el valor fijado para las simulaciones. El parámetro  $d$  vendrá fijado por la anchura de la máscara metálica. Con el equipamiento disponible en el LOI, se pueden fabricar máscaras con una anchura de línea mínima de  $5 \mu\text{m}$ . Como no es aconsejable trabajar en el límite, se fijó una anchura  $d = 8 \mu\text{m}$  para las simulaciones. Por último, la profundidad,  $h$ , vendrá fijada por el tiempo de ataque húmedo. En la sección 4.2.2.3, se evaluó la profundidad de grabado húmedo del borofloat®33, utilizando BOE como disolución de ataque, en función del tiempo. Con lo cual, con  $b$  y  $d$  fijos, se utilizó el programa OlympIOs para calcular el valor,  $h$ , que proporcione régimen monomodo. Como se comentó, si no se dice lo contrario, se trabaja siempre con polarización TE.

En la Figura 87 se calcula el índice de refracción efectivo del modo fundamental  $TE_{00}$ , así como del modo  $TE_{10}$ , en función de la profundidad,  $h$ . Para que el modo se propague por el núcleo de la guía, debe cumplirse la relación:  $n_{eff} > n_s$ , con lo cual, se tendrá una guía monomodo siempre y cuando  $0.43 < h < 0.52 \mu\text{m}$ .

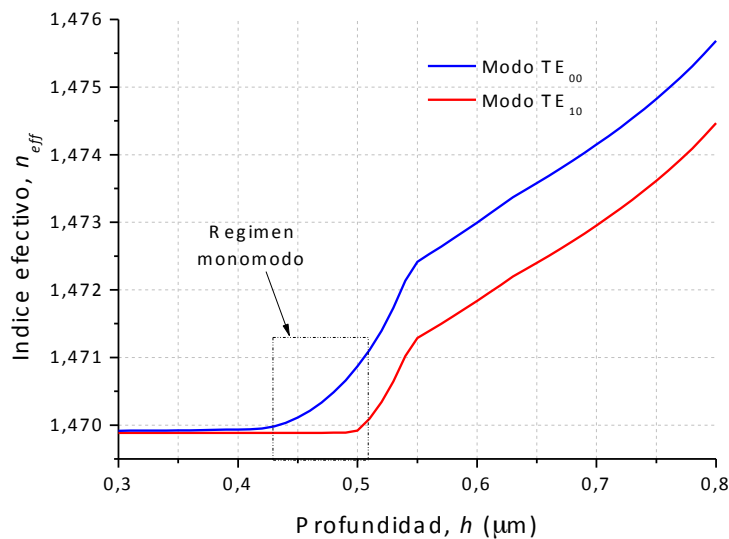


Figura 87. Representación del índice efectivo del modo  $TE_{00}$  y  $TE_{10}$  frente a la profundidad,  $h$ , para GOCPEV bofofloat®33-PMMA.

En la Figura 88 se presenta la distribución transversal del campo electromagnético para una GOCPEV monomodo borofloat®33 – PMMA, con los siguientes parámetros:  $b = 0.2 \mu\text{m}$ ,  $d = 8 \mu\text{m}$  y  $h = 0.5 \mu\text{m}$ . Una vez establecidos los parámetros de diseño del COCPEV monomodo, se ha procedido a su fabricación.

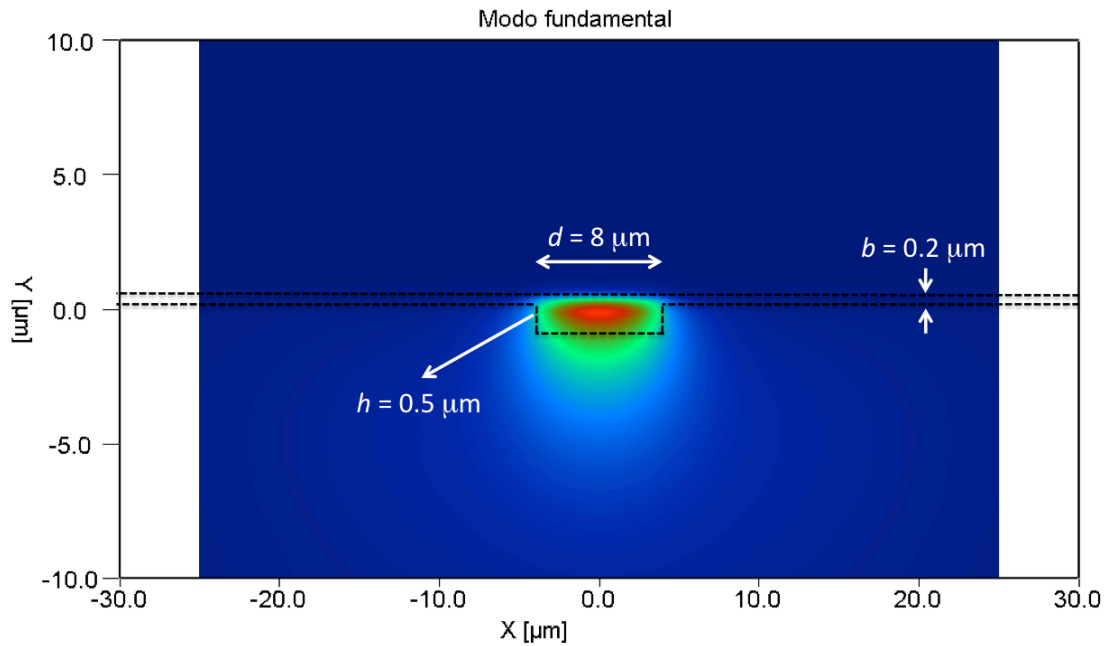


Figura 88. Distribución transversal del campo electromagnético para una GOCPEV monomodo borofloat®33 – PMMA.

#### 4.2.4.2.2. Fabricación

El proceso de fabricación comienza con la elaboración de la máscara metálica utilizando el sistema de escritura láser. Para ello se sigue el procedimiento descrito en el la sección 4.2.2.2. Se comienza limpiando y preparando el sustrato de vidrio para depositar sobre él una capa de aluminio de 300 nm. A continuación, se utiliza la técnica de *spin-coating* para depositar la fotoresina AZ6632 sobre la muestra y se realiza el precocido durante 50 s, a una temperatura de 110°C en un *hotplate*. Posteriormente, se utiliza el sistema de escritura láser para fotosensibilizar la fotoresina. En esta tarea, se establece una velocidad de escritura de 10 μm/s, con el objeto de minimizar lo máximo posible la anchura de la línea “dibujada”. Finalizado el proceso de escritura láser, se revela la fotoresina durante 60 s utilizando el revelador AZ 826 MIF. Se realizó el recocido de la muestra durante 50 s a 125 °C en un *hotplate*, se grabó el aluminio durante 45 min en H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>:HCl:H<sub>2</sub>O (17:1:2) y se retiró la fotoresina con acetona. La máscara obtenida se muestra en la Figura 89.



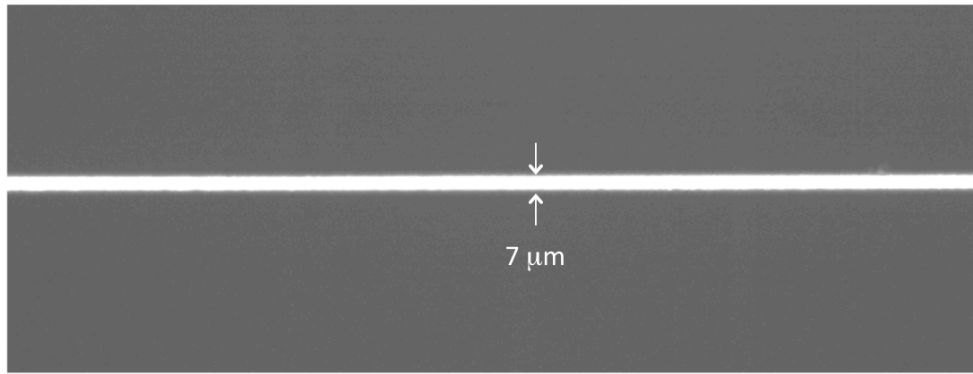


Figura 89. Fotografía realizada, mediante el microscopio óptico y con un aumento 200x, de la máscara elaborada para ser utilizada en la fabricación de una GOCPEV monomodo borofloat®33 – PMMA.

Una vez que se ha obtenido la máscara, se procede a la fabricación de la GOCPEV. Para ello, se grabó un microcanal en el borofloat®33, como se indicó en la sección 4.2.2.3, utilizando como la fotoresina AZ6632 y una capa de PRIMER entre el sustrato y la fotoresina para mejorar su adherencia. Para obtener un microcanal de profundidad  $h = 0.5 \mu\text{m}$  en el borofloat®33, y utilizando como disolución de ataque BOE, se debe mantener el grabado húmedo durante 20 minutos, según la ecuación (41). Para verificar la profundidad,  $h$ , obtenida durante este proceso, se realizó su evaluación experimental mediante el perfilómetro. En la Figura 90, se muestran seis medidas realizadas en zonas diferentes a lo largo de la sección transversal del microcanal.

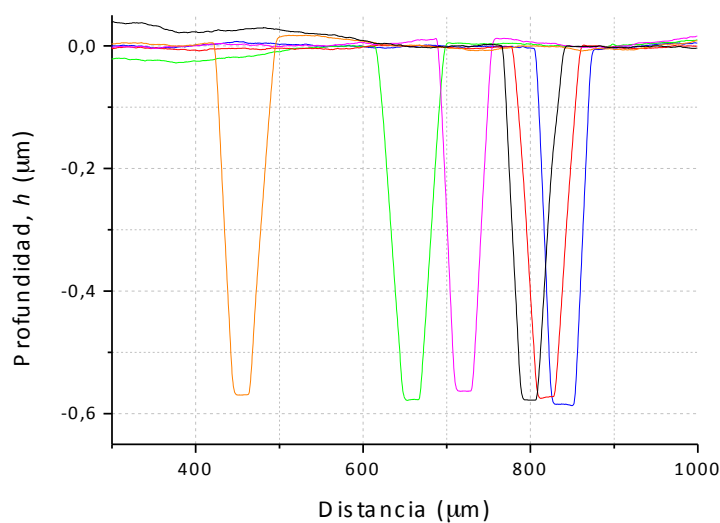


Figura 90. Resultados experimentales obtenidos mediante el perfilómetro para la profundidad,  $h$ , del microcanal grabado en vidrio. Esta evaluación se ejecutó antes de realizar la deposición del polímero, el cual constituirá el núcleo de la GOCPEV monomodo borofloat – PMMA.

Se observa una buena homogeneidad en la profundidad,  $h$ , resultando una profundidad media  $h = 0.55 \mu\text{m}$ , que ajusta muy bien a las exigencias del diseño.

A continuación se corta la muestra, se deposita una capa de PMMA A4 utilizando la técnica de *spin-coating* con una velocidad de 4000 r.p.m. sobre toda la muestra y se pulen los extremos. En la Figura 91 se observa una fotografía de la vista superior de la GOCPEV monomodo borofloat®33 – PMMA, antes y después de ser pulida. Al igual que sucedió en el caso de GOCPEV multimodo soda-lime – NOA 61, el pulido del extremo de la guía provoca que el polímero se levante parcialmente. Ésta imperfección dificultó el acoplo de la luz por el extremo, pero como veremos a continuación, se consiguieron resultados muy satisfactorios. Sería deseable diseñar un procedimiento de pulido que evitase dañar el polímero en la zona de acoplo.

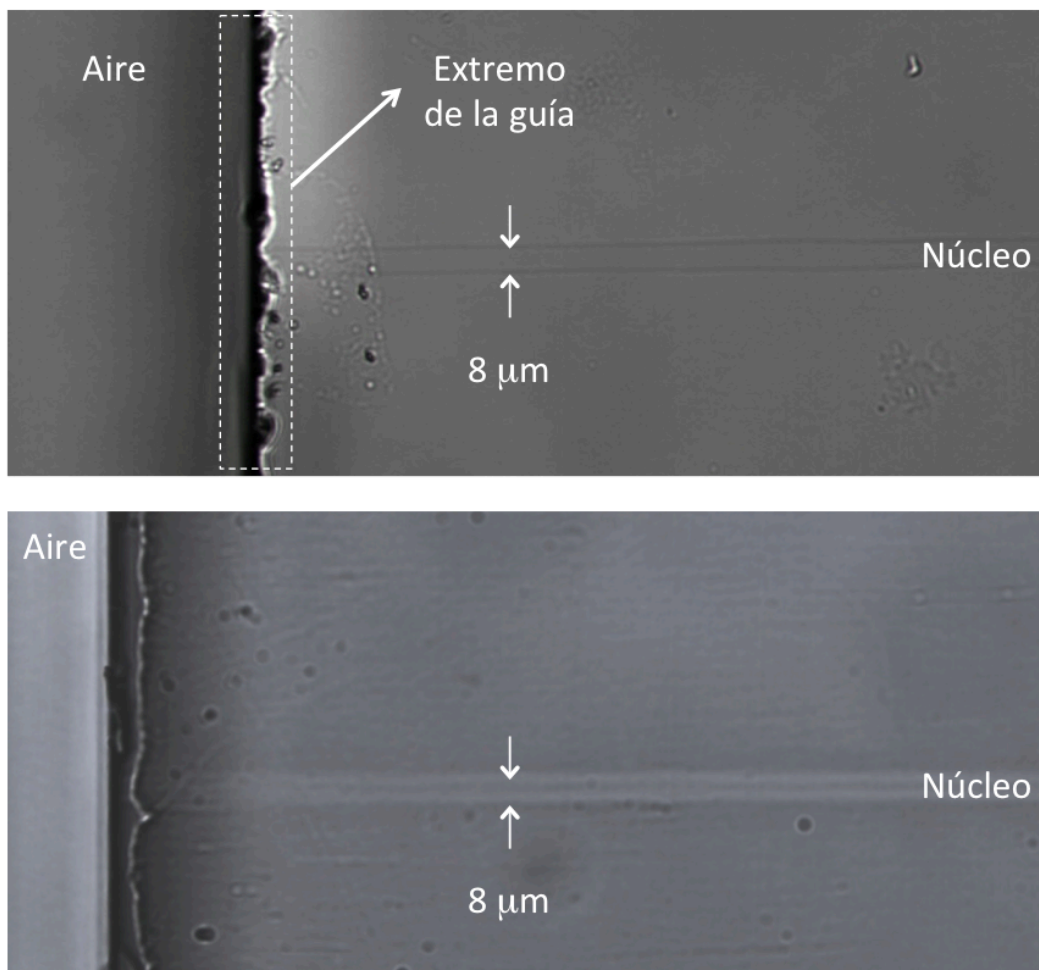


Figura 91. Vista superior, con una aumento de 200x, de una GOCPEV monomodo borofloat – PMMA. Arriba: antes del pulido del extremo. Abajo: después del pulido del extremo.

#### 4.2.4.2.3. Caracterización

Una vez que se ha fabricado la GOCPEV monomodo, se utilizó la técnica de acoplo de luz por el extremo para acoplar la luz láser en el núcleo de la guía, como se explicó en la sección 4.2.3.1. En la Figura 92 se observa la distribución transversal del campo electromagnético a la salida de la GOCPEV monomodo. Si se compara el perfil del campo mostrado en la Figura 92, con el perfil de campo calculado en el diseño de la Figura 88, se observa el buen acuerdo entre la simulación numérica y la evaluación experimental. Se aprecia un campo con perfil gaussiano a lo largo del eje  $x$ , mientras que para el eje  $y$ , el campo evanescente penetra más en el sustrato que en el aire, lo que está de acuerdo con las predicciones teóricas.

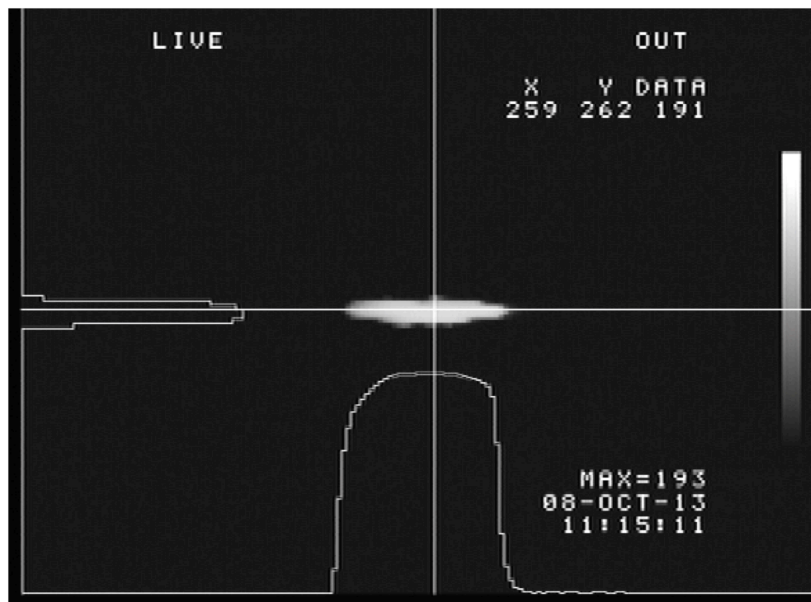


Figura 92. Distribución transversal del campo eléctrico a la salida de la GOCPEV monomodo borofloat®33 - PMMA. El perfil de campo, en cada eje, se representa en color gris.

En resumen, se ha conseguido diseñar, fabricar y caracterizar guías ópticas canal poliméricas embebidas en vidrio, utilizando como sustrato el vidrio borofloat®33 y como núcleo de la guía PMMA, capaces de actuar en régimen monomodo.



**CAPÍTULO 5: MICROFLUÍDICA E  
INTERFEROMETRÍA MATCH-ZEHNDER CON  
GOCPEV: APLICACIÓN A BIOSENSORES ÓPTICOS**

---

## 5.1. Introducción

En los capítulos anteriores se ha demostrado la posibilidad de diseñar, fabricar y caracterizar guías ópticas canal poliméricas embebidas en vidrio. Como aplicación a este tipo de guías, se optó por su utilización en el campo de los biosensores [80,81], con el fin de continuar, reforzar y ampliar la línea de investigación compartida que se inició en el año 2004 entre el Laboratorio de Óptica Integrada (LOI) y el Laboratorio de Inmuno electroanálisis (LI).

La colaboración existente entre el LOI y el LI, hasta el comienzo de esta tesis, se había centrado en la fabricación y optimización de biosensores electroquímicos, y más concretamente en microchips de electroforesis capilar. Debido a esta colaboración, se ha adquirido una gran destreza en el ámbito de la microfluídica, siendo ésta una parte esencial de biosensores basados en electroforesis capilar. Durante los primeros años de colaboración se ha trabajado esencialmente en la fabricación de microcanales de vidrio [60,61]. En el capítulo anterior, se ha descrito el proceso de fabricación de microcanales en diferentes tipos de vidrio. Para hacer circular un fluido por los microcanales, éstos han de ser sellados por su parte superior. El gran inconveniente de este tipo de microcanales sellados, es su longevidad; es decir, una vez que el microcanal es sellado, solo podrá utilizarse un número limitado de veces. Cuando el microcanal alcanza su límite de funcionamiento, debe desecharse todo el dispositivo. Para solventar este problema, en este capítulo se presenta otra alternativa diferente: la fabricación de microcanales en polidimetilsiloxano (PDMS).

Finalmente, en este capítulo, se propone un nuevo biosensor óptico basado en campo evanescente. Puesto que en su diseño y fabricación participan las nuevas GOCPEV y los microcanales en PDMS, el objetivo primordial de esta propuesta es investigar la fortaleza que presenta el campo evanescente en la superficie de las GOCPEV en contacto con el analito. La trascendencia del campo óptico evanescente superficial es clara, pues su interacción con el analito a sensar condiciona la sensibilidad y límites de trabajo del dispositivo óptico. Para ello, se ha optado por el diseño, fabricación y caracterización de un biosensor óptico de campo evanescente basado en interferometría Mach-Zehnder [82].

## 5.2. Microfluídica

La microfluídica es la ciencia que estudia los sistemas para manipular cantidades muy pequeñas de fluidos ( $10^{-9}$  a  $10^{-18}$  litros), empleando canales con dimensiones de varias micras hasta cientos de micras. Las primeras aplicaciones de la microfluídica se llevaron a cabo en sistemas de análisis, dando lugar a las siguientes ventajas: bajo consumo de muestras y reactivos químicos, alta resolución y sensibilidad, bajo costo y tiempo de análisis corto. Los primeros avances fueron en análisis, con los llamados método micro-analítico: cromatografía de gases, cromatografía de líquidos a altas presiones y electroforesis capilar.

Los progresos en microanálisis para biología molecular en los años 80's, requirieron métodos con mayor capacidad, sensibilidad y resolución, que los métodos utilizados tradicionalmente en biología. La microfluídica fue la respuesta a estas necesidades de mejores analizadores. Una motivación más, vino después de la guerra fría, cuando las armas químicas y biológicas eran una gran amenaza. Por ello, en los años 90's se dio un gran impulso a la microfluídica, con el objeto de desarrollar dispositivos para ser usados en el campo, y funcionar como detectores de contaminación química o biológica.

La microelectrónica también contribuyó al desarrollo de la microfluídica. Un gran número de los primeros dispositivos para microfluídica se fabricaron con fotolitografía. Además, en forma similar a la microelectrónica, la microfluídica permite la fabricación de microsistemas altamente integrados que sean capaces de realizar varias funciones en un mismo microdispositivo. Estos avances ha permitido el desarrollo de los llamados "*lab-on-a-chip*". El área de los microsistemas o microanalizadores se está desarrollando significativamente; además de "*lab-on-a-chip*", estos microdispositivos reciben el nombre de sistemas Bio-Micro-Electro-Mecánicos ("*BioMEMS*"). Otro nombre son los microsistemas analíticos totales o "*micro-TAS*". Las posibles aplicaciones para este tipo de microsistemas son numerosas: en medicina para analizar fluidos del cuerpo humano, en ingeniería ambiental para analizar la concentración de algún contaminante, o como un sensor utilizado en control de calidad en un proceso de producción.

La miniaturización de los sistemas analíticos y bioanalíticos ha tenido un gran desarrollo en las últimas décadas [83,84]. La fabricación de dispositivos miniaturizados depende en gran medida del material empleado. Como se ha visto en el capítulo anterior, la fabricación de microcanales en sustratos de vidrio, mediante fotolitografía, es un proceso multietapa, por lo que requiere de mucho tiempo, así como el empleo de una sala limpia. Sin embargo, ciertos factores como las buenas propiedades ópticas, la eficiencia para disipar el calor, la alta resistencia mecánica y química así como las características de su superficie, hacen que el vidrio haya sido la primera opción.

En los últimos años, con el fin de conseguir dispositivos totalmente desechables, se han empezado a emplear materiales poliméricos en la fabricación de los microchips, debido a sus propiedades químicas y mecánicas, su bajo coste y su facilidad de manejo y fabricación. El proceso de fabricación de microcanales en polímeros es muy diferente al caso del vidrio y se han empleado una gran variedad de técnicas [85, 86, 87, 88].

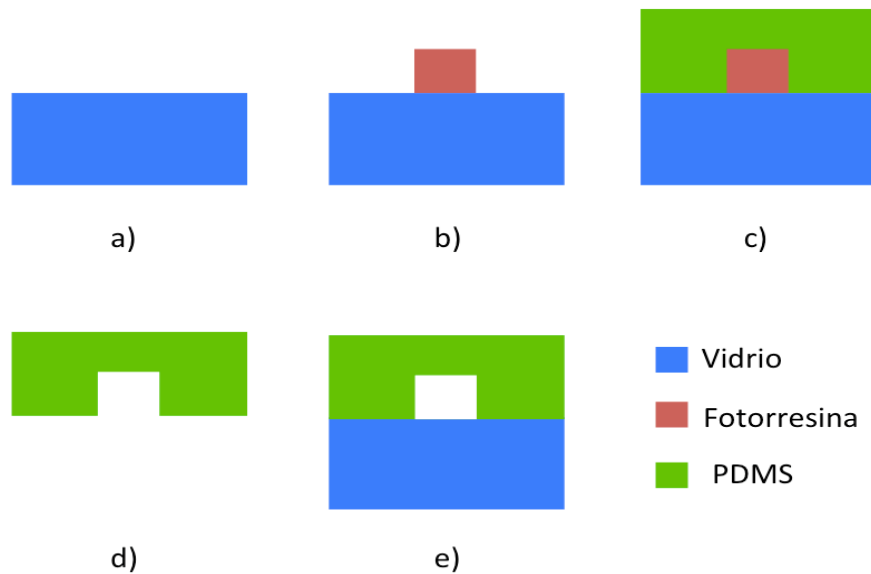
Los materiales poliméricos deben cumplir ciertos requisitos, como son: la facilidad de manejo y fabricación, ser inertes en las condiciones experimentales y poseer buenas propiedades térmicas, eléctricas y ópticas. Hay una gran variedad de polímeros que se han empleado en la fabricación de microchips sensores, como son el polimetilmetacrilato (PMMA) [89], polidimetilsiloxano (PDMS) [90,91], policarbonato (PC) [92], polietilentereftalato (PET) [93] o poliéster [94]. Hoy en día el PMMA y el PDMS son, probablemente, los polímeros más empleados en la fabricación de microdispositivos analíticos. El PMMA se caracteriza por ser un material plástico poco hidrofóbico y por su buena estabilidad. El PDMS es un material fácilmente manejable en la fabricación de microdispositivos con un alto carácter hidrofóbico que es ideal para la construcción y evaluación de forma rápida de prototipos de nuevos diseños.

Una vez obtenidos los microcanales, éstos deben ser cerrados para obtener el microchip final a través del cual circularán las distintas disoluciones. Existen diferentes alternativas para adherir el PDMS a otro material: empleo de capas intermedias [95,96], oxidación de la superficies con un plasma de oxígeno o la polimerización in-situ. En todos estos casos se logra un pegado irreversible de los sustratos; sin embargo, también se puede emplear de forma simple un pegado reversible. Así, el PDMS se



caracteriza por adherirse fácilmente a superficies planas como vidrio, u otros polímeros rígidos, mediante fuerzas de Van-der-Waals.

Para llevar a cabo la fabricación de un microcanal en PDMS, antes debe fabricarse un micromolde patrón, que permita su reproducción inversa. En la Figura 93, se muestra la vista transversal de un esquema básico del proceso de fabricación de un microcanal en PDMS.



*Figura 93. Protocolo de fabricación de una microcanal en PDMS. a) Preparación del sustrato. b) Fabricación del micromolde. c) Deposición del PDMS sobre el micromolde. d) Retirada del micromolde. e) Adhesión del microcanal en PDMS sobre el vidrio.*

A continuación se detalla el proceso desarrollado en el LOI para fabricar micromoldes, Figura 93-b, y microcanales en PDMS, Figura 93-d.

### 5.2.1. Fabricación de micromoldes

El proceso establecido en el LOI de fabricación de micromoldes, es análogo al de fabricación de microcanales en vidrio, obviando el proceso de grabado húmedo, como muestra la Figura 94. Para este tipo de dispositivos, es usual utilizar fotorresinas negativas. Cuando se utilizan estas fotorresinas, la parte que ha sido expuesta a luz UV, a través de las ventanas abiertas en la máscara metálica, es la que después del revelado permanecerá sobre el sustrato, siendo la parte no expuesta a luz UV la que es eliminada. Como ya se comentó en el capítulo anterior, la máscara metálica se fabrica

en el laboratorio utilizando el sistema de escritura láser, como se describe en la sección 4.2.2.2.

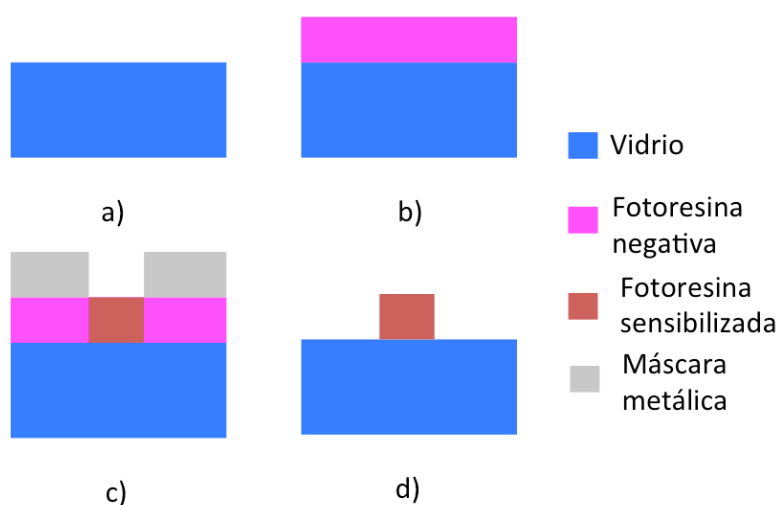


Figura 94. Protocolo de fabricación de una micromolde. a) Preparación del sustrato. b) Deposición de fotoresina negativa. c) Exposición a luz UV con una máscara metálica. d) Revelado y recocido de la fotoresina.

En los últimos años, se ha profundizado mucho en el ámbito de la microfluídica, siendo de gran importancia el proceso de fabricación de micromoldes [97]. En este sentido, la mayoría de los trabajos se centran en la fabricación de micromoldes sobre sustratos de silicio y utilizando como fotoresina el SU-8 [98].

En nuestro caso, se busca una alternativa más económica para utilizar el vidrio como sustrato, en sustitución del Silicio. Para ello, se encontraron dos fotoresinas diferentes (KMPR y AZ 125nXT) que satisfacen las necesidades requeridas para este tipo de dispositivos: tener buena adherencia al vidrio y un espesor que oscile entre las 10 y 50  $\mu\text{m}$ .

Con el objeto de optimizar el proceso de fabricación de micromoldes, se realizaron diferentes ensayos. Se han utilizado las dos fotoresinas mencionadas anteriormente (KMPR y AZ 125nXT), modificando diferentes parámetros en las etapas del proceso de fabricación. La principal diferencia entre todas las pruebas realizadas residió en la introducción de una capa intermedia entre el vidrio y la fotoresina, para verificar si se modificada la adherencia. Se utilizaron cuatro alternativas diferentes de capas intermedias: sin ninguna capa, con Aluminio, con PMMA y con PRIMER. A

continuación se detalla el proceso de fabricación para cada fotoresina (KMPR y AZ 125nXT).

#### 5.2.1.1. Fotoresina KMPR

El KMPR es una fotoresina que ha sacado al mercado recientemente la firma “MicroChem”. Es una fotoresina con unas prestaciones similares al SU-8 pero, según las especificaciones [99], tiene una mejor adherencia al vidrio.

Tras probar las cuatro alternativas diferentes de capa intermedia entre el KMPR y el sustrato de vidrio, se observó que la mejor adherencia entre ambos materiales se obtiene cuando se coloca una capa intermedia de PMMA, como muestra la Figura 95.

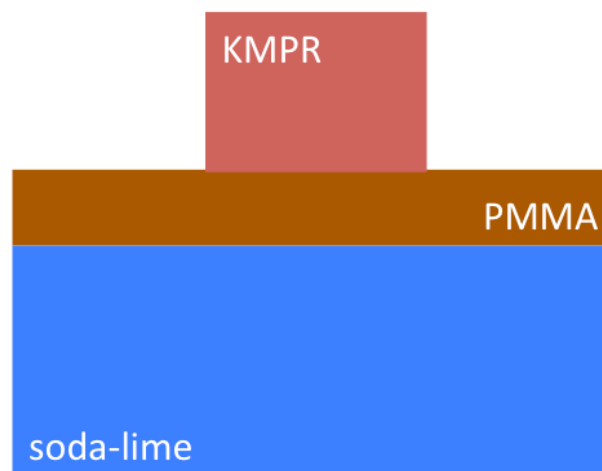


Figura 95. Vista transversal de un micromolde fabricado con KMPR.

A continuación se resume el proceso de fabricación de un molde de KMPR:

1. Limpieza y preparación del sustrato, al igual que se citó en capítulos anteriores.
2. Deposición de una capa de PMMA mediante la técnica de *spin-coating*, con una velocidad, de centrifugado de 4000 r.p.m., durante 30 s, y con una aceleración de 1000 r.p.m./s.
3. Endurecimiento del PMMA en un *hotplate*, a 250°C durante 5 min.
4. Deposición del KMPR sobre la muestra utilizando la técnica de *spin-coating*. Al tratarse una fotoresina muy viscosa, la deposición se realiza en dos pasos, que se detallan a continuación:

- I. Velocidad de 500 r.p.m., durante 10 s, con una aceleración de 100 r.p.m.
  - II. Velocidad de 4000 r.p.m., durante 30 s, con una aceleración de 300 r.p.m.
5. Precocido en un *hotplate*, durante 8 min a 100°C.
  6. Exposición a luz UV mediante una máscara metálica, durante 200 s.
  7. Calentamiento tras la exposición UV (*Post-Exposure-Bake*) de 2 min a 100°C en un *hotplate*, para mejorar las pareces que se formarán en el micromolde.
  8. Revelado de toda la muestra durante 3 min, con revelador de SU-8.

En un principio se trató, básicamente, de escoger la mejor alternativa para la fabricación de micromoldes, sin tener en cuenta la geometría de los microcanales. Es decir, se evaluó la adherencia de la fotoresina al vidrio, la facilidad del proceso de fabricación y el coste. Por ello, para los primeros ensayos se reutilizó una máscara metálica que había sido elaborada con anterioridad en el laboratorio. Ésta máscara había sido fabricada para su aplicación en microchips de electroforesis capilar, que como se verá en el capítulo siguiente, tiene forma de cruz. En la Figura 96 se muestra una fotografía de la máscara utilizada para realizar micromoldes con KMPR.

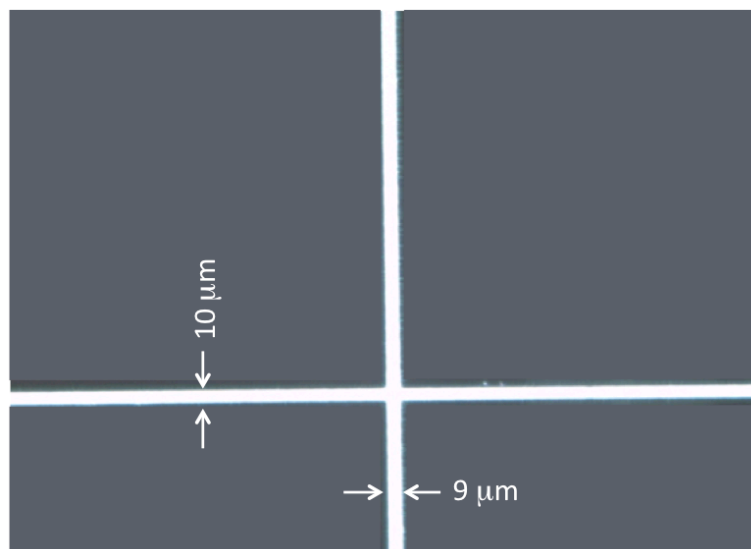
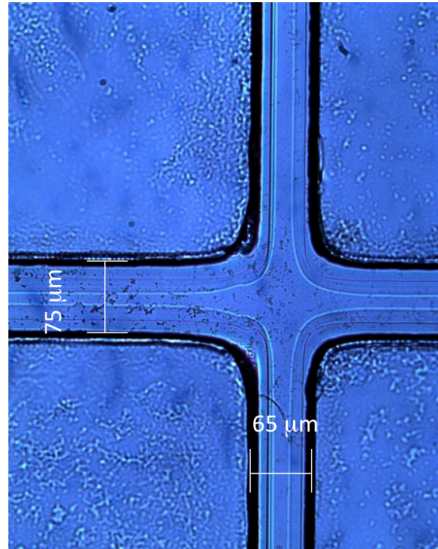


Figura 96. Fotografía tomada con un microscopio óptico, y aumento 200x, de la máscara utilizada para fabricar un micromolde de KMPR.

Utilizando la máscara que se muestra en la Figura 96, y siguiendo el protocolo de fabricación descrito anteriormente, se obtuvo el micromolde que se muestra en la Figura 97.



*Figura 97. Fotografía tomada con un microscopio óptico con un aumento 200x de un micromolde de KMPR.*

Si se compara la máscara de la Figura 96 con el micromolde obtenido a través de ella de la Figura 97, se observa que la anchura aumenta considerablemente. Como ya explicamos anteriormente, esto es debido a los parámetros que se seleccionen durante el proceso de fabricación. En este caso, no es relevante la anchura del micromolde, ya que lo más importante era comprobar la adherencia y verificar el comportamiento de la nueva fotoresina.

Por último, se realizó la caracterización del perfil geométrico del micromolde. Para ello, se acudió al perfilómetro y se evaluó el espesor de la fotoresina en diferentes puntos. En la Figura 98 se muestran la evaluación experimental del espesor (altura) del micromolde de KMPR realizada con el perfilómetro, resultando un espesor aproximado de 23  $\mu\text{m}$ .

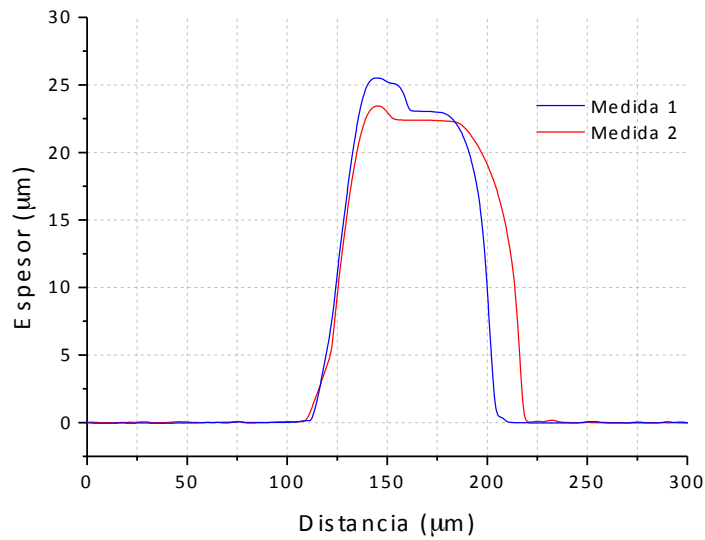


Figura 98. Medida del espesor de un micromolde de KMPR utilizando un perfilómetro.

#### 5.2.1.2. Fotoresina AZ 125nXT

La fotoresina negativa AZ 125nXT, de la firma “Microchemicals”, es un tipo de fotoresina cuya aplicación principal es el *electroplating*. Debido a sus características de adhesión al vidrio y al espesor que se puede alcanzar con esta fotoresina, se decidió utilizarla para fabricar micromoldes.

Al igual que para la fotoresina KMPR, se probaron diferentes capas intermedias para mejorar su adhesión al vidrio, siendo el PRIMER el que mejores resultados ha proporcionado. En la Figura 99, se muestra un esquema de la estructura final que tiene un micromolde de AZ 125nXT.

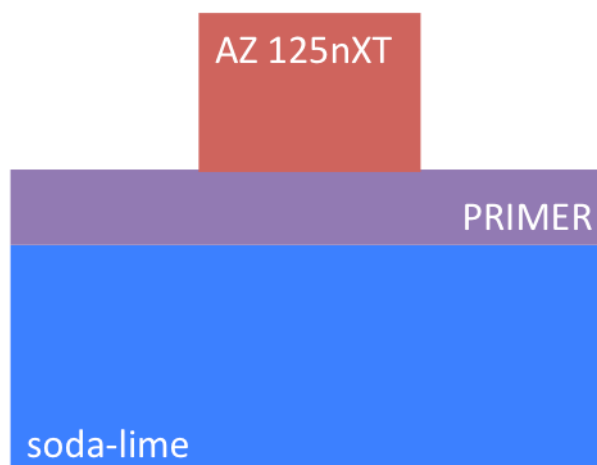


Figura 99. Vista transversal de un micromolde fabricado con fotoresina AZ 125nXT.

A continuación se resume el proceso de fabricación de un molde de AZ 125nXT:

1. Limpieza y preparación del sustrato, al igual que se vio en capítulos anteriores.
2. Se calienta el sustrato en un *hotplate* a 120°C durante 10 min. para eliminar la humedad.
3. Deposición de una capa de PRIMER mediante la técnica de *spin-coating*, con una velocidad centrifugado de 3000 r.p.m., durante 30 s, y con una aceleración de 1000 r.p.m./s.
4. Endurecimiento del PRIMER en un *hotplate*, a 120°C durante 2 min.
5. Deposición de la AZ 125nXT sobre la muestra utilizando la técnica de *spin-coating*, con una velocidad de 3000 r.p.m., durante 30 s, y con una aceleración de 1000 r.p.m.
6. Precocido en un *hotplate*, durante 5 min a 140°C.
7. Exposición a luz UV mediante una máscara metálica, durante 10 min.
8. Revelado de toda la muestra, durante 1 min. con AZ 826MIF.
9. Recocido en un *hotplate*, a 140°C durante 10 min.

Para la fabricación de este tipo de micromoldes, tampoco se tuvo en cuenta la geometría de la máscara metálica utilizada, por lo que se utilizó la misma que para el KMPR y que se muestra en la Figura 96. Utilizando el protocolo de fabricación descrito con la máscara indicada, se fabricó el micromolde que se muestra en la Figura 100.

Para este caso, si se compara la anchura del micromolde de la Figura 100 con la máscara metálica de la Figura 96, se observa que también hay un incremento en la anchura, aunque mucho menor que para el KMPR. Por último, se acudió al perfilómetro para verificar el perfil geométrico del micromolde. En la Figura 101 se muestra la evaluación experimental del espesor del micromolde de AZ 125nXT, realizada con el perfilómetro, resultando un espesor aproximado de 14  $\mu\text{m}$ .

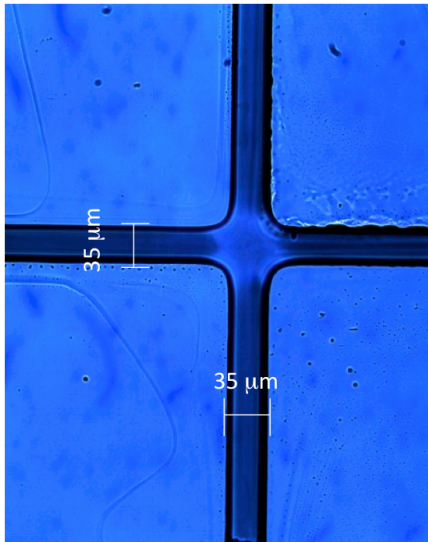


Figura 100. Fotografía tomada con un microscopio óptico, y un aumento 200,x de un micromolde fabricado con fotoresina AZ 125nXT.

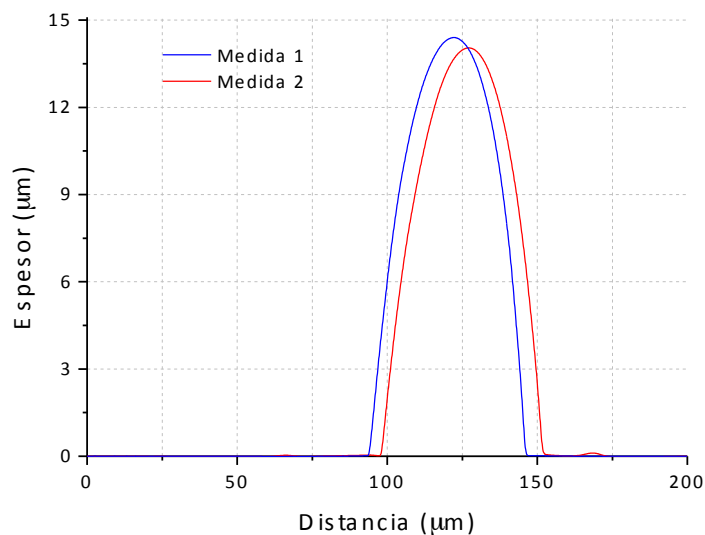


Figura 101. Medida del espesor de un micromolde de AZ 125nXT utilizando un perfilómetro.

Si se comparan los resultados obtenidos para las dos fotoresinas (KMPR y AZ 125nXT), se observa un mejor acabado de los micromoldes para el caso de la AZ 125nXT. Por otro lado, la AZ 125nXT ha resultado mucho más sencilla de manipular y además, es más barata que la KMPR. Con lo cual, de aquí en adelante se trabajará siempre con micromoldes de AZ 125nXT.

Otros factores importantes de un micromolde, son la durabilidad y la reproducibilidad. Es decir, es interesante saber si al depositar, curar y retirar el PDMS,



el micromolde sufre deformaciones. A su vez, hay que comprobar si el microcanal resultante en el PDMS se corresponde de manera inversa con el micromolde maestro de AZ 125nXT.

### **5.2.2. Fabricación de microcanales en PDMS**

En el ámbito de la microfluídica, el PDMS es un material muy utilizado en los últimos años [100]. En la Figura 93-c-d-e, se muestra el protocolo de fabricación de un microcanal de PDMS a partir de un micromolde. A continuación se detalla el proceso de fabricación del microcanal.

Una vez se ha fabricado el micromolde, estos son replicados en el polímero PDMS. Para ello se ha empleado el Kit Sylgard 184, que es un elastómero de silicona que consta de dos partes. La parte A es la base de pre-polímero PDMS, que es un líquido viscoso, y la parte B es el agente de curado líquido. Estos dos componentes se emplean en una relación de 10:1 (base:agente de curado). Las dos partes tienen que ser adecuadamente mezcladas para conseguir una mezcla semilíquida bien homogénea.

El micromolde, previamente fabricado, se coloca dentro de una caja abierta por la parte superior y que ha sido fabricada a mano con papel de aluminio comercial, como muestra la Figura 102. La caja de papel de aluminio delimita el volumen en el que se introduce el PDMS. Así, la mezcla (base + agente de curado) preparada anteriormente es vertida en el centro del micromolde y, por gravedad, se extiende por toda la superficie del micromolde, quedando éste perfectamente cubierto. En esta situación, la mezcla que recubre el molde, aún semilíquida, contiene una gran cantidad de burbujas que deben ser eliminadas. Para ello, la caja de aluminio, con el molde y la mezcla, se calienta a 35°C durante 30 min en un *hotplate*, como muestra la Figura 102. Después de este tiempo, la mayoría de las burbujas han desaparecido y sólo se observan algunas burbujas superficiales que se terminan de eliminar con una ligera corriente de Nitrógeno a presión. Una vez se han eliminado todas las burbujas, el PDMS se deja curar toda la noche, a 35°C. El proceso de curado del polímero se puede acelerar aumentando la temperatura a 80°C durante 2 h, o a 150°C durante 15 min.



Figura 102. Curado del PDMS sobre un hotplate.

Después del curado se obtiene un polímero elastómero que debe ser retirado del micromolde. Para ello, el polímero es recortado alrededor del micromolde con la ayuda de una cuchilla y, a continuación, utilizando una espátula se despega el PDMS del molde, obteniendo así los microcanales copiados del micromolde de AZ 125nXT en el PDMS.

Utilizando el protocolo de fabricación descrito anteriormente se han fabricado microcanales en PDMS. Para llevar a cabo la caracterización de los microcanales fabricados, se ha utilizado el microscopio confocal para obtener su topografía y su perfil en 3D. En la Figura 103 se muestran imágenes tomadas con el microscopio confocal, que se corresponden a un micromolde de AZ 125nXT y a su réplica en PDMS.

Si comparamos el micromolde de AZ 125nXT con su réplica en PDMS en la Figura 103, se observa una gran concordancia entre ambos resultados. Para el micromolde se obtiene un espesor de 35  $\mu\text{m}$ , y para el microcanal una profundidad de 35  $\mu\text{m}$ . Con lo cual, podemos afirmar que el AZ 125nXT es una excelente alternativa para fabricar micromoldes maestros sobre vidrio, para su aplicación en la fabricación de microcanales en PDMS.

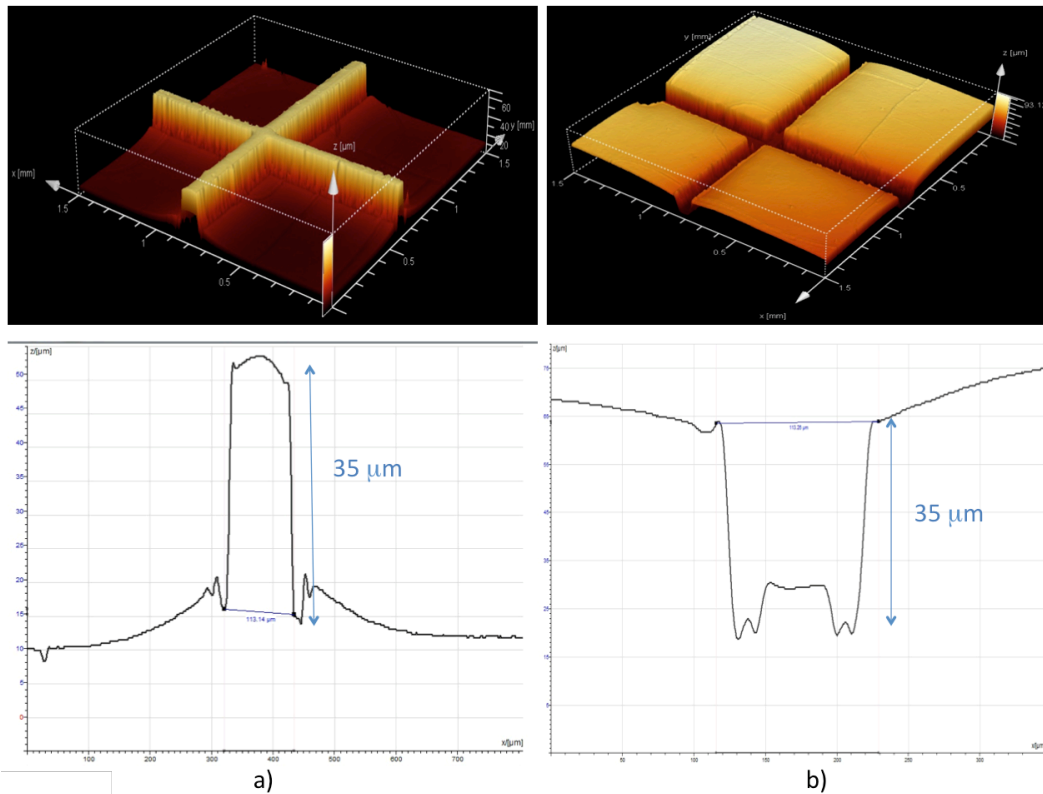


Figura 103. Imágenes tomadas con el microscopio confocal. En la parte superior: perfil 3D. En la parte inferior: perfil 2D. a) Micromolde de AZ 125nXT. b) Réplica del micromolde (microcanal) en PDMS.

### 5.3. Biosensores ópticos

En las últimas décadas, se han desarrollado una nueva generación de sensores, denominados biosensores [80,81]. Un biosensor se define como un dispositivo analítico compuesto por un elemento de reconocimiento biológico (enzimas, ADN, anticuerpos, células o un microorganismo) en contacto con un transductor (electroquímico, óptico, magnético o mecánico) capaz de interpretar la reacción de reconocimiento biológico, entre el receptor biológico y su molécula complementaria, y convertirla en una señal que pueda ser cuantificada. En la Figura 104 se muestra el esquema básico de funcionamiento de un biosensor.

Como muestra la Figura 104, en un biosensor, la muestra a analizar se pone en contacto con el dispositivo, siendo posible detectar el analito (la sustancia a determinar) para el cual está diseñado específicamente el receptor biológico. Cuando tiene lugar la reacción de reconocimiento biológico, se producen una serie de cambios

físico-químicos detectados por el transductor, produciendo este último una señal cuantificable que es proporcional a la concentración del analito detectado.

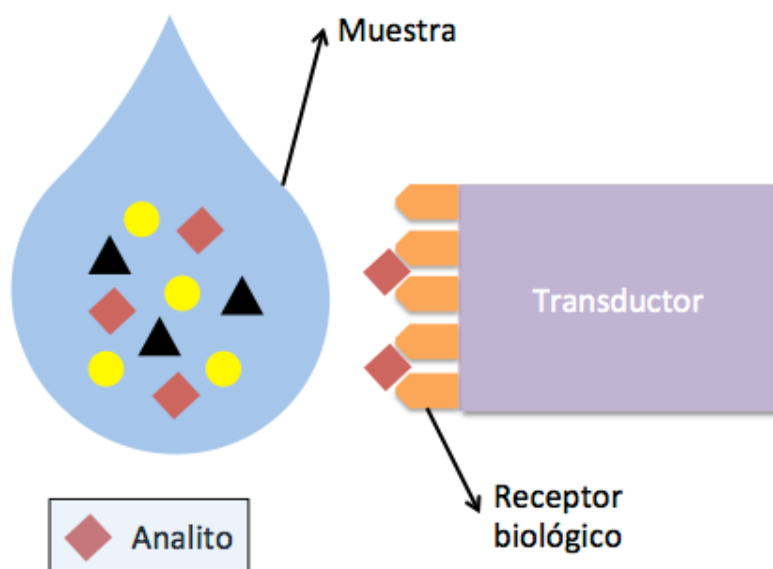


Figura 104. Esquema básico de funcionamiento de un biosensor.

Existen muchas formas de clasificar los diferentes tipos de biosensores. Teniendo en cuenta el tipo de transductor empleado, los tipos de biosensores se pueden clasificar en cuatro grandes grupos: biosensores electroquímicos [101, 102], biosensores mecánico-acústicos [103], biosensores magnéticos [104] y biosensores ópticos [105, 106]. Gracias a la colaboración existente en el LOI y el LI, se ha comenzado una línea de investigación nueva en el 2004 en el LOI, centrada básicamente en biosensores electroquímicos y ópticos. Como se verá en el capítulo posterior, este tipo de biosensores sigue en continua evolución, ya que la aparición de nuevos métodos de fabricación y nuevos materiales, como el grafeno, posibilitan nuevas propuestas, nuevos diseños y la introducción de mejoras en los biosensores actuales.

Como aplicación de la investigación presentada en los capítulos anteriores, y que haga partícipe a las GOCPEVs y a las técnicas de micrograbado desarrolladas, se ha decidido iniciar una nueva línea de investigación en el LOI: los biosensores ópticos.

Los biosensores ópticos presentan indudables ventajas con respecto a los electroquímicos, como por ejemplo: un mayor nivel de sensibilidad, el no ser

necesarios electrodos de referencia, la inmunidad ante interferencias eléctricas, una mayor versatilidad, o la posibilidad de operar en ambientes agresivos donde los biosensores electroquímicos ven reducida su eficiencia. Dentro de los biosensores ópticos, en este capítulo nos hemos centrado en los biosensores basados en campo evanescente [107].

En los biosensores de campo evanescente se hace uso de la forma particular en que las ondas electromagnéticas pueden ser confinadas y guiadas entre determinados medios a nanoestructuras. Este tipo de biosensores son los más numerosos y comparten dos características: la utilización de algún tipo de modo electromagnético guiado y el principio de detección de campo evanescente. Determinando la variación experimentada en las condiciones de guiado, como consecuencia de la alteración local del índice de refracción, será posible cuantificar la cantidad de analito involucrada en la reacción de reconocimiento molecular. En la Figura 105 se esquematiza el funcionamiento de un biosensor de campo evanescente.

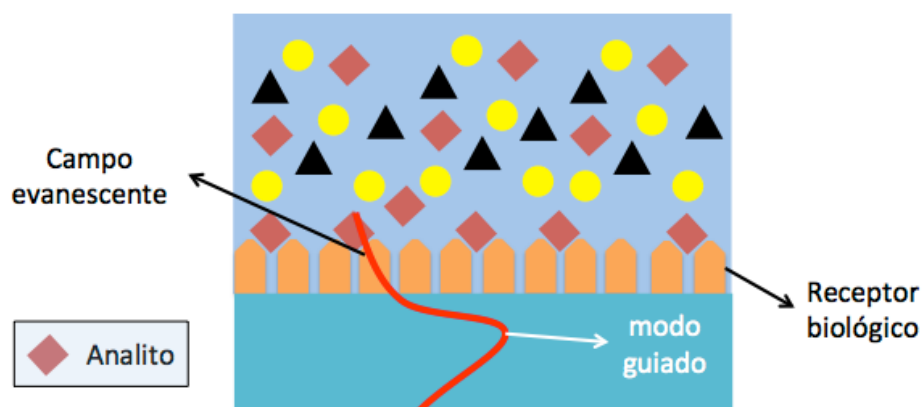


Figura 105. Principio físico de un biosensor óptico basado en el campo evanescente de un modo electromagnético guiado.

Dentro de los biosensores ópticos basados en campo evanescente, también existen diferentes alternativas de biosensado: guías planas [108]; guías bimodales [109]; dispositivos interferométricos tipo: Young [110], Fabry-Perot [111], Hartmann [112] y Mach-Zehnder [113]; cristales fotónicos [114]; anillos resonantes [115] o plasmones superficiales [116]. Con el objeto de aplicar el estudio realizado de GOCPEV y de microfluídica en capítulos anteriores, y teniendo en cuenta el equipamiento

disponible en el laboratorio, se optó por trabajar con biosensores ópticos de campo evanescente basados en interferometría Mach-Zehnder.

### 5.3.1. Interferómetro Mach-Zehnder en guías ópticas canal

La Figura 106 muestra un esquema básico de un interferómetro Mach-Zehnder (IMZ) realizado en guías ópticas canal. En un IMZ, realizado en guías ópticas integradas, el haz de luz láser, de intensidad  $I_0$ , se inyecta en la guía óptica de entrada y se divide a través de una unión Y en dos haces idénticos que viajan por dos guías ópticas canal paralelas (brazos de referencia y de sensado). Posteriormente, los dos brazos se unen de nuevo en una guía óptica canal, resultando a la salida una señal cuya intensidad,  $I$ , dependerá de la diferencia de fase entre los haces que se propagan por los dos brazos.

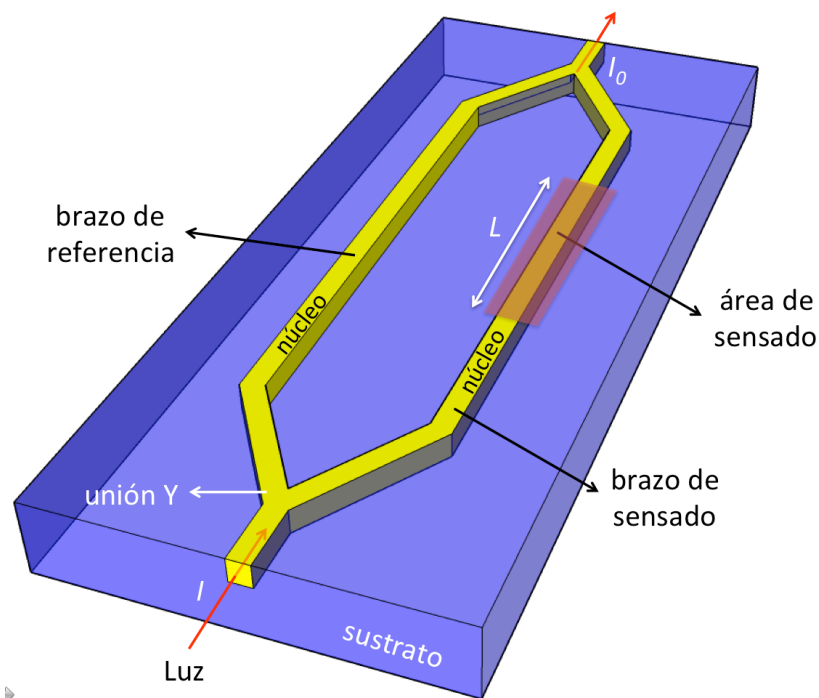


Figura 106. Esquema básico de un IMZ en guía óptica canal.

Cualquier modificación que se produzca en el brazo de sensado, se traduce en una diferencia de fase entre los haces propagados. Ésta diferencia de fase se ve reflejada en la intensidad de luz,  $I$ , y que se mide a la salida del IMZ. Cuando se produce una alteración en la superficie del área sensora, solamente la luz que se propaga a través de este brazo experimenta un cambio en su índice de refracción efectivo. La intensidad de la luz a la salida del IMZ muestra una variación senoidal que depende de la longitud del área de sensado,  $L$ , y de la diferencia entre el índice de

refracción efectivo que experimenta el modo guiado en el brazo sensor,  $n_{eff}^{sensor}$ , y el índice efectivo en el brazo de referencia,  $n_{eff}^{refer}$ . La intensidad de la luz a la salida,  $I$ , viene determinada por la siguiente ecuación [117]:

$$I = \frac{1}{2} I_0 \left[ 1 + \cos \left( \frac{2\pi}{\lambda} (n_{eff}^{sensor} - n_{eff}^{refer}) L \right) \right] \quad (83)$$

Siendo  $I_0$  la intensidad de luz a la entrada del IMZ y  $\lambda$  la longitud de onda del láser. La variación senoidal de la intensidad de salida,  $I$ , está relacionada directamente con la concentración del analito.

La posibilidad de utilizar un brazo sensor largo, incrementa la sensibilidad del dispositivo, lo que hace que el IMZ sea un dispositivo muy atractivo en la actualidad. El IMZ es uno de los biosensores que mayor sensibilidad ofrece, alcanzando su límite de detección, en Unidades de Índice de Refracción (RIU) en  $10^{-7}$  [118].

El principal problema que existe en el desarrollo y la posible comercialización de este tipo de biosensores, reside en la complejidad de su fabricación. Un biosensor IMZ debe cumplir principalmente dos condiciones: comportamiento monomodo y alta sensibilidad superficial. El empleo de la tecnología de silicio para la fabricación de este tipo de dispositivos resulta muy laboriosa y, además, es necesario un equipamiento tecnológico muy caro. Con el prototipo de IMZ que se presenta en este capítulo, utilizando la tecnología del vidrio y polímeros, se facilita en gran medida la fabricación de IMZ que cumplan las dos condiciones necesarias: comportamiento monomodo y alta sensibilidad superficial. Además, para la fabricación de este tipo de biosensor IMZ, se emplea una tecnología relativamente económica.

#### 5.3.1.1. Diseño

Para diseñar un biosensor IMZ, hay que tener cuenta que, además de tener un comportamiento monomodo, debe de ofrecer la posibilidad de modificar la superficie de la rama sensora con la muestra que se desea medir. Para ello, se ha diseñado un dispositivo que une ambas consideraciones. Como aplicación de los capítulos anteriores, se utilizaron GOCPEVs para la fabricación del IMZ y microcanales de PDMS para hacer circular la muestra sobre el brazo sensor del IMZ. En la Figura 107 se muestra un esquema del microcanal en PDMS.

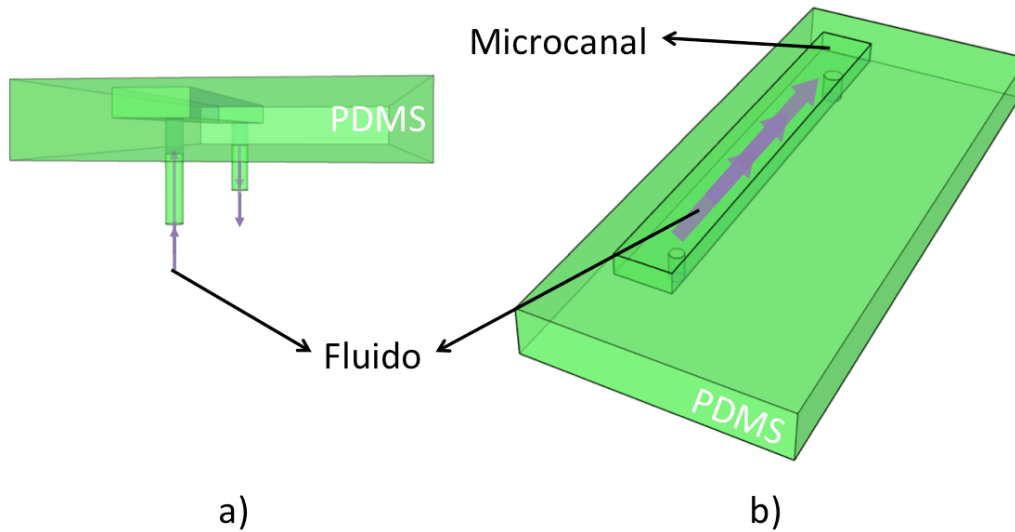


Figura 107. Microcanal en PDMS. a) Vista transversal. b) Vista superior.

La Figura 108 muestra el dispositivo final, en el que se une el diseño del IMZ fabricado con GOCPEV, que muestra la Figura 106, con el microcanal en PDMS, que muestra la Figura 107, situado entre la rama o brazo de sensado.

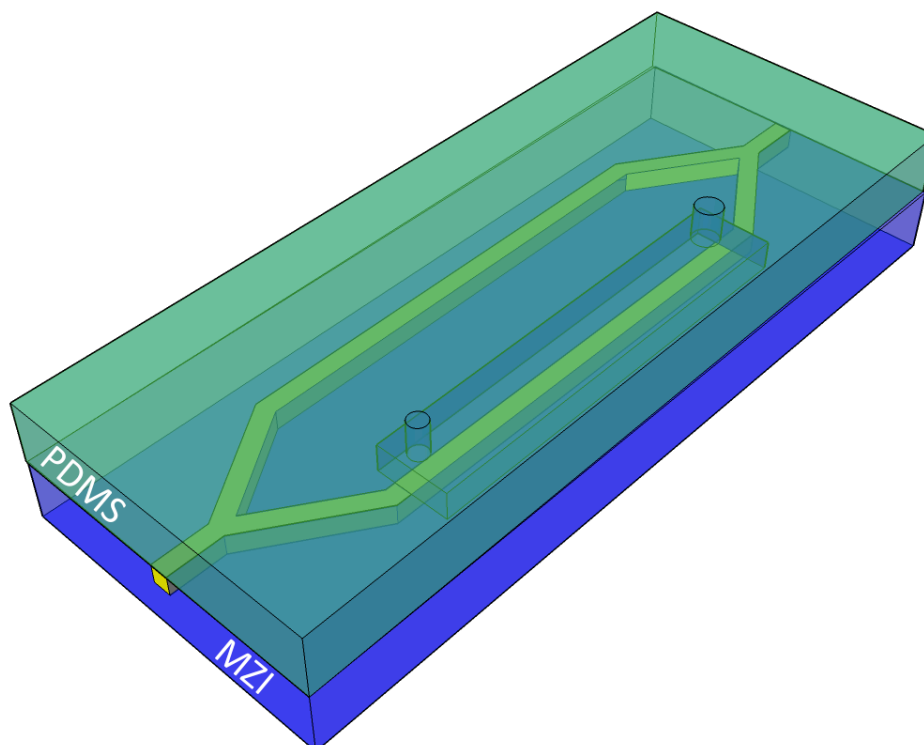


Figura 108. Biosensor IMZ.

Una vez que se tiene diseñado el prototipo del dispositivo final, como muestra la Figura 108, , es necesario comprobar que cumpla las necesidades específicas para



este tipo de biosensores. Una vez situado el microcanal en PDMS sobre el brazo de sensado del IMZ, se hace circular un fluido a través de este microcanal. La presencia del analito modifica la superficies del área de sensado; es decir, de la GOCPEV, lo que provoca una interacción entre el campo evanescente del modo guiado y el fluido. Ésta interacción se verá reflejada en la intensidad de la luz a la salida del IMZ, mediante la ecuación (83).

Otra de las consideraciones indispensables en un biosensor IMZ es el comportamiento monomodo de las guías ópticas. Para asegurar que la GOCPEV del IMZ se comporta en régimen monomodo, como se vio en el capítulo anterior, se utilizó como sustrato el borofloat®33 y como núcleo de la guía el PMMA. Hay que tener en cuenta que en el dispositivo final que se muestra en la Figura 108, la cubierta ya no es el aire, como en los capítulos anteriores, siendo el PDMS el nuevo material que cubre el núcleo de la guía, cuyo índice de refracción según la literatura es,  $n_c = 1.420$  para  $\lambda = 632.8$  nm [119]. Se utilizó el programa de simulación OlympIOs para calcular los parámetros geométricos,  $b$ ,  $h$  y  $d$ , de la GOCPEV, que verifiquen el régimen monomodo de la guía óptica canal. En la Figura 109 se muestra la sección transversal del esquema utilizado para la simulación.

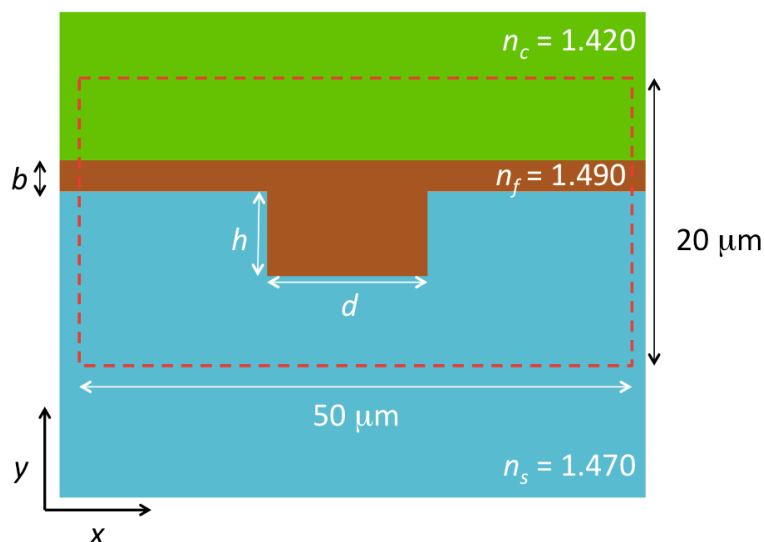


Figura 109. Sección transversal de la guía óptica canal simulada para trabajar en régimen monomodo: borofloat®33, como sustrato, PMMA, como núcleo, y PDMS como cubierta.

Al igual que en el capítulo anterior, para verificar el régimen monomodo, se fijan los valores  $b = 0.2$   $\mu\text{m}$  y  $d = 8$   $\mu\text{m}$ . En la Figura 110, se representa el índice efectivo

del modo fundamental,  $TE_{00}$ , y del modo  $TE_{10}$ , en función de la profundidad,  $h$ . Para que un modo se propague, debe verificarse la relación  $n_{eff} > n_s = 1.470$ .

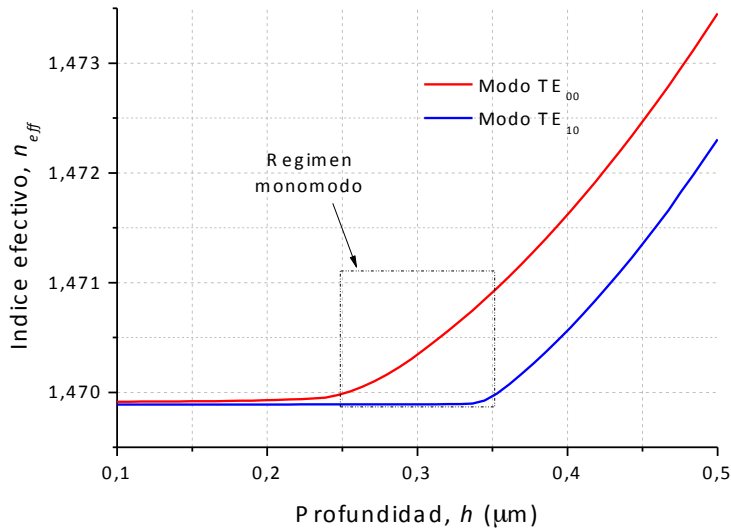


Figura 110 Representación del índice efectivo del modo  $TE_{00}$  y  $TE_{10}$  frente a la profundidad,  $h$ , para GOCPEV bofloat<sup>®</sup>33-PMMA-PDMS.

Como se observa en la Figura 110, el régimen monomodo se verifica siempre y cuando  $0.25 \mu\text{m} < h < 0.35 \mu\text{m}$ . Con lo cual, para obtener una GOCPEV de borofloat<sup>®</sup>33 – PMMA – PDMS monomodo, se pueden fijar los siguientes parámetros:  $h = 0.3 \mu\text{m}$ ,  $b = 0.2 \mu\text{m}$  y  $d = 8 \mu\text{m}$ . Utilizando estos parámetros, se ha calculado el campo electromagnético del modo fundamental,  $TE_{00}$ , y se representa en la Figura 111.

El objetivo que se persigue con este tipo de GOCPEV es valorar sus prestaciones de cara a la fabricación de biosensores ópticos de campo evanescente mediante interferometría IMZ. Así pues, un parámetro muy importante que se ha de estudiar es el campo evanescente que se crea en la interfase núcleo-cubierta. A partir de la Figura 111, se determinó el perfil del campo en el punto  $x = 0 \mu\text{m}$ . En la Figura 112 se representa la intensidad del campo electromagnético en función de la coordenada perpendicular  $y$ , para las polarizaciones TE y TM. Se observa que hay un campo evanescente en la cubierta que se extiende  $1.5 \mu\text{m}$ , aproximadamente, sobre la superficie de la guía. También se puede observar que no existe una diferencia reseñable en el campo evanescente entre la polarización TE y TM, profundizando un poco más en la cubierta el campo evanescente correspondiente a la polarización TE.

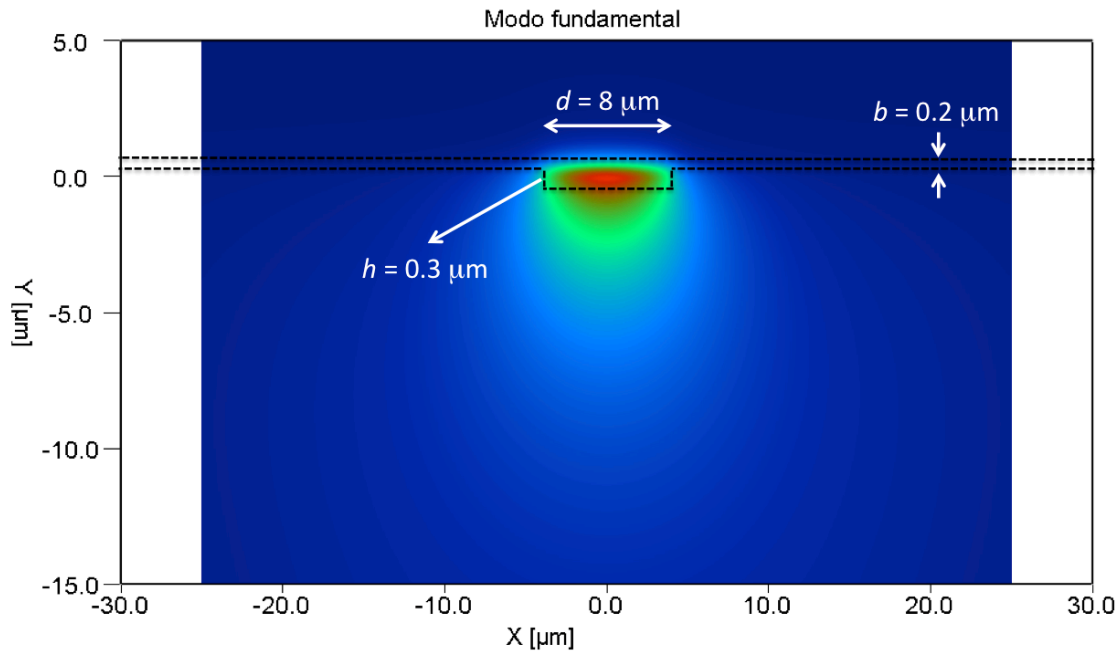


Figura 111. Distribución transversal del campo electromagnético del modo fundamental para una GOCPEV monomodo borofloat®33 – PMMA – PDMS.

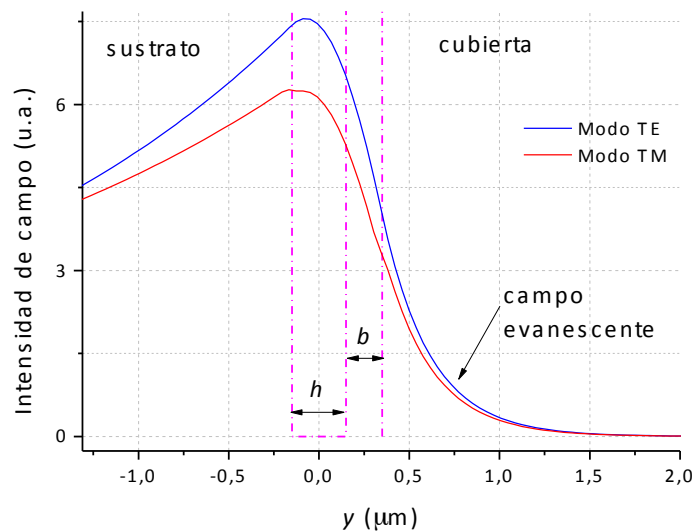


Figura 112. Perfil del campo electromagnético del modo fundamental para una GOCPEV monomodo borofloat®33 – PMMA – PDMS, en el punto  $x = 0 \mu\text{m}$ .

En resumen, se ha calculado la geometría transversal que ha de tener la GOCPEV para que se verifiquen las condiciones necesarias de un biosensor óptico de campo evanescente IMZ: comportamiento en régimen monomodo y alta sensibilidad superficial. De aquí en adelante se continuará el diseño fijando los parámetros:  $h = 0.3 \mu\text{m}$ ,  $b = 0.2 \mu\text{m}$  y  $d = 8 \mu\text{m}$ . Para continuar con el diseño del dispositivo, se deben

ahora establecer los siguientes parámetros:  $c$ ,  $j$ ,  $\alpha$ ,  $g$  y  $L$ , que se muestran en la Figura 113. El parámetro  $g$  representa la distancia entre el centro de las guías de los brazos de referencia y sentido.

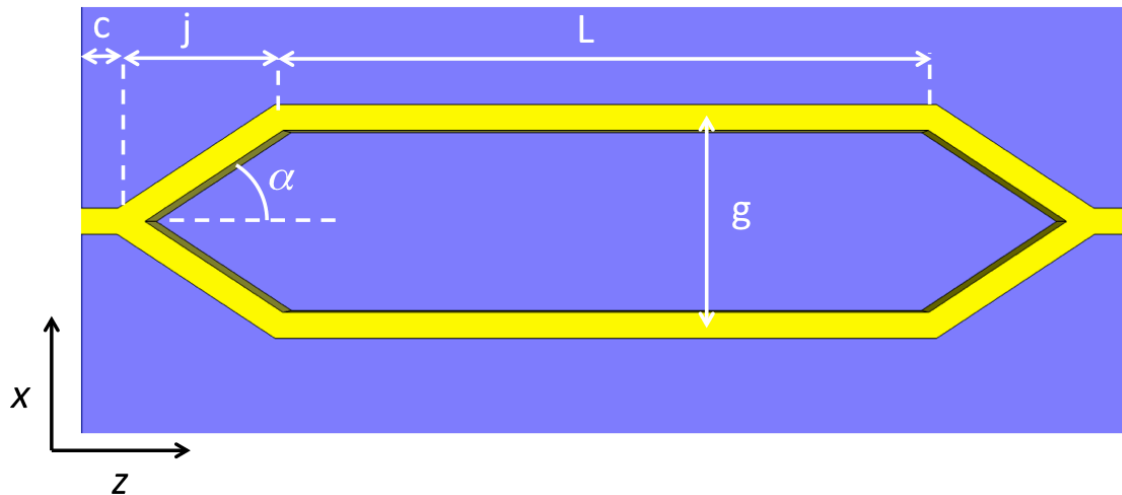


Figura 113. Vista superior del esquema de un IMZ.

Para fijar el valor de la distancia entre el brazo de referencia y el brazo de sentido,  $g$ , hay que tener en cuenta la posibilidad de acoplo entre el modo guiado por cada brazo. Para verificar que no exista interacción entre los modos guiados por cada brazo, se ha realizado una simulación en esta región del dispositivo utilizando dos GOCPEV paralelas separadas una distancia,  $g$ , tal como muestra la Figura 114. Se introduce la luz por una de las dos guías, y se observa si parte de la luz se transfiere a la guía paralela o, por el contrario, toda ella se propaga por la guía de incidencia sin que se acople luz a la guía adyacente. Para realizar la simulación, se utilizó el método BPM (*Beam Propagation Method*) [120].

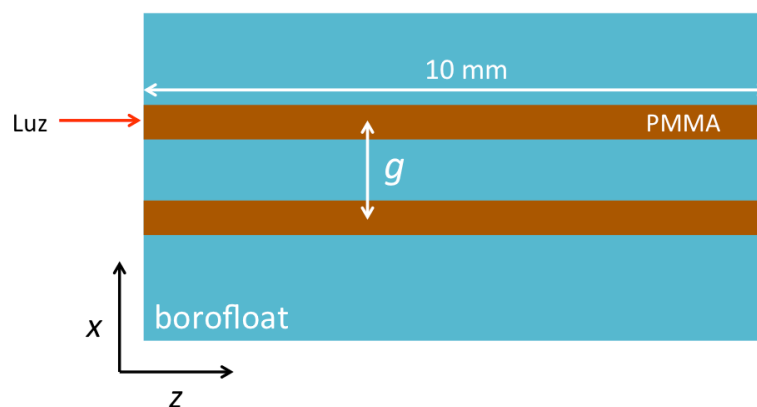


Figura 114. Esquema de la región paralela del IMZ que se ha simulado para fijar el valor de  $g$ .

En la Figura 115 se calcula el campo electromagnético en el centro de la guía,  $y = 0$ , y en la dirección de propagación  $z$ , para un valor  $g = 13 \mu\text{m}$ . Se observa que parte de la luz de la guía de incidencia, se va acoplando a la otra guía según se avanza en la dirección de propagación  $z$ .

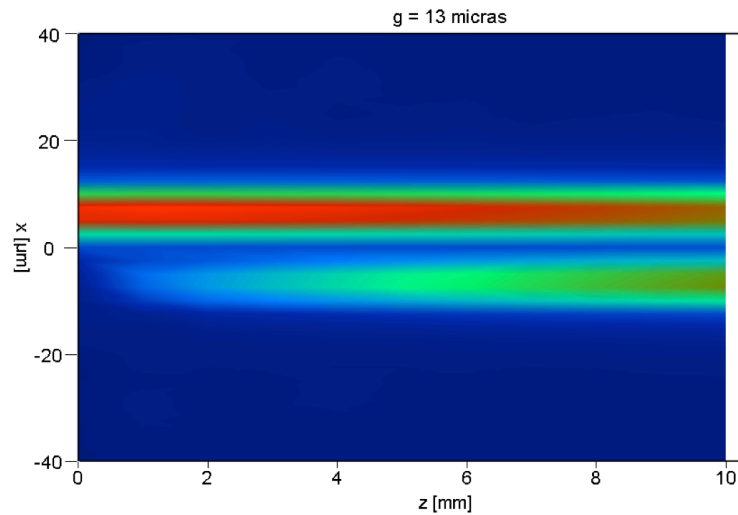


Figura 115. Propagación y acoplo del campo electromagnético en la dirección de propagación  $z$ .

En la Figura 116 se representa el campo al final del dispositivo óptico, en  $y = 0$ , esquematizado en la Figura 114, para diferentes distancias de separación,  $g$ .

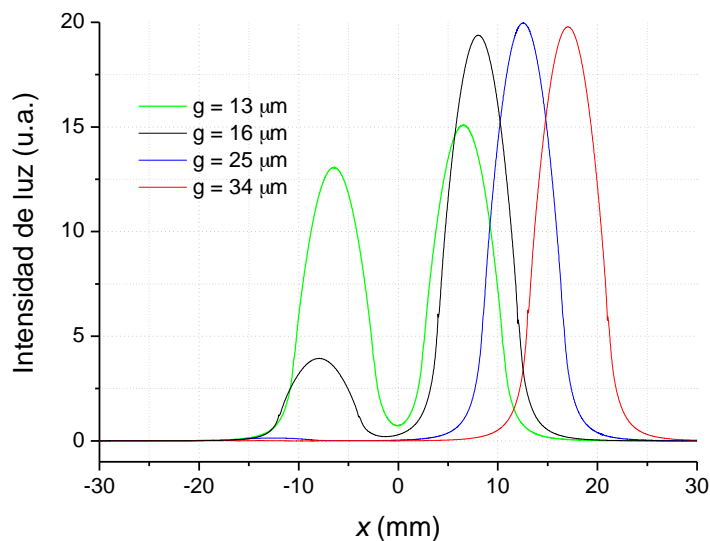


Figura 116. Perfil del campo electromagnético al final del dispositivo utilizando  $g$  como parámetro.

Como se observa en la Figura 116, la intensidad del campo electromagnético, al final del dispositivo, de la guía por la que no se incidió con la luz, disminuye según se

aumenta  $g$ . Se puede observar que, para que no exista interacción entre el modo guiado por cada guía se ha de verificar  $g > 30 \mu\text{m}$ .

En la Tabla 13 se calculan las pérdidas de propagación en función del ángulo en la unión Y,  $\alpha$ , que divide la GOCPEV en 2 brazos. Para realizar la simulación se utilizó el esquema se que muestra en la Figura 117.

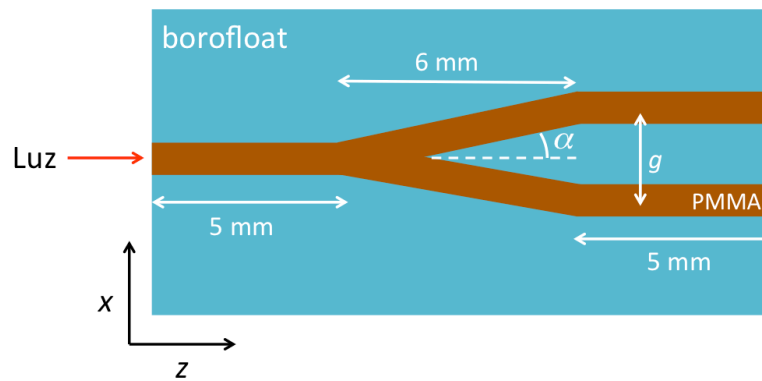


Figura 117. Unión Y que se ha utilizado para calcular las pérdidas de propagación en función del ángulo,  $\alpha$ .

$\alpha$	$I_0$ (u.a.)	$I$ (u.a.)	Pérdidas
0.5	1	0.79	21%
1.0	1	0.57	46%
1.5	1	0.30	70%

Tabla 13. Intensidad de entrada,  $I_0$ , y de salida,  $I$ , en función del ángulo,  $\alpha$ , de la unión Y.

Para diseñar un IMZ con pérdidas mínimas, habría que “suavizar” la unión Y, utilizando dos tramos curvos en vez de tramos rectos. En nuestro caso, al tratarse de un primer prototipo de IMZ, en el que se pretende diagnosticar la fortaleza del campo evanescente en la región de sensado, se ha optado por elegir la opción que muestra la Figura 117, que facilitará el proceso de fabricación. En la Figura 118, que representa las pérdidas de propagación en función de la dirección de propagación,  $z$ , se observa como las mayores pérdidas se producen en la unión Y.

Por último, se fijaron los valores  $c$ ,  $j$  y  $L$ , teniendo en cuenta las consideraciones de  $g$  y  $\alpha$  que se estudiaron anteriormente. También se tuvieron en cuenta las especificaciones técnicas que se tendrán durante el proceso de fabricación y caracterización. Además, la sensibilidad del biosensor se verá incrementada proporcionalmente con la longitud del brazo de sensado,  $L$ . Con todas estas consideraciones, se fijaron los siguientes valores:  $c = 5 \text{ mm}$ ,  $j = 6 \text{ mm}$  y  $L = 15 \text{ mm}$ . En la

Figura 119, se resume el diseño final del IMZ, que posteriormente se procedió a fabricar.

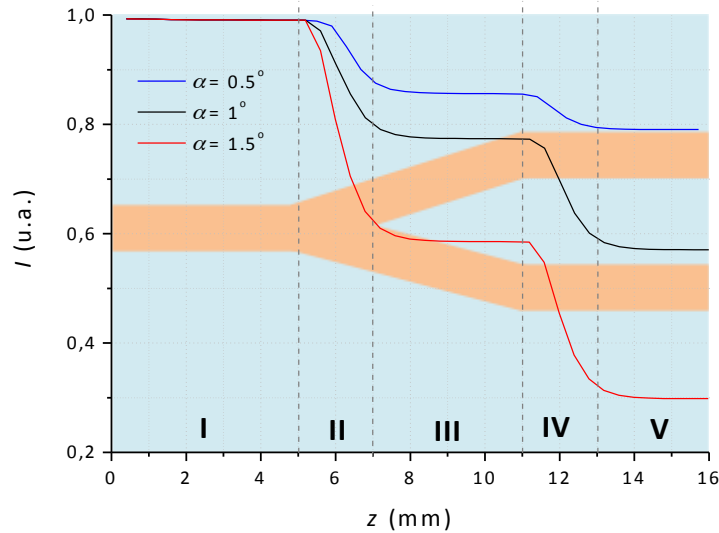


Figura 118. Evolución de la intensidad de luz transmitida a lo largo de la unión Y hasta alcanzar la zona paralela: I, en la guía de entrada; II, "taper" de la unión Y; III, brazos de la unión Y; IV, transición a la zona paralela; V, zona paralela.

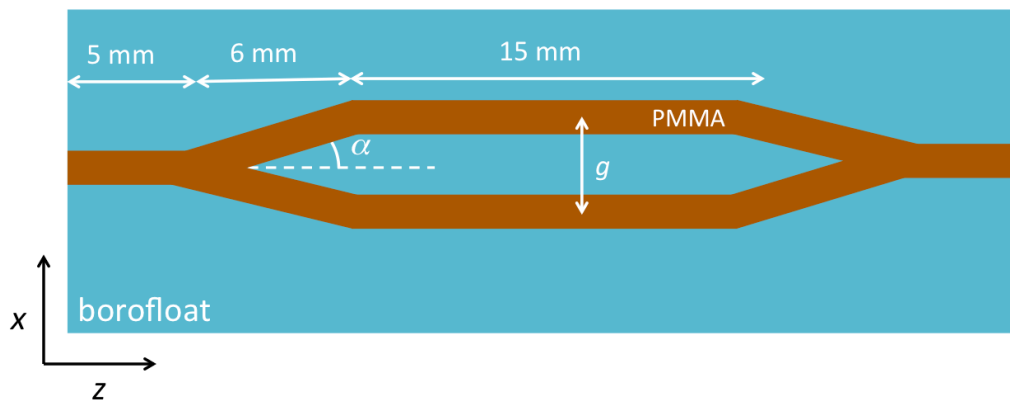


Figura 119. Esquema del IMZ diseñado.

El ángulo de la unión Y,  $\alpha$ , y la distancia entre los brazos de sensado y referencia,  $g$ , están relacionados, tal y como muestra la Tabla 14, para una longitud de zona paralela,  $L = 15$  mm.

$\alpha$	$g$ ( $\mu\text{m}$ )
0.5	104.8
1.0	209.4
1.5	314.2

Tabla 14. Relación existente en el ángulo de la unión Y,  $\alpha$ , y de la distancia entre los brazos de sensado y referencia,  $g$ .

### 5.3.1.2. Proceso de fabricación

El proceso de fabricación de un biosensor IMZ se divide en tres etapas principales: fabricación del IMZ, fabricación del microcanal en PDMS y ensamblaje de ambas partes para obtener el dispositivo final. A continuación se detalla cada una de ellas.

#### 5.3.1.2.1. *Fabricación del IMZ en GOCPEV*

El proceso de fabricación del IMZ es análogo al descrito en la sección 4.2.2 del capítulo anterior. La única diferencia reside en la fabricación de la máscara metálica, que para este caso, tiene que ajustarse a los parámetros del IMZ descritos en la Figura 119.

Se comenzó transfiriendo el diseño de la Figura 119 al programa que gobierna el sistema de escritura láser. Las máscaras metálicas se fabricaron sobre portas de vidrio para microscopía con unas dimensiones de 75 mm x 25 mm. Para aprovechar lo máximo posible la muestra, se fabricaron tres IMZ en una misma máscara. La única diferencia entre los tres IMZ es el ángulo de la unión Y,  $\alpha$ , al que le corresponden los valores mostrados en la Tabla 14. Además, se colocó como referencia una GOCPEV entre cada IMZ, tal y como muestra la Figura 120.

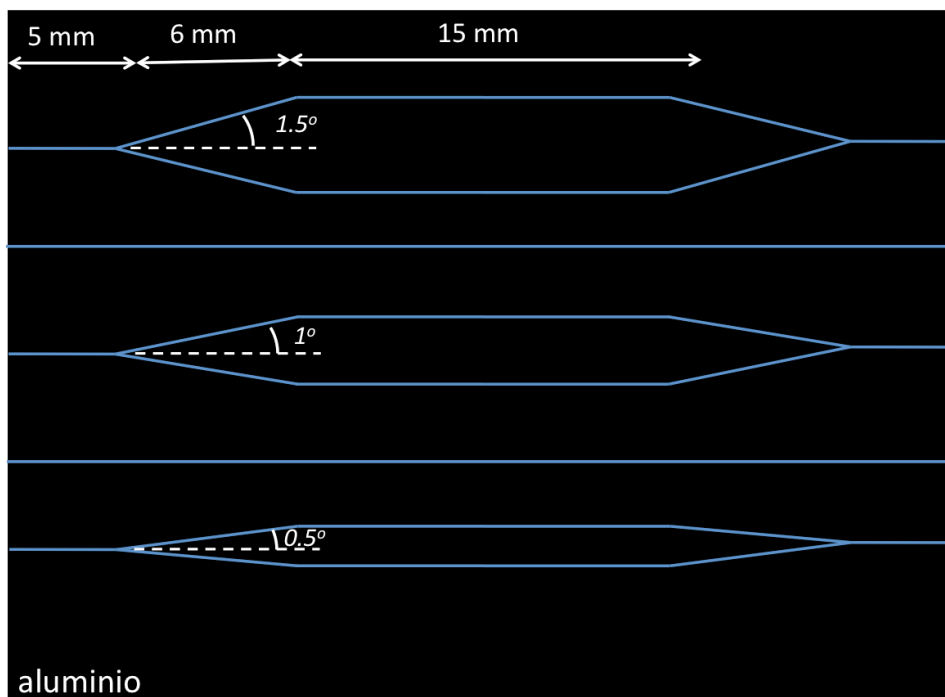


Figura 120. Esquema de la máscara metálica que se utilizó para fabricar IMZs.



Se fabricó la máscara metálica utilizando el protocolo descrito en la sección 4.2.2.2 del capítulo anterior, teniendo en cuenta que se desea obtener una anchura,  $d = 8 \mu\text{m}$ , para el núcleo de la guía. Se obtuvieron los resultados que se muestran en la Figura 121.

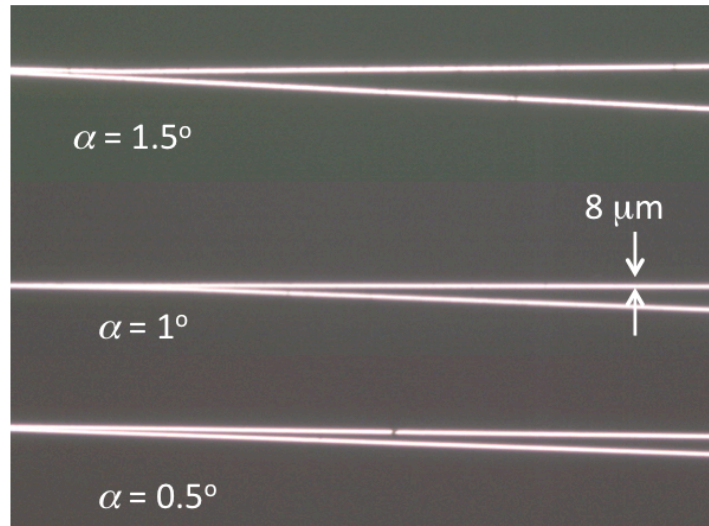


Figura 121. Fotografía tomada con un microscopio óptico, con un aumento 40x, de la unión Y diseñada en varias máscaras metálicas, en función del ángulo  $\alpha$ .

Una vez que se ha fabricado la máscara, se sigue el protocolo establecido para la fabricación de GOCPEV, teniendo en cuenta que en este caso la profundidad del microcanal que se graba en el vidrio tiene que ser  $h = 0.3 \mu\text{m}$ . Para ello, fue necesario un tiempo de grabado húmedo con BOE de 12 min, según la ecuación (82). En la Figura 122, se presentan las medidas realizadas con el perfilómetro de los microcanales fabricados en vidrio borofloat<sup>®</sup>33. Como se preveía, se obtienen microcanales con una profundidad aproximada de  $0.3 \mu\text{m}$ .

Una vez fabricados los microcanales, se cortó la muestra y se depositó el PMMA A4 mediante la técnica de *spin-coating*, a una velocidad de 4000 r.p.m., para obtener un espesor  $b = 0.2 \mu\text{m}$ . Por último, se pulieron los extremos de la muestra.

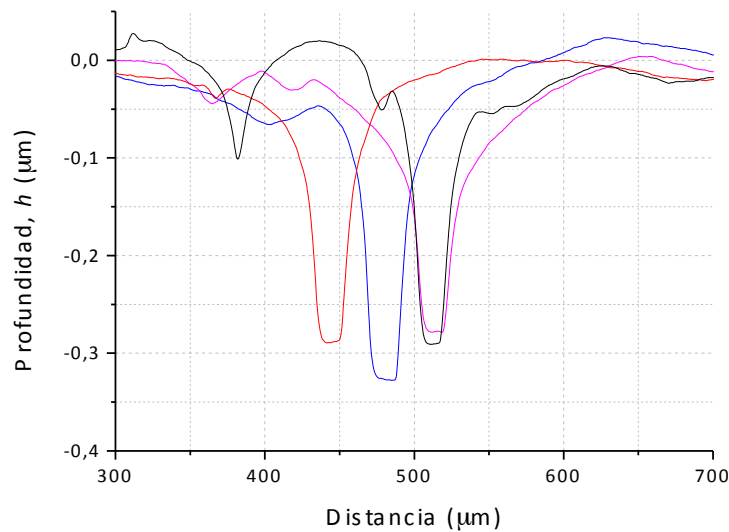


Figura 122. Medida de la profundidad,  $h$ , utilizando un perfilómetro, del microcanal en vidrio para fabricar una guía monomodo borofloat33 – PMMA – PDMS, antes de depositar el polímero.

#### 5.3.1.2.2. Fabricación de los microcanales en PDMS (Microfluídica)

Una parte muy importante en este tipo de biosensores es la microfluídica que se le integre. Para el caso de un biosensor óptico IMZ, como ya se comentó anteriormente, hay un brazo de sensado sobre el que circula la muestra que se desea analizar. Por ello, será necesario diseñar un microcanal que recorra la superficie GOCPEV que constituye el brazo de sensado. En nuestro caso, se han incorporado tres IMZ en una misma muestra como se observa en la Figura 120. Por lo tanto, se ha diseñado un sistema de microfluídica que recorra los tres brazos de sensado existentes en la muestra. En la Figura 123 se representan en azul las ventanas que se abrieron en la máscara de aluminio para fabricar los microcanales. También se observa como las ventanas coinciden perfectamente con cada uno de los brazos de sensado de cada IMZ, que están representados en gris en la Figura 123.

Utilizando el protocolo descrito en la sección 4.2.2.2 del capítulo anterior, se fabricó una máscara metálica con el diseño de la Figura 123.

Posteriormente, con la ayuda de la máscara metálica, se fabricó el micromolde utilizando la fotoresina AZ 125nXT, como se describió en la sección 5.2.1.2. En la Figura 124 se muestra una fotografía, tomada con un microscopio óptico, de un micromolde

de AZ 125nXT. La zona fotografiada, se corresponde con la línea de puntos roja de la Figura 123.

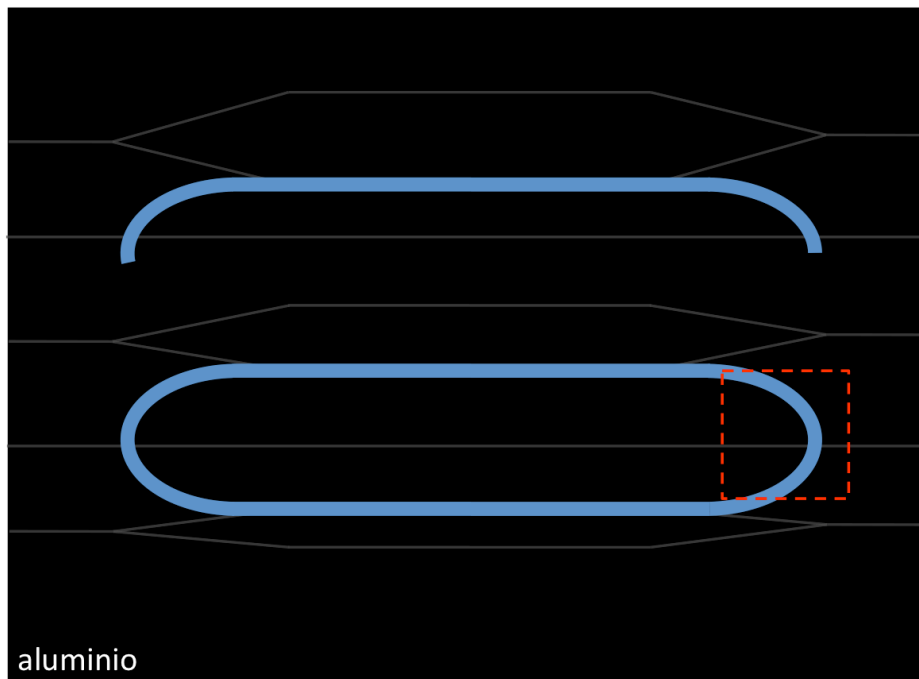


Figura 123. Esquema de la máscara metálica que se utilizó para fabricar la microfluídica del dispositivo.

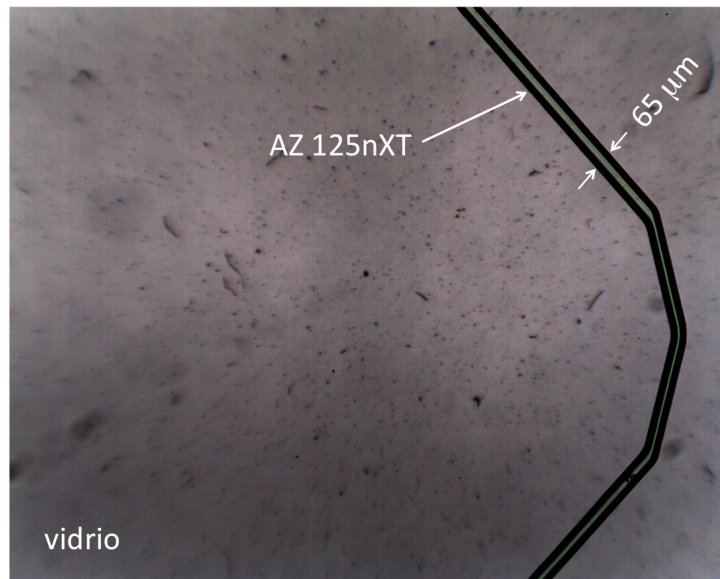


Figura 124. Vista superior con una aumento de 40x de un micromolde de AZ 125nXT.

Por último, se utilizó el micromolde de la Figura 124 para fabricar el sistema de microfluídica con PDMS, como describe en la sección 5.2.2. En este caso, se aceleró el proceso de curado del PDMS utilizando un *hotplate*, a 80°C durante 2 horas. A

continuación, se realizaron dos agujeros pasantes en los microcanales, para entrada y salida del fluido, en los que se introdujo un tubo, como muestra la Figura 125.

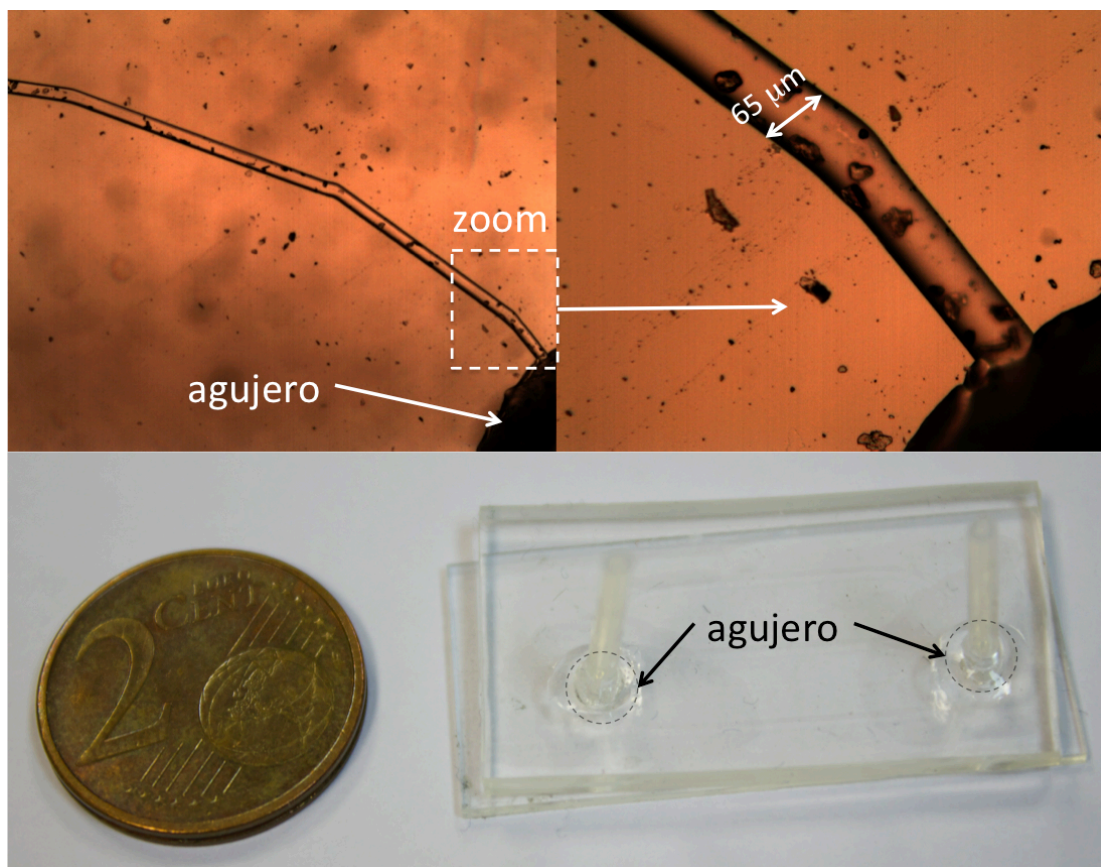


Figura 125. Microcanal fabricado en PDMS. Arriba: fotografía tomada con un microscopio óptico. Abajo: fotografía del sistema de microfluídica en PDMS con los tubos de inyección.

#### 5.3.1.2.3. Ensamblaje del dispositivo sensor (IMZ + Microfluídica)

Una vez fabricados el IMZ y el sistema de microfluídica, el siguiente paso fue la integración de ambas unidades en un único dispositivo, como muestra la Figura 108. Una vez bien limpios el microcanal y el IMZ, con la ayuda de un microscopio óptico es posible alinear el microcanal en PDMS sobre el brazo de sensado del IMZ, como se puede ver en la Figura 126. Simplemente, con ejercer un poco de presión sobre el PDMS, éste queda adherido perfectamente sobre el IMZ integrado en el vidrio.

Para inyectar el fluido a través del microcanal, es necesario tener los microcanales perfectamente sellados, al igual que la unión de los tubos de inyección con el PDMS. Para conseguir un buen sellado entre los tubos de inyección y el PDMS, se utilizó el propio PDMS como pegamento. Por ello, se depositan unas gotas de PDMS

sobre la unión tubo-PDMS, y se calienta en un *hotplate* a 150°C durante 15 min para curar el polímero. En la Figura 127 se muestra una fotografía del dispositivo final.

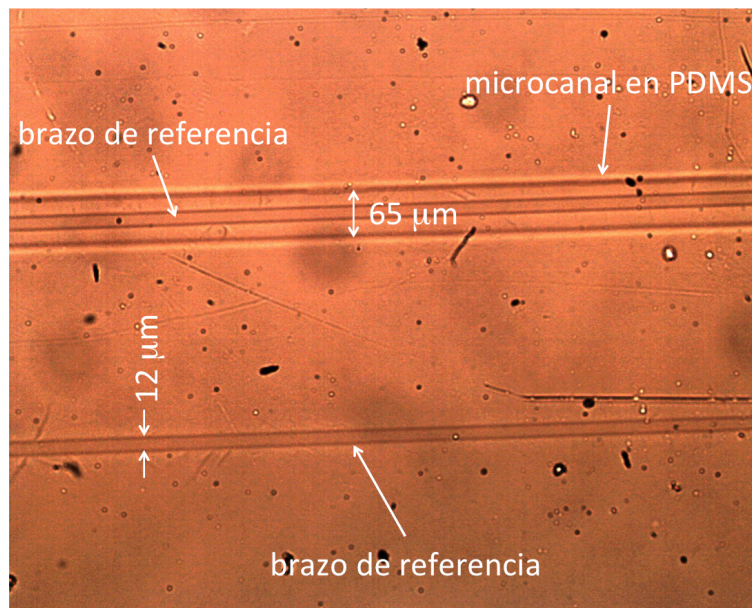


Figura 126. Vista superior de los brazos de referencia y de sensado de un IMZ, con su correspondiente microcanal en PDMS.

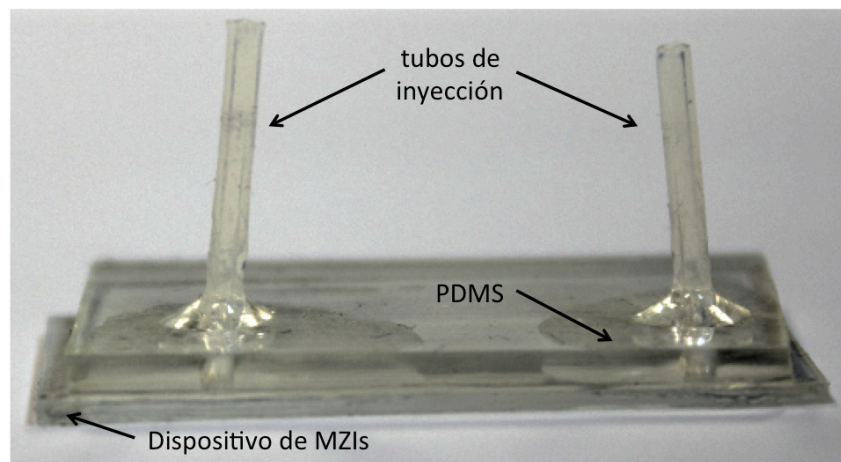


Figura 127. Biosensor óptico IMZ.

### 5.3.1.3. Proceso de caracterización

El proceso de caracterización óptica del dispositivo final, se ha realizado utilizando la técnica del acoplo de luz por el extremo, que ya se ha explicado en el capítulo anterior. En este caso, la magnitud que se desea medir es la intensidad de la luz a la salida de dispositivo. Para ello, se coloca un fotodetector que recoja la señal del objetivo de salida, tal y como muestra el esquema de la Figura 128, que recoge el sistema completo de caracterización. El fotodetector está conectado al medidor de

potencia óptica PM300E, que ya se empleó para caracterizar las guías ópticas planas poliméricas en el capítulo 3. Finalmente, la intensidad de la luz de salida se recoge en un ordenador para hacer el tratamiento y análisis de datos.

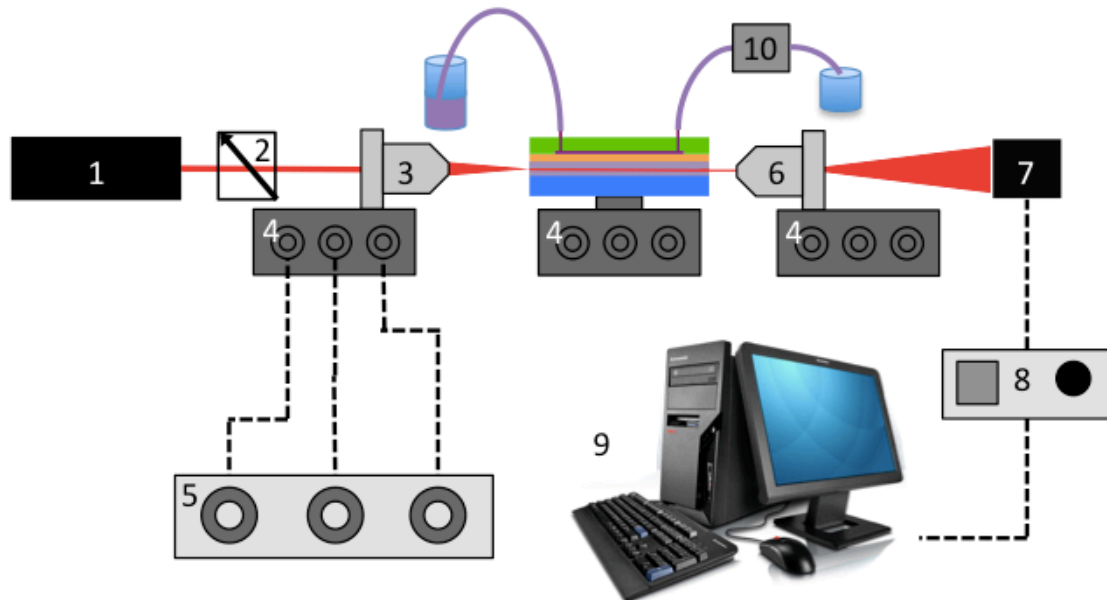


Figura 128. Disposición experimental para medir la intensidad de luz a la salida del IMZ con el acoplo de luz mediante la técnica end-coupling: 1) Láser. 2) Polarizador. 3) Objetivo de entrada 60x. 4) Microposicionador piezoeléctrico. 5) Controlador de los microposicionadores. 6) Objetivo de salida 100x. 7) Fotodetector. 8) Medidor de potencia óptica. 9) Ordenador. 10) Bomba peristáltica.

En la Figura 129, se detalla la zona de medida de intensidad de luz, a través de un fotodetector.

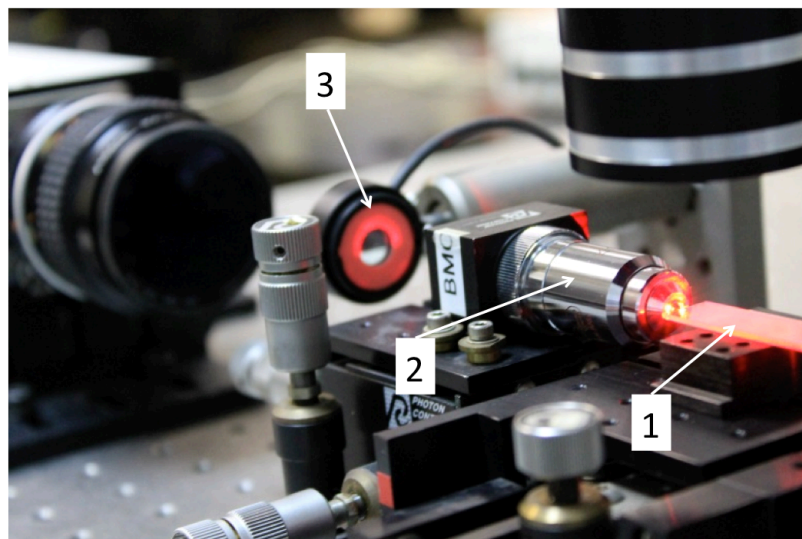


Figura 129. Sistema de medida de intensidad de luz. 1) Muestra, 2) objetivo de salida y 3) fotodetector.

Para inyectar un fluido a través del microcanal en PDMS, se ha utilizado una bomba peristáltica, de la firma Spetec (modelo Perimax 12), que se muestra en la Figura 130.



Figura 130. Bomba peristáltica.

Con la ayuda de los tubos que se colocaron en los agujeros pasantes del PDMS, se enlazan otros tubos más largos, que permiten inyectar el fluido. El tubo de entrada tendrá el otro extremo sumergido dentro del fluido que se quiera inyectar por el microcanal. El tubo de salida, está conectado a la bomba peristáltica, teniendo el otro extremo dentro de un contenedor de residuos, como muestra la Figura 131.

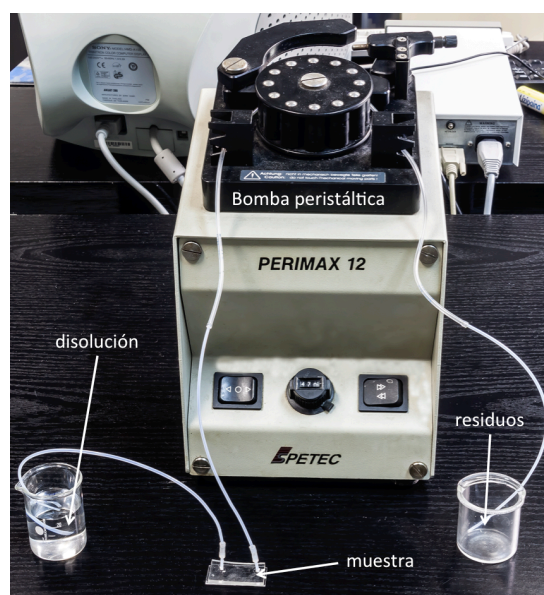


Figura 131. Bomba peristáltica conectada al biosensor óptico de campo evanescente por IMZ.

En la Figura 132 se esquematiza la vista transversal de todo el dispositivo con el fluido circulando a través del microcanal.

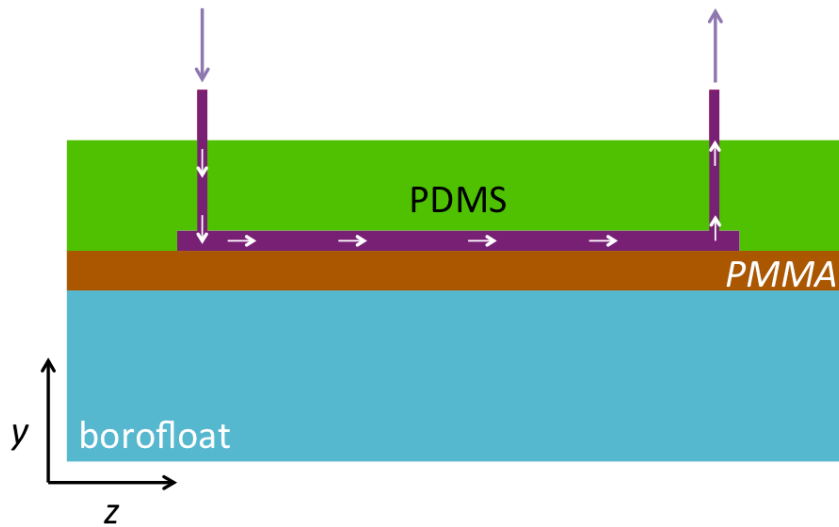


Figura 132. Vista transversal del dispositivo final.

Cuando se inyecta un fluido a través de un microcanal, es usual que aparezcan burbujas de aire, como la que se muestra en la Figura 133, que aumentan el ruido en la señal de intensidad de la luz de salida. Se comprobó que las burbujas de aire aparecen en las zonas donde el microcanal presenta cambios de dirección. En la Figura 124 se observa que el micromolde no presenta una curva perfecta, sino que, ha sido aproximada por rectas. Si se aumenta el número de rectas y se disminuye su tamaño, los cambios de dirección que presentará el microcanal se verán suavizados. De esta forma, disminuirán las burbujas de aire y a su vez se mejorará la señal de intensidad de la luz a la salida del dispositivo. Las burbujas de aire también pueden aparecer por la posible suciedad que pueda permanecer en el microcanal o en la superficie del IMZ. Para mejorar este apartado, antes de inyectar cualquier tipo de fluido, es conveniente hacer circular NaOH por el microcanal durante un tiempo prolongado, para mejorar la limpieza del PDMS y de la superficie del IMZ.

Una vez que se ha montado el sistema óptico y de microfluídica, se realizó una valoración de la intensidad de luz a la salida del dispositivo. Para ello, se ha utilizado la disposición experimental que se muestra en la Figura 128, haciendo circular agua por el microcanal de PDMS, tal y como se detalla en la Figura 134.



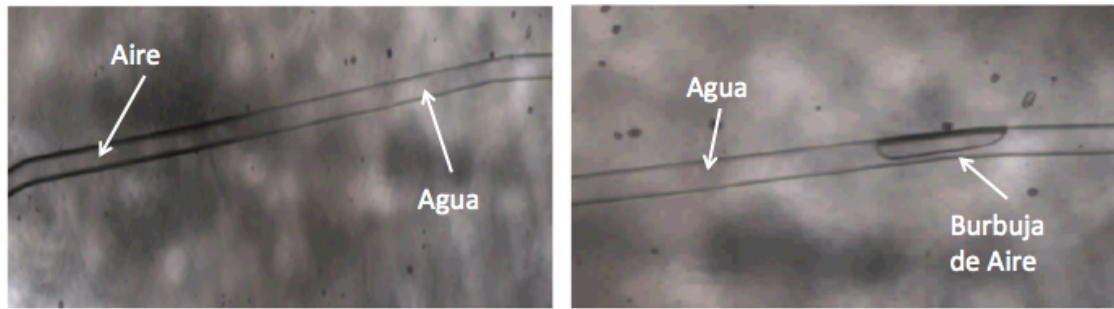


Figura 133. Vista superior de un microcanal de PDMS por el que está circulando agua. A la izquierda: el canal se está llenando. A la derecha: el canal está lleno y aparece una burbuja de aire.

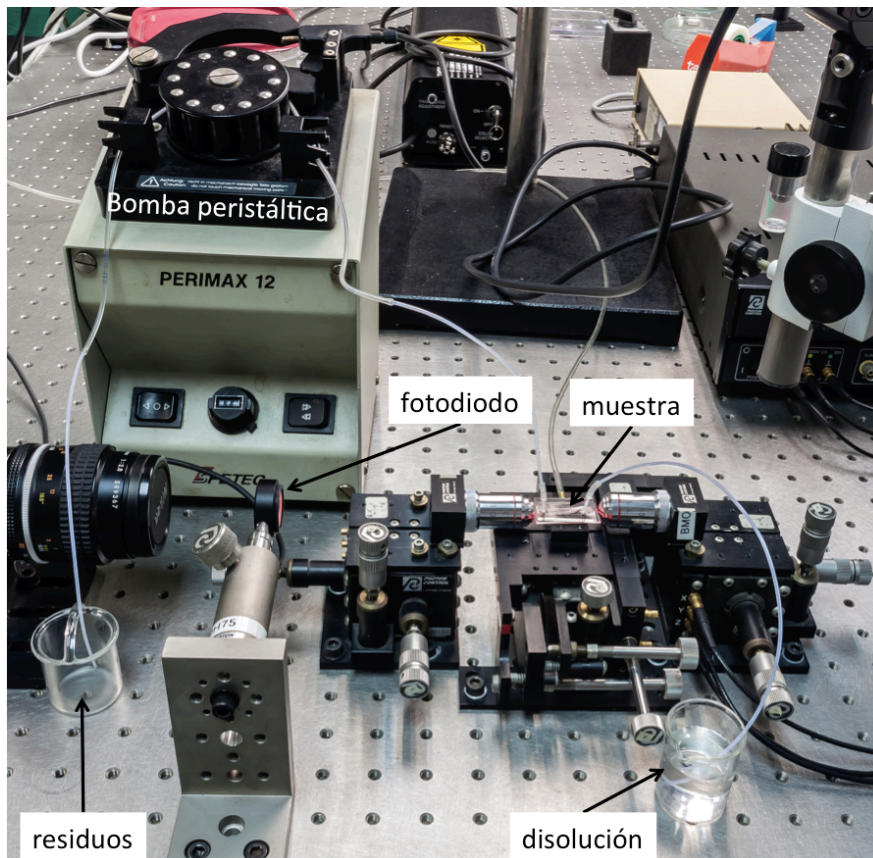


Figura 134. Detalle del sistema de microfluidica que acompaña al IMZ.

Se observó una variación en la intensidad de la luz de salida cuando el agua pasa sobre la superficie del brazo de sensado, como muestra la Figura 135. En verde está señalada la zona en la que está circulando aire por el microcanal, y en violeta, la zona en la que está circulando agua.

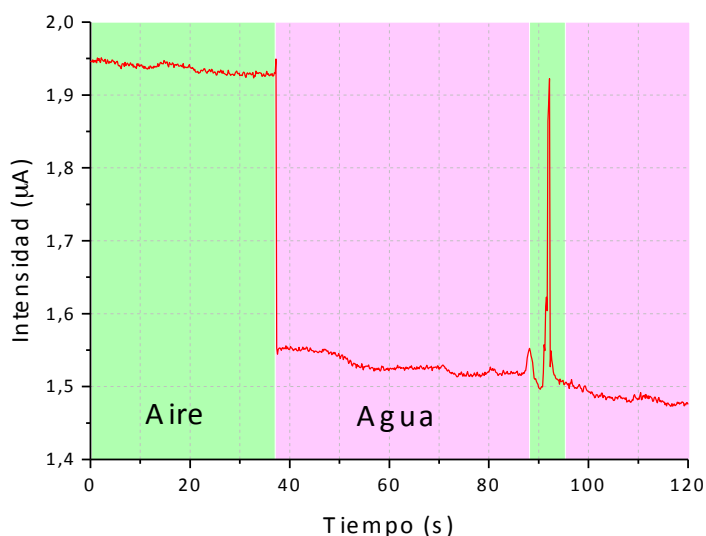


Figura 135. Intensidad de la luz a la salida del IMZ en función del tiempo, cuando se inyecta agua o aire por el microcanal en PDMS.

Se observa que el campo evanescente de la GOCPEV presenta una alta sensibilidad al cambio del material que constituya la cubierta de la guía óptica. En este caso se han utilizado dos materiales diferentes: aire y agua, con una diferencia  $\Delta n = 0.33$  en sus índices de refracción, a  $\lambda = 632.8$  nm. Esto dos fluidos han constituido la cubierta de la GOCPEV en la rama sensora, de forma que no han modificado el propio núcleo de la guía, a diferencia de lo que ocurrirá cuando se funcionalice la superficie de la rama de sensado del biosensor. Este último caso provoca la modificación superficial del propio núcleo de la guía e introduce una mayor interacción del campo evanescente con el analito. Sin duda este hecho provocará un incremento en la sensibilidad del biosensor. Los resultados anteriores confirman que las GOCPEV ofrecen un significativo campo óptico evanescente en la cubierta, el cual puede ser utilizado de forma muy ventajosa para el diseño futuro de este tipo de biosensores ópticos realizados en GOCPEV. Este reto constituiría la continuación de la tarea investigadora recogida en la presente memoria.

Se ha conseguido pues diseñar, fabricar y caracterizar un IMZ utilizando GOCPEVs. Además, se han fabricado micromoldes maestros para hacer réplicas de microcanales en PDMS y ensayar su aplicación en microfluídica. En resumen, se ha demostrado la posibilidad de aplicar esta tecnología al biosensado óptico, abriendo así una nueva línea de investigación en el LOI.

**CAPÍTULO 6: FABRICACIÓN DE MICROCHIPS DE  
ELECTROFORESIS CAPILAR: MICROFLUÍDICA Y  
MICROELECTRODOS DE CARBONO**

---

## 6.1. Introducción

Como ya se comentó en capítulos anteriores, en el año 2004 se comenzó una colaboración entre el Laboratorio de Óptica Integrada (LOI) y el Laboratorio de Inmuno electroanálisis (LI) de la Universidad de Oviedo. Ésta colaboración abarca principalmente el campo del biosensado electroquímico, y más concretamente, los microchips de electroforesis capilar (MECs). Desde un principio se trabajó en la optimización de los MECs, tanto en la microfluídica, como en la detección, dando lugar a resultados muy interesantes en este campo [60,61].

Gracias al estudio realizado en el capítulo anterior (biosensado óptico por interferometría Mach-Zehnder), se abre una nueva línea de investigación que refuerza, aún más, la colaboración existente entre el LOI y el LI. Uno de los apartados más importantes dentro del biosensado es la microfluídica. En el capítulo anterior se desarrolló un nuevo método de fabricación de micromoldes sobre vidrio, para su aplicación en la fabricación de microcanales en PDMS. Gracias al sistema de escritura láser del LOI, que permite realizar cualquier tipo de diseño en una máscara metálica, se ha podido transferir el nuevo método de fabricación de micromoldes en vidrio, al campo de los MECs.

Por otro lado, se ha continuado con el trabajo de optimización de la fase de detección de MECs. Para ello, se ha integrado un nuevo método de detección voltamperométrica en los MECs del LOI y del LI: los microelectrodos de carbono. Para aumentar las posibilidades de fabricación de este tipo de microelectrodos, se ha ampliado la colaboración, entre el LOI y el LI, con el ITMA, ya que éste último aporta su gran experiencia en la deposición de carbono en diferentes configuraciones, como por ejemplo, en nanotubos de carbono o grafeno. Éste tipo de detección es muy empleado debido a que producen poco ruido, pueden trabajar en intervalos de potencia amplios y se contaminan muy poco. Hasta la fecha, el carbono ha sido empleado en distintas formas: pasta de carbono [121], fibra de carbono [122,123], nanofibra de carbono [124], o nanotubos de carbono [125,126] entre otras [127,128,129,130]. En los últimos años, la aparición de nuevos materiales, abre las puertas a nuevos estudios, como es el caso de microelectrodos de grafeno [131]. En

este capítulo, también se presenta una nueva propuesta, que engloba este material de última generación, de cara a futuros trabajos.

La electroforesis capilar, ha dado lugar a varios trabajos de investigación en la colaboración entre el LOI y el LI [76,77]. Por ello, a continuación se hace una pequeña introducción sobre esta línea de investigación ya implantada en el laboratorio.

## **6.2. Electroforesis capilar**

La técnica de separación, que hoy conocemos como electroforesis convencional fue introducida, por primera vez, por el químico sueco Arne Tiselius en su Tesis Doctoral en 1930, pero no fue hasta 1937, cuando se desarrolló el primer aparato de electroforesis [132].

La electroforesis es una técnica de separación basada en la migración de iones cargados debido a la atracción o repulsión en un campo eléctrico. Así, cuando se aplica un campo eléctrico los aniones (negativos) migrarán hacia el ánodo (positivo) y los cationes (positivos) migrarán hacia el cátodo (negativo). Las especies neutras no se moverán.

La electroforesis convencional se ha desarrollado principalmente sobre geles, papel de filtro y acetato de celulosa, y aunque las separaciones han sido y siguen siendo muy eficaces y de muy extensa aplicación, presentan ciertos inconvenientes: son técnicas lentas y laboriosas, suelen ser poco reproducibles y no permiten la automatización.

El empleo de tubos capilares para solucionar estos problemas dio lugar a la aparición de una nueva forma de electroforesis, denominada electroforesis capilar. Esta técnica fue introducida por Hjertén [133] en 1967, cuando empleó capilares de 3 mm de diámetro para el análisis de diversas sustancias tales como iones inorgánicos, nucleótidos o proteínas. En 1974, Virtinen demostró las ventajas de emplear capilares de diámetro más pequeño [134]. En 1979, Mikkers et al. emplearon capilares de teflón con un diámetro de 200  $\mu\text{m}$  [135] y fue en 1981 cuando Jorgenson y Lukacs [136]

introdujeron los capilares de pírex con un diámetro de 75  $\mu\text{m}$  aproximadamente considerándose el comienzo de la electroforesis capilar [137].

En los siguientes apartados se describen los principios de la electroforesis capilar así como los principales parámetros de las separaciones y los factores que influyen en dichas separaciones electroforéticas [138,139].

### 6.2.1. Fenómenos de migración

Un sistema de electroforesis capilar está formado básicamente por los siguientes elementos: fuente de alto voltaje, depósitos de la disolución tampón, capilar y sistema de detección. La fuente de alto voltaje está conectada a unos electrodos de material inerte que se encuentran en los depósitos que contienen la disolución tampón. Cuando se aplica una diferencia de potencial entre los electrodos, los diferentes iones dentro del capilar migran a diferente velocidad dependiendo de la relación carga/tamaño. Esta migración de la especie en el interior del capilar se debe a dos fenómenos que tienen lugar simultáneamente: flujo electroforético y flujo electroosmótico. A continuación se explica brevemente cada uno de estos fenómenos.

- Flujo electroforético

La velocidad con la que migran las distintas especies de una muestra en el interior de un capilar debido a la influencia de un campo eléctrico, se denomina velocidad electroforética,  $v_e$ , y viene dada por la ecuación siguiente:

$$v_e = \mu_e \frac{V}{L_T} \quad (84)$$

siendo  $V$  el voltaje aplicado,  $L_T$  la longitud total de capilar y  $\mu_e$  la movilidad electroforética, que dependerá de la carga y el tamaño de las distintas especies según la ecuación (85).

$$\mu_e = \frac{q}{6\pi\eta r} \quad (85)$$

Siendo  $q$  la carga de la especie ionizada,  $\eta$  la viscosidad del medio y  $r$  el radio de la especie.

El tiempo que una especie tarda en llegar al detector se conoce como tiempo de migración,  $t_m$ , y depende de la longitud desde el punto de inyección hasta el detector,  $L_{ef}$ , y de la velocidad de la especie. La ecuación (86) y la ecuación (87) relacionan la velocidad electroforética,  $v_e$ , y la movilidad electroforética,  $\mu_e$ , con el tiempo de migración,  $t_m$ , si sólo existiera el flujo electroforético.

$$v_e = \frac{L_{ef}}{t_m} \quad (86)$$

$$\mu_e = \frac{L_{ef}L_T}{t_m V} \quad (87)$$

De este modo, a partir de parámetros experimentales (tiempo de migración, voltaje aplicado y dimensiones del capilar) se puede conocer la velocidad y la movilidad electroforética de una determinada especie.

- Flujo electroosmótico

El flujo electroosmótico (FEO) es el movimiento relativo de un líquido con respecto a una superficie cargada, bajo la acción de un campo eléctrico. Este flujo dependerá de la composición del capilar y de la naturaleza de la disolución dentro del capilar. Los capilares de sílice fundida, como es el caso del vidrio, tienen grupos silanol (Si-OH) en la superficie del capilar, los cuales dependiendo del pH estarán cargados negativamente (Si-O<sup>-</sup>). Estas cargas negativas atraerán fuertemente a las cargas positivas de la disolución tampón, dando lugar a lo que se denomina capa fija, como se muestra en la Figura 136. Como la densidad de cargas negativas no está totalmente compensada, se adhiere otra capa de cationes, que al estar más lejos de los grupos silanol no está tan fuertemente unida a ellos, dando lugar a lo que se denomina capa móvil. Estas dos capas forman la llamada doble capa difusa. Así, cuando se aplica un campo eléctrico, los cationes de la capa móvil son impulsados hacia el cátodo arrastrando con ellos todo el conjunto de la disolución, dando lugar al flujo electroosmótico.

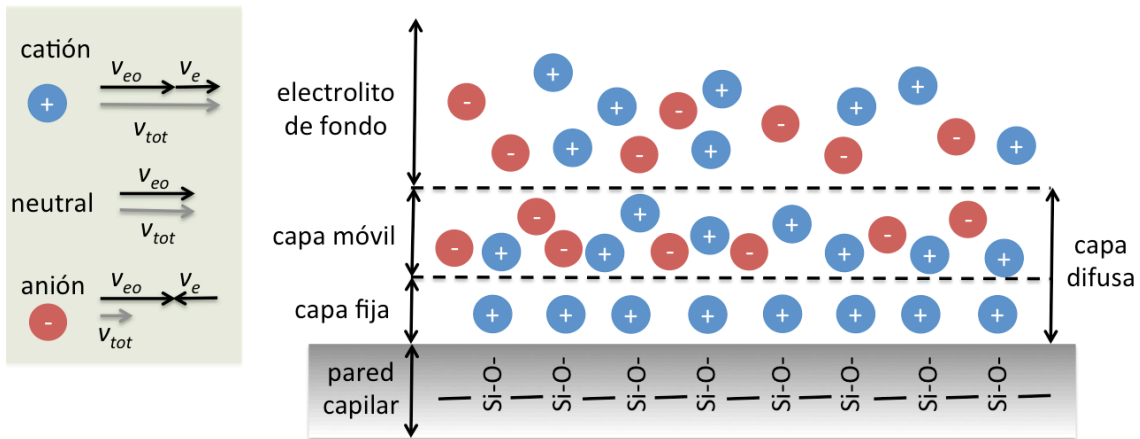


Figura 136. A la izquierda: se resume la velocidad total,  $v_{tot}$ , de las distintas especies. A la derecha: esquema de la formación de la doble capa eléctrica.

El perfil del FEO se debe a que la fuerza conductora se distribuye uniformemente a lo largo del capilar. Esto hace que todas las especies, con la misma relación carga-tamaño, presenten la misma velocidad causada por el FEO,  $v_{eo}$ , dando lugar a picos estrechos de alta eficiencia. Se puede definir una velocidad electrosmótica,  $v_{eo}$ , y una movilidad electrosmótica,  $\mu_{eo}$ , con las siguientes relaciones:

$$v_{eo} = \mu_{eo}E \quad (88)$$

$$\mu_{eo} = \frac{\zeta\varepsilon}{4\pi\eta} \quad (89)$$

En presencia del flujo electrosmótico, la movilidad de una especie se denomina movilidad aparente,  $\mu_a$ , y está relacionada con la movilidad electroforética,  $\mu_e$ , y con la movilidad electrosmótica,  $\mu_{eo}$ , según la siguiente relación.

$$\mu_a = \mu_e + \mu_{eo} \quad (90)$$

El flujo electrosmótico se puede determinar empleando una especie neutra [140, 141], de modo que  $\mu_e = 0$ . Así, la velocidad y movilidad electrosmótica se pueden determinar según la ecuación (86) y la ecuación (87) respectivamente, donde  $t_m = t_{eo}$  será el tiempo de migración de la especie neutra que se mueve con el flujo electrosmótico.



La existencia del flujo electroosmótico permite separar y determinar simultáneamente aniones y cationes ya que todas las especies son dirigidas hacia el cátodo. El orden de elución será, en primer lugar los cationes en orden decreciente de relación carga-tamaño; a continuación todas las especies neutras que migran a la misma velocidad que el FEO y finalmente los aniones en orden creciente de relación carga- tamaño.

### 6.2.2. Parámetros de separación

Los parámetros más relevantes que determinan la calidad de una separación son los siguientes: tiempo de migración o resolución. Estos parámetros están a su vez relacionados con otros, como el voltaje aplicado, la longitud del capilar, la movilidad electroforética y electroosmótica, etc.

- Tiempo de migración

Una buena técnica de separación debe poder llevarse a cabo en el menor tiempo posible, lo cual dependerá del tiempo de migración,  $t_m$ , de las especies a separar.

En presencia del flujo electroforético y electroosmótico, el tiempo de migración de una especie dependerá de la longitud del capilar,  $L_T$  y  $L_{ef}$ , de la movilidad electroforética,  $\mu_e$  y electroosmótica,  $\mu_{eo}$ , y del campo eléctrico aplicado,  $E$ , según la relación siguiente:

$$t_m = \frac{L_{ef}L_T}{(\mu_e + \mu_{eo})V} \quad (91)$$

De la ecuación (91), se deduce que: voltajes altos, capilares cortos y flujos electroosmóticos altos reducen los tiempos de migración, y por tanto, acortan el tiempo de análisis.

#### Resolución

La medida del grado de separación de los componentes que constituyen una muestra es lo que se denomina resolución,  $R_s$ . A partir de un electroferograma se puede calcular la resolución de dos picos mediante la expresión siguiente:

$$R_s = 2 \frac{t_2 - t_1}{w_1 + w_2} \quad (92)$$

Siendo  $t$  el tiempo de migración y  $w$  la anchura de pico. Los subíndices 1 y 2 se corresponden con las especies 1 y 2 respectivamente.

De la ecuación (92) se deduce que a mayor diferencia de tiempos de migración y menor anchuras de pico, mayor será la resolución.

### **6.3. Microchips de electroforesis capilar**

La miniaturización de los sistemas analíticos y bioanalíticos ha tenido un gran desarrollo en las últimas décadas [142]. Entre todos los microsistemas que se han desarrollado, los que más interés han suscitado en los últimos años son los microchips de electroforesis capilar (MEC).

Los microchips de electroforesis capilar fueron introducidos por Manz et al. a principios de los años noventa [143,144] y han sufrido un rápido desarrollo [145,146,147].

Los MCE presentan, además de la miniaturización, otras ventajas como son: la rapidez, versatilidad, portabilidad, reducción en el consumo de reactivos y producción de desechos, así como la posibilidad de integrar diversas operaciones, incluyendo la preparación de la muestra, mezcla, reacción, separación y detección.

En las siguientes secciones se detalla el estado actual de los microchips en cuanto a su diseño, fabricación y la integración de un sistema de detección electroquímico [148], centrándonos principalmente en la etapa de fabricación. Así mismo, también se comentan algunas de las principales aplicaciones de los microchips.

#### **6.3.1. Diseño y funcionamiento de MEC**

Al tratarse de un trabajo de colaboración entre el LOI y el LI, ésta parte del proceso ha sido llevada a cabo por el LI. El diseño de los microchips dependerá de las operaciones que se quieran realizar. Los diseños de los MEC han sido muy variados desde su aparición [149,150], sin embargo, el diseño más comúnmente empleado es el mostrado en la Figura 137. Este diseño se basa en la intersección de dos canales, de

separación e inyección, y de cuatro depósitos: disolución reguladora (A), detección (B), muestra (C) y desecho (D). El canal de inyección (une C y D) puede presentarse en dos formatos, como muestra la Figura 137, según el volumen de inyección, así se tiene una “cruz” o una doble “T”.

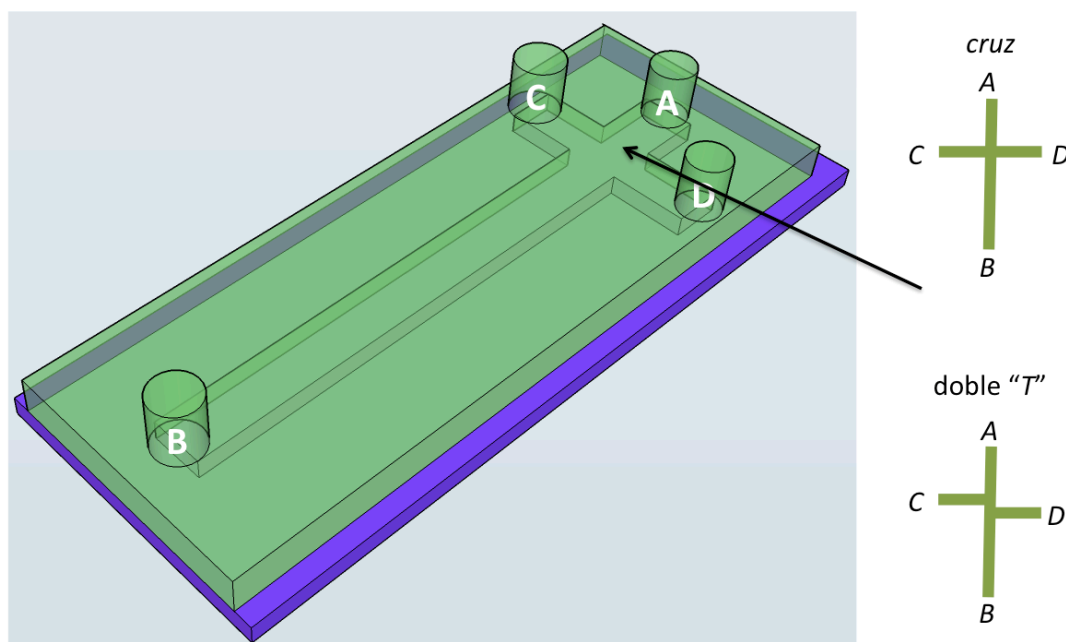


Figura 137. Esquema del diseño típico de un microchip de electroforesis capilar.

La integración del sistema de detección, especialmente la detección electroquímica, ha dado lugar a una gran variedad de diseños los cuales se discutirán posteriormente.

El funcionamiento de los MECs, independientemente del diseño, consta de tres etapas básicas: inyección, separación y detección. En las siguientes subsecciones se explica brevemente cada una de estas etapas y los factores que más influyen para su correcta ejecución.

### **A. Inyección**

Esta etapa es de gran relevancia, ya que la muestra que contiene los analitos a determinar debe ser introducida en el canal de separación de forma correcta para que las siguientes etapas se desarrollen adecuadamente. La inyección de la muestra puede ser hidrodinámica [151,152]; es decir, por generación de un flujo laminar por presión. Sin embargo, lo más habitual en los MECs es realizar una inyección electrocinética

mediante la aplicación de un campo eléctrico [153]. Así, dependiendo de cómo se aplique ese campo eléctrico, podemos distinguir tres tipos de inyecciones electrocinéticas: sin pinchar o *unpinched*, pinchando o *pinched* y bloqueada o *gated*. En la Figura 138 se muestra un esquema de los tres tipos de inyección electrocinética.

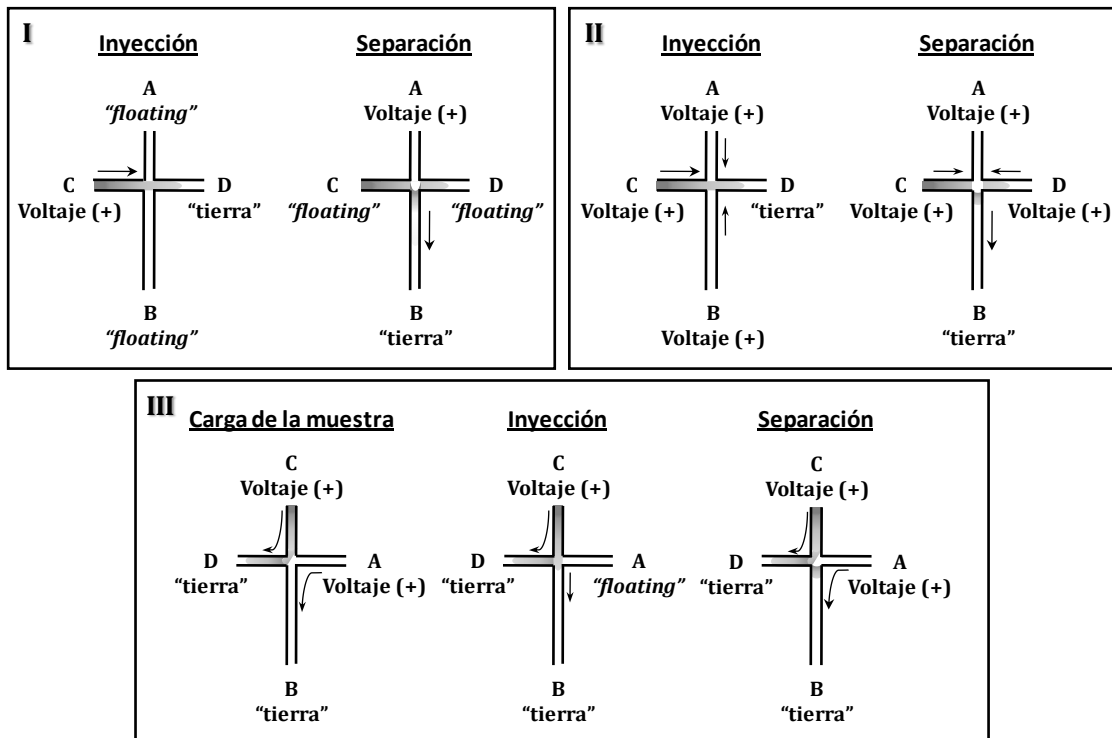


Figura 138. Modos de inyección electrocinética en los MECs: I. *unpinched*, II. *pinched*, III. *gated*.

En la inyección *unpinched* se aplica, durante un breve periodo de tiempo, una diferencia de potencial entre el depósito de la muestra (C) y el depósito del desecho (D), mientras que en los otros depósitos no se aplica ningún voltaje (*floating*) [154,155]. En este tipo de inyección es importante controlar el tiempo durante el que se aplica el voltaje de inyección, ya que la muestra se puede ir dispersando en el canal de separación.

En la inyección *pinched*, al igual que en la anterior, se aplica un voltaje entre el depósito de la muestra (C) y el del desecho (D), pero también se aplica un voltaje (*push-back voltage*) algo menor en el depósito de la disolución reguladora (A) y en el de la detección (B) [156,157]. Esto impide que parte de la muestra inyectada se disperse en el canal de separación, consiguiéndose un bolo de inyección mejor definido e independiente del tiempo de inyección.

La inyección *gated* es bastante diferente a los dos anteriores. En este caso, la muestra se coloca en el depósito superior del canal de separación (C) y la disolución reguladora en uno de los depósitos de lo que antes era el canal de inyección (A). La inyección se realiza en dos etapas, en primer lugar se aplica un voltaje al depósito de la disolución reguladora (A) y una parte de este voltaje se aplica al depósito de la muestra (C), mientras los otros dos depósitos están conectados a tierra [158]. Con esto se consigue que parte de la muestra empiece a entrar en el canal de separación. A continuación, se deja de aplicar el voltaje en el depósito de la disolución reguladora (A) por un breve periodo de tiempo, lo que permite la inyección definitiva de la muestra en el canal de separación.

La inyección *unpinched*, debido a su sencillez, ha sido la más empleada especialmente cuando los microchips se emplean con un sistema de detección electroquímico.

### **B. Separación**

Una vez la muestra ha sido introducida en el canal de separación, se procede a aplicar un campo eléctrico para separar los distintos analitos a lo largo del microcanal.

Generalmente, en la separación, el voltaje se aplica entre el depósito de la disolución reguladora (A) y el depósito de la detección (B) mientras en los otros depósitos (C y D) puede no aplicarse ningún voltaje o aplicarse un pequeño voltaje (*push-back voltage*) menor al de separación. En el caso de que se haya empleado una inyección *gated* el voltaje de la separación se aplica en los depósitos A y C mientras que los depósitos B y D se mantienen a tierra.

Al igual que ocurría en la electroforesis capilar convencional, el parámetro que determina en gran medida el funcionamiento de las separaciones es la generación del flujo electroosmótico (FEO). En el caso de los MECs la generación del FEO dependerá en gran medida del material con el que estén fabricados [159]. Así, en los microchips de vidrio, el FEO viene determinado por la presencia de grupos silanol en la superficie de los microcanales, mientras que en los microchips poliméricos, el FEO dependerá de

la presencia de grupos funcionales, fácilmente ionizables. En muchos casos, el mecanismo por el cual se genera el FEO no se conoce con exactitud.

Una de las características de los polímeros, tales como el PDMS, es su carácter hidrofóbico. Así, también se ha estudiado la posibilidad de generar una superficie más hidrófila de PDMS mediante la oxidación de la misma con el fin de mejorar la eficiencia de las separaciones [160].

### **C. *Detección***

Finalmente, una vez que los analitos han sido separados, éstos deben ser detectados al final del canal de separación con el fin de identificarlos y cuantificarlos. Los microchips necesitan un sistema de detección muy sensible debido a las pequeñas cantidades de muestra que se inyectan (<500  $\mu$ L) en el sistema. Inicialmente, la fluorescencia inducida por láser [161] fue la más empleada debido a su alta sensibilidad y la facilidad para enfocar el sistema láser en los microcanales.

Otros sistemas de detección que han sido también evaluados, pero que no han sido demasiado utilizados, incluyen las medidas de absorbancia [162], quimioluminiscencia [163], electroquimioluminiscencia [164], índice de refracción [165] así como espectrometría de masa [166]. En la mayoría de los casos estos sistemas de detección requieren el empleo de equipos demasiado caros y que no son fácilmente miniaturizables.

Una alternativa muy prometedora, es la detección electroquímica debido a su elevada sensibilidad, selectividad, inherente miniaturización, portabilidad, bajo coste y compatibilidad con las técnicas de microfabricación empleadas con los microchips [164,167]. A continuación se detalla esta técnica de detección.

#### **6.3.2. Detección electroquímica**

Habitualmente, la detección electroquímica se ha considerado incompatible con los MECs debido a que el alto voltaje aplicado en la electroforesis interfería con el potencial aplicado en la detección. Este problema se puede solucionar con un adecuado diseño de la celda electroquímica, el cual debe asegurar el aislamiento de

ambos potenciales. Los métodos electroquímicos que han sido más desarrollados son: amperometría, conductimetría y voltametría.

- *Conductimetría*

La detección conductimétrica ha ganado gran popularidad en los últimos años [168]. En este tipo de detección se mide la conductividad de los iones en disolución con el tiempo, y se considera una detección no selectiva.

En la detección conductimétrica se emplean dos electrodos metálicos a través de los cuales se aplica una corriente alterna. En presencia de un campo eléctrico, los cationes migran durante un ciclo hacia un electrodo y los aniones hacia el otro. La corriente generada es medida y relacionada con la conductividad de la disolución mediante el valor de la resistencia equivalente medida.

Los detectores conductimétricos se pueden clasificar en dos tipos principalmente, dependiendo si los electrodos están en contacto directo con la disolución (*contact conductivity*) [169] o externamente aislados de la disolución (*contactless conductivity*) [170].

- *Amperometría*

La detección amperométrica, desde su introducción en los microchips de electroforesis capilar por Woolley et al. en 1998 [156], ha sido el modo de detección electroquímica más empleado.

En esta técnica se aplica un potencial al electrodo de trabajo midiéndose la corriente que es producida por la oxidación/reducción de un compuesto electroactivo en la superficie del electrodo. La corriente que se produce en el electrodo de trabajo es directamente proporcional al número de moles del analito oxidado o reducido según siguiente ecuación:

$$Q = n \cdot F \cdot N \quad (93)$$

siendo  $Q$  la carga total de la disolución,  $n$  número de electrones transferidos,  $N$  número de moles y  $F$  la constante de Faraday.

Derivando esta expresión se tiene que la intensidad de pico,  $i$ , es directamente proporcional a la concentración del analito, como muestra la siguiente ecuación:

$$i = \frac{dQ}{dt} = nF \frac{dN}{dt} \quad (94)$$

El potencial aplicado al electrodo se puede ajustar para conseguir una mayor selectividad. Cada especie tendrá un potencial óptimo de detección el cual se puede determinar a través de la realización de la correspondiente curva hidrodinámica.

- *Voltametría*

La voltametría comprende un grupo de técnicas electroquímicas que se basan en la respuesta corriente-potencial de un electrodo polarizable en la solución que se analiza. Para asegurar la polarización de este electrodo, generalmente sus dimensiones son reducidas. En estas técnicas, se estudian los cambios de corriente, como una función del potencial aplicado a través de la celda electrolítica. El proceso involucra la electrólisis de una o más especies electroactivas, el cual comprende: reacción de la especie electroactiva en el electrodo y mecanismo de transferencia de masa. Estos últimos pueden ser por migración (movimiento de especies por diferencia de carga), convección (movimiento de la materia por cambios físicos) y difusión (movimiento de las especies por gradiente de concentración). En la mayoría de los casos, la electrólisis se efectúa bajo condiciones tales, que la difusión sea el proceso fundamental en el transporte de la especie electroactiva; la migración y la convección se minimizan por la adición de un exceso de electrolito soporte y evitando el movimiento de agitación y gradientes de temperatura.

Existen diferentes métodos de voltametría: por onda cuadrada, barrido lineal, cíclica, etc... [171]. En nuestro caso, para evaluar los microelectrodos fabricados, se ha utilizado la voltametría cíclica, que se detalla a continuación.

- Voltametría cíclica

La voltametría cíclica es una de las técnicas analíticas más comunes para la caracterización del comportamiento de microelectrodos. Esta técnica se basa en la variación lineal de un potencial aplicado al electrodo de trabajo, a la vez que se mide la



corriente eléctrica. Los parámetros más importantes en una voltametría cíclica son los picos de potencial anódicos,  $E_{pa}$ , y catódicos,  $E_{pc}$ , así como, sus picos de corriente,  $I_{pa}$  y  $I_{pc}$ .

El potencial se varía linealmente desde  $E_o$  hasta  $E_f$ , cuando se ha alcanzado este valor el sentido de barrido se invierte y el potencial vuelve a su valor original  $E_o$ , tal y como muestra la Figura 139-a, este ciclo de excitación puede ser repetido cuantas veces lo requiera el experimento. Los potenciales a los que tiene lugar la inversión se llaman potenciales de cambio. El intervalo de potenciales de cambio elegido para un experimento dado, es aquel en el que tiene lugar la oxidación o reducción controlada por difusión de una o más especies. Dependiendo del tipo de estudio, la dirección del barrido inicial puede ser negativa o positiva.

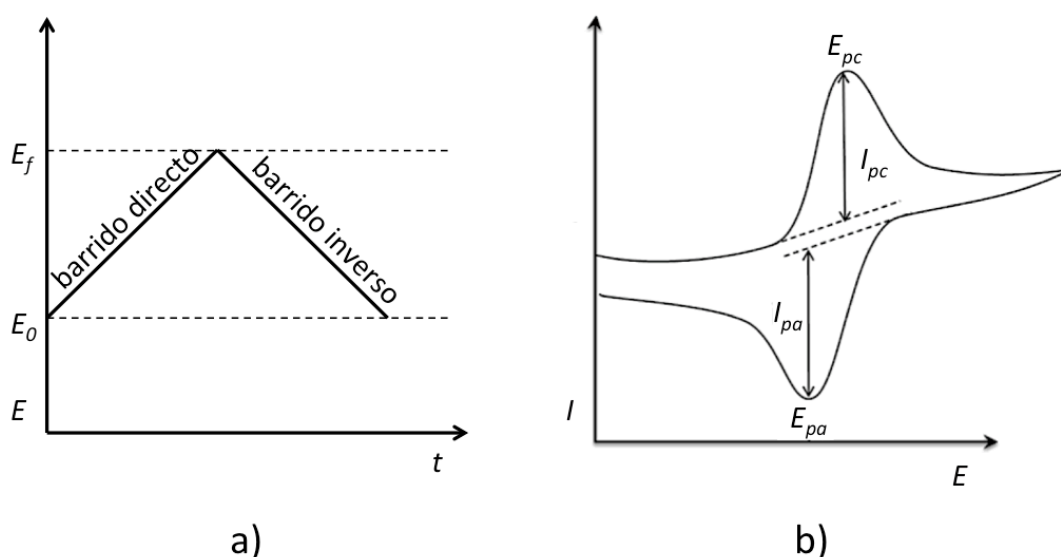


Figura 139. Representación típica de una voltametría cíclica. a) Potencial en función del tiempo. B) Corriente en función del potencial.

La Figura 139-b muestra la respuesta típica para una voltametría cíclica para un sistema reversible, que es el que se ha utilizado durante este trabajo, en la cual se indican los distintos parámetros que nos pueden dar información acerca del proceso:  $E_{pa}$ ,  $E_{pc}$ ,  $I_{pa}$  y  $I_{pc}$ . En este caso, los picos de corriente catódico y anódico son iguales, siendo la proporción  $I_{pa}/I_{pc} = 1$ . La dependencia de la corriente pico con la velocidad de barrido viene dada por la ecuación (95) de Randles-Sevcik [171].

$$I_p = 2.69 \cdot 10^{-5} n^{3/2} A D^{1/2} V^{1/2} C \quad (95)$$

Siendo  $I_p$  la densidad de corriente pico,  $n$  el número de electrones envueltos en la reacción redox,  $A$  el área del electrodo de trabajo,  $D$  el coeficiente de difusión,  $V$  la velocidad de barrido y  $C$  la concentración de la especie electroactiva en el electrodo. Como podemos ver la densidad de corriente pico es proporcional a: la concentración de la especie electroactiva, la raíz cuadrada de la velocidad de barrido y al coeficiente de difusión.

### 6.3.2.1. Microelectrodos para detección electroquímica

La miniaturización es una tendencia creciente en el campo de la química analítica, no sólo en los dispositivos de separación, sino también en los sistemas de detección. Los microelectrodos, se definen comúnmente como electrodos que tienen al menos una dimensión (espesor, ancho o radio) entre 0.1 y 50  $\mu\text{m}$  [172]. Las formas geométricas más comunes son: discos, esferas, semiesferas, anillos o bandas y, en general, se pueden clasificar en dos grupos: microelectrodos individuales o varios microelectrodos (*array*) [173].

La disminución del tamaño en los electrodos genera las siguientes ventajas:

- Los microelectrodos exhiben una mejora en la relación señal-ruido y una mayor sensibilidad que los macroelectrodos.
- Posibilidad de trabajar con soluciones con una alta resistencia.
- Respuesta rápida en el tiempo.
- Para el caso de microelectrodos de *array* se incrementa la intensidad de corriente.
- Son muy económicos, necesita volúmenes pequeños y son fácil de transportar.

Uno de los principales retos en dispositivos analíticos miniaturizados es la colocación correcta del sistema de detección [174]. El diseño del detector electroquímico es muy importante para evitar interferencias entre el voltaje de la electroforesis y el potencial de la detección. Se han descrito tres configuraciones, que se muestran en la Figura 140, dependiendo de la posición del electrodo de trabajo,

para poder emplear la detección electroquímica con un sistema de electroforesis capilar [175,176]:

- *End-channel*: el electrodo de trabajo se encuentra justo a unas micras de la salida del canal de separación.
- *In-channel*: en esta configuración el electrodo de trabajo se encuentra en el interior del canal de separación, de modo que los analitos migran sobre su superficie.
- *Off-channel*: en esta configuración se emplea un desacoplador situado antes del electrodo de trabajo, que permite aislarlo totalmente del voltaje de la electroforesis. En este caso, el electrodo de trabajo está en el interior del canal de separación pero fuera de la parte del canal en la que tiene lugar el procedimiento electroforético.

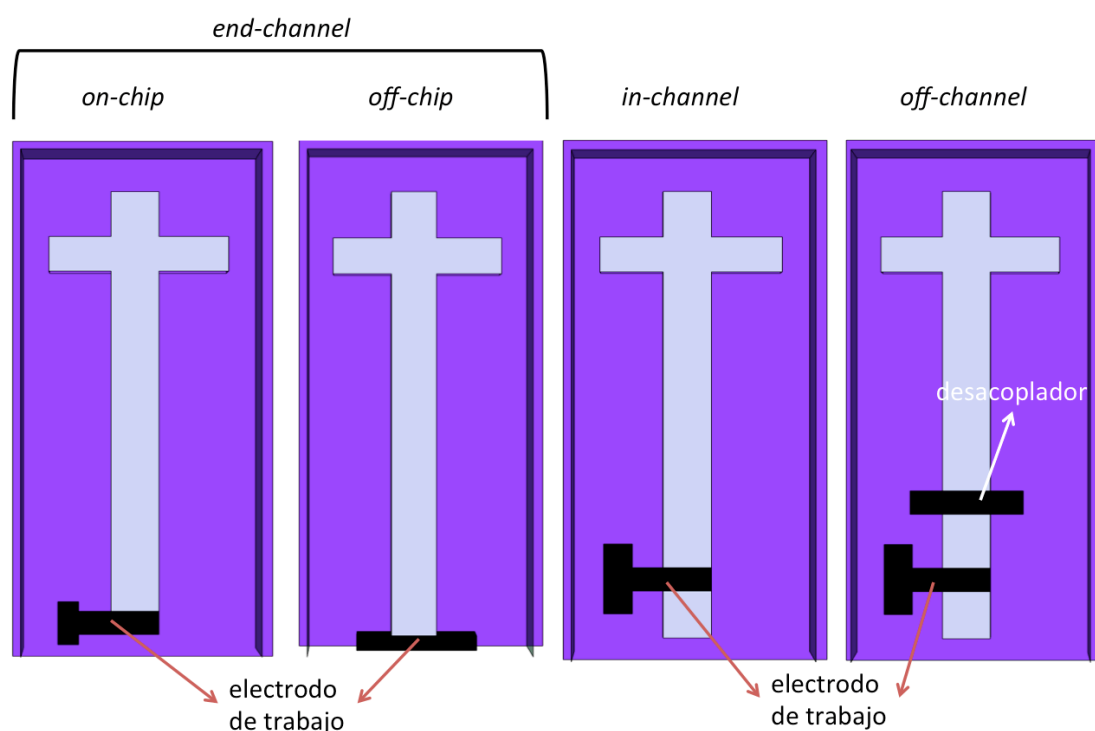


Figura 140. Configuraciones del detector amperométrico en los MECs.

Lo diferentes tipos de alineamiento han permitido integrar distintos tipos de electrodos de diversos materiales, los cuales presentan diferentes prestaciones, dependiendo del analito objeto de análisis. Se han empleado diversos metales como material electródico: oro [177], platino [178], cobre [179], plata [180], níquel [181] y

paladio [182], siendo los dos primero (Au y Pt) los más usados. Además de este tipo de materiales, debido a que producen poco ruido, pueden trabajar en intervalos de potencia amplios y se contaminan muy poco, también existe la posibilidad de fabricar microelectrodos de carbono en sus diferentes configuraciones. En este capítulo, nos hemos centrado en la fabricación de microelectrodo de carbono, estudiando diferentes configuraciones: pasta de carbono, carbono evaporado o nanotubos de carbono (CNTs). También se presenta una nueva alternativa con un material de última generación, como es el grafeno.

### **6.3.3. Fabricación de MEC**

Así como el diseño y evaluación de MEC se realizó en el laboratorio de Inmuno electroanálisis, el proceso de fabricación se llevó a cabo en su mayoría en el Laboratorio de Óptica Integrada. En el año 2004 se comenzaron a fabricar MECs en el LOI y, gracias a la experiencia adquirida en este ámbito, en la actualidad se continúa con la optimización del proceso para mejorar el rendimiento de los MECs fabricados. En este trabajo, nos hemos centrado en optimizar el sistema de microfluídica, así como, el sistema de detección empleando microelectrodos de carbono.

En la Figura 141 se esquematiza el dispositivo final que se ha fabricado. El MEC está formado básicamente por dos sistemas: uno de ellos está formado por dos microcanales en forma de cruz implementados en PDMS; y otro formado por un vidrio, que se utiliza para sellar el microcanal en PDMS, en el que se integra un microelectrodo de carbono. Para alcanzar este objetivo, ha sido fundamental el estudio realizado en capítulos anteriores de técnicas de micrograbado, tanto en vidrio como en PDMS.

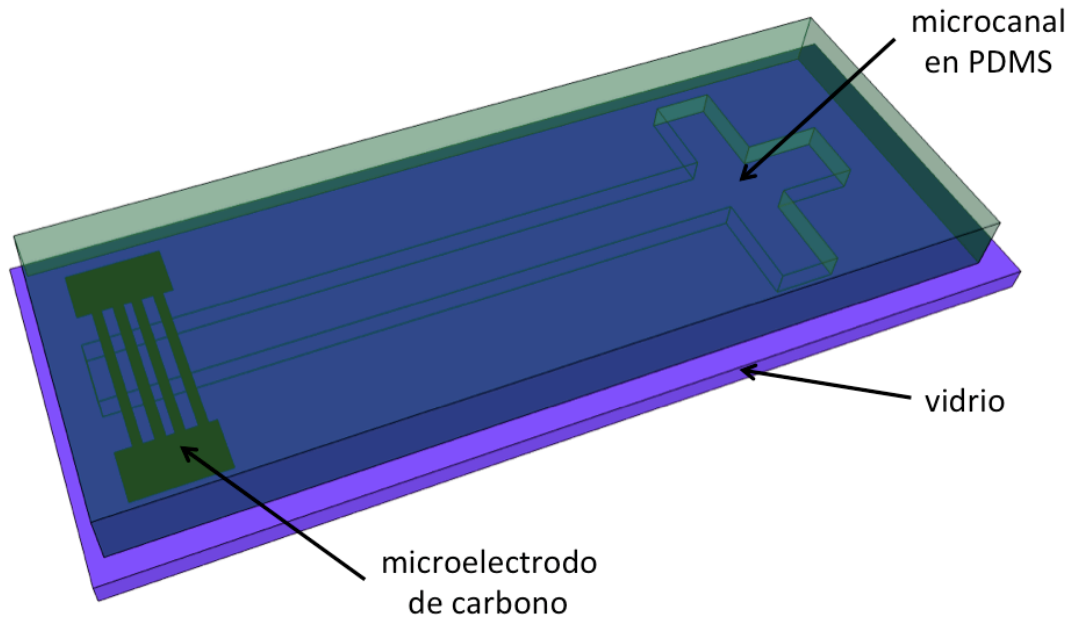


Figura 141. Microchip de electroforesis capilar fabricado con PMDS y microelectrodos de carbono.

A continuación se detalla el proceso de fabricación del sistema de microfluídica y de los microelectrodos de carbono.

### 6.3.3.1. Microfluídica

Los microcanales de un MEC pueden fabricarse en vidrio o polímero. La necesidad de implementar microcanales de polímero PDMS en MECs, se debe principalmente a que con este tipo de material, es posible reutilizar la tapa que sella el microcanal, en el cual está integrado el sistema de detección. Como ya comentamos en el capítulo anterior, el PDMS tiene la propiedad de adherirse al vidrio aplicando una ligera presión entre ambos materiales, pudiendo retirar el PDMS en cualquier momento sin afectar el sistema de detección integrado en el vidrio. Además, una vez que se ha fabricado el micromolde, es fácil hacer una réplica del mismo utilizando el PDMS, pudiendo reutilizarse el micromolde hasta que se deteriore.

En la Figura 142 se esquematiza el sistema de microfluídica diseñado en el LI. Para transferir este diseño al PDMS, se ha seguido el siguiente protocolo:

1. Fabricación de la máscara metálica utilizando el sistema de escritura láser, tal y como se explicó en la sección 4.2.2.2.
2. Fabricación del micromolde sobre un sustrato de vidrio con la fotoresina AZ 125nXT, como se detalla en la sección 5.2.1.2.

3. Transferencia del micromolde maestro sobre PDMS. Para ello se ha seguido el protocolo descrito en la sección 5.2.2.

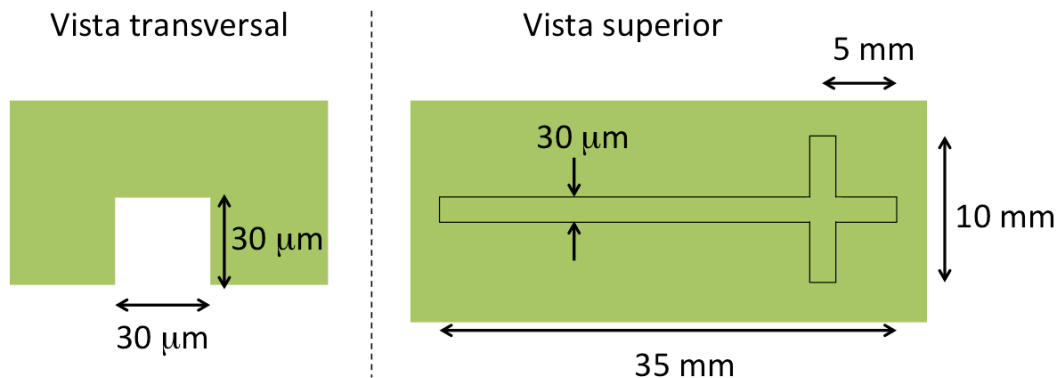


Figura 142. Esquema del sistema de microfluídica para MEC que se ha fabricado.

En la Figura 103 del capítulo anterior, se pueden ver los resultados obtenidos para esta disposición.

### 6.3.3.2. Microelectrodos de carbono

Como se observa en la Figura 141, la integración del microelectrodo de carbono se realiza en la tapa de vidrio que sella el microcanal de PDMS y, además, tiene que posicionarse al final del microcanal de separación. De esta forma, se obtiene un sistema de detección electroquímica *end-channel on-chip*.

En la Figura 143 se esquematiza el microelectrodo de carbono diseñado por el LI. Está formado por arrays de carbono unidos entre sí en sus extremos para facilitar la conexión al sistema de medida. Al tratarse de un diseño inicial, durante el proceso de fabricación, el número de *arrays* es arbitrario. De la misma forma, al tratarse del primer prototipo de microelectrodos de carbono que se fabrican en el LOI, la anchura de cada *array*, así como, la separación entre ellos, no se ha optimizado todavía. Como se muestra en la Figura 143, un valor ideal para estos parámetros es 20  $\mu\text{m}$  de anchura y 20  $\mu\text{m}$  de separación, quedando como futuro trabajo, entre otras cosas, la optimización de estas dimensiones.

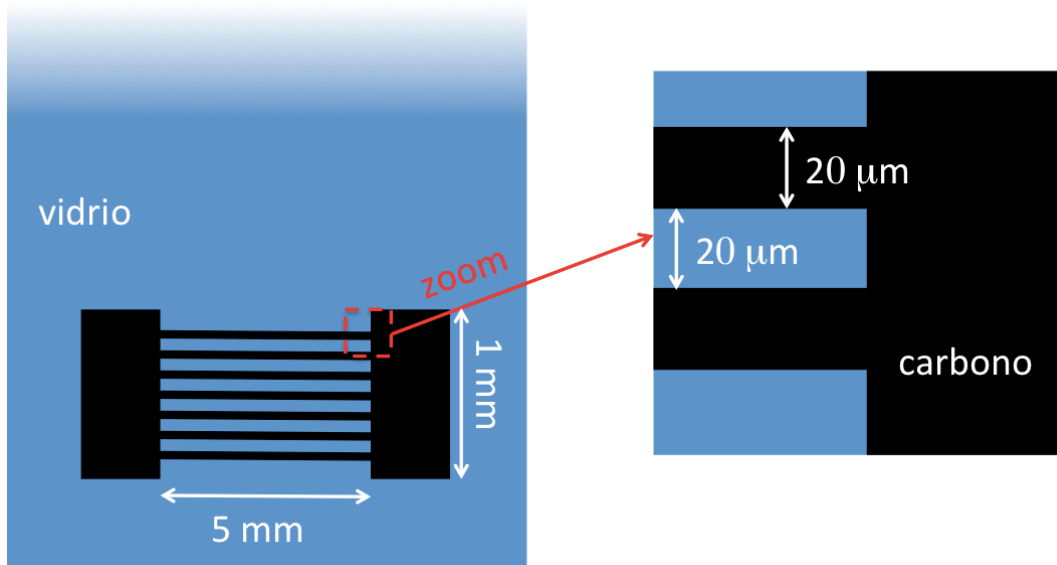


Figura 143. Vista superior de un esquema básico de un microelectrodo de carbono.

Para la fabricación de este tipo de microelectrodo, se han seleccionado tres configuraciones diferentes de carbono: pasta de carbono, carbono evaporado y nanotubos de carbono (NTCs). También se presenta una nueva alternativa para fabricar microelectrodos con grafeno.

Por otro lado, se ha trabajado con configuraciones diferentes de microelectrodos: superficiales y embebidos. En la Figura 144 se esquematizan ambas configuraciones. En los microelectrodos superficiales el carbono, Figura 144-a se deposita directamente sobre el sustrato de vidrio, mientras que en los microelectrodos embebidos, Figura 144-b, el carbono se integra dentro del vidrio utilizando técnicas de micrograbado.

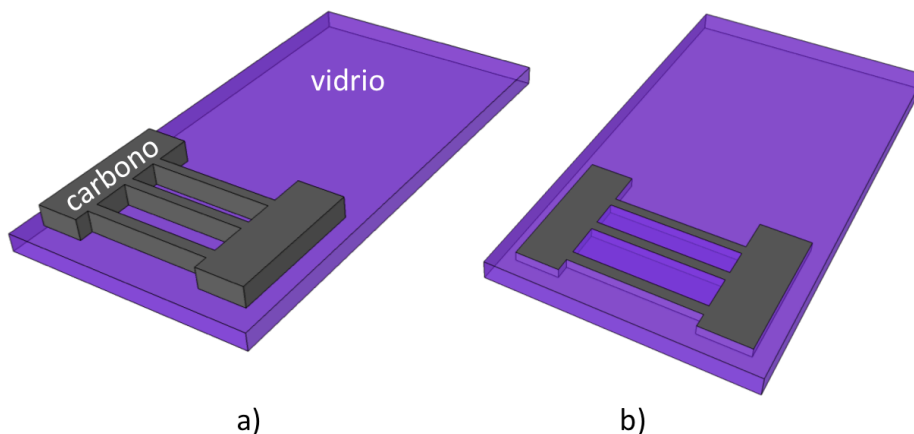


Figura 144. Esquema de un microelectrodo de carbono. a) Superficial. b) Embebido.

A continuación se detallan los procesos de fabricación para cada configuración de carbono.

#### 6.3.3.2.1. *Pasta de carbono*

Con esta configuración de carbono se han estudiado microelectrodos de carbono embebidos. El protocolo de fabricación, que se detalla en la Figura 145, es análogo al descrito en el capítulo 4 para la fabricación de GOCPEV. La única diferencia reside en la deposición de la pasta de carbono, Figura 145-f, que se realizó utilizando un pincel y, además, en el pulido de la superficie, que para el caso de GOCPEV no era necesario hacerlo.

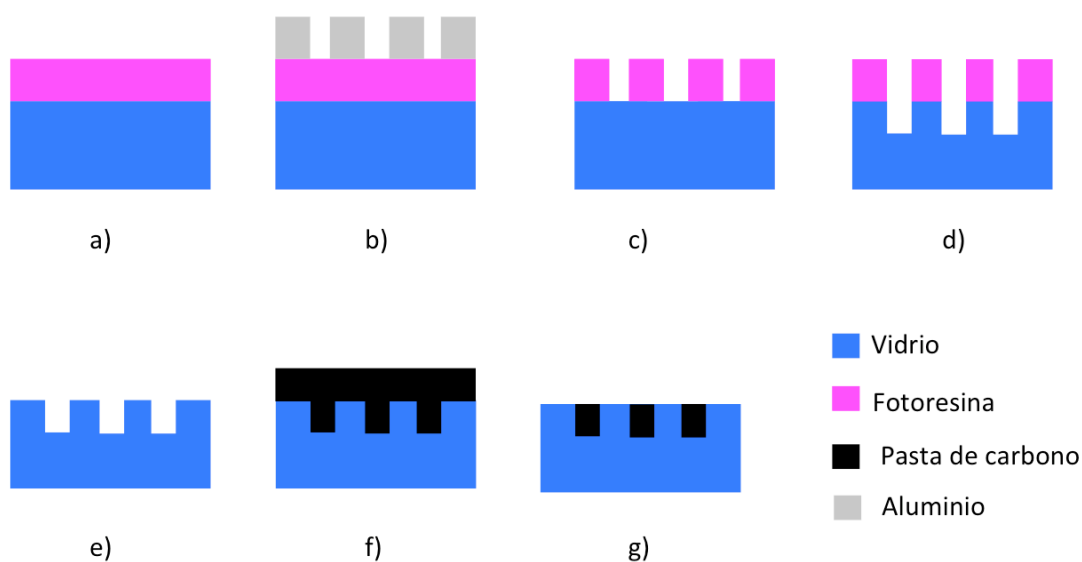


Figura 145. Protocolo de fabricación de un microelectrodo de carbono embebido. a) Depósito de fotoresina. b) Exposición a luz UV con una máscara de aluminio. c) Revelado y recocido de la fotoresina. d) Grabado del vidrio. e) Elimina la fotoresina. f) Depósito de la pasta de carbono. g) Pulido de la superficie.

Para comenzar el proceso de fabricación, el primer paso consistió en la elaboración de una máscara metálica. En la Figura 146 se detalla el protocolo de fabricación de la máscara. Para conseguir la configuración que se muestra en la Figura 143, se ha tenido que fabricar la máscara en dos etapas:

1. Transferencia de los *arrays* a la fotoresina utilizando el sistema de escritura láser, tal y como muestra la Figura 146-a.
2. Se ha impreso el diseño que se muestra en la Figura 146-b en una lámina transparente utilizando una impresora convencional. Posteriormente, se utilizó la máscara impresa para realizar la exposición



UV sobre la máscara fabricada mediante escritura láser, tal y como muestra la Figura 146-c. Finalmente, se reveló la fotoresina, se grabó el aluminio y se retiró la fotoresina siguiendo el protocolo, ya conocido, de fabricación de máscaras metálicas.

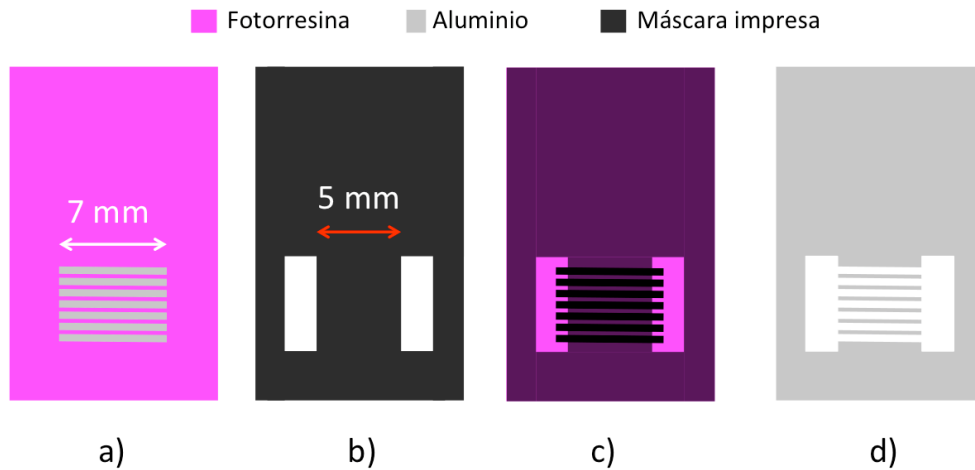


Figura 146. Protocolo de fabricación de una máscara metálica para microelectrodos de carbono. a) Máscara fabricada mediante escritura láser. b) Máscara fabricada imprimiendo el diseño sobre una lámina transparente. c) Superposición de ambas máscaras para hacer exposición UV y revelado. d) Máscara metálica final.

En la Figura 147, se muestra un ejemplo de una máscara metálica fabricada. Se han fabricado una gran variedad de máscaras con diferentes anchuras de *arrays*, así como, con diferentes separación entre ellos. Hay que destacar el hecho, de que este tipo de máscaras se han utilizado para todas las configuraciones de carbono estudiadas.

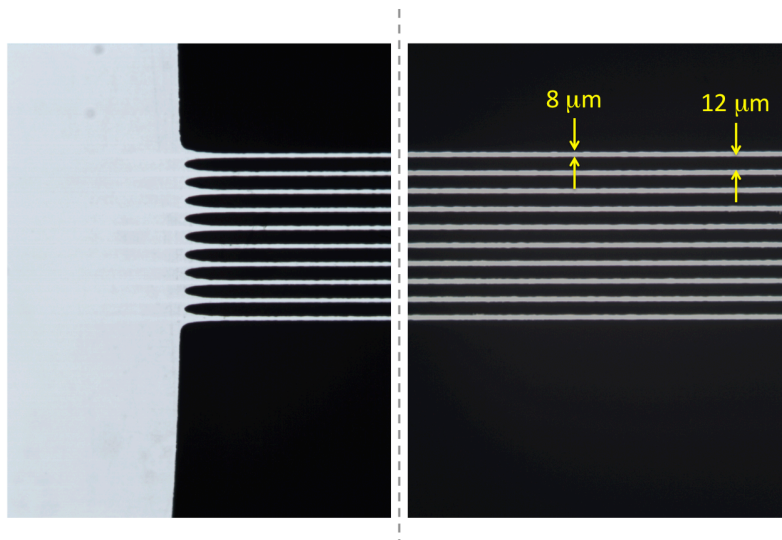


Figura 147. Fotografía tomada con un microscopio óptico de una máscara metálica para fabricar microelectrodos de carbono.

Una vez que se ha elaborado la máscara, se continuó con el protocolo de fabricación descrito en la Figura 145. La Figura 148 muestra la evaluación de los microcanales grabados en el vidrio soda-lime antes de depositar el carbono sobre ellos.

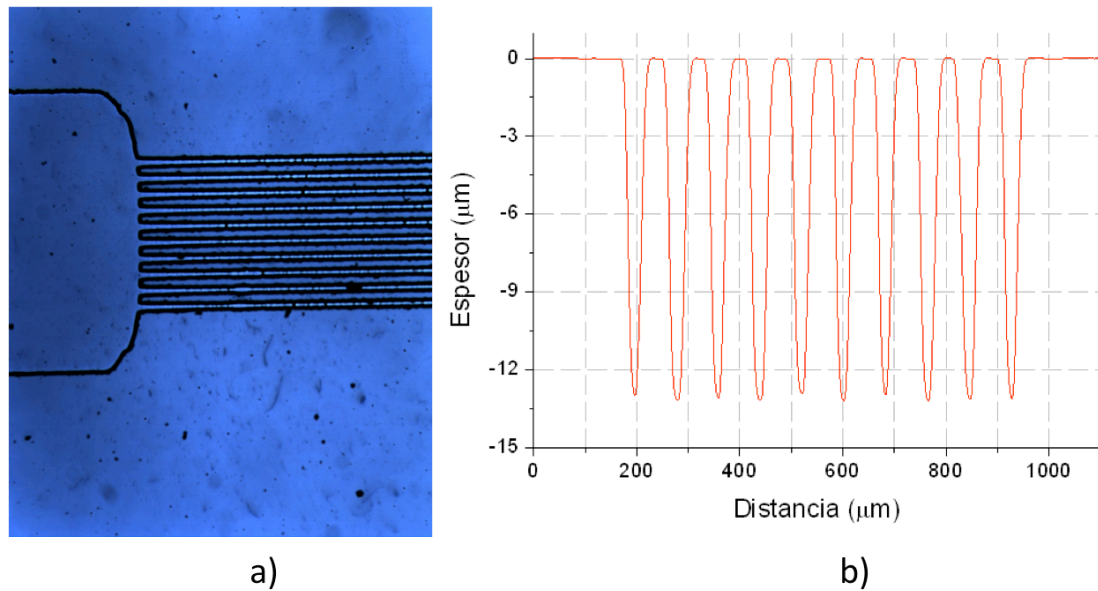


Figura 148. a) Fotografía tomada con el microscopio óptico, y un aumento 40x, de los microcanales grabados sobre vidrio soda-lime. b) Evaluación de la profundidad de los microcanales utilizando un perfilómetro.



Figura 149. Fotografía tomada con un microscopio óptico, y un aumento 100x, de un microelectrodo de carbono embebido, fabricado con pasta de carbono sobre vidrio soda-lime.

La pasta de carbono empleada para este tipo de microelectrodos ha sido la disolución comercial Aquadag E [183] diluida en agua. Una vez depositado el carbono

sobre los microcanales que se muestran en la Figura 148 utilizando un pincel, se ha pulido manualmente la superficie del dispositivo. En la Figura 149 se muestra el resultado final de un microelectrodo fabricado con pasta de carbono, para su aplicación en detección electroquímica.

### 6.3.3.2.2. Carbono evaporado

Los microelectrodos fabricados con carbono evaporado, tienen un configuración como la que se muestra en la Figura 144-a, es decir, superficial. El protocolo de fabricación de este tipo de microelectrodos se esquematiza en la Figura 150. Las tres primeras etapas del proceso son análogas a las del proceso de fabricación de microelectrodos embebidos. En este caso, al colocar los microelectrodos sobre el sustrato, no será necesario hacer un grabado del vidrio. Una vez que se han abierto las ventanas en la fotoresina, se evaporó una fina capa de carbono sobre toda la muestra. Para ello, se utilizó la misma evaporadora que se ha empleado para depositar aluminio para fabricar máscaras metálicas. Por último, introduce la muestra en un baño de acetona para retirar la fotoresina (*lift-off*), quedando de esta manera adherido al vidrio solamente el carbono evaporado.

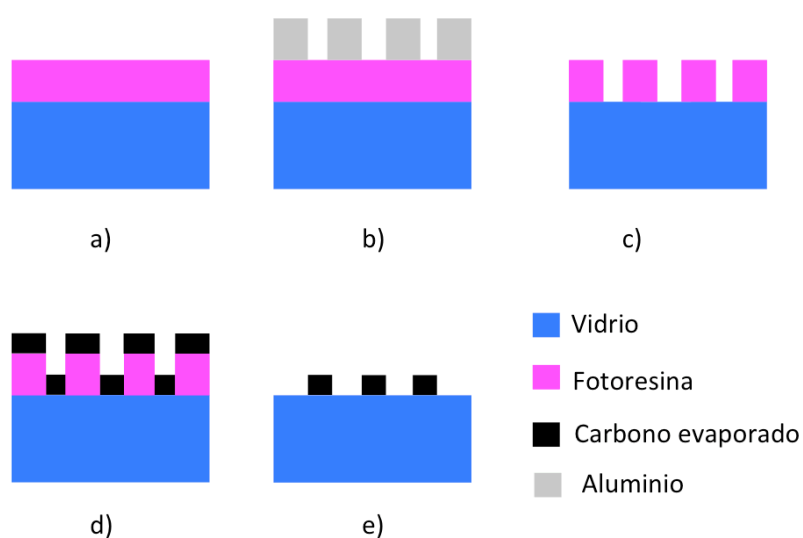


Figura 150. Protocolo de fabricación de un microelectrodo de carbono superficial. a) Depósito de fotoresina. b) Exposición a luz UV con una máscara de aluminio. c) Revelado y recocido de la fotoresina. d) Depósito del carbono. e) Eliminación de la fotoresina o *lift-off*.

Como se puede observar en la Figura 151, para esta configuración se obtuvieron *arrays* de carbono mucho mejor definidos que para el caso de microelectrodo embebidos.

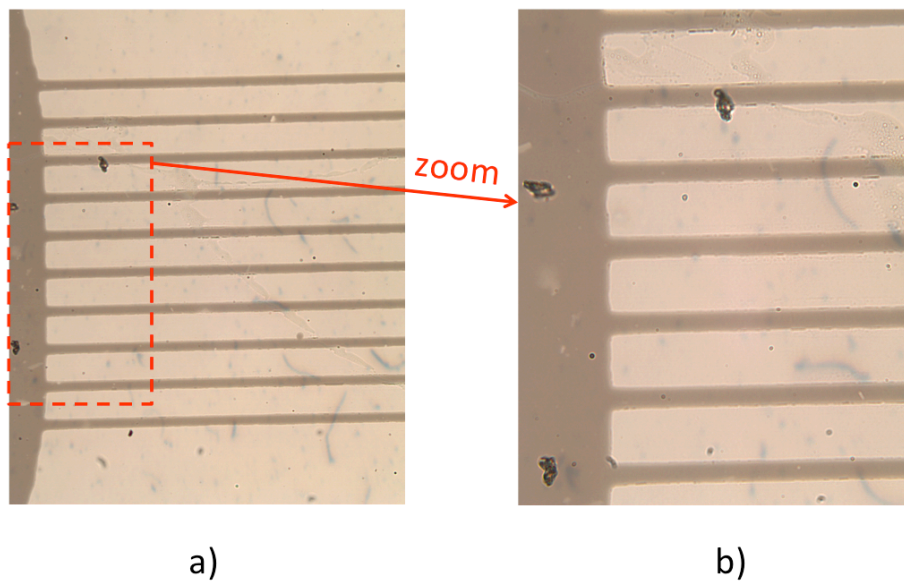


Figura 151. Fotografía con un microscopio óptico de un microelectrodo de carbono superficial de carbono evaporado. a) con un aumento 40x. b) con un aumento 200x.

Otra de las características esenciales que debe cumplir un microelectrodo, para detección electroquímica, es que debe tener una buena adherencia al sustrato. Para este tipo de configuración se observó que el carbono se levantaba fácilmente del sustrato, por lo que se despreció este tipo de diseño [184].

#### 6.3.3.2.3. Nanotubos de carbono

Con este tipo de carbono, se han fabricado microelectrodos superficiales. Para ello, se han empleado dos metodologías diferentes: una para microelectrodos ordenados o *forest*, Figura 152-a y otra para microelectrodos desordenados o *spaguetti*, Figura 152-b.

El protocolo de fabricación para este tipo de microelectrodos de carbono es análogo al del carbono evaporado. La única diferencia reside en la deposición del carbono. Para llevar a cabo esta configuración, se ha comenzado una colaboración con el instituto ITMA de Asturias, siendo éste un centro especializado en la deposición de nanotubos de carbono. Con lo cual, la principal labor del LOI para esta configuración ha sido la fabricación de máscaras de fotoresina sobre vidrio, como muestra la Figura 150-c. Hay que destacar el hecho de que durante el proceso de deposición de nanotubos de carbono, hay que someter a la muestra a temperaturas muy elevadas ( $750^{\circ}\text{C}$ ). Por ello, para estos dispositivos no se ha podido utilizar el vidrio común soda-lime, con una

temperatura de fusión entorno a 500°C, sino que se ha empleado el vidrio tipo Corning, cuya temperatura de fusión está próxima a 900°C.

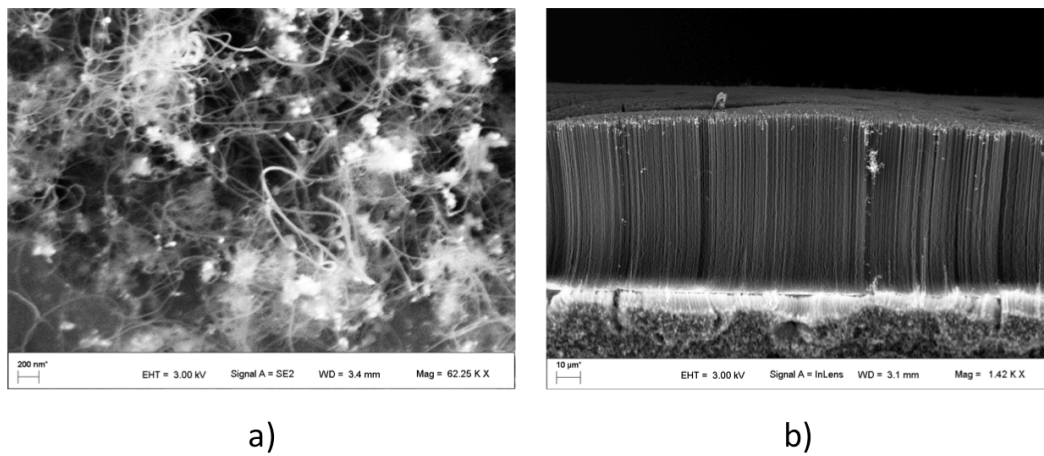


Figura 152. Imagen SEM de nanotubos de carbono. a) desordenados o spaghetti. B) ordenados o forest.

En cuanto a la deposición de nanotubos de carbono, hay que diferenciar el proceso de fabricación de máscaras de fotoresina para nanotubos de carbono ordenados y desordenados. Para el primer caso, puede utilizarse un proceso de litografía común con cualquier tipo de fotoresina, como muestra la Figura 153-a. Para el caso de nanotubos de carbono desordenados, durante el proceso de deposición, la muestra es sumergida en un baño de propanol, lo que provoca la eliminación de la mayoría de las fotoresinas. Por ello, se ha buscado un fotoresina que aguantase una inmersión en propanol, encontrando el PMMA como una excelente solución. La resina PMMA se sensibiliza utilizando luz ultravioleta profunda (*Deep UV*) o bien hay que acudir a litografía por haz de electrones (*e-beam*). En el LOI no se dispone de ninguna de estas herramientas, con lo cual, se acudió al edificio de servicios comunes “Severo Ochoa” de la Universidad de Oviedo para realizar la sensibilización del PMMA con el *e-beam*, tal y como muestra la Figura 153-b.

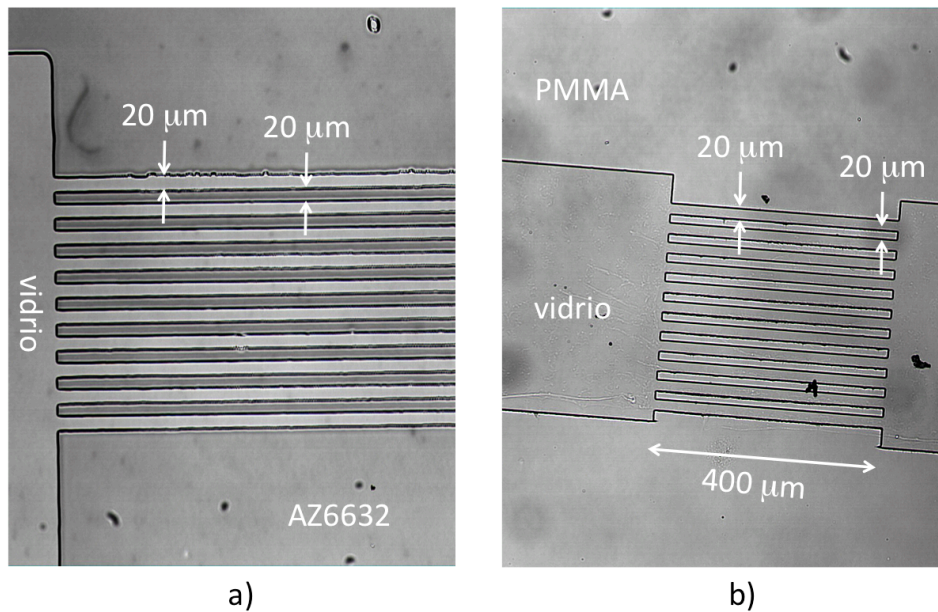


Figura 153. Máscara realizadas en fotoresina para depositar sobre ella nanotubos de carbono. a) para nanotubos ordenados. b) para nanotubos desordenados.

Con el *e-beam*, se consiguen unas dimensiones de anchura del *array* mucho menores que con la litografía UV que se utilizó hasta el momento. Éste hecho, puede parecer una gran ventaja en cuanto a la miniaturización del dispositivo, pero a su vez también condiciona el área de trabajo a solamente  $500\ \mu\text{m} \times 500\ \mu\text{m}$ , lo que dificulta el alineamiento del microelectrodo sobre el microcanal de separación y, además, disminuye la zona de conexión, dificultando así la medida de la intensidad.

Una vez que ha sido fabricada la máscara en fotoresina en el LOI se ha enviado la muestra al ITMA para que depositen los nanotubos de carbono y eliminen la fotoresina. Por último, el microelectrodo de carbono se envía al LI, para hacer allí la caracterización del dispositivo. Para obtener detalles sobre el proceso de deposición de nanotubos de carbono y de caracterización del microelectrodo de carbono se puede acudir a la bibliografía [185].

#### 6.3.3.2.4. Grafeno

La aparición de nuevos materiales, como es el caso del grafeno, aporta mayor versatilidad a la fabricación de microelectrodos para detección electroquímica. En este caso, se presenta una novedosa alternativa que engloba este material de última generación. El protocolo de fabricación de microelectrodos superficiales de grafeno se esquematiza en la Figura 154.

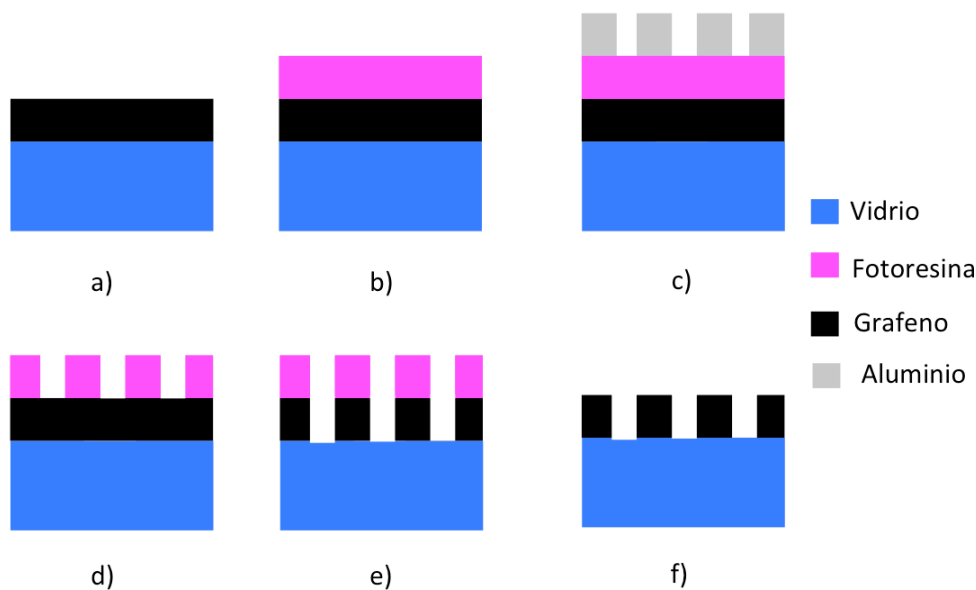


Figura 154. Protocolo de fabricación de un microelectrodo de carbono superficial de grafeno. a) Deposición de grafeno. b) Deposición de fotoresina. c) Exposición a luz UV con una máscara de aluminio. d) Revelado de la fotoresina. e) Eliminación del grafeno mediante plasma de oxígeno. f) Eliminación de la fotoresina.

Para llevar a cabo este nuevo diseño, es esencial continuar la colaboración con el ITMA, ya que en este instituto se está optimizando en la actualidad el proceso de deposición de grafeno sobre sustrato. De esta manera, el ITMA enviaría un sustrato con una capa de grafeno, Figura 154-a, al LOI. La labor a realizar en el LOI, consistirá en la fabricación de la máscara metálica mediante el sistema de escritura láser y la transferencia del diseño a la fotoresina, Figura 154-b-c-d. A continuación, se le enviaría la muestra de nuevo al ITMA, para meter la muestra en un plasma de oxígeno, y eliminar así el grafeno que se encuentra descubierto. Por último se retiraría la fotoresina y se enviaría la muestra al LI para evaluar el dispositivo.

La Figura 155, muestra las primeras pruebas que se han realizado para este novedoso diseño.

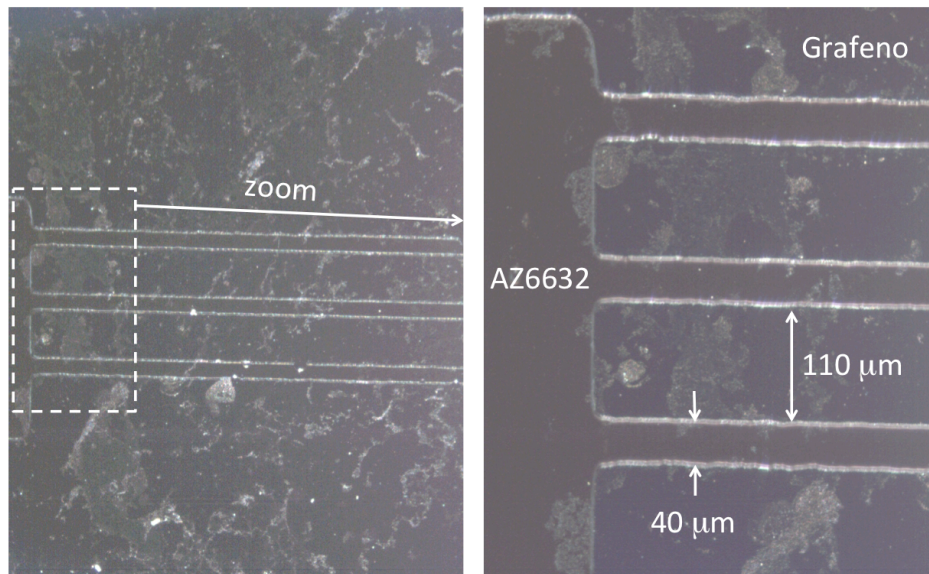


Figura 155. Fotografía tomada con un microscopio óptico de una máscara de fotoresina AZ6632 sobre grafeno.



## CONCLUSIONES Y FUTURAS LÍNEAS DE TRABAJO

---

- Conclusiones / Conclusions

En el primer capítulo, con el objeto de determinar de una manera precisa el índice de refracción y el espesor de capas poliméricas, que formen el núcleo de guías ópticas planas de salto, se ha propuesto una modelización teórica basada en la formulación LSM y LSE. Para obtener de una manera rápida y precisa el valor del índice de refracción y del espesor del polímero, se ha implementado esta modelización teórica en un algoritmo en Matlab. Para calcular los dos parámetros estudiados, solamente será necesario conocer el valor del índice efectivo de cada modo guiado. Utilizando el programa comercial OlympIOs, se ha verificado el correcto funcionamiento del algoritmo computacionado en Matlab. De esta manera, se ha demostrado que la formulación teórica basada en la formulación LSM y LSE es una excelente alternativa para calcular el índice de refracción y el espesor del núcleo de guías ópticas planas poliméricas monomodo y multimodo.

En el segundo capítulo se han diseñado, fabricado y caracterizado guías ópticas planas poliméricas monomodo y multimodo, utilizando como sustrato vidrio soda-lime y borofloat®33 y como núcleo de las guías los polímeros NOA 61 y PMMA. De esta manera se ha podido valorar la eficiencia del modelo teórico expuesto en el primer capítulo. Para diseñar las guías ópticas planas poliméricas se ha utilizado el programa comercial OlympIOs. Se ha evaluado el espesor de la capa polimérica que asegure un comportamiento en régimen monomodo para este tipo de guías ópticas. Utilizando la técnica de *spin-coating* como herramienta de deposición se han fabricado varias guías ópticas planas poliméricas monomodo y multimodo. Para evaluar el índice efectivo de cada modo guiado, se ha utilizado la técnica de acoplo de luz por prisma. Con la ayuda del algoritmo implementado en Matlab, se ha obtenido el valor del índice de refracción y del espesor del núcleo de las guías ópticas planas poliméricas fabricadas. Se ha comparado el valor del espesor calculado por medio del algoritmo, con el valor real evaluado con un perfilómetro.

En el tercer capítulo se han diseñado, fabricado y caracterizado guías ópticas canal poliméricas embebidas en vidrio (GOCPEV) monomodo y multimodo. Para el diseño, ha sido de gran importancia conocer de una manera precisa el valor del índice

de refracción y del espesor de los polímeros utilizados, ya que se emplearon estos valores en el programa de simulación OlympIOs. Con la ayuda del programa OlympIOs, se han evaluado las dimensiones geométricas que aseguran régimen monomodo y multimodo en GOCPEVs. En cuanto a la fabricación, se ha utilizado el sistema de escritura laser implementado en el LOI, para transmitir el patrón obtenido en la simulación a una máscara metálica patrón. Con la ayuda de técnicas de micrograbado, se han transferido los patrones de las máscaras metálicas a sustrato vítreos. Se han optimizado procesos de corte, pulido, grabado húmedo de vidrio y de deposición de polímeros para caracterizar las GOCPEVs empleando la técnica de acoplo de luz por el extremo.

En el cuarto capítulo se ha propuesto un biosensor óptico de campo evanescente por IMZ, utilizando GOCPEV y un nuevo sistema de microfluídica. Se ha optimizado el proceso de fabricación de micromoldes sobre sustratos vítreos, utilizando técnicas de litografía láser, para su aplicación en el micrograbado del polímero PDMS. Con la ayuda de los conocimientos adquiridos en el capítulo anterior, se han diseñado y fabricado biosensores ópticos de campo evanescente por IMZ. Una vez fabricado el IMZ con GOCPEV, y el microcanal en PDMS se ha ensamblado ambos sistemas.

En el quinto capítulo se ha continuado la línea de investigación de biosensores electroquímicos con MEC que se inició en el año 2004. Se ha implementado el proceso de fabricación de microcanales en PDMS, que se ha optimizado en el capítulo anterior, para su aplicación en MEC. También se ha desarrollado un nuevo método de detección electroquímica en MECs: los microelectrodos de carbono. Se han diseñado, fabricado y caracterizado electrodos con dos configuraciones diferentes: superficial y embebidos en vidrio. Además, el carbono se presenta en una gran variedad de formas, por lo que se ha comprobado la viabilidad de fabricar los microelectrodos con: pasta de carbono, carbono evaporado, nanotubos de carbono y grafeno.

In the first chapter, in order to determine with accuracy the refractive index and thickness of polymeric layers from the core of planar step optical waveguides has been proposed a theoretical modeling based on LSE and LSM formulation. To obtain a fast and accurate value of the refractive index and thickness of the polymer, this theoretical modeling has been implemented in an algorithm in Matlab. To calculate the two parameters, there is necessary just to know the value of the effective index of each guided mode. The proper operating of the algorithm computed in Matlab has been verified by using the commercial program OlympIOs. Thus, it has been shown that the theoretical formulation based on LSE and LSM formulation is an excellent alternative for calculating the refractive index and the thickness of the core of monomode and multimode planar polymeric optical waveguides.

In the second chapter monomode and multimode planar polymeric optical waveguides has been designed, fabricated and characterized by using soda-lime glass and Borofloat®33 as substrate and NOA 61 and PMMA polymers as the core of the waveguides. Thus, the efficiency of the theoretical modeling presented in the first chapter has been evaluated. The commercial program OlympIOs was used to design the polymer planar optical waveguides. The thickness of the polymeric layer to ensure monomode behavior for this kind of optical waveguides has been evaluated. Monomode and multimodo polymer planar optical waveguides have been fabricated by using the spin-coating technique as a deposition tool. The prism-coupling technique has been used to evaluate the effective index of each guided mode. The value of the refractive index and thickness of the polymeric core of the planar optical waveguides manufactured has been obtained with the algorithm implemented in Matlab. The value calculated by the algorithm and the real value evaluated with a profilometer of the thickness has been compared.

In the third chapter, monomode and multimode channel polymer optical waveguides embedded in glass (GOCPEV) have been designed, fabricated and characterized. For the design, it has been of great importance to know with accuracy the value of the refractive index and thickness of the polymers, as these values were used in the simulation program OlympIOs. To calculate the geometric dimensions of the GOCPEV which ensure monomode and multimode behaviour, the program

Olympios has been used. As for manufacturing, a lithography laser system implemented in the LOI has been used for transmitting the pattern obtained in the simulation to a metallic mask. To pattern the metallic mask on a vitreous substrates, microetching techniques has been employed. Processes of cutting, polishing, wet etching of glass and polymer deposition have been optimized to characterize GOCPEVs by using the end-coupling technique.

In the fourth chapter, an evanescent field optical biosensor by IMZ manufactured with GOCPEV and a new microfluidics system has been proposed. A micromold manufacturing process over glass substrates by using laser lithography techniques has been optimized, to applying it in microetching PDMS polymer. With the help of the knowledge acquired in the previous chapter, an evanescent field optical biosensors by IMZ has been designed and manufactured. The IMZ manufactured with GOCPEV and the microchannel in PDMS have been assembled.

In the fifth chapter the research of electrochemical biosensors with MEC that began in 2004 has been continued. A PDMS microchannels manufacturing process has been implemented, which was optimized in the previous chapter, to apply it in MEC. A new method of electrochemical detection in MECs has also developed: carbon microelectrodes. The microelectrodes has been designed, fabricated and characterized with two different configurations: surface and embedded in glass. Moreover, the carbon is present in a variety of ways, so it has been shown the possibility of manufacturing the microelectrodes with: carbon paste, carbon evaporated, carbon nanotubes and graphene.

- Futuras líneas de trabajo

Con el trabajo realizado en esta tesis, se ha iniciado una línea de investigación nueva en el LOI, con lo cual, las posibilidades de que se ofrecen de cara al futuro son muy amplias. Además, se continuará la colaboración existente entre el LOI y el LI en el ámbito de los MECs. A continuación, se detallan algunas tareas que podrían llevarse a cabo:

- Se puede valorar la posibilidad de diseñar, fabricar y caracterizar GOCPEV con diferentes materiales. En los últimos años, los polímeros están sufriendo una gran evolución. Por ello, la aparición de nuevos materiales, abre la puerta al estudio de diferentes GOCPEV de una manera sencilla y económica.
- Para mejorar la fabricación de microcanales, tanto para su aplicación en GOCPEV, como para microfluídica, sería interesante hacer un estudio detallado del micrograbado de vidrio utilizando el sistema RIE (grabado seco) disponible en el edificio de servicios comunes “Severo Ochoa” de la Universidad de Oviedo.
- Vistas las dificultades que aparecieron durante el pulido del extremo de la GOCPEV, se puede valorar la posibilidad de utilizar otro método de caracterización en el que no sea necesario el pulido. Otra alternativa, sería realizar un estudio detallado para optimizar el proceso de pulido de extremos de GOCPEV.
- En el ámbito del biosensado óptico, existen varias posibilidades que se pueden valorar: la optimización del biosensado por IMZ con nuevos diseños que minimicen las pérdidas de propagación y aumenten la sensibilidad del dispositivo, así como, el estudio de nuevos diseños en la microfluídica; o diseñar, fabricar y caracterizar otro tipo de biosensores ópticos, como por ejemplo, utilizando anillos resonantes o cristales fotónicos. El sistema de escritura láser disponible en el LOI, permite valorar cualquier tipo de diseño.
- En cuanto a los MECs, se optimizará el proceso de fabricación de microelectrodos de carbono para detección electroquímica. Para ello, la

utilización de nanotubos de carbono se ha visto que es la mejor alternativa. También se valora la posibilidad de incluir el grafeno en los nuevos diseños, como ya se ha visto en la memoria.

- La inclusión del grafeno en los nuevos diseños, a dado lugar a nuevas colaboraciones con el Instituto de Biotecnología de la Universidad de Oviedo. De esta forma, se valora la posibilidad de fabricar electrodos de grafeno para su aplicación en el estudio del comportamiento de neuronas.
- La creación reciente del grupo de investigación NBA (NanoBioAnalysis) en la Universidad de Oviedo, que incluye más de 40 investigadores de diferentes campos (química, física, biología o medicina), del que forma parte el LOI, abre la puerta a nuevas colaboraciones en el ámbito de la biosensado con diferentes laboratorios de la Universidad de Oviedo.





## CONTRIBUCIONES CIENTÍFICAS

---

En esta sección se enumeran las contribuciones científicas que han derivado del trabajo realizado.

- Publicaciones

1. Adrián FDEZ GAVELA, José RODRIGUEZ, “Fabricación y caracterización de guías ópticas poliméricas”, OPTOEL-09, 6ª Reunión Española de Optoelectrónica, ISBN: 978-84-692-3931-5, Volumen: Microóptica y óptica integrada, pp. 89-94, Julio (2009).
2. Adrián FDEZ GAVELA, José RODRIGUEZ, Miguel GARCÍA GRANDA, “Fabricación y caracterización de guías ópticas en NOA61”, URSI 2009, XXIV Simposium Nacional de la Unión Científica Internacional de Radio, ISBN: 978-84-8102-550-7, Vol. Fotónica y Comunicaciones Ópticas, pp. 276-276, Septiembre, (2009).
3. Adrián FDEZ GAVELA, José RODRIGUEZ, “Fabricación y caracterización de guías ópticas con un epoxi UV-curable”, Óptica pura y aplicada, Vol. 42, pp. 221-226, Diciembre, (2009).
4. Silvino José ANTUÑA, Adrián FDEZ GAVELA, Miguel GARCÍA, María RODRÍGUEZ, José RODRIGUEZ, “Fabricación de microelectrodos de carbono mediante litografía láser”, OPTOEL-11, 7ª Reunión Española de Optoelectrónica, ISBN: 978-84-86116-31-6, Vol. Fibra, comunicaciones y sensores, pp. S1-34, 1-6, Junio, (2011).
5. José RODRIGUEZ, Miguel GARCÍA, Adrián FDEZ GAVELA, Silvino José ANTUÑA, María RODRÍGUEZ, “Performance of Optical Planar Waveguides in Cascade: Application to Refraction Index Optical Sensors”, OPTOEL-11, 7ª Reunión Española de Optoelectrónica, ISBN: 978-84-86116-31-6, Vol. Óptica no lineal, Microóptica y Emisores, pp. S2-77, 1-6, Junio, (2011).
6. Silvino José ANTUÑA, Adrián FDEZ GAVELA, Miguel GARCÍA, María RODRÍGUEZ, José RODRIGUEZ, “Fabricación de microelectrodos de carbono. Aplicación a sensores electroquímicos”, URSI 2011, XXVI Simposium Nacional de la Unión Científica Internacional de Radio, ISBN: 978-84-933934-5-8, Vol. Sensores y componentes ópticos, Septiembre, (2011).
7. Adrián FDEZ GAVELA, Silvino José ANTUÑA, Miguel GARCÍA, María RODRÍGUEZ, José RODRIGUEZ, “Determination of thickness and refractive index of single-mode step-index optical waveguide using LSM and LSE formulation”, LAPC 2011, 2011 Loughborough Antennas & Propagation Conference, ISBN: 918-1-4577-1015-5, Noviembre, (2011).
8. Silvino José ANTUÑA, Adrián FDEZ GAVELA, Miguel GARCÍA, María RODRÍGUEZ, José RODRIGUEZ, “Manufacture of carbon microelectrodes by laser lithography

for electrochemical detection”, SPIE, Micro/Nanolithography, MEMS and MOEMS, Vol. 10 (4), pp. 043013-(1-5), Diciembre, (2011).

9. José RODRÍGUEZ, Miguel GARCÍA, Adrián FDEZ GAVELA, Silvino José ANTUÑA, María RODRÍGUEZ, Susana FERNÁNDEZ, “Electromagnetic waves scattering at interfaces between dielectric waveguides: A review on analysis and applications”, PIERS B, Progress in electromagnetics research B, Vol. 37, pp. 103-124, Enero, (2012).
10. Adrián FDEZ GAVELA, Silvino José ANTUÑA, Miguel GARCÍA, Isabel ÁLVAREZ, María Teresa FERNÁNDEZ, Agustín COSTA, María RODRÍGUEZ, José RODRÍGUEZ, “New theoretical proposal for planar optical waveguides characterization from effective indexes measurements”, URSI 2012, XXVII Simposium Nacional de la Unión Científica Internacional de Radio, ISBN: 978-84-695-4327-6, Vol. Fotónica y comunicaciones ópticas I, Septiembre, (2012).
11. Adrián FDEZ GAVELA, Silvino José ANTUÑA, Miguel GARCÍA, Isabel ÁLVAREZ, María Teresa FERNÁNDEZ, Agustín COSTA, María RODRÍGUEZ, José RODRÍGUEZ, “Refractive index and thickness evaluation of monomode and multimode step-index planar optical waveguides using longitudinal section magnetic (LSM) and longitudinal section electric (LSE) formulation”, PIERS B, Progress in electromagnetics research B, Vol. 46, pp. 213-231 , Enero, (2013).
12. Isabel ÁLVAREZ, Adrián FDEZ GAVELA, José RODRÍGUEZ, Nuria CAMPOS, A. Belén GARCÍA, David GÓMEZ, Agustín COSTA, María Teresa FERNÁNDEZ, “Electrochemical properties of spaghetti and forest like carbon nanotubes grown on glass substrates”, Sensors and Actuators B: Chemical, Vol. 192, pp. 253-260, Marzo, (2014).

- Congresos

1. Autores: Adrián Fdez Gavela, José RODRÍGUEZ  
Título: Fabricación y caracterización de guías ópticas poliméricas  
Tipo de participación: Coautor y Ponente  
Congreso: OPTOEL-09, 6ª Reunión Española de Optoelectrónica  
Publicación: Publicaciones Escuela Técnica Superior de Ingeniería, ISBN: 978-84-692-3931-5  
Celebración: Málaga / 15-17 Julio 2009
2. Autores: Adrián Fdez Gavela, José RODRÍGUEZ, Miguel García Granda  
Título: Fabricación y caracterización de guías ópticas en NOA61  
Tipo de participación: Coautor y Ponente  
Congreso: URSI 2009, XXIV Simposium Nacional de la Unión Científica Internacional de Radio  
Publicación: Publican, Ediciones de la Universidad de Cantabria, ISBN: 978-84-8102-550-7  
Celebración: Santander / 16-18 Septiembre 2009

3. Autores: Adrián FDEZ GAVELA, Silvino José ANTUÑA PRESA, Miguel GARCÍA GRANDA, José RODRIGUEZ  
 Título: Modelo computacional para el cálculo del espesor y del índice de refracción de guías ópticas poliméricas planas.  
 Tipo de participación: Coautor  
 Congreso: EICC 2010, VII Encuentro ibérico de electromagnetismo computacional  
 Celebración: Monfragüe / 19-21 Mayo 2010
4. Autores: Miguel GARCÍA GRANDA, José RODRIGUEZ, Adrián FDEZ GAVELA, Silvino José ANTUÑA PRESA  
 Título: Evaluation of a comercial simulation package applied to the design of integrated optical devices.  
 Tipo de participación: Coautor  
 Congreso: EICC 2010, VII Encuentro ibérico de electromagnetismo computacional  
 Celebración: Monfragüe / 19-21 Mayo 2010
5. Autores: Silvino José ANTUÑA PRESA, Adrián FDEZ GAVELA, Miguel GARCÍA GRANDA, José RODRIGUEZ  
 Título: Manufacture of microelectrodes for electrochemical detection.  
 Tipo de participación: Coautor  
 Congreso: WAM 2010, II International workshop on analytical miniaturization  
 Celebración: Oviedo / 7-8 Junio 2010
6. Autores: Silvino José ANTUÑA PRESA, Adrián FDEZ GAVELA, Miguel GARCÍA GRANDA, María RODRÍGUEZ LASTRA, José RODRIGUEZ  
 Título: Fabricación de microelectrodos de carbono para detección electroquímica  
 Tipo de participación: Coautor  
 Congreso: URSI 2010, XXV Simposium Nacional de la Unión Científica Internacional de Radio  
 Celebración: Bilbao / 15-17 Septiembre 2010
7. Autores: Silvino José ANTUÑA PRESA, Adrián FDEZ GAVELA, Miguel GARCÍA GRANDA, María RODRÍGUEZ LASTRA, José RODRIGUEZ  
 Título: Manufacture of carbon nanoelectrodes by laser lithography  
 Tipo de participación: Coautor  
 Congreso: NANOLITHO 2010, IV Spanish Workshop on Nanolithography  
 Celebración: Oviedo / 10-12 Noviembre 2010
8. Autores: Silvino José ANTUÑA, Adrián FDEZ GAVELA, Miguel GARCÍA, María RODRÍGUEZ, José RODRIGUEZ  
 Título: Fabricación de microelectrodos de carbono mediante litografía láser  
 Tipo de participación: Coautor  
 Congreso: OPTOEL-11, 7ª Reunión Española de Optoelectrónica  
 Publicación: ISBN: 978-84-86116-31-6

Celebración: Santander / 29, 30 Junio y 1 Julio 2011

9. Autores: José RODRIGUEZ, Miguel GARCÍA, Adrián FDEZ GAVELA, Silvino José ANTUÑA, María RODRÍGUEZ  
Título: Performance of Optical Planar Waveguides in Cascade: Application to Refraction Index Optical Sensors  
Tipo de participación: Coautor y Ponente  
Congreso: OPTOEL-11, 7ª Reunión Española de Optoelectrónica  
Publicación: ISBN: 978-84-86116-31-6  
Celebración: Santander / 29, 30 Junio y 1 Julio 2011
10. Autores: Silvino José ANTUÑA PRESA, Adrián FDEZ GAVELA, Miguel GARCÍA GRANDA, María RODRÍGUEZ LASTRA, José RODRIGUEZ  
Título: Fabricación de microelectrodos de carbono. Aplicación a sensores  
Tipo de participación: Coautor  
Congreso: URSI 2011, XXVI Simposium Nacional de la Unión Científica Internacional de Radio  
Publicación: ISBN: 978-84-933934-5-8  
Celebración: Leganés / 6-9 Septiembre 2011
11. Autores: Adrián FDEZ GAVELA, Silvino José ANTUÑA PRESA, Miguel GARCÍA GRANDA, María RODRÍGUEZ LASTRA, José RODRIGUEZ GARCÍA  
Título: LSM and LSE Formulation Applied to the Computational Evaluation of Thickness and Refractive Index of Single-Mode Planar Optical Waveguides from Effective Index Measurement  
Tipo de participación: Coautor  
Congreso: EICC 2011, VIII Encuentro ibérico de electromagnetismo computacional  
Celebración: Sesimbra (Portugal) / 2-4 Noviembre 2011
12. Autores: Adrián FDEZ GAVELA, Silvino José ANTUÑA PRESA, Miguel GARCÍA GRANDA, María RODRÍGUEZ LASTRA, José RODRIGUEZ GARCÍA  
Título: Determination of thickness and refractive index of single-mode step-index optical waveguide using LSM and LSE formulation  
Tipo de participación: Coautor  
Congreso: LAPC 2011, 2011 Loughborough Antennas & Propagation Conference  
Publicación: 918-1-4577-1015-5  
Celebración: Loughborough / 12-15 Noviembre 2011
13. Autores: Silvino José ANTUÑA PRESA, Adrián FDEZ GAVELA, María RODRÍGUEZ LASTRA, Isabel ÁLVAREZ MARTOS, María Teresa FDEZ ABEDUL, Agustín COSTA GARCÍA, José RODRIGUEZ GARCÍA  
Título: Fabrication of master micromolds for microchannels replication to be applied in biosensors  
Tipo de participación: Coautor y Ponente  
Congreso: EUROPT(R)ODE XI, XI Conference on optical chemical sensors and biosensors  
Celebración: Barcelona / 1-4 Abril 2012

14. Autores: Adrián FDEZ GAVELA, Silvino José ANTUÑA PRESA, Miguel GARCÍA GRANDA, María RODRÍGUEZ LASTRA, José RODRIGUEZ GARCÍA  
Título: Determination of thickness and refractive index of step-index optical waveguides using LSM and LSE formulation  
Tipo de participación: Coautor y Ponente  
Congreso: ECIO 2012, XVI European conference on integrated optics and technical exhibition  
Celebración: Sitges (Barcelona) / 18-19 Abril 2012
15. Autores: Silvino José ANTUÑA PRESA, Adrián FDEZ GAVELA, María RODRÍGUEZ LASTRA, Isabel ÁLVAREZ MARTOS, María Teresa FDEZ ABEDUL, Agustín COSTA GARCÍA, José RODRIGUEZ GARCÍA  
Título: Micromolds fabrication by laser lithography for biosensing applications  
Tipo de participación: Coautor y Ponente  
Congreso: ECIO 2012, XVI European conference on integrated optics and technical exhibition  
Celebración: Sitges (Barcelona) / 18-19 Abril 2012
16. Autores: I. Álvarez-Martos, R. Alonso-Bartolomé, A. Fernández-Gavela, J. Rodríguez-García, N. Campos-Alfaraz, A.B. García-Delgado, D. Gómez-Plaza, A. Costa-García, M.T. Fernández-Abedul  
Título: Forest and disordered carbon nanotubes: sensitivity improvement of electrochemical detection in miniaturized devices  
Tipo de participación: Coautor  
Congreso: IMCS 2012, 14th International Meeting on Chemical Sensors  
Celebración: Nuremberg (Alemania) / 20-23 Mayo 2012
17. Autores: I. Álvarez-Martos, A. Fernández-Gavela, J. Rodríguez-García, N. Campos-Alfaraz, A.B. García-Delgado, D. Gómez-Plaza, A. Costa-García, M.T. Fernández-Abedul  
Título: Direct growth of forest and disordered carbon nanotubes on glass for use in miniaturized analytical devices  
Tipo de participación: Coautor  
Congreso: WAM-NANO 2012, III International Workshop on Analytical Miniaturization and NANOTEchnologies  
Celebración: Barcelona / 11-12 Junio 2012
18. Autores: Adrián FDEZ GAVELA, Silvino José ANTUÑA, Miguel GARCÍA, Isabel ÁLVAREZ, María Teresa FERNÁNDEZ, Agustín COSTA, María RODRÍGUEZ, José RODRÍGUEZ  
Título: New theoretical proposal for planar optical waveguides characterization from effective indexes measurements  
Tipo de participación: Coautor  
Congreso: URSI 2012, XXVII Simposium Nacional de la Unión Científica Internacional de Radio  
Publicación: ISBN: 978-84-695-4327-6  
Celebración: Elche / 12-14 Septiembre 2012

19. Autores: Adrián FDEZ GAVELA, Silvino José ANTUÑA PRESA, Miguel GARCÍA GRANDA, Isabel ÁLVAREZ MARTOS, María Teresa FDEZ ABEDUL, Agustín COSTA GARCÍA, María RODRÍGUEZ LASTRA, José RODRIGUEZ GARCÍA  
Título: Computational Method for Refractive Index and Thickness Evaluation of Monomode and Multimode Step-Index Planar Optical Waveguides Using Longitudinal Section Magnetic (LSM) and Longitudinal Section Electric (LSE) Formulation  
Tipo de participación: Coautor  
Congreso: EICC 2013, IX Encuentro ibérico de electromagnetismo computacional  
Celebración: Denia (Alicante) / 14-17 Mayo 2013





## LISTADO DE FIGURAS Y TABLAS

---

- Listado de figuras

Figura 1. Estructura básica de una guía óptica plana o slab.....	13
Figura 2. Vista transversal del modelo geométrico de la propagación de la luz en una guía óptica plana. ....	14
Figura 3. A la izquierda el perfil para una guía óptica plana de índice gradual. A la derecha el perfil para una guía óptica plana de perfil de índice de salto.....	16
Figura 4. Estructura básica de una guía acanalada con núcleo de sección rectangular. ....	17
Figura 5. Composición química del vidrio soda-lime de la marca Menzel-Glaser. ....	19
Figura 6. Transmisión óptica típica de un vidrio soda-lime en función de la longitud de onda. ....	20
Figura 7. Composición química del vidrio borofloat®33 de la marca Schott.....	20
Figura 8. Curva de transmisión del vidrio borofloat®33 de la marca Schott. ....	21
Figura 9. Índice de refracción del NOA61 frente a la longitud de onda. ....	23
Figura 10. Transmitancia del NOA61 frente a la longitud de onda. ....	24
Figura 11. Índice de refracción del 950 PMMA y del 495 PMMA en función de la longitud de onda. ....	25
Figura 12. Transmitancia del PMMA en función de la longitud de onda. ....	25
Figura 13. Estructura básica de una guía óptica plana. ....	28
Figura 14. Diagrama de flujo para la simulación numérica completa. Se ha verificado la formulación programada en Matlab con el programa de simulación OlympIOs. ....	45
Figura 15. En la gráfica superior: espesor, $b$ , en función del índice de refracción, $n_f$ , para la muestra SI01 y para varios valores de $m$ y $t$ . La solución física se obtiene cuando $m=t=1$ al que les corresponde el punto de intersección (1.2,1.490). En la grafica inferior, zoom de la zona de estudio. ....	46

Figura 16. En la parte superior, el espesor, $b$ , en función del índice de refracción, $n_f$ , para la muestra SI05 y para varios valores de $m$ y $t$ . La solución física correcta se obtiene cuando $m=t=0$ , al que le corresponde el punto de intersección (1.48,0.9). Abajo, zoom insertado. ....	47
Figura 17. En la parte superior, espesor, $b$ , en función del índice de refracción, $n_f$ , para la muestra SI06 y para varios valores de $m$ y $t$ . La solución física correcta se obtiene cuando $m=1$ y $t=0$ , al que le corresponde el punto de intersección (1.48,0.9). Abajo, zoom insertado.....	48
Figura 18. En la parte superior, el espesor, $b$ , en función del índice de refracción, $n_f$ , para la muestra SI03 con los valores de $m$ y $t$ que proporcionan la solución física correcta. Abajo, un zoom de la zona donde se cruzan las líneas de interés. ....	49
Figura 19. Esquema de las dos configuraciones de guías ópticas planas poliméricas que utilizaremos en este capítulo. ....	53
Figura 20. Vista transversal de una guía óptica plana sometida a la simulación mediante OlympIOs. ....	54
Figura 21. Vista transversal de la guía óptica plana simulada: soda-lime, como sustrato, y NOA 61, como núcleo.....	55
Figura 22. Representación del índice efectivo del modo fundamental frente al espesor para una guía óptica plana soda-lime - NOA 61.....	56
Figura 23.Índice efectivo, para una guía multimodo soda-lime - NOA 61, en función del espesor, $b$ , del polímero.....	58
Figura 24. Número de modos que propaga la guía plana soda-lime – NOA 61 en función del espesor del núcleo. ....	59
Figura 25. Vista transversal de la guía óptica plana simulada: borofloat®33, como sustrato, y PMMA, como núcleo.....	60
Figura 26. Representación del índice efectivo del modo fundamental frente al espesor para una guía óptica plana bofofloat®33-PMMA.....	61

Figura 27. Esquema de la fabricación de una guía óptica plana polimérica. a) Preparación del sustrato, b) deposición del polímero sobre el vidrio, c) curado del polímero. ....	64
Figura 28. Sala limpia del laboratorio donde se puede ver la estufa de secado (1), equipo de ultrasonidos (2) evaporadora metálica (3), spin-coating (4) instalado dentro de la campana de flujo laminar (5). ....	66
Figura 29. Espesor del PMMA en función de la velocidad de spin-coating. ....	67
Figura 30. Esquema general de las etapas de un proceso de spin-coating. ....	68
Figura 31. Proceso de spin-coating. a) Equipo de spin-coating. b) Colocación del sustrato. c) Programación de los datos de centrifugado. ....	69
Figura 32. Descripción gráfica de un corte transversal de una muestra sobre la que se depositó un fluido mediante la técnica de spin-coating. ....	72
Figura 33. Esquema del efecto Bernoulli en el centrifugado de un polímero sobre un sustrato rectangular. ....	73
Figura 34. Parámetros ópticos y geométricos del acoplo de luz por prisma. ....	76
Figura 35. Esquema del montaje utilizado para acoplo de luz por prisma: a) técnica de modos brillantes. b) técnica de modos oscuros. ....	77
Figura 36. Soporte para posicionar el prisma y la guía óptica. ....	79
Figura 37. A la izquierda: detalle del sistema de sujeción para la técnica del acoplo de luz por prisma para modos oscuros. A la derecha: sistema de lentes. ....	79
Figura 38. Modos oscuros para una guía óptica plana que propaga tres modos guiados. .	80
Figura 39. Esquema general del sistema de acoplo de luz por prisma. 1-Laser, 2-Polarizador, 3-Sistema de lentes: expansor-colimador-condensador, 4-Prisma, 5-Polímero, 6-Sustrato, 7-Goniómetro, 8-Sistema piezoeléctrico que mueve el goniómetro y 9-Ordenador. ....	80

Figura 40. Detalle del conjunto solidario formado goniómetro, sistema de sujeción prisma-guía y fotodetector. ....	81
Figura 41. Esquema general del sistema de acoplo de luz por prisma. 1-Laser, 2-Polarizador, 3-Diafragma, 4-Prisma, 5-Polímero, 6-Sustrato, 7-Goniómetro, 8-Sistema piezoeléctrico que mueve el goniómetro, 9-Ordenador, 10-Fotodetector y 10-Medidor de potencia óptica.....	82
Figura 42. A la izquierda: vista transversal de una guía óptica monomodo con sus parámetros de fabricación. A la derecha: medidas realizadas de los ángulos de acoplo utilizando el método de acoplo de luz por prisma. ....	83
Figura 43. Índice de refracción, $n_f$ , y espesor, $b$ , de la capa de polímero PMMA obtenida mediante el algoritmo de Matlab para la guía monomodo.....	84
Figura 44.. Medida realizada con el perfilómetro del espesor, $b$ , de la capa de polímero PMMA. ....	85
Figura 45. Medida de los ángulos de acoplo utilizando la técnica acoplo de luz por prisma para la guía soda-lime – NOA 61. El NOA 61 fue calentado a 90°C antes de su deposición.....	87
Figura 46. Medidas de los ángulos de acoplo para las tres guías ópticas multimodo soda-lime – NOA 61, utilizando el sistema Metricón. ....	88
Figura 47. Medida realizada con el perfilómetro del espesor, $b$ , de la capa de polímero para una guía soda-lime – NOA 61 con el NOA 61 sin modificar. ....	89
Figura 48. Medida realizada con el perfilómetro del espesor, $b$ , de la capa de polímero para una guía soda-lime – NOA 61 con NOA 61:Acetona 1:2. ....	89
Figura 49. Medida realizada con el perfilómetro del espesor, $b$ , de la capa de polímero para una guía soda-lime – NOA 61 con el NOA 61 a 90°C.....	90
Figura 50. Medida de los ángulos de acoplo utilizando la técnica acoplo de luz por prisma para la guía borofloat®33 y PMMA A11 cuyo polímero se depositó a 5000 r.p.m. ....	91

Figura 51. Medida de los ángulos de acoplo utilizando la técnica acoplo de luz por prisma para la guía borofloat®33 y PMMA A11 cuyo polímero se depositó a 3000 r.p.m. ....	91
Figura 52. Medida de los ángulos de acoplo utilizando la técnica acoplo de luz por prisma para la guía borofloat®33 y PMMA A11 cuyo polímero se depositó a 1000 r.p.m. ....	92
Figura 53. Sección transversal de diferentes tipos de guías canal poliméricas: a) El polímero se deposita sobre el sustrato y como cubierta el aire. b) Igual que a) pero colocando una cubierta; por ejemplo, otro polímero. c) El polímero está embebido en el sustrato, resultando un GOCPEV. d) Igual que c) pero cubriendo la muestra con otro material que ejerce de cubierta. ....	95
Figura 54. Vista transversal de una GOCPEV. ....	96
Figura 55. Protocolo de fabricación de una GOCPEV. a) Preparación del sustrato. b) Deposición de fotoresina. c) Exposición a luz UV con una máscara de aluminio. d) Revelado y recocido de la fotoresina. e) Grabado del vidrio. f) Elimina la fotoresina. g) Deposición del polímero. ....	97
Figura 56. a) Microcanal después de eliminar la fotoresina. En rojo se marque la zona por donde se hace el corte. b) Muestra recién cortada. Obsérvese el extremo irregular. c) Muestra final, una vez ha sido pulida. ....	101
Figura 57. Cortadora de precisión. ....	102
Figura 58. A la izquierda, una fotografía de la pulidora. A la derecha, un aumento del Jig (pieza en la que se coloca la muestra). ....	102
Figura 59. Estructura final de una GOCPEV. ....	103
Figura 60. Esquema básico del sistema de escritura láser. 1-Láser, 2-Shutter, 3-Objetivo 40x, 4-Lentes, 5-Divisor de haz, 6-Espejo, 7-Objetivo 20x, 8-Muestra, 9-Microdesplazadores, 10- Interferencia Michelson-Morley y 11-Ordenador. Los elementos 5, 6, 7 y 8 constituyen un interferómetro Michelson-Morley [...]	104

Figura 61. Fotografía del sistema de escritura laser. 1-Laser, 2-Shutter, 3-Objetivo 40x, 4-Lentes, Interferómetro de Michelson-Morley (5-Divisor de haz, 6-Espejo, 7-Objetivo 20x, 8- Muestra) y 9-Microdesplazadores.....	105
Figura 62. Estabilizador de corriente eléctrica para el láser. ....	107
Figura 63. Sistema óptico para expandir, colimar y focalizar el haz láser sobre el plano focal del sistema, en el que debe estar colocada la muestra.....	108
Figura 64.a) Objetivo focalizado sobre el sustrato de manera que el haz reflejado emerge con la misma curvatura que el incidente. b) y c) Objetivo desenfocado, mostrando el haz reflejado una curvatura distinta al incidente. ....	109
Figura 65. Esquema del interferómetro de Michelson-Morley y patrón de interferencia para una muestra bien alineada (a) y una muestra mal alineada (b) con respecto al plano focal imagen del sistema.....	110
Figura 66. Muestra colocada sobre los microposicionadores y bajo el objetivo de escritura. ....	111
Figura 67. Shutter a la salida del láser y entrada del sistema óptico. ....	112
Figura 68. Proceso de fabricación de una máscara de aluminio. a) Preparación del sustrato. b) Evaporación de una capa de aluminio. c) Deposición de fotoresina mediante spin-coating. d) Sensibilización de la fotoresina utilizando el sistema de escritura láser. e) revelado de la fotoresina. f) Grabado del aluminio. g) Eliminación de la fotoresina.....	113
Figura 69. Evaporadora Emitech K950X instalada en el interior de la sala limpia. ....	114
Figura 70. Dimensiones teóricas de un microcanal obtenido mediante grabado húmedo en un sustrato isótropo.....	116
Figura 71. Esquema de la disposición de la muestra durante el grabado húmedo.....	116
Figura 72. Medidas obtenidas con el perfilómetro para microcanales grabados en vidrio borofloat. Se utilizó BOE como disolución de ataque. ....	119

Figura 73. Profundidad de ataque húmedo de BOE sobre el borofloat, en función del tiempo de grabado.....	120
Figura 74. Acoplo de luz mediante la técnica end-coupling.....	121
Figura 75. Disposición experimental para el acoplo de luz mediante la técnica end-coupling: 1) Láser. 2) Polarizador. 3) Objetivo de entrada 60x. 4) Microposicionador piezoeléctrico. 5) Controlador de los microposicionadores. 6) Objetivo de salida 100x. 7) Cámara de vídeo. 8) Control de cámara. 9) Procesador de imagen. 10) Ordenador. ....	122
Figura 76. Vista superior del acoplo de luz por el extremo.....	122
Figura 77. Acoplo de luz por el extremo. ....	123
Figura 78. Guía canal polimérica multimodo que se ha diseñado, fabricado y caracterizado.....	124
Figura 79. Campo electromagnético del modo fundamental para una GOCPEV multimodo soda-lime – NOA 61.....	125
Figura 80. Fotografía tomada, con un microscopio óptico, de la máscara utilizada para fabricar una GOCPEV multimodo de soda-lime - NOA 61. A la izquierda: se aplicó un aumento de 40x. A la derecha: se aplicó un aumento de 200x. ....	126
Figura 81. Vista superior con una aumento de 200x de una GOCPEV multimodo soda-lime - NOA 61. A la izquierda, la muestra antes de pulir el extremo. A la derecha, la muestra después de pulir el extremo.....	127
Figura 82. Campo electromagnético a la salida de la GOCPEV multimodo soda-lime - NOA 61. Se observa, en color gris, el perfil del campo en los ejes transversales x e y.....	128
Figura 83. Sistema de acoplo de luz por el extremo. ....	129
Figura 84. Vista superior de luz acoplada en una GOCPEV utilizando el método de acoplo de luz por el extremo.....	129



Figura 85. Guía canal polimérica monomodo que se ha diseñado, fabricado y caracterizado.....	130
Figura 86. Vista transversal de la guía óptica canal simulada: borofloat®33, como sustrato; PMMA, como núcleo.....	130
Figura 87. Representación del índice efectivo del modo TE <sub>00</sub> y TE <sub>10</sub> frente a la profundidad, h, para GOCPEV bofofloat®33-PMMA.....	131
Figura 88. Distribución transversal del campo electromagnético para una GOCPEV monomodo borofloat®33 – PMMA.....	132
Figura 89. Fotografía realizada, mediante el microscopio óptico y con un aumento 200x, de la máscara elaborada para ser utilizada en la fabricación de una GOCPEV monomodo borofloat®33 – PMMA.....	133
Figura 90. Resultados experimentales obtenidos mediante el perfilómetro para la profundidad, h, del microcanal grabado en vidrio. Esta evaluación se ejecutó antes de realizar la deposición del polímero, el cual constituirá el núcleo de la GOCPEV monomodo borofloat – PMMA. ....	133
Figura 91. Vista superior, con una aumento de 200x, de una GOCPEV monomodo borofloat – PMMA. Arriba: antes del pulido del extremo. Abajo: después del pulido del extremo. ....	134
Figura 92. Distribución transversal del campo eléctrico a la salida de la GOCPEV monomodo borofloat®33 - PMMA. El perfil de campo, en cada eje, se representa en color gris.....	135
Figura 93. Protocolo de fabricación de una microcanal en PDMS. a) Preparación del sustrato. b) Fabricación del micromolde. c) Deposición del PDMS sobre el micromolde. d) Retirada del micromolde. e) Adhesión del microcanal en PDMS sobre el vidrio.....	141
Figura 94. Protocolo de fabricación de una micromolde. a) Preparación del sustrato. b) Deposición de fotoresina negativa. c) Exposición a luz UV con una máscara metálica. d) Revelado y recocido de la fotoresina. ....	142

Figura 95. Vista transversal de un micromolde fabricado con KMPR. ....	143
Figura 96. Fotografía tomada con un microscopio óptico, y aumento 200x, de la máscara utilizada para fabricar un micromolde de KMPR. ....	144
Figura 97. Fotografía tomada con un microscopio óptico con un aumento 200x de un micromolde de KMPR.....	145
Figura 98. Medida del espesor de un micromolde de KMPR utilizando un perfilómetro. ....	146
Figura 99. Vista transversal de un micromolde fabricado con fotoresina AZ 125nXT. ....	146
Figura 100. Fotografía tomada con un microscopio óptico, y un aumento 200,x de un micromolde fabricado con fotoresina AZ 125nXT.....	148
Figura 101. Medida del espesor de un micromolde de AZ 125nXT utilizando un perfilómetro. ....	148
Figura 102. Curado del PDMS sobre un hotplate. ....	150
Figura 103. Imágenes tomadas con el microscopio confocal. En la parte superior: perfil 3D. En la parte inferior: perfil 2D. a) Micromolde de AZ 125nXT. b) Réplica del micromolde (microcanal) en PDMS.....	151
Figura 104. Esquema básico de funcionamiento de un biosensor.....	152
Figura 105. Principio físico de un biosensor óptico basado en el campo evanescente de un modo electromagnético guiado. ....	153
Figura 106. Esquema básico de un IMZ en guía óptica canal.....	154
Figura 107. Microcanal en PDMS. a) Vista transversal. b) Vista superior. ....	156
Figura 108. Biosensor IMZ.....	156
Figura 109. Sección transversal de la guía óptica canal simulada para trabajar en régimen monomodo: borofloat®33, como sustrato, PMMA, como núcleo, y PDMS como cubierta. ....	157

Figura 110 Representación del índice efectivo del modo $TE_{00}$ y $TE_{10}$ frente a la profundidad, $h$ , para GOCPEV bofofloat <sup>®</sup> 33-PMMA-PDMS. ....	158
Figura 111. Distribución transversal del campo electromagnético del modo fundamental para una GOCPEV monomodo borofloat <sup>®</sup> 33 – PMMA – PDMS. ....	159
Figura 112. Perfil del campo electromagnético del modo fundamental para una GOCPEV monomodo borofloat <sup>®</sup> 33 – PMMA – PDMS, en el punto $x = 0 \mu\text{m}$ . ....	159
Figura 113. Vista superior del esquema de un IMZ. ....	160
Figura 114. Esquema de la región paralela del IMZ que se ha simulado para fijar el valor de $g$ . ....	160
Figura 115. Propagación y acoplo del campo electromagnético en la dirección de propagación $z$ . ....	161
Figura 116. Perfil del campo electromagnético al final del dispositivo utilizando $g$ como parámetro. ....	161
Figura 117. Unión Y que se ha utilizado para calcular las pérdidas de propagación en función del ángulo, $\alpha$ . ....	162
Figura 118. Evolución de la intensidad de luz transmitida a lo largo de la unión Y hasta alcanzar la zona paralela: I, en la guía de entrada; II, “taper” de la unión Y; III, brazos de la unión Y; IV, transición a la zona paralela; V, zona paralela. ....	163
Figura 119. Esquema del IMZ diseñado. ....	163
Figura 120. Esquema de la máscara metálica que se utilizó para fabricar IMZs. ....	164
Figura 121. Fotografía tomada con un microscopio óptico, con un aumento 40x, de la unión Y diseñada en varias máscaras metálicas, en función del ángulo $\alpha$ . ....	165
Figura 122. Medida de la profundidad, $h$ , utilizando un perfilómetro, del microcanal en vidrio para fabricar una guía monomodo borofloat33 – PMMA – PDMS, antes de depositar el polímero. ....	166

Figura 123. Esquema de la máscara metálica que se utilizó para fabricar la microfluídica del dispositivo. ....	167
Figura 124. Vista superior con una aumento de 40x de un micromolde de AZ 125nXT. ...	167
Figura 125. Microcanal fabricado en PDMS. Arriba: fotografía tomada con un microscopio óptico. Abajo: fotografía del sistema de microfluídica en PDMS con los tubos de inyección. ....	168
Figura 126. Vista superior de los brazos de referencia y de sensado de un IMZ, con su correspondiente microcanal en PDMS. ....	169
Figura 127. Biosensor óptico IMZ. ....	169
Figura 128. Disposición experimental para medir la intensidad de luz a la salida del IMZ con el acoplo de luz mediante la técnica end-coupling: 1) Láser. 2) Polarizador. 3) Objetivo de entrada 60x. 4) Microposicionador piezoeléctrico. 5) Controlador de los microposicionadores. 6) Objetivo de salida 100x. 7) Fotodetector. 8) Medidor de potencia óptica. 9) Ordenador. 10) Bomba peristáltica. ....	170
Figura 129. Sistema de medida de intensidad de luz. 1) Muestra, 2) objetivo de salida y 3) fotodetector. ....	170
Figura 130. Bomba peristáltica. ....	171
Figura 131. Bomba peristáltica conectada al biosensor óptico de campo evanescente por IMZ. ....	171
Figura 132. Vista transversal del dispositivo final. ....	172
Figura 133. Vista superior de un microcanal de PDMS por el que está circulando agua. A la izquierda: el canal se está llenando. A la derecha: el canal está lleno y aparece una burbuja de aire. ....	173
Figura 134. Detalle del sistema de microfluídica que acompaña al IMZ. ....	173
Figura 135. Intensidad de la luz a la salida del IMZ en función del tiempo, cuando se inyecta agua o aire por el microcanal en PDMS. ....	174

Figura 136. A la izquierda: se resume la velocidad total, $v_{tot}$ , de las distintas especies. A la derecha: esquema de la formación de la doble capa eléctrica. ....	180
Figura 137. Esquema del diseño típico de un microchip de electroforesis capilar. ....	183
Figura 138. Modos de inyección electrocinética en los MECs: I. unpinched, II. pinched, III. gated. ....	184
Figura 139. Representación típica de una voltametría cíclica. a) Potencial en función del tiempo. B) Corriente en función del potencial. ....	189
Figura 140. Configuraciones del detector amperométrico en los MECs. ....	191
Figura 141. Microchip de electroforesis capilar fabricado con PMDS y microelectrodos de carbono. ....	193
Figura 142. Esquema del sistema de microfluídica para MEC que se ha fabricado. ....	194
Figura 143. Vista superior de un esquema básico de un microelectrodo de carbono. ....	195
Figura 144. Esquema de un microelectrodo de carbono. a) Superficial. b) Embebido. ....	195
Figura 145. Protocolo de fabricación de un microelectrodo de carbono embebido. a) Deposición de fotoresina. b) Exposición a luz UV con una máscara de aluminio. c) Revelado y recocido de la fotoresina. d) Grabado del vidrio. e) Elimina la fotoresina. f) Deposición de la pasta de carbono. g) Pulido de la superficie. ....	196
Figura 146. Protocolo de fabricación de una máscara metálica para microelectrodos de carbono. a) Máscara fabricada mediante escritura láser. b) Máscara fabricada imprimiendo el diseño sobre una lámina transparente. c) Superposición de ambas máscaras para hacer exposición UV y revelado. d) Máscara metálica final. ....	197
Figura 147. Fotografía tomada con un microscopio óptica de una máscara metálica para fabricar microelectrodos de carbono. ....	197
Figura 148. a) Fotografía tomada con el microscopio óptico, y un aumento 40x, de los microcanales grabados sobre vidrio soda-lime. b) Evaluación de la profundidad de los microcanales utilizando un perfilómetro. ....	198

Figura 149. Fotografía tomada con un microscopio óptico, y un aumento 100x, de un microelectrodo de carbono embebido, fabricado con pasta de carbono sobre vidrio soda-lime.....	198
Figura 150. Protocolo de fabricación de un microelectrodo de carbono superficial. a) Deposición de fotoresina. b) Exposición a luz UV con una máscara de aluminio. c) Revelado y recocido de la fotoresina. d) Deposición del carbono. e) Eliminación de la fotoresina o lift-off. ....	199
Figura 151. Fotografía con un microscopio óptico de un microelectrodo de carbono superficial de carbono evaporado. a) con un aumento 40x. b) con un aumento 200x.....	200
Figura 152. Imagen SEM de nanotubos de carbono. a) desordenados o spaguetti. B) ordenados o forest.....	201
Figura 153. Máscara realizadas en fotoresina para depositar sobre ella nanotubos de carbono. a) para nanotubos ordenados. b) para nanotubos desordenados.....	202
Figura 154. Protocolo de fabricación de un microelectrodo de carbono superficial de grafeno. a) Deposición de grafeno. b) Deposición de fotoresina. c) Exposición a luz UV con una máscara de aluminio. d) Revelado de la fotoresina. e) Eliminación del grafeno mediante plasma de oxígeno. f) Eliminación de la fotoresina.....	203
Figura 155. Fotografía tomada con un microscopio óptico de una máscara de fotoresina AZ6632 sobre grafeno.....	204

- Listado de tablas

Tabla 1. Datos de entrada y salida del OlympIOs (O), que han sido utilizados para verificar el algoritmo desarrollado en Matlab (M) para el régimen monomodo. Se observa la concordancia entre los datos de entrada del OlympIOs y los datos de salida del Matlab. ....	44
Tabla 2. Datos de entrada y salida del OlympIOs (O), que han sido utilizados para verificar el algoritmo desarrollado en Matlab (M) para el régimen multimodo. Se	

observa la concordancia entre los datos de entrada de OlympIOs y los datos de salida del algoritmo computado en Matlab. ....	50
Tabla 3. Campo electromagnético del modo fundamental para diferentes espesores de guías planas soda-lime – NOA61. ....	57
Tabla 4. Campo electromagnético del segundo modo para diferentes espesores de guías soda-lime – NOA 61. ....	60
Tabla 5. Campo electromagnético del modo fundamental para diferentes espesores de guías borofloat®33 - PMMA. ....	62
Tabla 6. Campo electromagnético del segundo modo para diferentes espesores de guías boroflat®33 – PMMA. ....	63
Tabla 7. Parámetros de spin-coating para depositar NOA61. ....	86
Tabla 8. Espesor, b, e índice de refracción, $n_f$ , de las tres guías fabricadas. Se comparan los resultados proporcionados por el sistema Metricón con los obtenidos por el algoritmo de Matlab.....	88
Tabla 9. Espesor, b, e índice de refracción, $n_f$ , obtenidos utilizando el algoritmo de Matlab.....	92
Tabla 10. Velocidad de grabado en el vidrio soda-lime en función de la disolución empleada. Se utilizó la fotoresina S1813 de la casa Shipley. ....	117
Tabla 11. Parámetros de fabricación para diferentes fotoresinas. ....	118
Tabla 12. Resistencia de la fotoresina a un grabado húmedo con BOE. ....	119
Tabla 13. Intensidad de entrada, $I_0$ , y de salida, $I$ , en función del ángulo, $\alpha$ , de la unión Y.....	162
Tabla 14. Relación existente en el ángulo de la unión Y, $\alpha$ , y de la distancia entre los brazos de sensado y referencia, g. ....	163





## REFERENCIAS

---

- Referencias

- [1] Rodríguez J., Fernández S., Virgós, J. M., "*Óptica integrada: primeros pasos. Fundamentos teóricas y aplicaciones*", Servicio de publicaciones de la Unversidad de Oviedo, (1992).
- [2] Nishihara, H., Haruna, M.; Suhara, T., "*Optical integrated circuits*", McGraw-Hill optical an electro-optical engineering series, (1989).
- [3] Haruna, M.; Murata, Y. and Nishihara, H. "*Laser-Beam direct writing on TiO<sub>2</sub> channels for fabrication of Ti:LiNbO<sub>3</sub> waveguides*" Japanese Journal of Applied Physics, 31, 1593-1596, (1992).
- [4] Masuda, M.; Mitsunaga, M.; Murakami, K.; and Koyama, J. "*Techniques for fabricating Tidiffused optical waveguide in LiNbO<sub>3</sub>*", Laser Review, 5, 2, 9-16, (1977).
- [5] Hu, H.; Lu, F.; Chen, F.; Ror, B.; Wang, M. and Shen, D. "*Monomode optical waveguide in lithium niobate formed by MeV Si implantation*", Applied Optics, 34, 27, 6172-6180, (1995).
- [6] Sarkisov, S. S.; Curley, M. J.; Williams, E. K.; Ila, D.; Svetchnikov, V. L.; Zandbergen, H. W.; Zykov, G. A.; Banks, C.; Wang, J. C.; Poker, D. B. and Hensley, D. K. "*Nonlinear optical waveguides produced by MeV ion implantation in LiNbO<sub>3</sub>*", Nuclear Instruments and Methods B, 166-167, 750-757, (2000).
- [7] Salgueiro, J. R.; Moreno, V. and Liñares, J. "*Laser processing of silver ion-exchanged waveguides and applications to integrated optics*", SPIE: Integrated optics devices IV, 3936, 164-171, (2000).
- [8] S. Iraj Najafi, "*Introduccction to glass Integrated Optics*", Artech House, Inc. Norwood, Massachusettes (1992).
- [9] Roberrson, G. R. J. and Jessop, P. E. "*Optical waveguide laser using an rf sputtered Nd: glass film*", Applied Optics, 119-122, (1999).
- [10] Cheng, K.-Y., "Molecular beam epitaxy technology of III-V compound semiconductors for optoelectronic applications", Proceedings of the IEEE , vol.85, no.11, pp.1694-1714, Nov 1997
- [11] Hewak, D. W. and Lit, J. W. Y. "*Fabrication of tapers and lenslike waveguides by a microcontrolled dip coating procedure*", Applied Optics, 27, 21, 4562-4564, (1988).
- [12] R. Kumar, et al. "*Fabrication and characterization of polyvinyl-alcoholbased thin-film optical waveguides*", Opt. Eng. 43, 2134-2142, (2004).
- [13] S. Iraj Najafi, "*Introduccction to glass Integrated Optics*", Ed. Artech House, Inc. Norwood, Massachusettes, (1992).
- [14] Kawachi, M. "*Silica waveguides on silicon and their application to integrated-optic components*", Opt. Quantum Electron., 22, 391-416 (1990).

- 
- [15] Smit, M.K., *"Integrated Optics in silicon-based alumniun oxide"*, Tesis doctoral, Delft University of Technology, Holanda (1991).
- [16] Tsai, C.S. "Integrated-optical device modules in LiNbO<sub>3</sub> for computing and signal processing", *J. Modern Opt.*, 35(6), pp. 965-977 (1988).
- [17] Jackel, J.L., *"Optical waveguides in LiTaO<sub>3</sub>: silver lithium ion exchange"*, *Appl. Opt.*, 19(12), 1996-1999 (1980).
- [18] <http://www.menzel.de/Microscope-Slides.687.0.html?&L=1>
- [19] <http://www.valleydesign.com/Datasheets/Schott%20Borofloat%2033.pdf>
- [20] H.P. Weber, W.J. Tomlinson, E.A. Chandross, *"Organic materials for integrated optics"*, *Optical Quantum Electronics*, 7, 465-473, 1975.
- [21] B.L. Booth, *"Low Loss Channel Waveguides in Polymers"*, *J. of Lightwave Technology*, 7, 1445-1453, (1989).
- [22] Andrin Stump, *"Polymer Based Technology Development for Integrated Optics"*, Tesis doctoral, Instituto de microtecnicas, Universidad de Neuchâtel, Suiza (2005).
- [23] Y. Ren, "Efficiency shifts of prism coupling into polymer waveguides subject to environmental variations", *Opt. Mater.* 19, 443-447 (2002).
- [24] N. Sung-Hyun, K. Jae-Wook, K. Jang-Joo, *"Direct patterning of polymer optical waveguide using liquid state UV-curable polymer"*, *Macromol. Res.* 14, 114-116 (2006).
- [25] <http://www.norlandprod.com/adhesives/NOA%2061.html>
- [26] [http://microchem.com/pdf/PMMA\\_Data\\_Sheet.pdf](http://microchem.com/pdf/PMMA_Data_Sheet.pdf)
- [27] Sum Tze Chien, "Waveguide fabrication using proton beam writing", Tesis Doctoral, Universidad de Singapur, (2004).
- [28] Marcatili, E. A. J., *"Dielectric rectangular waveguide and directional couplers for integrated optics"*, *Bell System Technical Journal*, **48**, 2071-2102 (1969).
- [29] Knox, R. M. and Toullos, P. P., *"Rectangular dielectric image lines for millimeter integrated circuits"*, Presented at the 1970 Wescon Conference. Los Angeles, August 25-28, (1970).
- [30] Knox, R. M. and Toullos, P. P., *"Integrated circuits for the millimeter through optical frequency range"*, Presented at the Symposium on Submillimeter Waves, March 31, April 1 and 2, 497-516 (1970).
- [31] Steinberg, R. A. and Giallorenzi, T. G., *"Modal fields of anisotropic channel waveguides"*, *J. Opt. Soc. Am.*, 67(4), 523-533 (1977).
- [32] Solbach, K. and Wolff, I., *"The electromagnetics fields and phase constants of dielectric mage lines"*, *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, 26, 266-274 (1978).
- [33] Suhara, T., Handa, Y., Nishihara, J. and Koyama, J., *"Analysis of optical channel waveguides and directional couplers with graded-index profile"*, *J. Opt. Soc. Am.*, 6, 807-815 (1979).

- 
- [34] Strake, E., Bava, G. P. and Montrosset, I., "*Guided modes of Ti:LiNbO<sub>3</sub> channel waveguides: a novel quasi-analytical technique in comparison with the scalar finite-element method*" Journ. of Lightwave Technology, 6(6), 1126-1135 (1988).
- [35] Itoh, T., "*Dielectric waveguide-type millimeter-wave integrated circuits*", in *Infrared and millimeter waves*; Button, K. J.; Wiltse, J. C., Eds.; Academic Press, New York, 1981, Vol. 4, pp. 199-271.
- [36] Young, L.; Sobol, H. "*Advances in microwaves*", Vol. 8, Academic Press, New York, 1974.
- [37] Collin, R. E. "*Foundations for microwave engineering*", 2d Ed., McGraw-Hill, New York, 1992.
- [38] Rodriguez, J. and Prieto, A.: "*Wide-Band Directional Couplers in Dielectric Waveguide*", IEEE, Vol. MTT-35, No. 8, pp. 681-687, August 1987.
- [39] Young, L., "*Advances in Microwaves*", Vol. I, Academic Press, New York, 1966.
- [40] Button, K. J. and Wiltse, J. C., *Infrared and millimeter waves*, Academic Press, Chapter 5, pp. 199-215, 1981.
- [41] Rodríguez, J., "*Estudio teórico y experimental del acoplamiento entre guías dieléctricas*", Tesina de Licenciatura. Facultad de Ciencias de la Universidad de Cantabria. Junio, 1983.
- [42] Rodríguez, J., "*Contribución al análisis y optimización de dispositivos pasivos en guía dieléctrica*", Tesis Doctoral, Facultad de Ciencias de la Universidad de Cantabria. Julio, 1987.
- [43] Rodríguez, J., "La enseñanza de las ondas electromagnéticas guiadas desde el punto de vista de los modos LSM y LSE", *Revista Española de Física*, Vol. **11**, (2), pp. 28-31, Junio 1997.
- [44] Collin, R. E., *Field theory of guided waves*, New York: IEEE-Press, 1991.
- [45] Hunsperger, R. G., "*Integrated Optics: Theory and Technology*", 3rd Ed., Springer Series in Optical Sciences; Tamir, T., Eds.; Springer-Verlag, Berlin, 1991, Vol. 33.
- [46] Marcatili, E. A. J., "*Dielectric rectangular waveguide and directional coupler for integrated optics*", *Bell System Technical Journal*, Vol. 48, No. 7, 2071-2102, 1969.
- [47] Toullos, P., and R. Knox, "*Rectangular dielectric imagelines for millimeter integrated circuits*", *Western Electronic Show and Convention*, Los Angeles, California, 25-28, 1970.
- [48] Suhara, T., Y. Handa, et al., "*Analysis of optical channel waveguides and directional couplers with graded-index profile*", *Journal of Optical Society of America*, Vol. 69, No. 6, 807-815, 1979.
- [49] G. A. Luurtsema. M.Sc. Thesis: "*Spin coating for rectangular substrates*" (<http://bcam.berkeley.edu/ARCHIVE/theses/gluurtsMS.pdf>) Universidad de California, Berkeley, (1997).
- [50] Emslie, A.; Bonner, F.; and Peck, L. "*Flow of a Viscous Liquid on a Rotating Disk*" *Journal of Applied Physics*, Vol. 29, p. 858 (1958).

- 
- [51] S. Nonogaki, T. Ueno, T. Ito. "Microlithography Fundamentals in Semiconductor Devices and Fabrication Technology". Marcel Dekker Inc. Nueva York (1998).
- [52] Meyerhofer, D. "Characteristics of Resist Films Produced by Spinning" Journal of Applied Physics, Vol. 49, p. 3993 (1978).
- [53] Hong-Bo Sun and Satoshi Kawata, "Two-Photon Photopolymerization and 3D Lithographic Microfabrication", Advances in polymer science, Vol. 170, Eds. Springer-Verlag, pp. 169-273, (2004).
- [54] Tong, X. C. "Characterization Methodologies of Optical Waveguides", Series of Advanced microelectronics, Vol. 46, Advanced materials for integrated optical waveguides, Ed. Springer, pp. 53-102, (2014).
- [55] Tien, P. K. and Ulrich, R.; "Theory of prism-film coupler and thin film light guides", Journal of Optical Society of American, V60, 10, 1325-1337 (1970).
- [56] Ulrich, R. and Torge, R. "Measurement of thin film parameters with a prism coupler", Applied Optics, 12, 12, 2901-2098, (1973).
- [57] Seligson, J. "Prism couplers guided-wave optics: design considerations", Applied Optics, 26, 13, 2609-2617, (1987).
- [58] Rimeika, R. and Ciplys, D. "Probing of integrated optical waveguides", International journal of Optoelectronics, 229-236, (1993).
- [59] [www.metricon.com](http://www.metricon.com)
- [60] Castaño Álvarez, M., Pozo Ayuso, D., García Granda, M., Fernández-Abedul, M.T., Rodríguez García, J. y Costa García, A. "Critical points in the fabrication of microfluidic devices on glass", Elsevier, Sensors & Actuators, B, Vol. 130, pp. 436-448, 2008.
- [61] Pozo Ayuso, D., Castaño Álvarez, M., Fdez la Villa, A., García Granda, M., Fernández-Abedul, M.T., Costa García, A. y Rodríguez García, J. "Fabrication and evaluation of single and dual channel ( $\Pi$ -design) microchip electrophoresis with electrochemical detection", Elsevier, Journal of Chromatography A, Vol. 1180, pp. 193-202, 2008.
- [62] Liu, K. and Pun, E. Y. B. "Buried Ion-Exchanged Glass Waveguides Using Field-Assisted Annealing" Photonics technology letters, Vol. 17, No. 1, 76-78, January (2005).
- [63] Si, G.Y. et al. "Fabrication and Characterization of Proton-Exchanged Waveguide on X-Cut  $\text{LiNbO}_3$ " Photonics Global Conference, pp. 1-4, Singapur, Diciembre (2008).
- [64] García Granda, M., Hui Hu, Rodríguez García, J., Sohler, W., "Design and fabrication of novel ridge guide modulators in lithium niobate", Journal of lightwave technology, Vol. 27, No. 24, December 15, (2009).
- [65] Wang, S., Vaidyanathan, V. Y Borden, B. "Polymer optical channel waveguide components fabricated by using a laser- direct writing system" Journal of applied science & engineering technology, Vol. 3, 47-52, (2009).

- 
- [66] Andrin Stump, *"Polymer Based Technology Development for Integrated Optics"*, Tesis doctoral, Instituto de microtecnicas, Universidad de Neuchâtel, Suiza (2005).
- [67] Baig S., Jiang G., Sun, Q., Wang, M. R. *"Fabrication of single-mode channel polymer waveguides using vacuum assisted microfluidic soft lithography"*, Journal of the European Optical Society, Vol. 8, 13076, (2013).
- [68] Leech, P. W. "Reactive ion etching of quartz and silica-based glasses in  $CF_4/CHF_3$  plasmas" *Vacuum*, Vol. 55, pp. 191-196, (1999).
- [69] Thiénot, E. Domingo, F., Cambрил, E., Gosse C., *"Reactive ion etching of glass for biochip applications: Composition effects and surface damages"* *Microelectronic Engineering*, Vol. 83, pp. 1155–1158, (2006).
- [70] Lia, L., Abeb, T., Esashic, M. *"Deep reactive ion etching of Pyrex glass using  $SF_6$  plasma"*, *Sensors and Actuators A*, Vol. 87, pp. 139-145, (2001).
- [71] Park, J.H., Lee, N.-E., Lee, J., Park, J.S., Park, H.D. *"Deep dry etching of borosilicate glass using  $SF_6$  and  $SF_6/Ar$  inductively coupled plasmas"*, *Microelectronic Engineering*, Vol. 82, pp. 119–128, (2005).
- [72] <http://www.freepatentsonline.com/5501893.html>
- [73] Becker, R.A., Sopori, B.L., Chang, W.S.C. *"Focused laser lithographic system"*, *Applied Optics* Vol. 17, No. 7, pp. 1069-1071, (1987).
- [74] Hariharan, P., *"Optical Interferometry"*, Elsevier-Academic Press, San Diego (2002).
- [75] García Granda, M., *"Desarrollo de un proceso fotolitográfico para Óptica Integrada"*, Tesina de licenciatura, Universidad de Oviedo, (2005).
- [76] Pozo Ayuso, D.F., *"Fabricación de microcanales en vidrio: Aplicación a microchips de electroforesis capilar y sensores ópticos"*, Tesis Doctoral, Universidad de Oviedo, (2009).
- [77] Castaño Álvarez, M., *"Microcanales y microchips de electroforesis capilar con detección electroquímica: diseño, construcción y aplicaciones"*, Tesis Doctoral, Universidad de Oviedo, (2008).
- [78] Seki, S., et al. "2D analysis of optical waveguides with a non-uniform finite difference method", *IRR-J*, 138, pp. 123-127, (1991).
- [79] Vassallo, C., *"Improvement of finite difference methods for step-index optical waveguides"*, *IEE-J*, 139, pp. 137-142, (1992).
- [80] A. Rasooly and K. E. Herold, *"Biosensors and Biodetection: Methods and Protocols Volume 1: Optical-Based Detectors"*, 1st ed., Humana Press (2008).
- [81] A. Rasooly and K. E. Herold, *"Biosensors and Biodetection: Methods and Protocols Volume 2: Electrochemical and Mechanical Detectors, Lateral Flow and Ligands for Biosensors"*, 1st ed., Humana Press (2008).
- [82] Luff, B., J., et al., *"Integrated Optical Mach-Zehnder Biosensor"*, *Journal of lightwave technology*, Vol. 16, No. 4, Abil, (1998).

- 
- [83] Lapizco-Encinas, B.H., "Aplicaciones de microfluídica en bioseparaciones" Rev. Mex. de Ing. Quí., Vol. 7, N. 3, pp. 205-214, (2008).
- [84] Verpoorte, E., "Microfluidic chips for clinical and forensic analysis", Electrophoresis, 23, 677 – 712, (2002).
- [85] Boone, T.D., et al., "Plastic advances microfluidic devices", Anal. Chem., 74, 78A–86A, (2002).
- [86] Rossier, J., Reymond, F., Michel, P.E., "Polymer microfluidic chips for electrochemical and biochemical analysis", Electrophoresis, 23, 858 – 867, (2002).
- [87] Ng, J.M.K., Gitlin, I., Stroock, A.D., Whitesides, G.M., "Components for integrated poly(dimethylsiloxane) microfluidic systems", Electrophoresis, 23, 3461 – 3473, (2002).
- [88] Dolnik, V., Liu, S., Jovanovich, S., "Capillary electrophoresis on microchips", Electrophoresis, 21, 41 – 54, (2000).
- [89] Horng, R.-H., et al., "PMMA-based capillary electrophoresis electrochemical detection microchip fabrication", J. Micromech. Microeng. 15, 6 – 10, (2005).
- [90] Schöning, R.-H., et al., "Amperometric PDMS/glass capillary electrophoresis-based biosensor microchip for catechol and dopamine detection", Sens. Actuat. B, 108, 688 – 694, (2005).
- [91] Wang, J., et al., "Thick-Film Electrochemical Detectors for Poly(dimethylsiloxane)-based Microchip Capillary Electrophoresis", Electroanalysis, 14, 1251 – 1255, (2002).
- [92] Liu, Y., et al., "Microfabricated Polycarbonate CE Devices for DNA Analysis", Anal. Chem., 73, 4196 – 4201, (2001).
- [93] Bai, X., Roussel, C., Jensen, H., Girault, H. H., "Polyelectrolyte-modified short microchannel for cation separation", Electrophoresis, 25, 931 – 935, (2004).
- [94] Vickers, J. A., et al., "Thermoset polyester as alternative material for microchip electrophoresis/electrochemistry", Electrophoresis, 28, 1123 – 1129, (2007).
- [95] Jia, Z.-J., Fang, Q., Fang, Z.-L. "Bonding of glass microfluidic chips at room temperatures", Anal. Chem., 76, 5597 – 5602, (2004).
- [96] Howlader, M.M.R., Suehara, S., Suga, T., "Room temperature wafer level glass/glass bonding", Sens. Actuat. A, 127, 31 – 36, (2006).
- [97] Chiang, Y.M., Bachman, M., Chu, C., Li, G.P., "Characterizing the process of cast molding microfluidic systems", SPIE Conference on Microfluidic Devices and Systems II, Santa Clara, California, September 1999, Vol 3877, pp. 303-311.
- [98] Zhang, J., Tan, K.L., Hong, g.D., Yang, L.J., Gong, H.Q., "Polymerization optimization of SU-8 photoresist and its applications in microfluidic systems and MEMS", J. micromechanics and microengineering, Vol. 11, pp. 20-26, (2001).
- [99] [http://www.microchem.com/pdf/KMPRDataSheetver4\\_2a.pdf](http://www.microchem.com/pdf/KMPRDataSheetver4_2a.pdf)

- 
- [100] Sia, S., Whitesides, G. M., "Microfluidic devices fabricated in poly(dimethylsiloxane) for biological studies", *Electrophoresis*, Vol. 24, pp. 3563-3576, (2003).
- [101] Grieshaber, D., MacKenzie, R., Vörös, J., Reimhult, E., "*Electrochemical Biosensors – Sensor Principles and Architectures*", *Sensors*, Vol. 8, pp. 1400-1458, (2008)
- [102] Ronkainen, N. J., Halsall, H. B., Heineman, W. R., "*Electrochemical biosensors*", *Chem. Soc. Rev.* 39, 1747, (2010).
- [103] Ferreira, G. N. M., da-Silva, A.-C., Tomé, B., "*Acoustic wave biosensor: physical models and biological applications of quartz crystal microbalance*", *Trends in Biotechnology*, Vol. 27, pp. 689-697, (2009).
- [104] Llandro, J., Palfreyman, J. J., Ionescu, A., Barnes, C. H. W., "Magnetic biosensor technologies for medical applications: a review", *Med Biol Eng Comput*, Vol 48, pp. 977-998, (2010).
- [105] Ligler, F. S., "*Optical biosensors: today and tomorrow*", Elsevier, (2008).
- [106] Lechuga, L., et al., "Optical biosensor devices as early detectors of biological and chemical warfare agents", Springer, (2006).
- [107] Lechuga, L., "Optical sensors based on evanescent field sensing: Part II. Integrated optical sensors", *Química Analítica*, Vol. 19, pp. 61-67, (2000).
- [108] Goddard, N. J., Pollard-Knight, D., Maule, C. H., "*Real-time biomolecular interaction analysis using the resonant mirror sensor*", *Analyst*, Vol 119, pp. 583-588, (1994).
- [109] Zinoviev, K. E., González-Guerrero, A. B., Domínguez, C., Lechuga, L. M., "*Integrated bimodal waveguide interferometric biosensor for label-free analysis*", *Journal of lightwave technology*, Vol 29, pp. 1926-1930, (2011).
- [110] Brandenburg, A., "*Differential refractometry by an integrated-optical Young interferometer*", *Sensors and actuators B, Chemical*, Vol 39, pp. 266-271, (1997)
- [111] Spillman, W. B. J., "Fiber optic sensors: An introduction for engineers and scientists", John Wiley and Sons, (2011).
- [112] Schneider, B. H., Edwards, J. G., Hartman, N. F., "Hartman interferometer: versatile integrated optic sensor for label-free, real-time quantification of nucleic acids, proteins, and pathogens", *Clin Chem*, Vol 43, pp. 1757-1763, (1997).
- [113] Prieto, F., Sepúlveda, B., Calle, A., Llobera, Domínguez, C., Lechuga, L. M., "*Integrated Mach-Zehnder interferometer based on ARROW structures for biosensor applications*", *Sensors and Actuators B: Chemical*, Vol 92, 151-158 (2003).
- [114] Rodríguez García, J., García Granda, M., Fernández Gavela, A., Antuña Presa, S., Rodríguez Lastra, M., Fernández Fernández, S., "*Electromagnetic waves scattering at interfaces between dielectric waveguides: a review on analysis and applications*", *PIERS B*, Vol. 37, pp. 103-124, (2012).



- 
- [115] Xu, D.-X., Vachon, M., Cheben, P., et al., "Label-free biosensor array base don silicon-on-insolator finr resonators addressed using a WDM approach", *Opticas letters*, Vol. 35, pp. 2771-2773, (2010)
- [116] Liedberg, B., Nylander, C., Lundstrôm, I., "Biosensing with surface plasmon resonance – how it all started", *Biosensors and bioelectronics*, Vol. 10, pp. i-ix, (1995).
- [117] Luff, B. J., et al. "*Integrated Optical Mach–Zehnder Biosensor*", *Journal of lightwave technology*, Vol. 16, N. 4, pp. 583-592, (1998).
- [118] Zinoviev, K., Carrascosa, L. G., Sánchez del Rio, J., Sepúlveda, B., Dominguez, C., Lechuga, L. M., "*Silicon photonic biosensors for lab-on-a-chip applications*", *Adv. Opt. Technol.* Vol. 2008, 383927, (2008).
- [119] Weiping Qiu, Thesis: "*PDMS Based Waveguides for Microfluidics and EOCB*" ([http://etd.lsu.edu/docs/available/etd-07112012-180904/unrestricted/qiu\\_thesis.pdf](http://etd.lsu.edu/docs/available/etd-07112012-180904/unrestricted/qiu_thesis.pdf)), Universidad de Zhejiang, China, (2012).
- [120] Okamoto, K., "*Beam propagation method*", *Fundamentals of Optical Waveguides*, 2d. Edition, Ed. Katsunari Okamoto, Academic Press, pp. 329-397, Burlington, (2006).
- [121] Martin, R. S., et al., "Carbon paste-based electrochemical detectors for microchip capillary electrophoresis/electrochemistry", *Analyst*, Vol. 126, pp. 277-280, (2001).
- [122] Chen, Z., Gao, Y., Lin, J., Su, R., Xie, Y., "Vacuum-assisted termal bonding of plastic capillary electrophoresis microchip imprinted with stainless steel template", *J. Chromatogr. A*, 1038, pp. 239-245, (2005).
- [123] Huang, W.-H., et al., "Transport location, and quantal reléase monitoring of single cells on a microfluidic device", *Anal. Chem.*, Vol. 76, pp. 483-488, (2004).
- [124] Cheng, H., et al. "Carbon fiber nanoelectrodes applied to mircochip electrophoresis amperometric detection of neurotransmitter dopamine in rat pheochromocytoma (PC12) cells", *Electrophoresis*, Vol. 28, pp. 1579-1582, (2007).
- [125] Wang, J., Chen, G., Chatrathi, M.P., Musameh, M., "*Capillary electrophoresis microchip with a carbon nanotube-modified electrochemical detector*", *Anal. Chem*, Vol. 76, pp. 298-302, (2004).
- [126] Wang, J., Chen, G., Wang, M., Chatrathi, M.P., "Carbon-mnanotube/copper composite electrodes for capillary electrophoresis microchip detection of carbohydrates", *Analyst*, Vol. 129, pp 512-151, (2004).
- [127] Lim, T.-K., Ohta, h., Matsunaga, T., "Microfabricated on-chip-type electrochemical flow immunoassay system for the detection of histamine released in whole blood samples", *Anal. Chem.*, Vol. 75, pp. 3316-3321, (2003).
- [128] Chen, G., Wang, J., "Fast and simple sample introduction for capillary electrophoresis microsystems", *Analyst*, Vol. 129, pp. 507-511, (2004).

- 
- [129] Wang, J., et al., "Microchip capillary electrophoresis coupled with a boron-doped diamond electrode-based electrochemical detector", *Anal. Chem.*, Vol. 75, pp. 935-939, (2003).
- [130] Wang, J. Chen, G., Pumera, M., "Microchip separation and electrochemical detection of amino acids and peptides following precolumn derivatization with naphthalene-2,3-dicarboxyaldehyde", *Electroanalysis*, Vol. 15, pp. 862-865, (2003).
- [131] Shao, Y., et al., "*Graphene based electrochemical sensors and biosensors: a review*", *Electroanalysis*, Vol. 22, Issue 10, pp. 1027-1036, (2010).
- [132] Tiselius, A., "*A new apparatus for electrophoretic analysis of colloidal mixtures*", *Trans. Faraday Soc.*, Vol. 33, pp. 524-531, (1937).
- [133] Hjertén, S., "*Free zone electrophoresis*", *Chromatogr. Rev.* Vol. 9, pp. 122-219, (1967).
- [134] Virtanen, R., "Zone electrophoresis in a narrow-bore tube employing potentiometric detection. Theoretical and experimental study", *Acta Polytech. Scand.*, Vol. 123, pp. 1-67, (1974).
- [135] Mikkers, F., Everaerts, F., Verheggen, T., "*High-performance zone electrophoresis*", *J. Chromatogr.*, Vol. 169, pp. 11-20, (1979).
- [136] Jorgenson, J.W., Lukacs, K.D., "*Zone electrophoresis in open-tubular glass capillaries*", *Anal. Chem.*, Vol. 53, pp. 1298-1302, (1981).
- [137] Jorgenson, J.W., Lukacs, K.D., "*Capillary zone electrophoresis*", *Science*, Vol. 22, pp. 266-272, (1983).
- [138] Landers, J.P., "*Handbook of capillary electrophoresis*", CRC Press Inc., Boca Raton, FL, USA, (1996).
- [139] Skoog, D.A., Holler, F.J., Crouch, S.R., "*Principles of Instrumental Analysis*", 6th. Ed. Thomson Brooks/Cole Publishing, Belmont, CA, (2007).
- [140] Terabe, S., Otsuka, K., Ichikawa, K., Tsuchiya, A., Ando, T., "*Electrokinetic separations with micellar solutions and open-tubular capillaries*", *Anal. Chem.*, Vol. 56, pp. 111-113, (1984).
- [141] Lukacs, K.D., Jorgenson, J.W., "Capillary zone electrophoresis: effect of physical parameters on separation efficiency and quantitation", *J. High Res. Chromatogr. Commun.*, Vol. 8, pp. 407-411, (1985)."
- [142] Verpoorte, E., "*Microfluidic chips for clinical and forensic analysis*", *Electrophoresis*, Vol. 23, pp. 677-712, (2002).
- [143] Manz, A., et al., "Planar chips technology for miniaturization and integration of separation techniques into monitoring systems Capillary electrophoresis on a chip", *J. Chromatogr. A*, Vol. 593, pp. 253-258, (1992).
- [144] A. Manz, Graber, N., Widmer, H.M., "*Miniaturized total chemical analysis systems: a novel concept for chemical sensing*", *Sens. Actuat. B*, Vol. 1, pp. 244-248, (1990).

- 
- [145] Erickson, D., Li, D., *"Integrated microfluidic devices"*, Anal. Chim. Acta, Vol. 507, pp. 3-10, (2004)-
- [146] Wang, J., *"On-chip enzymatic assays"*, Electrophoresis, Vol. 23, pp. 713-718, (2002).
- [147] Khandurina, J., Guttman, A., *"Bioanalysis in microfluidic devices"*, J. Chromatogr. A, Vol. 943, pp. 159-183, (2002).
- [148] Henry, C.S., *"Microchip capillary electrophoresis: Methods and protocols"*, Human Press, Totowa, NJ, USA, (2006).
- [149] Zhang, L., Dang, F., Baba, T., *"Microchip electrophoresis-based separation of DNA"*, J. Pharm. Biomed. Anal., Vol. 30., pp. 1645-1654, (2003).
- [150] Gawron, A.J., Martin, R.S., Lunte, S.M., *"Microchip electrophoretic separation systems fo biomedical and pharmaceutical analysis"*, Eur. J. Pharm. Sci., Vol. 14, pp. 1-12, (2991).
- [151] Büttgenbach, S., Wilke, R., *"A capillary electrophoresis chip with hydrodynamic sample injection for measurements from a continuous sample flow"*, Anal. Bioana. Chem., Vol. 383, pp. 733-737, (2005).
- [152] Backofen, U., Matysik, F.-M., Lunte, C.E., *"A chip-based electrophoresis system with electrochemical detection and hydrodynamic infection"*, Anall Chem., Vol. 74, pp. 4054-4059, (2002).
- [153] Jacobson, S.C., et al., *"Effects of injection schemes and column geometry on the performance of michochip electrophoresis devices"*, Anal. Chem., Vol. 66, pp. 1107-1113, (1994).
- [154] Martin, R.S., Gawron, A.J., Lunte, S.M., Henry, C.S., *"Dual-electrode electrochemical detection for poly(dimethylsiloxane)-fabricated capillary electrophoresis microchips"*, Anal. Chem., Vol. 72, pp. 3196-3202, (2000).
- [155] Wang, J., Tian, B., Sahlin, E., *"Micromachined electrophoresis chips with thick-film electrochemical detectors"*, Anal. Chem., Vol. 71, pp. 5436-5440, (1999).
- [156] Woolley, A.T., Lao, K., Glazer, A.N., Mathies, R.A., *"Capillary electrophoresis chips with integrated electrochemical detection"*, Anal. Chem., Vol. 70, pp. 684-688, (1998).
- [157] Gawron, A.J., Martin R.S., Lunte, S.M., *"Fabrication and evaluation of a carbón-based dual-electrode detector for poly(dimethylsiloxane) electrophoresis chips"*, Electrophoresis, Vol. 22, pp. 242-248, (2001).
- [158] Liu, Y., Fanguy J.C., Bledsoe, J.M., Henry, C.S., *"Dynamic coating using polyelectrolyte multilayers for chemical control of electroosmotic flow in capillary electrophoresis microchips"*, Anal. Chem., Vol. 72, pp. 5939-5944, (2001).
- [159] Kim, M.-S., Cho, S.I., Lee, K.-N., Kim, Y.-K., *"Fabrication of microchip electrophoresis devices and effects of cannel surface properties on separation efficiency"*, Sens. Actuat. B, Vol. 107, pp. 818-824, (2005).

- 
- [160] Vickers, J.A., Caulum, M.M., Henry, C.S., "Generation of hydrophilic poly(dimethylsiloxane) for high-performance microchip electrophoresis", *Anal. Chem.*, Vol. 384, pp. 265-270, (2006).
- [161] Johnson, M.E., Landers, J.P., "Fundamentals and practice for ultrasensitive laser-induced fluorescence detection in microanalytical systems", *Electrophoresis*, Vol. 25, pp. 3513-3527, (2004).
- [162] Salimi-Moosavi, H., Jiang, Y., Lester, L., McKinnon, G., Harrison, D.J., "A *multirefraction cell for enhance absorbance detection in microchip-based capillary electrophoresis devices*", *Electrophoresis*, Vol. 21, pp. 1291-1299, (2000).
- [163] Liu, B.-F., Ozaki, M., Utsumi, Y., Hattori, T., Terabe, S., "Chemiluminescence detection for a microchip capillary electrophoresis system fabricated in poly(dimethylsiloxane)", *Anal. Chem.*, Vol. 75, pp. 36-41, (2003).
- [164] Du, Y., Wang, E., "Capillary electrophoresis and microchip capillary electrophoresis with electrochemical and electrochemiluminescence detection", *J. Sep. Sci.*, Vol. 30, pp. 875-890, (2007).
- [165] Swinney, K., Marlov, D., Bornhop, D.J., "Chip-scale universal detection base don backscatter interferometry", *Anal. Chem.*, Vol. 72, pp. 2690-2695, (2000).
- [166] Sung, W.-C., Makamba, H., Chen, S.-H., "Chip-based microfluidic devices coupled with electrospray ionization-mass spectrometry", *Electrophoresis*, Vol. 26, pp. 1793-1791, (2005).
- [167] Pumera, M., Merkoçi, A., Alegret, S., "New materials for electrochemical sensing VII. *Microfluidic chip platforms*", *Trends Anal. Chem.*, Vol. 25, pp. 219-225, (2006).
- [168] Tanyanyiwa, J., Leuthardt, S., Hauser, P.C., "Conductimetric and potentiometric detection for conventional and microchip capillary electrophoresis", *Electrophoresis*, Vol. 23, pp.3659-3666, (2002).
- [169] Guijt, R.M., Evenhuis, C.J., Macka, M., Haddad, P.R., "Conductivity detection for conventional and miniaturised capillary electrophoresis systems", *Electrophoresis*, Vol. 25, pp. 4032-4057, (2004).
- [170] Kubán, P., Hauser, P.C., "A review fo the recent achievements in capicitively coupled contactless conductivity detection", *Anal. Chim. Acta*, Vol. 607, pp. 75-29, (2008).
- [171] Kounaves, S.P., "Voltrametric techniques", Cap. 37, *Handbook of instrumental techniques for analytical chemistry*, Ed. Frank A. Settle, (1997).
- [172] Brett, C.M.A., Brett, A.M.O. Chapter 5 in "Electrochemistry: Principles, Methods, and Applications", Oxford University Press, pp. 82-102, (1993).
- [173] Stulik, K., Amatore, C., Holub, K., Marecek, V., Kutner, W., "Microelectrodes, definitions, characterisation and applications", *Pure Appl. Chem.*, Vol. 72 pp. 1483-1492, (2000).

- 
- [174] Wang, J., "Electrochemical detection for microscale analytical systems: a review", *Talanta*, Vol. 56, pp. 223-231, (2002).
- [175] Vandever IV, W.R., Pasas, S.A., Martin, R.S., Lunte, S.M., "Recent developments in amperometric detection for microchip capillary electrophoresis", *electrophoresis*, Vol. 23, pp. 3467-3677, (2002).
- [176] Vandever IV, W.R., et al., "Recent developments in electrochemical detection for microchip capillary electrophoresis", *Electrophoresis*, Vol. 25, pp. 3528-3549, (2004).
- [177] Hebert, N.E., Kuhr, W.G., Brazill, S.A., "A microchip electrophoresis device with integrated electrochemical detection: A direct comparison of constant potential amperometry and sinusoidal voltammetry", *Anal. Chem.*, Vol. 75, pp. 3301-3307, (2003).
- [178] Jackson, D.J., et al., "Portable high-voltage power supply and electrochemical detection circuits for microchip capillary electrophoresis", *Anal. Chem.*, Vol. 75, pp. 3643-3649, (2003).
- [179] Yan, J., et al., "Fabrication of integrated microelectrodes for electrochemical detection on electrophoresis microchip by electroless deposition and micromolding in capillary technique", *Anal. Chem.*, Vol. 75, pp. 5406-5412, (2003).
- [180] Yan, J., Yang, X., Wang, E., "Electrochemical detection of anions on an electrophoresis microchip with integrated silver electrode", *Electroanalysis*, Vol. 17, pp. 1222-1226, 2005.
- [181] Piccin, E., Laocharoensuk, R., Burdick, J., Carrilho, E., Wang, J., "Adaptive nanowires for switchable microchip devices", *Anal. Chem.*, Vol. 72, pp. 4677-4682, (2000).
- [182] Mecker, L.C., Martin, R.S., "Use of micromolded carbon dual electrodes with a palladium decoupler for amperometric detection in microchip electrophoresis", *electrophoresis*, Vol. 27, pp. 5032-5042, (2006).
- [183] <http://www.laddresearch.com/tds/60785tds.pdf>.
- [184] Antuña Presa, S., Fdez Gavela, A., et al., "Manufacture of carbon microelectrodes by laser lithography for electrochemical detection", *J. of Micro/Nanolithography, MEMS and MOEMS*, Vol. 10, Issue 4, (2011).
- [185] Álvarez Martos, I., Fdez Gavela, A., et al., "Electrochemical properties of spaghetti and forest like carbon nanotubes grown on glass substrates", *Sensors and Actuators B: Chem.*, Vol. 192, pp. 253-260, Marzo (2014).