



ÁREA DE ÓPTICA
DEPARTAMENTO DE FÍSICA APLICADA
FACULTAD DE FÍSICA

Tesis Doctoral

Procesado de vidrio mediante una tecnología híbrida láser para su aplicación en el campo de la fotónica

Tamara Delgado García

Santiago de Compostela, junio de 2016

Dña. María Teresa Flores Arias y D. Daniel Nieto García, Profesora Titular de Universidad e Investigador Postdoctoral I2C, respectivamente, del Área de Óptica del Departamento de Física Aplicada de la Universidad de Santiago de Compostela,

INFORMAN

que la presente memoria, titulada “Procesado de vidrio mediante una tecnología híbrida láser para su aplicación en el campo de la fotónica”, ha sido realizada por Dña. Tamara Delgado García bajo su dirección y constituye la Tesis que presenta para optar al Grado de Doctor en Láser, Fotónica y Visión.

Santiago de Compostela, 17 de junio de 2016

Vº. Bº. Directora de la Tesis

Vº. Bº. Director de la Tesis

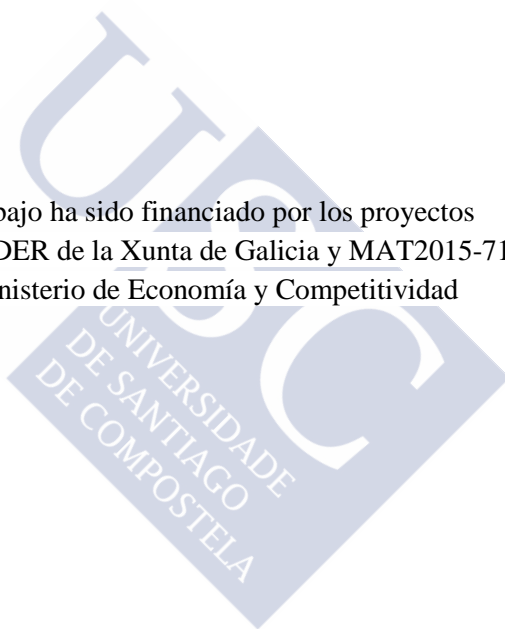
María Teresa Flores Arias

Daniel Nieto García

La Doctoranda

Tamara Delgado García

Este trabajo ha sido financiado por los proyectos
EM2012/019/FEDER de la Xunta de Galicia y MAT2015-71119-R
del Ministerio de Economía y Competitividad





A mis abuelos



RESUMO/ RESUMEN/ SUMMARY

Procesado de vidro mediante unha tecnoloxía híbrida láser para a súa aplicación no campo da fotónica

A presente tese céntrase no estudo, deseño e fabricación de micro-dispositivos fotónicos en vidro, en particular, matrices de microlentes e microcanles en substratos dun vidro sodo-cálcico.

O emprego destes dispositivos en múltiples disciplinas como comunicacións ópticas, procesado de materiais ou biofotónica; levou ao desenvolvemento dunha gran variedade de técnicas de fabricación, entre as que podemos destacar: a litografía, o micromecanizado mecánico, o moldeado ou a ablación láser. A ablación láser presenta unha serie de vantaxes fronte aos métodos convencionais, como a sinxeleza do proceso ou a flexibilidade no deseño das microestruturas.

O obxectivo desta tese é o desenvolvemento dunha tecnoloxía de fabricación de matrices de microlentes e microcanles en vidro, por medio da ablación láser. O método proposto baséase na combinación da técnica de escritura directa láser, para a xeración das microestruturas iniciais; e un tratamento térmico que permite mellorar a calidade óptica e morfolóxica dos elementos fabricados.

Para levar a cabo o microestruturado do vidro empréganse 2 láseres pulsados na rexión do infravermello próximo, un láser de Nd:YVO₄ con pulsos de nanosegundos e un láser de Ytterbium de femtosegundos. Paralelamente ao proceso de fabricación realízase unha comparativa do proceso ablativo do vidro nos dous réximes de pulsos empregados. Para a aplicación do tratamento térmico emprégase un láser de CO₂ acoplado a un forno continuo, o que permite modificar a forma e maila rugosidade dos elementos fabricados de forma superficial.

A tecnoloxía desenvolvida permite a obtención de microlentes e microcanles con boas propiedades ópticas e morfolóxicas para o seu uso en distintas aplicacións de micro-óptica e microfluídica.

PALABRAS CHAVE

Microlentes, microcanles, vidro, ablación láser, tratamento térmico

Procesado de vidrio mediante una tecnología híbrida láser para su aplicación en el campo de la fotónica

La presente tesis se centra en el estudio, diseño y fabricación de microdispositivos fotónicos en vidrio, en particular, matrices de microlentes y microcanales en sustratos de un vidrio sodo-cálcico.

El uso de estos dispositivos en múltiples disciplinas como comunicaciones ópticas, procesado de materiales o biofotónica; ha llevado al desarrollo de una gran variedad de técnicas de fabricación, entre las que podemos destacar: la litografía, el micromecanizado mecánico, el moldeado o la ablación láser. La ablación láser presenta una serie de ventajas frente a los métodos convencionales, como su fácil implementación o la flexibilidad en el diseño de las microestructuras.

El objetivo de esta tesis es el desarrollo de una tecnología de fabricación de matrices de microlentes y microcanales en vidrio, por medio de la ablación láser. El método propuesto consiste en la combinación de la técnica de escritura directa láser, para la generación de las microestructuras iniciales; y un tratamiento térmico que permite mejorar la calidad óptica y morfológica de los elementos fabricados.

Para llevar a cabo el microestructurado del vidrio se emplean 2 láseres pulsados en la región del IR cercano, un láser de Nd:YVO₄ con pulsos de nanosegundos y un láser de Ytterbium de femtosegundos. Paralelamente al proceso de fabricación, se realiza una comparativa del proceso ablativo del vidrio en los dos regímenes de pulsos utilizados. Para la aplicación del tratamiento térmico se utiliza un láser de CO₂ acoplado a un horno continuo, lo que permite modificar la forma y la rugosidad de los elementos fabricados de manera superficial.

La tecnología desarrollada permite la obtención de microlentes y microcanales con buenas propiedades ópticas y morfológicas para su uso en distintas aplicaciones de micro-óptica y microfluídica.

PALABRAS CLAVE

Microlentes, microcanales, vidrio, ablación láser, tratamiento térmico

Glass processing by a laser hybrid technology for photonics applications

The thesis proposes the study, design and fabrication of photonic micro-components on glass, in particular, microlens arrays and microchannels on soda-lime glass substrates.

Due to the use of these devices in several fields such as optical communications, materials processing or biophotonics, a huge variety of fabrication techniques has been developed, most notable are: lithographic techniques, mechanical micromachining, moulding methods or laser ablation. Laser ablation presents some advantages in comparison with the traditional methods, the simplicity of the fabrication setup or its flexibility in terms of surface shapes are some of the most important benefits of this technique.

The aim of this thesis is to develop a method for fabricating microlens arrays and microfluidic microchannels on glass by a laser ablation process. The method consists of a combination of the laser direct write technique, for fabricating the initial glass microstructures, and a post-thermal treatment for improving the optical and morphological qualities of the generated microlenses and microchannels.

Two IR pulsed lasers are used to microstructure the glass, a Nd:YVO₄ nanosecond laser and a Ytterbium femtosecond one. The fabrication process and a comparison between the ablative mechanisms of the glass in each pulse regimen are performed simultaneously. A CO₂ laser combined with a continuous furnace is employed to perform the thermal treatment, in order to modify the shape and the roughness of the fabricated elements, in a superficial manner.

This technique allows us to obtain microlenses and microchannels with good optical and morphological properties for micro-optic and microfluidic applications.

KEY WORDS

Microlenses, microchannels, glass, laser ablation, thermal treatment

Listado de publicaciones

1. D. Nieto, T. Delgado, M. T. Flores-Arias. "Fabrication of microchannels on soda-lime glass substrates with a Nd:YVO₄ laser". *Optics and Lasers in Engineering*, **63**, 11-18. (2014)
2. A. Gargallo, A. I. Gómez-Varela, H. González-Núñez, T. Delgado, C. Almeguer, F. Cambronero, A. García-Sánchez, D. Pallarés, M. Aymerich, A. L. Aragón, M. T. Flores-Arias. "Spreading Optics in the primary school". *Journal of Physics: Conference Series*, **605**, 012040. IOP Publishing. (2015)
3. T. Delgado, D. Nieto, M. T. Flores-Arias. "Fabrication of microlens arrays on soda-lime glass using a laser direct-write technique and a thermal treatment assisted by a CO₂ laser". *Optics and Lasers in Engineering*, **73**, 1-6. (2015)
4. T. Delgado, D. Nieto, M. T. Flores-Arias. "Soda-lime glass microlens arrays fabricated by laser: Comparison between a nanosecond and a femtosecond IR pulsed laser". *Optics and Lasers in Engineering*, **86**, 29-37. (2016)

Comunicaciones a congresos

1. T. Delgado, D. Nieto, M. T. Flores Arias. "Fabrication of microlens arrays on soda-lime glass using a combination of laser radiation and roller furnace". XXIII Congress of the International Commission for Optics, (26-29 Agosto 2014, Santiago de Compostela, España). Comunicación con póster
2. A. Gargallo, A. I. Gómez-Varela, H. González-Núñez, T. Delgado, C. Almaguer, F. Cambroner, Á. García-Sánchez, M. T. Flores-Arias. "Spreading Optics in the primary school". XXIII Congress of the International Commission for Optics, (26-29 Agosto 2014, Santiago de Compostela, España). Comunicación con póster
3. T. Delgado, D. Nieto, M. T. Flores Arias. "Fabricación de microlentes con láser en un vidrio soda-cálcico: comparativa láser de nanosegundos vs láser de femtosegundos". IX Reunión Española de Optoelectrónica, OPTOEL, (13-15 Julio 2015, Salamanca, España). Comunicación con póster
4. T. Delgado, D. Nieto, M. T. Flores Arias. "Fabricación de microlentes por medio de una tecnología híbrida láser". XI Reunión Nacional de Óptica, (1-3 Septiembre 2015, Salamanca, España). Comunicación con póster
5. A. Gargallo, A. I. Gómez-Varela, F. Cambroner, T. Delgado, M. Aymerich, Á. L. Aragón, Á. García-Sánchez, M. T. Flores-Arias. "Actividades divulgativas para el Año Internacional de la Luz de USC-OSA y USC-EPS". XI Reunión Nacional de Óptica, (1-3 Septiembre 2015, Salamanca, España). Comunicación con póster

6. T. Delgado, D. Nieto, M. T. Flores Arias. “Fabricación de micro-dispositivos fotónicos por medio de una tecnología híbrida láser”. IV Encontro Mocidade Investigadora, (9-10 Junio 2016, Santiago de Compostela, España). Comunicación oral



ÍNDICE

Informe del director	iii
Resumo/ Resumen/ Summary	ix
Listado de publicaciones	xiii
Comunicaciones a congresos	xiv
Introducción	xxi
Capítulo 1: Microestructurado de vidrio	1
1.1 Introducción.....	1
1.2 Métodos de microestructurado de vidrio	4
1.2.1 Litografía	5
1.2.2 Métodos basados en el empleo de moldes	7
1.2.3 Micromecanizado mecánico	8
1.2.4 Tratamiento mediante láser.....	9

1.2.4.a) Escritura láser directa	10
1.2.4.b) Escritura láser indirecta	11
1.3 Mecanismo de ablación del vidrio	12
Referencias	20

Capítulo 2: Materiales y dispositivos de fabricación y caracterización **25**

2.1 Introducción.....	25
2.2 El vidrio sodo-cálcico.....	26
2.3 Equipos láser	28
2.4 Tratamiento térmico	30
2.5 Herramientas de caracterización.....	32
2.5.1 Microscopio electrónico de barrido Zeiss FESEM-ULTRA Plus	32
2.5.2 Espectrómetro Perkin Elmer Lambda 25	34
2.5.3 Microscopio óptico Nikon MM-400.....	35
2.5.4 Microscopio confocal SENSOFAR 2300 Plμ	36
2.5.5 Perfilómetro de haz BP-109UV	38
Referencias	40

Capítulo 3: Fabricación de matrices de microlentes y microcanales en vidrio por medio de una tecnología híbrida láser **41**

3.1 Introducción.....	41
3.2 Tecnología de fabricación	42
3.2.1 Primera etapa de fabricación: Microestructurado del vidrio.....	42

3.2.2 Segunda etapa de fabricación: Tratamiento térmico	51
3.3 Fabricación y caracterización de matrices de microlentes	52
3.3.1 Microestructurado del vidrio	52
3.3.2 Tratamiento térmico.....	55
3.3.3 Caracterización de las matrices de microlentes fabricadas	61
3.3.4 Comparación entre el uso de un láser de nanosegundos y otro de femtosegundos en la fabricación de matrices de microlentes.....	71
3.4 Fabricación y caracterización de microcanales	81
3.4.1 Microestructurado del vidrio	81
3.4.1.a) Evolución de la profundidad y el diámetro de un microcanal con el número de pasadas láser	83
3.4.1.b) Estudio de la rugosidad media (Ra) generada durante el proceso ablativo.....	85
3.4.2 Tratamiento térmico y caracterización morfológica de los microcanales fabricados.....	88
3.4.3 Fabricación de diferentes estructuras: estudio del “límite”	93
3.5 Algunas aplicaciones de los elementos fabricadso	98
Referencias	101
Conclusiones	105
Agradecimientos	109

Introducción

En la presente tesis se desarrolla una tecnología híbrida para la fabricación de micro-dispositivos fotónicos en vidrio. Esta tecnología se estudia en detalle para la fabricación de matrices de microlentes y microcanales en sustratos de un vidrio sodo-cálcico.

Debido a sus buenas propiedades termo-mecánicas, su carácter inerte o su buena resistencia química y a la radiación, el vidrio se presenta como uno de los materiales preferidos para muchas de las aplicaciones de los dispositivos micro-ópticos y de microfluídica; a saber comunicaciones ópticas, procesado de materiales, micro-electrónica o micro-análisis químico, entre otras.

La demanda de microestructuras de calidad en vidrio por parte de estos ámbitos, ha llevado al desarrollo de una gran variedad de métodos de fabricación. Algunas de las técnicas más comunes son: la litografía, el micromecanizado mecánico, el moldeado o la ablación láser. Entre ellas, la ablación láser destaca como una técnica versátil, permitiendo, gracias a su naturaleza de no contacto, el micromecanizado del vidrio con una mínima deformación mecánica y térmica. Además, se trata de un proceso de un único paso, en el que no es necesario el uso de moldes,

lo que permite una gran flexibilidad en el diseño de las microestructuras, es fácil de implementar y presenta un bajo coste.

El objetivo de esta tesis es el desarrollo de una tecnología láser para la fabricación de matrices de microlentes y microcanales en vidrio. El método propuesto consiste en la combinación de la técnica de escritura directa láser, para generar las microestructuras iniciales por medio de un proceso ablativo; y un tratamiento térmico posterior, que permite mejorar la calidad morfológica y óptica de las microlentes y los microcanales fabricados.

Para llevar a cabo el microestructurado del vidrio se utiliza un láser pulsado, combinado con un sistema galvanométrico que permite realizar estructuras complejas. En particular, se emplean 2 láseres con una longitud de onda en la región del IR cercano del espectro, pero con distintas duraciones de pulso: un láser de Nd:YVO₄ (1064 nm) pulsado en régimen Q-Switch, con pulsos de 20 ns; y un láser de cristal de Ytterbium (1030 nm) con pulsos de 500 fs. Para la optimización del proceso, se determina el umbral de ablación del vidrio con cada uno de los láseres utilizados, teniendo en cuenta la presencia de impurezas en el material. Para la obtención de microestructuras homogéneas y uniformes, se determina la velocidad de barrido y la tasa de repetición adecuadas para tener un solapamiento entre pulsos óptimo.

La calidad de las microestructuras fabricadas se mejora con un tratamiento térmico posterior. Para esto se utiliza un láser de CO₂ acoplado a un horno continuo. Mediante el fundido superficial de las piezas de vidrio, se produce una modificación de la forma y la rugosidad de las microestructuras fabricadas. De este modo, se consigue una mejora de la calidad morfológica y óptica de las microlentes y los microcanales. Para la optimización del proceso térmico se analiza la influencia de la velocidad de desplazamiento de las piezas a lo largo del horno continuo, así como de los parámetros del láser de CO₂: potencia, tasa de repetición y velocidad de barrido.

Para la generación de las estructuras se utilizan dos configuraciones diferentes: las matrices de microlentes se generan mediante la ablación de surcos circulares en el sustrato de vidrio, mientras que los

microcanales se obtienen a través de la ablación de líneas individuales con distintas configuraciones.

Paralelamente a la fabricación de las matrices de microlentes, se hace una comparativa del proceso cuando se lleva a cabo con un láser de nanosegundos y cuando se utiliza para ello un láser de femtosegundos. Esto permite relacionar los resultados obtenidos con los distintos mecanismos físicos involucrado en la ablación del material en cada régimen de duración de pulsos.

Para la obtención de microlentes de buena calidad, en el caso de emplear el láser de nanosegundos, se lleva a cabo un proceso de limpieza previo a la aplicación del tratamiento térmico, para la eliminación de los residuos procedentes de la ablación láser. Este proceso de limpieza se realiza por medio de una técnica de grabado químico en mojado, sumergiendo las piezas en una disolución acuosa de ácido fluorhídrico.

Tras la aplicación del tratamiento térmico a las matrices de microlentes fabricadas con el láser de Nd:YVO₄ y el láser de Ytterbium, se consigue mejorar la capacidad de focalización de la luz de las microestructuras fabricadas en ambos casos. Sin embargo, los focos de las microlentes fabricadas con el láser de femtosegundos resultan más inhomogéneos e irregulares, y se alejan en mayor medida del caso ideal limitado por difracción.

Para la fabricación de los microcanales, y tras los resultados observados durante la fabricación de las matrices de microlentes, se emplea únicamente el láser de Nd:YVO₄. Por medio de la aplicación del tratamiento térmico se reduce la rugosidad superficial generada durante el proceso ablativo, lo que resulta crucial para la adecuación de los microcanales fabricados a diversas aplicaciones de microfluídica. Adicionalmente, se realiza un análisis de la calidad de la intersección entre dos microcanales, que se logra optimizar a través del control de la energía liberada en los primeros pulsos del Q-Switch.

La optimización de los diferentes parámetros de la tecnología desarrollada permite la obtención de microlentes y microcanales en vidrio, adecuados para aplicaciones en micro-óptica y microfluídica.

La tesis se encuentra organizada en 3 capítulos. En el Capítulo 1 se presentan algunos de los principales métodos de microestructurado de vidrio. En este capítulo se exponen las principales características de las técnicas litográficas, los métodos de modelado o el micromecanizado mecánico; mostrando las principales ventajas e inconvenientes de cada una de ellas. Se muestran de forma sucinta las distintas técnicas de escritura directa e indirecta basadas en la ablación láser. Adicionalmente, dado que la técnica de escritura directa láser es la empleada en esta tesis para llevar a cabo el microestructurado del vidrio, se incluye un análisis del mecanismo de ablación del vidrio, en particular del vidrio sodo-cálcico, con un láser IR pulsado.

El Capítulo 2 se dedica a la presentación de los distintos materiales y dispositivos de fabricación y caracterización utilizados en esta tesis. En primer lugar, se describe el vidrio sodo-cálcico empleado como sustrato, que se caracteriza en función de su espectro de transmisión y composición química. Se presentan los distintos equipos láser utilizados en el proceso de fabricación: los 2 láseres infrarrojos empleados para el microestructurado del vidrio por medio de la ablación láser, y el láser de CO₂ utilizado para la aplicación del tratamiento térmico. Finalmente, se presentan los distintos equipos de caracterización utilizados para el análisis morfológico y óptico de las microestructuras fabricadas.

El Capítulo 3 conforma el bloque principal de este trabajo. En él se describe de manera detallada en qué consiste la tecnología de fabricación desarrollada en esta tesis. Se explica y detalla el proceso de microestructurado del vidrio por medio de 2 láseres infrarrojos con distinto régimen de duración de pulsos, estableciendo una comparativa y relacionando los distintos procesos físicos que llevan a la ablación del vidrio en cada caso, con los resultados obtenidos. Se analiza la capacidad del tratamiento térmico para modificar las microestructuras fabricadas y reducir su rugosidad. Las matrices de microlentes y los microcanales se caracterizan desde un punto de vista morfológico y óptico, analizando las propiedades de los mismos para su aplicación en los campos de micro-óptica y microfluídica, respectivamente. Finalmente, se presentan algunas de las posibles aplicaciones de los elementos fabricados.

Capítulo 1: Microestructurado de vidrio

1.1 Introducción

En los últimos años, la tendencia hacia la miniaturización de los elementos, hasta dimensiones micrométricas, para su integración en dispositivos más compactos y de menor tamaño, ha permitido que en el campo de la fotónica se haya experimentado un gran avance en lo que se refiere al desarrollo de técnicas de fabricación de micro-dispositivos. Esta tesis se centra en el desarrollo de una tecnología de fabricación de micro-dispositivos fotónicos en vidrio, para su empleo en aplicaciones de micro-óptica y microfluídica.

Los dispositivos micro-ópticos son elementos de pequeño tamaño (del orden de micras) y diseños flexibles, que nos permiten coleccionar, distribuir o modular la luz. Éstos juegan un papel muy importante en diversas disciplinas como comunicaciones ópticas, procesamiento de materiales, sensores, metrología de precisión o biofotónica, entre otras [1]. En la figura 1.1 se muestran algunos ejemplos de elementos micro-ópticos comunes.

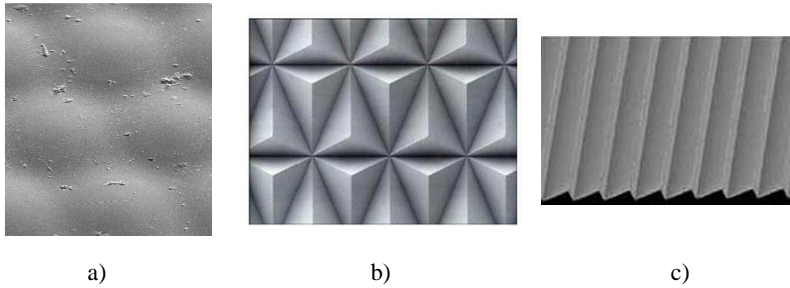


Figura 1.1. Ejemplos de elementos micro-ópticos: a) microlentes, b) microprismas y c) elemento difractivo [2].

Sus múltiples aplicaciones, junto con la necesidad de generar elementos micro-ópticos precisos y de buena calidad, han abierto un interesante campo de trabajo en lo que se refiere al desarrollo de métodos de fabricación. Entre los materiales empleados para la fabricación de elementos micro-ópticos, cabe destacar tanto el vidrio como los polímeros. Los materiales poliméricos, a pesar de su eficiencia, presentan una serie de limitaciones; debido al reducido número de materiales con distinto índice de refracción, su estabilidad limitada a altas temperaturas, su degradación bajo la acción de la luz UV, o la posibilidad de quemado cuando se trabaja con láseres de alta potencia. Estas limitaciones, sin embargo, no se dan en el caso de trabajar con el vidrio.

El campo de la microfluídica, por su parte, engloba un conjunto de tecnologías dedicadas al estudio del comportamiento de líquidos y gases a nivel microscópico [3, 4]. Se trata de un campo reciente y de rápido desarrollo, debido al gran número de aplicaciones que presenta; diagnóstico biomédico, síntesis química, enfriamiento de microchips en electrónica, etc [5-8]. En general, estas aplicaciones requieren del uso de materiales transparentes, que permitan realizar imágenes de alta resolución, microscopía de fluorescencia o analizar parámetros tales como el flujo laminar. Por este motivo, el vidrio y los polímeros son los materiales más utilizados en la fabricación de dispositivos de microfluídica. En la figura 1.2 se muestra un ejemplo de estos dispositivos.

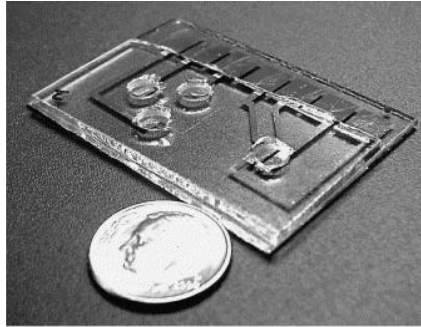


Figura 1.2. Ejemplo de un dispositivo de microfluídica en vidrio con diversos microcanales y microcolectores [9].

Las técnicas litográficas, heredadas de la industria microelectrónica, han sido las más utilizadas en la fabricación de dispositivos micro-ópticos y de microfluídica, debido a la buena calidad de los resultados obtenidos y el desarrollo experimentado por las mismas.

En cuanto a los materiales utilizados, como ya se ha mencionado, el vidrio y los polímeros son los materiales empleados por excelencia en la fabricación de estos dispositivos. El polímero PDMS, un elastómero blando, ópticamente transparente y compatible con los estudios biológicos por ser impermeable al agua, no tóxico para las células y permeable a los gases, ha sido el material empleado mayoritariamente en el campo de la fluídica. Por su parte el vidrio, extensamente utilizado en instrumentos ópticos, resulta adecuado para muchas aplicaciones que requieren de su microestructurado, como es el caso de la microfluídica y la micro-óptica [10, 11], debido a su carácter inerte y a sus propiedades termo-mecánicas. El vidrio presenta una mayor resistencia a la radiación, resistencia química y mayor estabilidad térmica y mecánica que la presentada por los materiales poliméricos; por ello, existen algunas aplicaciones donde únicamente los dispositivos fabricados en vidrio cumplen con las necesidades requeridas [12]. Compuestos en su mayoría por sílice principalmente, es posible obtener distintos tipos de vidrio, con distinto índice de refracción y distintos valores de transmitancia, mediante la adición de diferentes compuestos químicos durante el proceso de fabricación de éstos.

Las ventajas presentadas por el vidrio han empujado el desarrollo de numerosas técnicas para su microestructurado, las cuales proporcionan resultados de alta calidad y repetitividad. Por todo lo dicho, el vidrio se presenta como el material preferido para muchas aplicaciones de microfluídica y micro-óptica y, como ya se ha indicado, ha sido el sustrato elegido en esta tesis para la fabricación de los dispositivos fotónicos.

En el siguiente apartado se describirán brevemente algunas de las técnicas de microestructurado de vidrio más comunes, entre las que podemos destacar los métodos basados en el empleo de moldes, las técnicas litográficas, el micromecanizado mecánico o los tratamientos mediante láser.

1.2 Métodos de microestructurado de vidrio

Existe una gran variedad de técnicas para el microestructurado del vidrio, las cuales presentan una alta precisión y repetitividad. Algunas de las técnicas más comunes son: el grabado químico o con haz de iones, la ablación láser, el micromecanizado mecánico, el moldeo o las técnicas litográficas. A pesar de estar ampliamente extendidas, algunas de estas técnicas involucran etapas de fabricación complejas y pueden presentar riesgo de contaminación o conllevar un alto coste de producción.

Tradicionalmente, dada la alta calidad de los resultados obtenidos, la litografía ha sido el método utilizado por excelencia en la fabricación de microestructuras. Sin embargo, las técnicas basadas en la irradiación láser han ganado importancia en los últimos años, por su sencillez (reduciendo el número de etapas del proceso de fabricación), su flexibilidad en el diseño de las microestructuras a fabricar o su naturaleza de grabado sin contacto, lo que permite microestructurar los materiales con una mínima deformación mecánica y térmica. En este apartado se describirán brevemente las principales técnicas desarrolladas para el microestructurado del vidrio, indicando sus principales ventajas e inconvenientes.

1.2.1 Litografía

La litografía es una de las técnicas más utilizadas en la fabricación de microestructuras, debido principalmente al desarrollo experimentado por la misma en el campo de la microelectrónica. Las técnicas litográficas, emergentes hacia 1980, se basan en la impresión de un patrón sobre una fina capa de fotorresina, mediante la irradiación con la longitud de onda adecuada; para su posterior transferencia a un sustrato [13]. El proceso litográfico se puede dividir en las siguientes etapas (ver Figura 1.3):

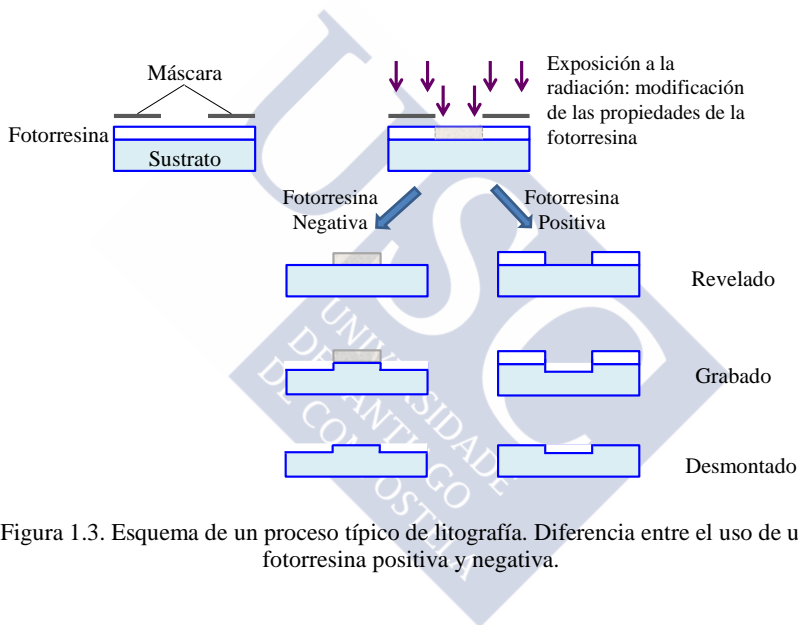


Figura 1.3. Esquema de un proceso típico de litografía. Diferencia entre el uso de una fotorresina positiva y negativa.

En una primera etapa del proceso se deposita una capa de resina fina y uniforme sobre el sustrato. Posteriormente, por medio de la irradiación con la longitud de onda adecuada, se transfiere el patrón deseado a la fotorresina; a través de la modificación de sus propiedades físicas o químicas en la zona expuesta a la radiación. Tradicionalmente, la irradiación de la fotorresina se ha llevado a cabo con lámparas ultravioleta. Dependiendo de la naturaleza de la resina, las regiones irradiadas se volverán solubles (resina positiva), o insolubles (resina negativa). A continuación, y mediante el uso de algún tipo de solvente,

se eliminan las regiones no deseadas de la fotorresina (etapa de revelado), para proceder al grabado del patrón en el sustrato. La etapa de grabado se realizará mediante un proceso químico (*wet etching*) o por medio de un plasma reactivo de iones (*dry etching*).

El grabado químico o en mojado resulta simple y económico, siendo una técnica ampliamente utilizada para la generación de diferentes estructuras en vidrio [14, 15]. Consiste en el empleo de ácidos, o soluciones salinas, para corroer las zonas del sustrato no protegidas por la máscara de fotorresina previamente diseñada. La corrosión en general uniforme del material, en todas las direcciones (*isotropic wet etching*), lleva a la eliminación de parte del sustrato que se encuentra por debajo de la resina (ver Figura 1.4.a). Por ello, cuando la direccionalidad resulta importante para la transferencia del patrón, y no se quiere perder resolución, el grabado químico no se suele emplear. En su lugar, las técnicas en seco, que consisten en la emisión de algún tipo de ión para la eliminación del sustrato (conocidas como *reactive-ion etching, RIE*), permiten controlar mejor el proceso y obtener perfiles anisotrópicos, como se muestra en la figura 1.4.b. La técnica RIE emplea un plasma de iones de alta energía, generado a baja presión (vacío) por un campo electromagnético intenso, que atacan la superficie del sustrato expuesta y reaccionan químicamente con la misma, arrancando parte del material [16,17].

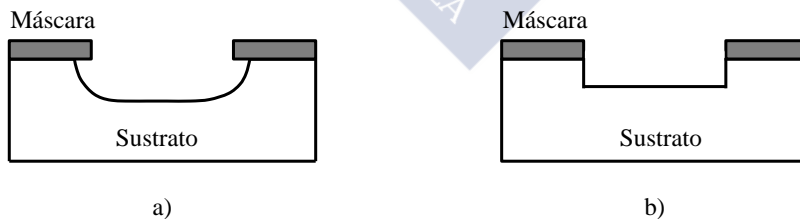


Figura 1.4. a) Perfil isotrópico de un proceso de grabado en mojado y b) perfil anisotrópico de un proceso de grabado en seco.

Además del proceso litográfico convencional descrito, la necesidad de obtener estructuras cada vez más complejas, de menor tamaño y con mayor resolución, ha llevado al desarrollo de nuevas técnicas litográficas. Un ejemplo es la litografía con haz de electrones (*electron beam lithography*), donde en lugar de la radiación ultravioleta, se emplea un haz de electrones para llevar a cabo la irradiación de la fotorresina. Esta técnica permite conseguir estructuras con una resolución por debajo de los 100 nm [18].

A pesar de que las técnicas litográficas proporcionan dispositivos de alta calidad, tanto en el campo de la microfluídica como de la micro-óptica, éstas presentan una serie de inconvenientes: la necesidad de emplear equipos sofisticados localizados en salas blancas, el gran número de pasos involucrados en complejos y delicados procesos de fabricación o la producción de residuos tóxicos, son algunos de los principales problemas de esta técnica. Por todo ello, la fabricación productiva y de bajo coste, de microestructuras en sustratos de vidrio por medio de la litografía, se presenta todavía como un reto.

1.2.2 Métodos basados en el empleo de moldes

Las técnicas basadas en el empleo de moldes permiten fabricar un gran número de dispositivos ópticos de alta calidad en vidrio [19]. Éstas se emplean, por ejemplo, en la fabricación de lentes de precisión en vidrio para su uso en productos comerciales, como cámaras digitales o sistemas médicos. El grabado caliente (*hot embossing*) representa uno de los principales métodos de modelado de vidrio, por su bajo coste y la rapidez del proceso [20, 21]. En esta técnica de replicado el material empleado como sustrato debe alcanzar su temperatura de transición, llegando a fundirse, para adaptarse así a la forma de un molde.

Existe un gran número de vidrios que se pueden emplear como sustrato en las técnicas de modelado, obteniéndose excelentes resultados y con bajo coste; sin embargo, existen una serie de limitaciones en estos procesos de fabricación. Por un lado, la temperatura de transición del vidrio no debe exceder la máxima temperatura de calentamiento del molde, y el coeficiente de expansión térmica de vidrio y molde deben

ser similares. Además, durante el proceso el vidrio sufre un cambio en su índice de refracción, causado por el rápido enfriamiento del molde en el que se encuentra insertado; de forma que las características del dispositivo deseado se verán modificadas en muchos casos. Por otro lado, el molde también presenta una serie de limitaciones. Éste debe tener suficiente resistencia, dureza y precisión a altas temperaturas y presiones; buena resistencia a la oxidación, baja expansión térmica o una alta conductividad del calor, serán también aspectos muy importantes. En definitiva, el material del molde debe ser el adecuado para soportar las altas temperaturas del proceso de fabricación, sin verse sometido a procesos de deformación. La elección del mismo dependerá de forma directa de la temperatura de transición del vidrio utilizado como sustrato. Entre los materiales más comunes empleados como molde podemos encontrar carburo de tungsteno, carbono vítreo o aleaciones de aluminio.

1.2.3 Micromecanizado mecánico

Las técnicas mecánicas, como el pulido o el canteado (comúnmente conocido por su nombre en inglés, *grinding*), han sido tradicionalmente utilizadas para la fabricación de elementos ópticos macroscópicos. Tanto el pulido como el “*grinding*” del vidrio se basan en operaciones similares:

- El *grinding* consiste en el empleo de partículas gruesas, de materiales duros como el carburo de silicio o el diamante, para la eliminación rápida de grandes cantidades de vidrio [22].
- La técnica de pulido emplea partículas de menor tamaño, a menudo de materiales menos abrasivos como el óxido de cerio o el óxido de aluminio, consiguiendo eliminar imperfecciones superficiales de menor tamaño [23].

Ambas técnicas se emplean tanto para la fabricación de piezas grandes como pequeñas, usando un conjunto de herramientas eléctricas o neumáticas, muelas o discos de pulido, entre otras. Algunas de sus

aplicaciones incluyen: eliminación de marcas de moldes de fundición de vidrio, mejora de los bordes de piezas de acoplamiento, eliminación de imperfecciones o la obtención de la transparencia de sustratos de vidrio. Existen una serie de problemas asociados a las técnicas de micromecanizado mecánico, como el alineamiento mecánico de la herramienta de mecanizado y el movimiento del sustrato, que hacen que la precisión de las microestructuras fabricadas dependa fuertemente del perfil de relieve de su superficie.

1.2.4 Tratamiento mediante láser

El empleo de láseres para el microestructurado de materiales ha ido en aumento en los últimos años, empleándose en diversos campos, en particular en micro-óptica y microfluídica [24-26].

La ablación láser, que permite la extracción de material por medio de la energía depositada sobre un sustrato [27], consigue, gracias a su naturaleza de no contacto, que el micromecanizado del vidrio se lleve a cabo con una mínima deformación mecánica y térmica. Además, la sencillez del proceso (evitando múltiples etapas de fabricación, como en los métodos litográficos), su direccionalidad (tratando la zona de interés, sin afectar al resto de la muestra), su fácil implementación y bajo coste, así como la amplia cantidad de láseres existentes, hacen que esta técnica resulte altamente atractiva industrialmente para el micromecanizado del vidrio.

La interacción entre la radiación láser y la materia depende de las características del haz láser (longitud de onda, fluencia o densidad de energía, duración de pulso, tasa de repetición, energía por pulso) y de las propiedades del material, como los coeficientes de absorción y de expansión térmica; las cuales vienen determinadas por la composición y estructura interna de éste. Para aquellos materiales transparentes en el rango visible del espectro, la ablación láser debería llevarse a cabo idealmente con radiación ultravioleta, debido a la absorción lineal que tiene lugar en estas longitudes de onda [28]. Alternativamente, el acoplamiento no lineal que tiene lugar cuando se trabaja con láseres pulsados de alta intensidad en la región del IR cercano del espectro,

presenta una serie de ventajas. Así, se ha podido demostrar el microestructurado de alta calidad mediante la ablación láser de dieléctricos con pulsos de nanosegundos y femtosegundos [29].

1.2.4.a) Escritura láser directa

Las técnicas de escritura directa hacen referencia a cualquier procedimiento capaz de generar un patrón sobre una superficie o volumen, sin la necesidad de emplear máscaras o patrones pre-existentes, como en el caso de los métodos litográficos o de modelado. Desde los primeros estudios realizados sobre la interacción entre la radiación láser y la materia, los procesos de escritura directa se han mostrado relevantes como técnicas para modificar, añadir o sustraer material en una amplia variedad de aplicaciones [30].

La escritura directa de sustracción con láser (conocida por las siglas de su nombre en inglés, LDWS, *Laser Direct-Write Subtraction*) es la más común de las técnicas de escritura directa [30]. Ésta engloba una serie de procesos que conducen a la ablación foto-química, foto-térmica o foto-física de un sustrato. Las principales interacciones, que conducen a la eliminación del material, pueden ser o no térmicas; dependiendo principalmente de las características de la radiación láser y del sustrato [31]. Entre los procesos más comunes de LDWS se incluyen el corte, la perforación o el grabado, para producir estructuras en relieve o cráteres en los materiales. Estos procesos pueden darse en atmósferas controladas o ambiental [32].

En el caso de la escritura directa de modificación con láser (LDWM, *Laser Direct-Write Modification*), la energía incidente no suele ser suficiente como para causar los efectos ablativos de la LDWS; sin embargo, sí tendrá lugar un cambio permanente en las propiedades del material [30]. En general, estos procesos se basan en modificaciones térmicas que dan lugar a un cambio estructural o químico en el sustrato. No obstante, muchas aplicaciones de LDWM requieren de una respuesta óptica específica en el material, más allá de los efectos térmicos; produciendo numerosas modificaciones en el mismo [33].

Por último, hablaremos de la escritura directa láser de adición (LDWA, *Laser Direct-Write Addition*), que tal vez sea la más reciente de las técnicas de escritura directa [31]. Esta técnica consiste en añadir un determinado material a un sustrato, mediante distintos procesos inducidos por el láser. En general, las técnicas de LDWA se derivan de la conocida como LIFT (*Laser Induced Forward Transfer*), donde un sustrato de metal sólido es colocado en estrecha proximidad a un segundo sustrato de interés, que recibe el material extraído del primero. La radiación láser es absorbida por el material metálico, causando una evaporación local; de forma que dicho vapor es impulsado hacia el sustrato de espera, donde se volverá a condensar [34].

1.2.4.b) Escritura láser indirecta

Debido a la baja absorción que los materiales transparentes, en el rango visible del espectro, presentan para longitudes de onda en el infrarrojo, es común servirse de la colocación de algún tipo de elemento en la superficie o parte posterior del material transparente en cuestión; para conseguir así confinar el haz láser incidente. De este modo, se consigue transferir energía desde la superficie de interacción entre el material absorbente y el láser, al material transparente de interés [35]. Existen varios métodos de escritura indirecta láser, adecuados para el procesado de materiales “no-absorbentes”.

La denominada como LIPAA, por su nombre en inglés (*laser-induced plasma-assisted ablation*), consiste en la colocación de un blanco metálico en la parte posterior del material transparente; sobre el que el haz láser incide tras atravesar primeramente el sustrato. Para una fluencia láser por debajo del umbral de daño del material transparente y por encima del umbral de ablación del blanco metálico, se genera un plasma a partir de la superficie del metal, que se propaga hacia la superficie del sustrato a gran velocidad. Como resultado de la fuerte interacción entre el haz láser, el plasma generado y la superficie del sustrato, tiene lugar la ablación del material transparente; sin roturas ni distorsiones severas de la superficie [36, 37].

En la técnica LESAL (*laser etching at a surface absorbed layer*) se deposita una capa de material absorbente en fase vapor, en la parte posterior del sustrato. De nuevo, la radiación láser atraviesa el sustrato transparente y, para una fluencia por debajo del umbral de daño del sustrato y por encima del umbral de ablación del blanco, se genera un plasma de la interacción entre el láser y la capa en fase vapor absorbente; el cual transferirá energía al sustrato permitiendo que tenga lugar la ablación del mismo [38].

Otro de los métodos basados en la colocación de un material absorbente, en contacto con la parte posterior del sustrato transparente, es la técnica LIBWE (*laser-induced backside wet etching*); o grabado láser en mojado. En esta técnica, una vez atravesado el sustrato transparente, una disolución de colorante absorbe la radiación. Entonces, la ablación se produce como consecuencia de un incremento de la temperatura y la presión en la interfaz entre el material y el líquido [39, 40].

Finalmente, la técnica LIBDE (*laser-induced backside dry etching*) sigue una configuración y mecanismo similares a los de LESAL, pero empleando una capa delgada del blanco absorbente, en lugar de encontrarse en su fase de vapor [41].

1.3 Mecanismo de ablación del vidrio

El método utilizado en este trabajo para llevar a cabo el microestructurado del vidrio se basa en la escritura directa láser. Por ello, este apartado se centra en describir, desde un punto de vista físico, el mecanismo de ablación del vidrio con láseres pulsados en la región del IR cercano del espectro. Se describen los procesos que tienen lugar con láseres de pulsos largos (nanosegundos o superiores) y ultracortos (unas pocas decenas de picosegundos o femtosegundos).

Durante el proceso de ablación láser, la energía que alcanza el blanco puede ser absorbida, transmitida o reflejada. Estos 3 procesos tendrán lugar en mayor o menor medida en función de las propiedades del material y de los parámetros de la radiación láser utilizada, longitud de

onda, duración de pulso, tasa de repetición y densidad de energía o fluencia.

El primer paso en el proceso ablativo de un material es la absorción de energía por parte de éste. Dicha absorción de energía tiene lugar a través de mecanismos lineales y no lineales. Para longitudes de onda no UV, los mecanismos de absorción serán distintos para aquellos materiales absorbentes como los metales; que para semiconductores y dieléctricos transparentes como el vidrio y los materiales plásticos. Estos mecanismos de absorción también dependerán de la intensidad láser, y por tanto de la duración de pulso para una fluencia dada. Para materiales opacos, los mecanismos de absorción lineal predominan cuando trabajamos con pulsos largos de baja intensidad, mientras la absorción no lineal puede llegar a ser dominante para pulsos ultracortos de alta intensidad [42, 43]. Sin embargo, para los materiales transparentes la absorción de energía tendrá lugar a través de procesos no lineales, con independencia de la duración de pulso, que llevarán a la ruptura óptica del material [44].

La ruptura óptica inducida por láser es un proceso mediante el cual un material, inicialmente transparente a la radiación, se transforma en un plasma absorbente por medio de un intenso pulso láser. Como consecuencia de la absorción de energía por parte del plasma, se genera un daño irreversible en el material y tiene lugar la ablación del mismo. Existen dos procesos no lineales que llevan a la ruptura óptica de un material: la ionización por avalancha y la ionización multifotón.

En un material dieléctrico transparente, como el vidrio, los electrones de la banda de valencia tienen un potencial de ionización (U_1) o banda prohibida (Δ) mayor que la energía de los fotones de un haz láser infrarrojo (Figura 1.5.b).

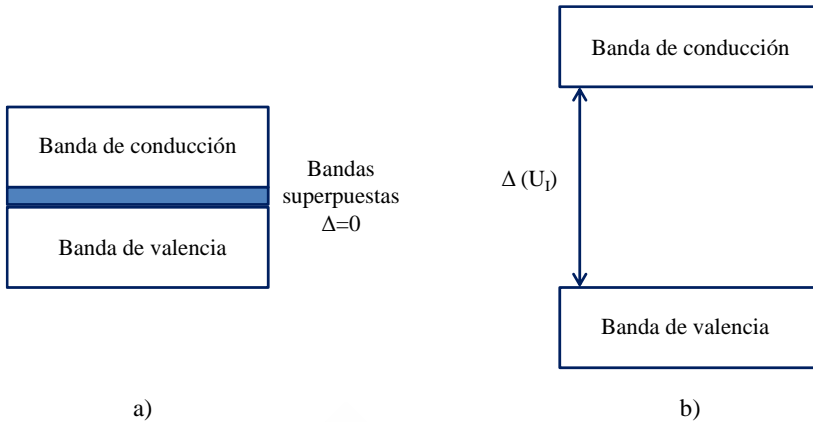


Figura 1.5. Diagrama de bandas de: a) un metal y b) un material semiconductor.

Los electrones de la banda de valencia no podrán absorber en este caso la luz láser a bajas intensidades, por debajo de 10^{10} W/cm², valor típico de intensidad para láseres de pulsos de nanosegundos o más largos. Sin embargo, en cualquier material existe siempre algún electrón libre, o electrón de conducción, que inicialmente sí absorben la energía del láser, y que conducirán a los denominados procesos de avalancha. Estos electrones, conocidos como electrones semilla, pueden provenir de impurezas metálicas en el material; a través de la ionización óptica lineal de niveles de energía poco profundos.

Los electrones semilla ganan energía a través de colisiones con otros electrones de valencia, en un proceso de Bremsstrahlung inverso. Tras una serie de colisiones, un electrón "semilla" podrá ser acelerado con una energía por encima del potencial de ionización del material; de tal forma que la siguiente colisión resulte en un evento de ionización, obteniéndose 2 electrones libres (fenómeno de ionización por impacto).

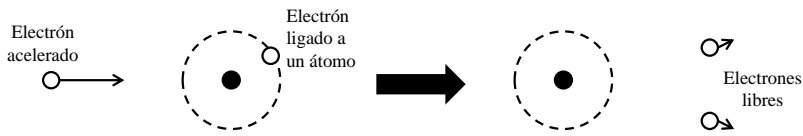


Figura 1.6. Esquema del fenómeno de ionización por impacto: los electrones libres secundarios se obtienen tras la colisión con el átomo, por parte de electrones con energía cinética superior a la energía de enlace de los electrones ligados.

Los electrones libres, resultantes del proceso de ionización por impacto, podrán a su vez ser acelerados y dar lugar a nuevos eventos de ionización, llevando a un fenómeno de avalancha. De este modo, la densidad de electrones libres crecerá exponencialmente, desde la baja densidad de electrones semilla iniciales. Cuando esta densidad de electrones libres alcance un valor umbral, el material transparente comenzará a absorber energía de la radiación incidente (la absorción inicial por parte de los electrones semilla resulta despreciable debido a su baja densidad). Se considera que este umbral es la densidad crítica, del plasma de electrones libres, para la cual una absorción óptica significativa da lugar a un daño irreversible en el material; de este modo se sucede la ruptura óptica del material transparente, el cual se vuelve absorbente.

En el caso del vidrio empleado como sustrato en este trabajo, un vidrio sodo-cálcico comercial, los electrones semilla que inicialmente absorben la energía del láser provienen de una serie de impurezas de estaño, presentes en el vidrio debido a su proceso de fabricación. Estas impurezas metálicas actuarán inicialmente como centros de absorción, permitiendo que se inicie el proceso ablativo del vidrio cuando se trabaje con láseres en la región del IR y con pulsos de nanosegundos o más largos.

Cuando se incide sobre el material transparente con un haz láser IR de pulsos ultracortos, para el que la intensidad del campo es superior a 10^{11} W/cm², los electrones de la banda de valencia podrán ser directamente promocionados a la banda de conducción a través de la absorción multifotón (Figura 1.7). En este fenómeno, un electrón ligado supera el

potencial de ionización (o banda prohibida) a través de la absorción simultánea de m fotones, pasando a un nivel de energía libre (o banda de conducción).

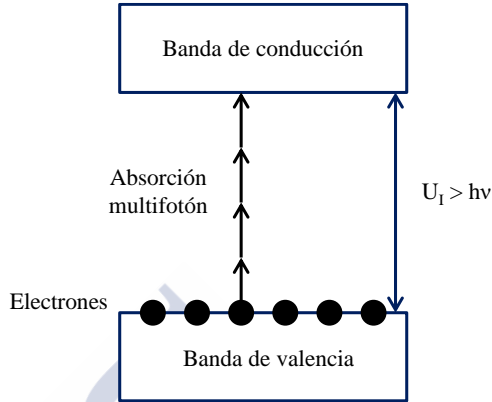


Figura 1.7. Esquema de un proceso de ionización multifotón: un electrón de la banda de valencia es directamente promocionado a la banda de conducción, tras la absorción simultánea de m fotones. Se cumple que $m h \nu \geq U_I$, donde $h \nu$ es la energía del fotón y U_I el potencial de ionización.

La ionización multifotón es un fenómeno de orden m , con una sección transversal extremadamente pequeña, que tiene relevancia únicamente para campos de alta intensidad. Para pulsos largos, donde la intensidad del campo láser es menor, la contribución de la ionización multifotón será insignificante. En este caso, la ruptura óptica del material inducida por el láser estará dominada por los fenómenos de avalancha, y por tanto, marcada por la presencia de electrones semilla. Por el contrario, para pulsos ultracortos, los electrones libres iniciales se generarán directamente a través del fenómeno de la ionización multifotón. De nuevo estos electrones libres, tras ser acelerados, darán lugar a los fenómenos de avalancha; completando el proceso de ruptura óptica del material. Se tiene por tanto que, para pulsos ultracortos, la presencia de electrones semilla ya pre-existentes en el material no resultará determinante, siendo la ionización multifotón la que marca el umbral de ruptura óptica del material.

Una vez que se alcanza la densidad crítica de electrones libres, se produce un daño irreversible en el material y se inicia el proceso ablativo. Los electrones transfieren la energía ganada a los iones y a la red del material, produciéndose un calentamiento del mismo. La cantidad de energía transferida, y por tanto el calentamiento del material, en el transcurso de la interacción entre el pulso láser y el sustrato, depende de la duración del pulso y del coeficiente de acoplamiento de energía de dicho material. El tiempo de acoplamiento entre los electrones y la red se estima en el rango de unos pocos picosegundos ($\tau_{ei} \approx \text{ps}$).

En el régimen de pulsos de nanosegundos (o pulsos más largos, hasta el continuo), el tiempo de intercambio de energía entre los electrones y la red resulta varios órdenes de magnitud menor que la duración del propio pulso, $\tau_{ei} \ll t_p$. Por este motivo, electrones e iones llegan a alcanzar un equilibrio térmico o cuasi-equilibrio. La energía cinética ganada por los electrones, a través de las distintas colisiones sufridas en los fenómenos de avalancha, se transfiere a la red durante la interacción entre el pulso láser y el sustrato; alcanzándose un estado de cuasi-equilibrio térmico entre electrones e iones y calentándose el material. El mecanismo que domina el proceso de ablación en este caso resulta de un marcado carácter térmico. El material en la zona irradiada por el láser se calienta pasando por su fase líquida y finalmente de vapor, dando lugar a la expansión y expulsión del mismo. Debido a la complejidad de la dinámica de fluidos en la fase líquida del proceso, éste puede resultar menos preciso, dando lugar a formas irregulares tras la re-solidificación del material fundido durante el proceso ablativo; lo que puede deteriorar la calidad de cortes y perforaciones. Este proceso se ve además acompañado por un calentamiento y daño colateral del área que rodea la zona de irradiación, lo que resulta un factor limitante cuando se requiere la fabricación de elementos de alta precisión.

Por otro lado, cuando se trabaja con pulsos ultracortos del orden de femtosegundos ($\leq 1\text{ps}$), el tiempo de intercambio de energía entre electrones e iones es mucho mayor que la duración del propio pulso, $\tau_{ei} \gg t_p$. En este caso, los iones permanecen “fríos”. En el régimen de pulsos ultracortos, la alta intensidad del pulso láser excita y acelera rápidamente los electrones del material, por medio de la ionización

multifotón. Durante el tiempo de interacción láser-sustrato, los electrones consiguen una energía superior (alcanzando algunas decenas de electronvoltios) que la cedida a la red, la cual permanece relativamente fría; sin tiempo para la difusión del calor. Tras la interacción del pulso láser con el sustrato, la energía ganada por los electrones se transfiere a la red; alcanzando así los iones una temperatura mucho mayor que en el caso de trabajar con pulsos largos. De este modo, tiene lugar una vaporización directa del material de la superficie, sin pasar previamente por su fase de fusión. El corto tiempo de interacción hace que la zona afectada por el calor sea mucho menor, pudiendo considerar el daño y calentamiento colateral insignificantes; favoreciendo así la generación de estructuras más precisas. Sin embargo, es importante notar que el proceso ablativo de sublimación directa que tiene lugar con pulsos ultracortos, presenta un carácter explosivo que genera una mayor rugosidad en la zona irradiada del material, como se verá en el Capítulo 3 de esta tesis.

La energía transferida se deposita en una capa superficial cuyo espesor viene dado, según la ley de Beer-Lambert, por la profundidad de penetración (también conocida por su nombre en inglés ‘skin depth’):

$$l_s = \frac{1}{\alpha} \quad (1.1)$$

donde α representa el coeficiente de absorción del material.

Por otro lado, la distancia de difusión del calor durante la duración del pulso láser (l_d), nos da la profundidad de penetración del calor debido a la conducción térmica (ecuación 1.2):

$$l_d = \sqrt{D \cdot t_p} \quad (1.2)$$

donde D es el coeficiente de difusión térmica y t_p indica la duración del pulso.

Para pulsos largos se tiene que: $l_d > l_s$, por lo que el volumen de material calentado viene determinado por la distancia de difusión del calor durante dicho pulso. En este caso, el umbral de ruptura óptica del material variará con la duración del pulso láser según: $F_{th} \propto \sqrt{t_p}$ [45].

Mientras que, cuando la duración del pulso disminuya hasta un valor t_c tal que $l_d = \sqrt{D \cdot t_c} < l_s$, la profundidad de penetración (skin depth) determinará el volumen de material calentado durante el pulso láser y el umbral de ruptura óptica se volverá independiente de la duración del pulso [46].

Se tiene por tanto que, cuando se trabaja con pulsos largos un mayor volumen de material es calentado; éste se funde, produciéndose la eliminación del mismo a través de la expulsión de masa fundida, dirigida por la presión de vapor y el retroceso de la presión de la luz. En este caso, la re-solidificación del material fundido tras la ablación láser podrá dar lugar a formas irregulares, indeseables para algunas aplicaciones de micromecanizado de precisión. Sin embargo, cuando se trabaja con pulsos ultracortos, la energía depositada se ve limitada a una fina capa de grosor l_s ; de forma que esta energía localizada calienta rápidamente el material en la zona irradiada, pasando directamente a su fase de vapor. La eliminación de material se produce por tanto, en este caso, a través de una directa sublimación; minimizando la zona afectada por el calor. El micromecanizado de materiales empleando pulsos ultracortos permitirá obtener resultados con una mayor precisión, que en el caso de trabajar con pulsos largos.

Referencias

- [1] H. P. Herzig. “Micro-optics: elements, systems and applications”. CRC Press. (1997)
- [2] H. P. D. Shieh, Y. P. Huang, K. W. Chien. “Micro-optics for liquid crystal displays applications”. *Journal of Display Technology*, **1**, 62. (2005)
- [3] G. M. Whitesides. “The origins and the future of microfluidics”. *Nature*, **442**, 368-373. (2006)
- [4] H. A. Stone, A. D. Stroock, A. Ajdari. “Engineering flows in small devices: microfluidics toward a lab-on-a-chip”. *Annual Review of Fluid Mechanics*, **36**, 381-411. (2004)
- [5] B. Dang, M. S. Bakir, D. C. Sekar, C. R. King Jr., J. D. Meindl. “Integrated microfluidic cooling and interconnects for 2D and 3D chips”. *IEEE Transactions on Advanced Packaging*, **33**, 79-87. (2010)
- [6] T. Rajabi, V. Huck, R. Ahrens, M. C. Apfel, S. E. Kim, S. W. Schneider, A. E. Guber. “Development of a novel two-channel microfluidic system for biomedical applications in cancer research”. *Biomedical Engineering*, **57**, 921-922. (2012)
- [7] F. Cattaneo, K. Baldwin, S. Yang, T. Krupenkine, S. Ramachandran, J. A. Rogers. “Digitally tuneable microfluidic optical fiber devices”. *Journal of Microelectromechanical Systems*, **12**, 907-912. (2003)
- [8] H. Andersson, A. Van Den Berg. “Microfabrication and microfluidics for tissue engineering: state of the art and future opportunities”. *Lab on a Chip*, **4**, 98-103. (2004)
- [9] D. Erickson, D. Li. “Integrated microfluidic devices”. *Analytica Chimica Acta*, **507**, 11-26. (2004)
- [10] D. N. McIlroy, J. Huso, Y. Kranov, J. Marchinek, C. Ebert, S. Moore, E. Marji, R. Gandy, Y. K. Hong, M. Grant Norton, E. Cavaliere, Rudy Benz, B. L. Justus, A. Rosenberg. “Nanoparticle formation in microchannel glass by plasma enhanced chemical vapour deposition”. *Journal of Applied Physics*, **93**, 5643-5649. (2003)

- [11] M. He, X. C. Yuan, N. Q. Ngo, J. Bu, V. Kudryashov. "Simple reflow technique for fabrication of a microlens array in solgel glass". *Optics Letters*, **28**, 731-733. (2003)
- [12] R. Göring, A. Bräuer, E. B. Kley, C. Wächter, P. Dannberg, T. Poßner. "Micro-and integrated optical devices in glasses and polymers for hybride integration into microsystems". *Microsystem Technologies*, **1**, 59-67. (1995)
- [13] M. Kufner and S. Kufner. "Micro-optics and Lithography". Vu University Press Amsterdam. (1997)
- [14] A. Grosse, M. Grewe, H. Fouckhardt. "Deep wet etching of fused silica glass for hollow capillary optical leaky waveguides in microfluidic devices". *Journal of Micromechanics and Microengineering*, **11**, 257. (2001)
- [15] D. M. Knotter. "Etching mechanism of vitreous silicon dioxide in HF-based solutions". *Journal of the American Chemical Society*, **122**, 4345-4351. (2000)
- [16] P. A. Clerc, L. Dellmann, F. Gretillat, M. A. Gretillat, P. F. Indermühle, S. Jeanneret, Ph. Luginbuhl, C. Marxer, T. L. Pfeffer, N. F. De Rooij. "Advanced deep reactive ion etching: a versatile tool for microelectromechanical systems". *Journal of Micromechanics and Microengineering*, **8**, 272. (1998)
- [17] X. Li, T. Abe, M. Esashi. "Deep reactive ion etching of Pyrex glass using SF₆ plasma". *Sensors and Actuators A: Physical*, **87**, 139-145. (2001)
- [18] W. Yu, X. Yuan." Fabrication of refractive microlens in hybrid SiO₂/TiO₂ sol-gel glass by electron beam lithography". *Optics Express*, **11**, 899-903. (2003)
- [19] L. Su, Y. Chen, A. Y. Yi, F. Klocke, G. Pongs; "Refractive index variation in compression moulding of precision glass optical components". *Applied Optics*, **47**, 1662-1667. (2008)
- [20] C. T. Pan, T. T. Wu, M. F. Chen, Y. C. Chang, C. J. Lee., J. C. Huang. "Hot embossing of micro-lens array on bulk metallic glass". *Sensors and Actuators A: Physical*, **141**, 422-431. (2008)

- [21] M. Takahashi, Y. Murakoshi, R. Maeda, K. Hasegawa. "Large area micro hot embossing of Pyrex glass with GC mold machined by dicing". *Microsystem Technologies*, **13**, 379-384. (2007)
- [22] K. Philips, G.M. Crimes, T.R. Wilshaw; "On the mechanism of material removal by free abrasive grinding of glass and fused silica". *Wear*, **41**, 327-350. (1977)
- [23] C. C. Wang, S. C. Lin, H. Hochen; "A material removal model for polishing glass-ceramic and aluminium magnesium storage disk". *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, **42**, 979-984. (2002)
- [24] J. Kim, X. Xu. "Excimer laser fabrication of polymer microfluidic devices". *Journal of Laser Applications*, **15**, 255-260. (2003)
- [25] D. Lim, Y. Kamotani, B. Cho, J. Mazumder, S. Takayama. "Fabrication of microfluidic mixers and artificial vasculatures using a high-brightness diode-pumped Nd: YAG laser direct write method". *Lab on a Chip*, **3**, 318-323. (2003)
- [26] G. Kopitkovas, T. Lippert, C. David, A. Wokaun, J. Gobrecht. "Fabrication of micro-optical elements in quartz by laser induced backside wet etching". *Microelectronic Engineering*, **67**, 438-444. (2003)
- [27] C. Phipps, (Ed.). "Laser ablation and its applications". Springer, **129**. (2007)
- [28] J. Ihlemann, B. Wolff-Rottke. "Excimer laser micro machining of inorganic dielectrics". *Applied Surface Science*, **106**, 282-286. (1996)
- [29] X. Liu, D. Du, G. Mourou. "Laser Ablation and Micromachining with Ultrashort Laser Pulses". *Journal of Quantum Electronics*, **33**, 1706-171. (1997)
- [30] C. B. Arnold, A. Piqué. "Laser direct-write processing". *MRS Bulletin*, **32**, 9-15. (2007)
- [31] U. C. Paek, A. Kestenbaum. "Thermal analysis of thin-film micromachining with lasers". *Journal of Applied Physics*, **44**, 2260-2268. (1973)

- [32] K. L. Choo, Y. Ogawa, G. Kanbargi, V. Otra, L. M. Raff, R. Komanduri. "Micromachining of silicon by short-pulse laser ablation in air and under water". *Materials Science and Engineering: A*, **372**, 145-162. (2004)
- [33] K. Itoh, W. Watanabe, S. Nolte, C. B. Schaffer. "Ultrafast processes for bulk modification of transparent materials". *MRS Bulletin*, **31**, 620-625. (2006)
- [34] C. B. Arnold, P. Serra, A. Piqué. "Laser direct-write techniques for printing of complex materials". *MRS Bulletin*, **32**, 23-31. (2007)
- [35] A. Castelo, D. Nieto, C. Bao, M. T. Flores-Arias, M. V. Pérez, C. Gómez-Reino, C. López-Gascón, G. F. De La Fuente. "Laser backwriting process on glass via ablation of metal targets". *Optics Communications*, **273**, 193-199. (2007)
- [36] J. Zhang, K. Sugioka, K. Midorikawa. "High-quality and high-efficiency machining of glass materials by laser-induced plasma-assisted ablation using conventional nanosecond UV, visible, and infrared lasers". *Applied Physics A*, **69**, S879-S882. (1999)
- [37] K. Sugioka, K. Midorikawa, H. Yamaoka, Y. Gomi, M. Otsuki, M. H. Hong, D. J. Wu, L. L. Wong, T. C. Chong. "Glass microprocessing by laser-induced plasma-assisted ablation: fundamental to industrial applications". In *Nonresonant Laser-Matter Interaction (NLMI-11)* (1-10). International Society for Optics and Photonics. (2004)
- [38] K. Zimmer, R. Böhme, B. Rauschenbach. "Laser etching of fused silica using an adsorbed toluene layer". *Applied Physics A*, **79**, 1883-1885. (2004)
- [39] G. Kopitkovas, T. Lippert, J. Venturini, C. David, A. Wokaun; "Laser Induced Backside Wet Etching: Mechanisms and Fabrication of Micro-Optical Elements". *Journal of Physics: Conference Series*, **59**, 526-532. (2007)
- [40] J. Y. Cheng, M. H. Yen, C. W. Wei, Y. C. Chuang, T. H. Young. "Crack-free direct-writing on glass using a low-power UV laser in the manufacture of a microfluidic chip". *Journal of Micromechanics and Microengineering*, **15**, 1147. (2005)

- [41] B. Hopp, C. Vass, T. Smausz. "Laser induced backside dry etching of transparent materials". *Applied Surface Science*, **253**, 7922-7925. (2007)
- [42] E. G. Gamaly, A. V. Rode, B. Luther-Davies, V. T. Tikhonchuk. "Ablation of solids by femtosecond lasers: Ablation mechanism and ablation thresholds for metals and dielectrics". *Physics of Plasmas*, **9**, 949-957. (2002)
- [43] B. N. Chichkov, C. Momma, S. Nolte, F. Von Alvensleben, A. Tünnermann. "Femtosecond, picosecond and nanosecond laser ablation of solids". *Applied Physics A*, **63**, 109-115. (1996)
- [44] C. B. Schaffer, A. Brodeur, E. Mazur. "Laser-induced breakdown and damage in bulk transparent materials induced by tightly focused femtosecond laser pulses". *Measurement Science and Technology*, **12**, 1784. (2001)
- [45] B. C. Stuart, M. D. Feit, A. M. Rubenchik, B. W. Shore, M. D. Perry. "Laser-induced damage in dielectrics with nanosecond to subpicosecond pulses". *Physical Review Letters*, **74**, 2248. (1995)
- [46] D. Du, X. Liu, G. Korn, J. Squier, G. Mourou. "Laser-induced breakdown by impact ionization in SiO₂ with pulse widths from 7 ns to 150 fs. *Applied Physics Letters*, **64**, 3071-3073. (1994)

Capítulo 2: Materiales y dispositivos de fabricación y caracterización

2.1 Introducción

El objetivo de esta tesis es el diseño, estudio y fabricación de microdispositivos fotónicos en vidrio, para su aplicación en los campos de micro-óptica y microfluídica. En particular, este trabajo se centra en el desarrollo de una tecnología láser para la fabricación de microcanales y matrices de microlentes en sustratos de un vidrio sodo-cálcico.

En este capítulo se presentan los materiales y equipos utilizados en la fabricación y caracterización de los dispositivos fotónicos fabricados. Inicialmente se describirá el vidrio empleado como sustrato, que se caracteriza en función de su espectro de transmisión y composición química. A continuación, se presentan los distintos equipos láser utilizados en el proceso de fabricación: dos láseres pulsados en la región del IR cercano del espectro, utilizados para el microestructurado del vidrio por medio de un proceso ablativo; y un láser de CO₂ que se

emplea para la aplicación de un tratamiento térmico. Adicionalmente, se presentarán los equipos de caracterización utilizados para el análisis morfológico y óptico de los elementos fabricados. Esta descripción previa de los materiales y equipos empleados, nos permitirá hacer referencia a la misma en capítulos posteriores, para explicar las configuraciones experimentales de trabajo y los resultados obtenidos.

2.2 El vidrio sodo-cálcico

Como sustrato para la fabricación de las matrices de microlentes y los microcanales se eligió un vidrio sodo-cálcico, por ser uno de los vidrios comerciales más comunes y menos costoso. La elección de este vidrio permite obtener micro-dispositivos fotónicos competitivos industrialmente, con unas cualidades adecuadas para su aplicación en los campos de micro-óptica y microfluídica.

Este tipo de vidrio recibe su nombre de la presencia de sodio y calcio en su composición, siendo la sílice su componente principal. Se trata de un vidrio relativamente fácil de fundir y fabricar, químicamente inerte y de resistencia térmica limitada, por lo que grandes y repentinos cambios de temperatura pueden provocar roturas en el mismo.

La caracterización de las muestras de vidrio, previamente a su procesado, resulta crucial; permitiéndonos, por ejemplo, identificar los mecanismos que llevan a la ablación del material. En particular, se ha determinado el espectro de transmisión y la composición química del vidrio. El espectro de transmisión (Figura 2.1) se obtuvo con un espectrómetro Perkin Elmer Lambda 25. Mientras que la composición del vidrio se determinó mediante un análisis EDX (espectroscopía de energía dispersiva de rayos X), realizado con el microscopio electrónico de barrido (SEM) Zeiss FESEM-ULTRA Plus (Tabla 2.1).

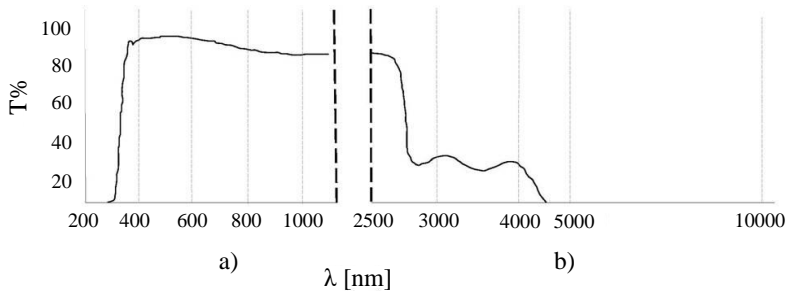


Figura 2.1. Espectro de transmisión del vidrio sodo-cálcico: a) rango de longitudes de onda desde 200 a 1100 nm, adquirido con el espectrómetro Perkin Elmer Lambda 25 y b) típico espectro obtenido para longitudes de onda infrarrojas medias [1].

En la figura 2.1 se puede ver que el vidrio sodo-cálcico es transparente a las longitudes de onda de la región del IR cercano del espectro (entre 800 y 2500 nm), donde se encuentran los 2 sistemas láser empleados en esta tesis para su microestructurado. Sin embargo, este vidrio absorbe las longitudes de onda por encima de 5000 nm (ver Figura 2.1.b); por lo que se comporta como un material absorbente a la longitud de onda de 10,6 μm del láser de CO_2 , utilizado para la aplicación del tratamiento térmico.

Tabla 2.1. Composición química del vidrio sodo-cálcico.

Cara frontal			Cara posterior		
Elemento	Peso %	P. atómico %	Elemento	Peso %	P. atómico %
O	50,25	63,51	O	48,97	63,00
Na	9,08	7,99	Na	9,14	8,18
Mg	2,19	1,82	Mg	2,24	1,90
Al	0,54	0,40	Al	0,49	0,37
Si	33,08	23,82	Si	32,34	23,70
Ca	4,87	2,45	Ca	4,91	2,52
Sn	-	-	Sn	1,90	0,33
TOTAL	100,00	100,00	TOTAL	100,00	100,00

Como se puede ver en la tabla 2.1, la sílice (SiO_2) es el componente mayoritario en este tipo de vidrios; ésta define la consistencia y el aspecto del material, además de cumplir una función vitrificante. Los dos siguientes elementos mayoritarios en la composición del vidrio son: el óxido de sodio y el óxido de calcio. El óxido de sodio (Na_2O) actúa como fundente, favoreciendo la formación del vidrio y su elaboración. Mientras que el óxido de calcio (CaO) aumenta la estabilidad química y mecánica del material, por lo que actúa como estabilizante.

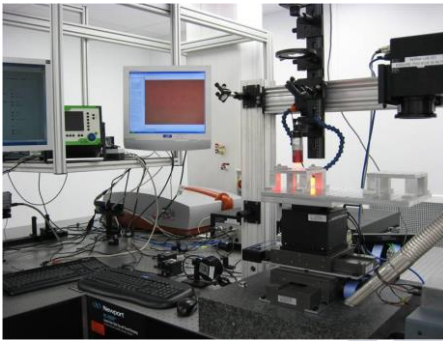
El análisis de la composición química del vidrio sodo-cálcico revela la presencia de estaño (Sn) tan sólo en una de las dos caras de las muestras. Este hecho se encuentra relacionado con la conocida técnica “float” empleada para la producción de vidrios de ventana. Durante la etapa de moldeo de esta técnica de fabricación, tiene lugar la difusión de estaño en la superficie del vidrio en contacto con un baño de dicho metal. La otra cara del vidrio, en contacto con la atmósfera inerte durante el proceso de moldeo, no muestra contaminación de estaño. La presencia de estas impurezas metálicas resulta crucial para iniciar el proceso ablativo del vidrio sodo-cálcico, actuando como centros de absorción durante el mismo; tal y como se ha visto en el primer capítulo de esta tesis (ver apartado 1.3 del Capítulo 1 para más detalle).

2.3 Equipos láser

Los equipos láser utilizados en la fabricación de matrices de microlentes y microcanales en vidrio son:

1. Láser *Amplitude systems s-pulse HP*, de 1030 nm y pulsos de 500 fs (Figura 2.2.a).
2. Láser *Rofin power e-line*, de 1064 nm y pulsos de 20 ns (Figura 2.2.b).
3. Láser *Easy mark 100*, de 10,6 μm y pulsos de 30 μs (Figura 2.2.c).

Los dos primeros equipos láser se emplean para llevar a cabo el microestructurado del vidrio, por medio de un proceso ablativo. Mientras que, el tercer equipo se emplea para la aplicación de un tratamiento térmico. Las características de los tres láseres utilizados en el proceso de fabricación se muestran en la tabla 2.2.



a)



b)



c)

Figura 2.2. Fotografías de las estaciones de trabajo de: a) láser *Amplitude systems s-pulse HP* de femtosegundos, b) láser modelo *Rofin* de nanosegundos y c) láser de CO_2 *Easy mark*.

Tabla 2.2. Características de los sistemas láser.

	Amplitude systems s-pulse HP (fs)	Rofin power e-line (ns)	Easy mark 100
Fuente láser	Ytterbium	Nd:YVO ₄	CO ₂
Longitud de onda	1030 nm	1064 nm	10,6 μm
Duración de pulso	500 fs	8-20 ns	10-30 μs
Energía por pulso	1 mJ	105 μJ	5-230 mJ
Tasa de repetición	1 pulso – 300 kHz	1 pulso – 200 kHz	1 pulso – 100 kHz
M²	<1,2	<1,2	<1,25

2.4 Tratamiento térmico

Para la aplicación del tratamiento térmico se combina el láser de CO₂ con un horno Nannetti de rodillos modelo ER-20 [2, 3].

En el horno Nannetti ER-20 se distinguen 4 zonas de características diferentes: zona de entrada y evacuación de humos, zona de precalentamiento, zona de cocción y zona de enfriamiento. La temperatura alcanzada en cada una de las distintas zonas del horno se controla a través de 4 cuadros de mando individuales, siendo como máximo de 1320°C. El avance de las piezas a través del horno se efectúa por medio de rodillos cerámicos, que giran mediante un sistema piñón-cadena de velocidad variable. La velocidad de desplazamiento de las piezas se controla a través de un quinto cuadro de mandos. Las especificaciones del horno Nannetti de rodillos modelo ER-20 se muestran en la tabla 2.3.

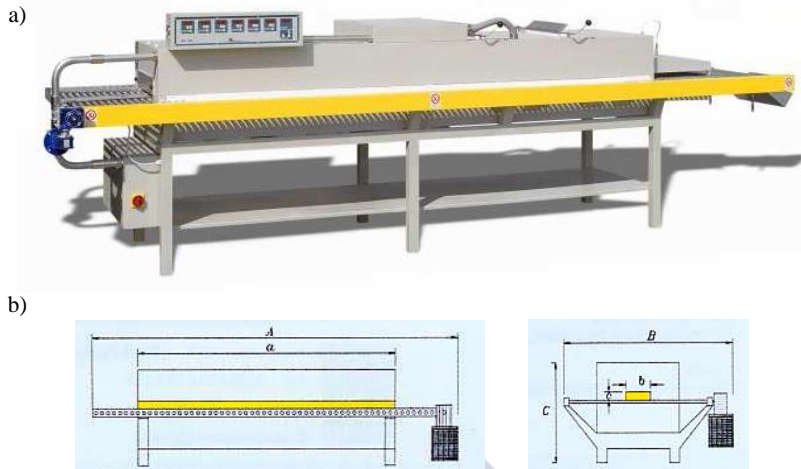


Figura 2.3. a) Fotografía del horno Nannetti modelo ER-20 y b) esquema de las dimensiones del horno (ver Tabla 2.3).

Tabla 2.3. Especificaciones del horno Nannetti modelo ER-20.

Especificaciones						
Temperatura máxima	1320°C					
Dimensiones [mm]	a	b	c	A	B	C
Potencia	2200	250	40	3330	1090	1525
Tamaño rodillos (Ø)	16 kW					
Distancia entre rodillos	20 mm					
Alimentación	38,1 mm					
Zonas controladas	400 +N					
	4			zona de precalentamiento		
				zona de cocción (1)		
				zona de cocción (2)		
				zona de enfriamiento		
Peso	350 kg					

2.5 Herramientas de caracterización

2.5.1 Microscopio electrónico de barrido Zeiss FESEM-ULTRA Plus

Un microscopio electrónico de barrido (*Scanning Electron Microscope*, SEM) permite tomar imágenes de una muestra mediante un escaneo con un haz de electrones de alta energía. El haz de electrones interactúa con los átomos de la muestra, produciendo señales que contienen información acerca de su composición química, la topografía de la superficie y otras propiedades como la conductividad eléctrica.

La determinación de la composición química de una muestra por medio de un SEM, se basa en la técnica analítica de espectroscopía de energía dispersiva de rayos X (EDX). Se trata de una forma de microscopía de fluorescencia de rayos X, que se basa en las interacciones entre la radiación electromagnética y la materia. Sus capacidades de caracterización se deben al principio fundamental de que cada elemento tiene una estructura atómica única, por lo que los rayos X emitidos son característicos del elemento en concreto; permitiendo identificar de forma única un elemento de otro.

Como ya se ha indicado, la composición química del vidrio sodocálcico se determinó mediante un análisis EDX, realizado con el microscopio electrónico de barrido Zeiss FESEM-ULTRA Plus. Este equipo se utilizó también para tomar imágenes de las microestructuras fabricadas, permitiendo realizar un análisis de las características morfológicas de las mismas. La tabla 2.4 muestra las especificaciones del equipo SEM Zeiss FESEM-ULTRA Plus utilizado.



Figura 2.4. Fotografía del equipo Zeiss FESEM-ULTRA Plus [4].

Tabla 2.4. Especificaciones del microscopio electrónico de barrido Zeiss FESEM-ULTRA Plus.

Especificaciones	
Resolución	0,8 nm a 30 kV (modo STEM) 0,8 nm a 15 kV 1,6 nm a 1 kV
Aumento	2-1.000.000x (modo SE) 10-1.000.000x (detector ESB)
Voltaje de aceleración	2,02 kV – 30,00 kV
Sonda de corriente	Configuración 1: 4 pA – 20 nA Configuración 2: 12 pA- 100 nA
Detectores	-Detector EsB® con rejilla de filtrado (0-1500 V) -Detector SE in-lens de alta eficiencia -Detector de cámara Everhart-Thornley -Detector integrado AsB®
Cámara	Dimensiones: 330 mm (Ø) x 270 mm (h) 3 puertos EDS 35° TOA Cámara CCD con iluminación IR
Sistema de vacío	Sistema de bombeado en seco completo, compuesto por una bomba auxiliar. Bomba turbomolecular y bomba iónica, controladas automáticamente. Modo silencioso para apagar la bomba auxiliar.
Platina	5 ejes motorizados Eucentric, controlados mediante el software SmartSEM® Movimiento: X/Y=130 mm Z=50 mm T= -3 a 70° R=360° continuo
Procesado de imagen	Resolución hasta 3072x2304 pixel

2.5.2 Espectrómetro Perkin Elmer Lambda 25

Para la determinación del espectro de transmisión del vidrio sodocálcico se utilizó el espectrómetro UV/VIS Perkin Elmer Lambda 25, barriendo un rango entre 200 y 1000 nm. En la tabla 2.5 se muestran las especificaciones de este espectrómetro.

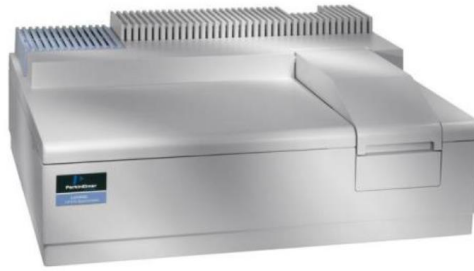


Figura 2.5. Fotografía del espectrómetro Perkin Elmer Lambda 25 [5].

Tabla 2.5. Especificaciones del espectrómetro UV/VIS Perkin Elmer Lambda 25.

Especificaciones	
Rango de longitudes de onda [nm]	190 - 1100
Ancho de banda	1 nm
Luz emitida	A 220 nm (NaI) < 0,01% T A 340 nm (NaNO ₂) < 0,01% T A 370 nm (NaNO ₂) < 0,01% T A 200nm (KCl) < 0,01% T
Precisión de la longitud de onda	A D ₂ Pico (656,1nm) ± 0.1nm
Reproducibilidad de la longitud de onda	10 medidas a 656,1nm ± 0.05 nm
Precisión fotométrica	A 1 A, utilizando el filtro NIST 930D ± 0,001 A A 2 A, utilizando el filtro NIST 1930D ± 0,005 A Dicromato de potasio ± 0,010 A
Reproducibilidad fotométrica	Desviación máxima de 10 medidas a 1 A < 0,001 A
Estabilidad fotométrica	A 1 A, a 500 nm < 0,00015 A con 2 s de tiempo de respuesta A/hour
Ruido fotométrico a 500 nm (RMS)	Ruido 500nm/0 A RMS Rendija 1 nm < 0,00005 A
Planitud de referencia	Rendija 1 nm ±0,001 A

2.5.3 Microscopio óptico Nikon MM-400

Una vez microestructurado el vidrio, la visualización de las muestras con el microscopio óptico Nikon MM-400, nos permite seleccionar aquellas microestructuras con la suficiente calidad para la aplicación del tratamiento térmico posterior. Este instrumento se utilizó también para la medida de las dimensiones de las microlentes y los microcanales fabricados. En la tabla 2.6 se presentan las especificaciones del microscopio óptico Nikon MM-400.



Figura 2.6. Fotografía del microscopio óptico Nikon MM-400 [6].

Tabla 2.6. Especificaciones del microscopio óptico Nikon MM-400.

Especificaciones	
Movimiento eje Z	Manual (doble cara burdo/rueda enfoque fino)
Cabezal óptico	Tubo binocular Y-TB, tubo trinocular LV-TI3, inclinación del tubo ocular trinocular LV-TT2
Escala lineal en eje Z	Incorporada
Ocular	CFI10x(campo n° 22), CFI10x CM (campo n° 22)
Objetivo	CFI60 LU Plan Fluor EPI series CFI60 LU Plan Fluor BD series CFI60 LPLAN EPI CR series
Escala	6x4, 4x4, 03L, 2x2

Fuente de luz	Diascópica	Iluminador LED diascópico (estándar), 12V-500W
	Episcópica	Iluminador LED blanco LV-EPI LED Iluminador EPI LV-U EPI2A universal motorizado, Iluminador LV-U EPI FA universal con ayuda de enfoque
Máxima altura de la muestra		150 mm

2.5.4 Microscopio confocal SENSOFAR 2300 Pl μ

La microscopia confocal es una técnica óptica de imagen que permite incrementar la resolución y el contraste, además de reconstruir imágenes tridimensionales. Se basa en el uso de un “pinhole” espacial para eliminar la luz desenfocada, o destellos de la lente, en especímenes que son más gruesos que el plano focal. La luz proveniente de las regiones localizadas por encima o por debajo del plano focal no converge en el pinhole y no es detectada por el fotomultiplicador.

En este trabajo se ha empleado un microscopio confocal SENSOFAR 2300 Pl μ para la obtención de imágenes 3D y perfiles de las matrices de microlentes y los microcanales fabricados, así como para la medida de rugosidades. Este instrumento es un perfilómetro óptico de no-contacto que usa un sensor de doble tecnología, combinando las técnicas confocal e interferométrica. La tabla 2.7 muestra las especificaciones de este microscopio confocal, en función del objetivo seleccionado.



Figura 2.7. Fotografía del microscopio confocal SENSOFAR 2300 PI μ [7].

Tabla 2.7. Especificaciones del microscopio confocal SENSOFAR 2300 PI μ .

Objetivos	5XEPI	10XEPI	20XEPI	50XEPI	100XEPI
Distancia de trabajo[mm]	23,5	17,3	4,5	1,0	1,0
Apertura numérica	0,15	0,3	0,45	0,8	0,9
Campo de visión [μm]	2546x1909	1273x955	637x437	253x190	123x92
Muestreo espacial [μm]	3,32	1,66	0,83	0,33	0,17
Máxima inclinación	8,5°	14°	21°	42°	51°
Repetibilidad RMS [nm]	<100	<50	<20	<4	<3
Tiempo de adquisición: Imagen confocal [s]	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Topografía [μm/s]	8-512	4-256	2-128	0,4-25,6	0,4-25,6

2.5.5 Perfilómetro de haz BP-109UV

El tamaño de spot y la distribución de irradiancia de los focos de las matrices de microlentes fabricadas se analizaron con ayuda del perfilómetro de haz BP-109UV. Se trata de un instrumento de alta precisión, utilizado para el análisis de la distribución de potencia de haces láser con un diámetros de 10 μm a 9 mm. En la tabla 2.8 se presentan las especificaciones de este perfilómetro.

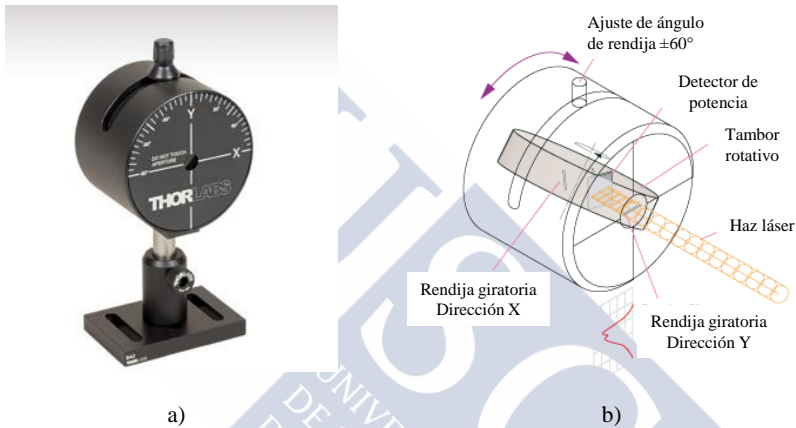


Figura 2.8. a) Fotografía del perfilómetro de haz BP-109UV [8] y b) mecanismo interno del perfilómetro de haz.

Tabla 2.8. Especificaciones del perfilómetro de haz BP-109UV.

Especificaciones	Sensor
Rango longitudes de onda (nm)	200-1100
Tipo de detector	Si-UV mejorado
Diámetro de la apertura	4 mm
Método de escaneo	Rendijas de escaneo
Tamaño de la rendija	2,5 μm
Diámetro de haz mínimo	10 μm
Diámetro de haz máximo	9 mm
Tasa de escaneo	1,0 – 20,0 por s (variable continuamente)
Resolución del muestreo	0,5 – 38 μm (en función de tasa de escaneo)

Rango de potencias	10 nW – 10 W (dependiendo de diámetro haz y modelo)
Amplificador de ancho de banda	de 10 a 150 kHz en pasos de 10 kHz (@-1 dB)
Frecuencia de muestreo	0,0625-1,0 MHz
Rango dinámico	72 dB (amplificador conmutable)
Digitalización de la señal	16 bit
Dimensiones cabezal	Ø80mm x 60mm (incluyendo soporte de rotación)
Mínima frecuencia de pulsos	10 Hz (300 kHz si se utiliza la opción M ²)
Software	
Parámetros	Perfiles X-Y. Posición del centroide. Posición del pico. Pseudo perfil 3D. Ancho de haz. Ajuste a gaussiana disponible.
Norma de conformidad	ISO11146 (anchos de haz, ángulo de divergencia y factor de propagación de haz)
Requisitos generales del sistema	Windows™ 2000/XP/Vista o posterior, puerto USB 2.0 recomendado, 120 MB HD, 512 MB RAM

Referencias

- [1] N. P. Bansal, R. H. Doremus. Handbook of Glass Properties. Elsevier. (2013)
- [2] L. C. Estepa, G. F. De la Fuente. Continuous furnace with coupled laser for the surface treatment of materials. Patent No. 00560. (2006)
- [3] <http://www.abacesa.com.mx/nannetti.pdf>
- [4] http://www.zeiss.com/microscopy/en_de/products/scanning-electron-microscopes.html
- [5] <http://www.perkinelmer.com/Catalog/Category/ID/UVVis%20UVVisNIR%20Systems>
- [6] http://www.nikon.com/products/instruments/lineup/industrial/measuring_instruments/measuring_microscope/mm-400_800/index.htm
- [7] <http://www.sensofar.com/>
- [8] http://www.thorlabs.de/newgrouppage9.cfm?objectgroup_id=804



Capítulo 3: Fabricación de matrices de microlentes y microcanales en vidrio mediante una tecnología híbrida láser

3.1 Introducción

Esta tesis se centra en el estudio, diseño y fabricación de micro-dispositivos fotónicos en vidrio, en particular microcanales y matrices de microlentes. El objetivo de la misma es el desarrollo de una tecnología de fabricación más eficiente, versátil, reproducible, rápida y sencilla; que permita la fabricación de estos elementos a un coste menor que los fabricados mediante métodos convencionales (técnicas litográficas, moldeado, micromecanizado mecánico, etc.). La técnica desarrollada permitirá la obtención de micro-dispositivos fotónicos competitivos industrialmente.

En este capítulo se describe en detalle la tecnología de fabricación propuesta, basada en el láser. Junto con los distintos estudios y análisis realizados para la optimización del proceso de fabricación, las matrices de microlentes y los microcanales fabricados se caracterizan desde un punto de vista morfológico y óptico, analizando sus capacidades en aplicaciones de micro-óptica y microfluídica, respectivamente.

3.2 Tecnología de fabricación

El método desarrollado para la fabricación de matrices de microlentes y microcanales en sustratos de vidrio mediante láser, consiste en un proceso en dos etapas. En una primera etapa, se lleva a cabo el microestructurado del vidrio por medio de la técnica de escritura directa láser. Posteriormente, en una segunda etapa, se aplica un tratamiento térmico que permite mejorar la calidad morfológica y óptica de las microestructuras fabricadas.

3.2.1 Primera etapa de fabricación: Microestructurado del vidrio

Para llevar a cabo el estudio del proceso de microestructurado del vidrio se hace uso de dos láseres diferentes, ambos en la región del IR cercano del espectro, pero con duraciones de pulso distintas. Un láser de femtosegundos, basado en la tecnología de cristal de Ytterbium, con una longitud de onda de 1030 nm y pulsos de 500 fs; y un láser de Nd:YVO₄, con pulsos de 20 ns y una longitud de onda de 1064 nm. Las características de ambos equipos se presentaron previamente en la sección 2.3 del segundo capítulo de esta tesis.

En la figura 3.1 se presenta un esquema del dispositivo experimental utilizado para llevar a cabo el proceso de microestructurado del vidrio.

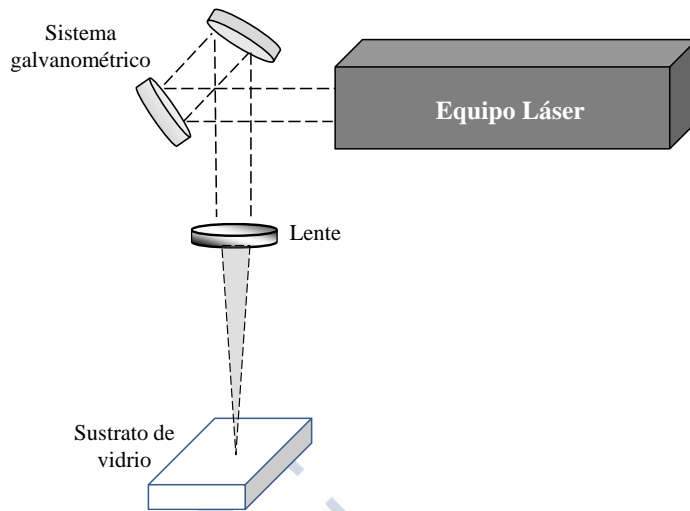


Figura 3.1. Esquema del dispositivo experimental empleado en el microestructurado del vidrio por medio de la ablación láser.

Tanto el equipo láser de femtosegundos como el de nanosegundos, se combinan con un sistema galvanométrico que permite dirigir la radiación láser hacia el sustrato, el cual permanece en reposo. Para focalizar el haz láser sobre las muestras de vidrio, se emplea en ambos casos una lente de campo plano con longitud focal 100 mm. Esta lente proporciona una distribución de irradiancia uniforme sobre un área de trabajo de $80 \times 80 \text{ mm}^2$.

Antes de proceder con la fabricación de los elementos mencionados, es necesario realizar una serie de estudios previos que permitan optimizar el proceso; seleccionando los parámetros láser más adecuados para la posterior fabricación de las microlentes y los microcanales. Los dos equipos láser utilizados en esta primera etapa de microestructurado, cuentan con un software comercial que permite modificar los siguientes parámetros láser:

- Tasa o frecuencia de repetición: número de pulsos láser emitidos en la unidad de tiempo.
- Potencia láser: energía total aportada por el sistema láser por unidad de tiempo.

- Velocidad de barrido: velocidad de movimiento del sistema galvanométrico.

En primer lugar, se determinó el umbral de ablación del vidrio (entendido como la energía mínima necesaria para producir un daño irreversible en el material), con cada uno de los dos sistemas láser utilizados. Dada la diferencia que presentan ambas caras del vidrio sodo-cálcico empleado como sustrato, respecto a su composición química, se determinó el umbral de ablación para cada una de ellas; con y sin impurezas de estaño.

Para la determinación del umbral de ablación del vidrio se realizaron una serie de matrices de líneas a diferentes fluencias láser [1]. Para ello se utilizó una velocidad de barrido del sistema galvanométrico de 100 mm/s y una tasa de repetición de 2 kHz, de forma que cada línea de las matrices fabricadas estaba formada por un conjunto de pulsos aislados. Se estudió un rango de fluencias láser comprendido entre: un valor para el que no se producía la ablación del material, y el valor para el que se conseguía la ablación de la matriz de pulsos en su totalidad. En la figura 3.2 se muestran algunas de las matrices obtenidas con el láser de Nd:YVO₄, para los siguientes valores de fluencia láser: [908 – 920 – 938 – 942] J/cm² para la cara libre de impurezas; y [100 – 103 – 108 – 116] J/cm², para la cara dopada, respectivamente.

La fluencia láser utilizada en cada caso se calculó por medio de la siguiente expresión [2]:

$$F = \frac{2E}{\pi w_0^2} \quad (3.1)$$

donde E es la energía por pulso y w_0 representa el radio de la huella del láser sobre el material. En el caso del láser de Nd:YVO₄ $w_0 \approx 10 \mu\text{m}$ y para el láser de Ytterbium se observó $w_0 \approx 15 \mu\text{m}$.

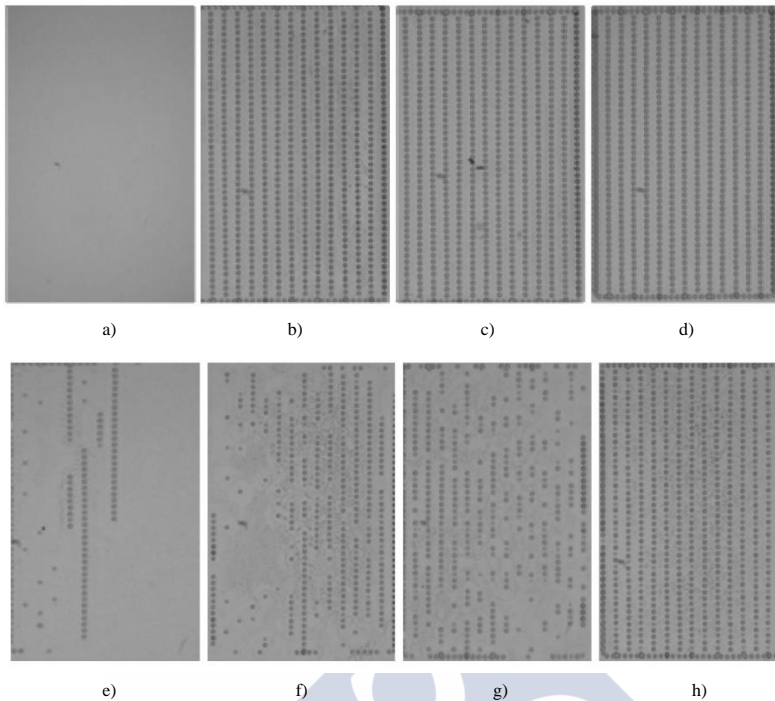


Figura 3.2. Imágenes tomadas con el microscopio óptico Nikon MM-400 de las matrices de pulsos realizadas a distintas fluencias láser, para la determinación del umbral de ablación. Se muestran los resultados obtenidos para los siguientes valores de fluencia, en la cara sin impurezas: a) 908, b) 920, c) 938 y d) 942 J/cm². Para la cara dopada se muestran las matrices fabricadas a las siguientes fluencias láser: e) 100, f) 103, g) 108 y h) 116 J/cm² [1].

En base a los resultados que se muestran en la figura 3.2, se pudo calcular el umbral de fluencia para el láser de Nd:YVO₄, para cada una de las dos caras del vidrio sodo-cálcico. Para ello, se eligió el valor mínimo necesario para que en la matriz fabricada todos los pulsos llegaran a ablacionar el material. En el caso de la cara sin impurezas, esto sucede para un valor de 920 J/cm² (ver Figura 3.2.b). Mientras que para la cara dopada con impurezas metálicas, la fluencia mínima necesaria para la ablación del material fue de 116 J/cm² (Figura 3.2.h). La reducción observada en el umbral de ablación en la cara con impurezas metálicas, de casi un orden de magnitud, se debe a que estas impurezas actúan como centros de absorción que desencadenan los fenómenos de avalancha, los cuales llevan a un daño irreversible en el

material y el inicio del proceso ablativo con el láser de nanosegundos (para más detalle ver apartado 1.3 del Capítulo1).

De manera análoga, se realizaron un conjunto de matrices de líneas a distintas fluencias del láser de Ytterbium, para cada una de las dos caras del vidrio sodo-cálcico. En este caso se obtuvieron como valores de fluencia mínima necesaria para iniciar el proceso ablativo del vidrio los siguientes: $2,90 \text{ J/cm}^2$ para la cara sin impurezas y $0,83 \text{ J/cm}^2$ para la cara dopada. Como era de esperar, dada la mayor intensidad alcanzada con el láser de femtosegundos, la energía mínima necesaria para que se inicie el proceso ablativo del vidrio se ve reducida varios órdenes de magnitud. Sin embargo, en este caso la fluencia umbral en la cara dopada se reduce tan sólo en un factor 3,5 con respecto a la cara libre de impurezas. Esto se encuentra relacionado con el mecanismo que domina el proceso hacia la ablación del material con pulsos de femtosegundos, la ionización multifotón (ver Capítulo1).

Del análisis anterior se puede concluir lo siguiente. Cuando se emplea el láser de Nd:YVO₄ para llevar a cabo el microestructurado del vidrio, la identificación de la cara del sustrato dopada con impurezas de estaño se hace indispensable previamente a la fabricación de las microestructuras. Como sabemos, la mayoría de los vidrios no absorben las longitudes de onda en la zona IR del espectro, por lo que el micromecanizado de vidrio con láseres infrarrojos de nanosegundos resulta complejo. Por ello, la reducción en el umbral de ablación, conseguida gracias a la presencia de impurezas metálicas en el vidrio sodo-cálcico, resulta crucial para su microestructurado. Por el contrario, cuando se emplea el láser de femtosegundos para llevar a cabo la etapa de microestructurado, la identificación de la cara dopada no resulta necesaria; dado que, como se ha visto, en este caso ambas caras del vidrio responden de un modo más similar.

Tras los estudios realizados sobre el umbral de ablación del vidrio, se seleccionaron los siguientes parámetros de trabajo para la posterior fabricación de las microlentes y los microcanales. Para el láser de Nd:YVO₄ se seleccionó una potencia de 7 W y una tasa de repetición de 10 kHz, que equivale a una fluencia de aproximadamente 200 J/cm^2 . En el caso del láser de Ytterbium, se seleccionó una potencia de 0,67

W y 10 kHz de frecuencia, que se corresponden con una fluencia de aproximadamente 8 J/cm². Los valores de potencia elegidos en cada caso garantizan una energía por pulso suficiente para ablacionar el material, mientras que una frecuencia de 10 kHz es lo suficientemente rápida como para que el proceso resulte eficiente. Con los valores de los parámetros de trabajo elegidos para llevar a cabo el proceso de fabricación, la fluencia proporcionada se encuentra ligeramente por encima de su valor umbral, entorno a un factor 2 en cada caso, lo que permite optimizar el proceso de microestructurado, como veremos en la siguiente sección de este capítulo.

Otro de los estudios de crucial importancia, previamente a la fabricación de los elementos deseados, es la optimización del solapamiento entre pulsos (número de pulsos por área) durante el proceso de microestructurado. Un grado de solapamiento entre pulsos elevado podría llevar a posibles agrietamientos y distorsiones de las microestructuras fabricadas, debido al exceso de energía acumulado en una misma área. Por ello, se llevó a cabo un estudio del grado de solapamiento entre pulsos para distintas velocidades de barrido del sistema láser.

Para determinar el grado de solapamiento entre los pulsos láser se utilizó la siguiente expresión [3]:

$$O_d = 1 - \frac{v}{2w_0 f} \quad (3.2)$$

donde v representa la velocidad de barrido del sistema láser, $2w_0$ es el diámetro de la huella que deja el láser en el material y ' f ' la tasa de repetición utilizada.

Dado que este análisis puede ser extrapolable, únicamente se realizó con uno de los dos sistemas láser utilizados para el microestructurado del vidrio. Para diferentes valores de la velocidad de barrido del láser de Nd:YVO₄ (comprendidos entre 10 y 140 mm/s, con pasos de 10 mm/s), y manteniendo constantes el resto de parámetros láser (7 W de potencia, 10 kHz de tasa de repetición, una longitud de onda de 1064 nm y pulsos de 20 ns; con una energía por pulso de 0,7 mJ); se

fabricaron una serie de líneas y se analizó experimentalmente la uniformidad de las mismas. En la figura 3.3 se muestran un conjunto de imágenes, obtenidas con el microscopio confocal SENSO FAR 2300 Pl μ , de algunos de los resultados obtenidos en este estudio.

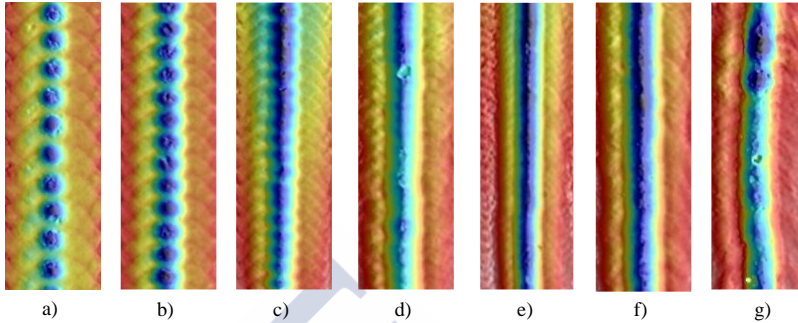


Figura 3.3. Imágenes, obtenidas con el microscopio confocal SENSO FAR 2300 Pl μ , de las líneas realizadas a diferentes velocidades de barrido con el láser de Nd:YVO₄: a) 140 mm/s, b) 120 mm/s, c) 100 mm/s, d) 80 mm/s, e) 60 mm/s, f) 40 mm/s y g) 10 mm/s.

Los mejores resultados, en términos de homogeneidad y uniformidad, se observaron para aquellas líneas fabricadas con una velocidad de barrido comprendida entre 40 y 80 mm/s. Para velocidades de trabajo inferiores a 40 mm/s, una superposición elevada entre los pulsos láser provoca que se acumule un exceso de energía por área en la superficie; dando lugar a distorsiones en la línea generada, como se puede apreciar en la figura 3.3.g), correspondiente a una línea fabricada a 10 mm/s. Por el contrario, cuando se trabaja con velocidades de barrido elevadas (por encima de 100 mm/s), se genera una estructura donde la interacción individual de cada pulso láser con el sustrato se hace apreciable, tal y como se puede ver en las figuras 3.3.a) y 3.3.b).

Para corroborar estos resultados experimentales, se analizó la calidad de las líneas fabricadas en función de su rugosidad media (R_a); entendida como desviaciones respecto a la superficie lisa original. Definimos R_a como la desviación vertical entre los valles y picos debidos a las irregularidades generadas durante el proceso ablativo de fabricación. La rugosidad media en el fondo de cada canal se determinó por medio del microscopio confocal SENSO FAR 2300 Pl μ (Figura

3.4.a). Adicionalmente, en base a la ecuación 3.2 anteriormente presentada, se determinó el grado de superposición entre los pulsos en función de la velocidad de barrido utilizada (Figura 3.4.b).

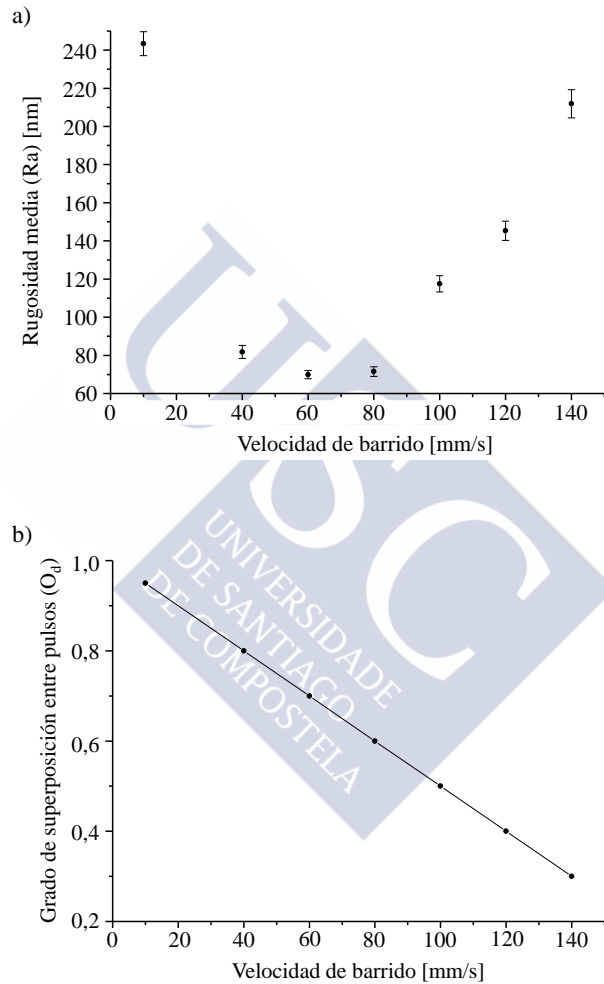


Figura 3.4. Variación de: a) la rugosidad media y b) la superposición entre pulsos láser, en función de la velocidad de barrido (rango de velocidades comprendido entre 10 y 140 mm/s).

En la figura 3.4.a) se puede ver la evolución de la rugosidad media en el fondo del canal según la velocidad de barrido utilizada. Las líneas fabricadas con una velocidad de trabajo comprendida entre 40 y 80 mm/s, ambos casos incluidos, presentan una rugosidad media que permanece aproximadamente constante entorno a unos 70-80 nm aproximadamente. El valor de Ra se ve incrementado, de manera considerable, tanto para velocidades por encima de 80 mm/s, como por debajo de 40 mm/s. El incremento experimentado por la rugosidad del canal se puede explicar en cada caso como sigue. Para velocidades superiores a 80 mm/s, la superposición entre los pulsos láser se va reduciendo, de forma que se tiende a una interacción individual de cada pulso láser con el sustrato (ver Figura 3.3.a y 3.3.b). De este modo, se tiende también a una mayor desviación vertical entre picos y valles, alcanzándose una rugosidad de $211,9 \pm 7,4$ nm para una velocidad de trabajo de 140 mm/s. Por otro lado, cuando se trabaja con velocidades de barrido inferiores a 40 mm/s, la acumulación de pulsos láser en un mismo área lleva a la acumulación de un exceso de energía; lo que da lugar a la aparición de micro-cráteres de mayor profundidad en el fondo del canal (ver Figura 3.3.g). Esto hace que la rugosidad media se vea incrementada de nuevo, hasta un valor de $240,0 \pm 6,3$ nm para una velocidad de barrido de 10 mm/s.

En la figura 3.4.b) se muestra la evolución del grado de solapamiento entre los pulsos láser con la velocidad de barrido. La gráfica presenta un comportamiento lineal, con una disminución de la superposición entre los pulsos a medida que se incrementa la velocidad de trabajo utilizada. Como se puede ver, las líneas realizadas con una velocidad de barrido entre 40 y 80 mm/s, donde se ha visto que la Ra permanece aproximadamente constante y es menor, el grado de solapamiento entre pulsos se encuentra entre el 60% y el 80%.

Del estudio de la superposición entre pulsos láser durante el proceso de escritura directa, se extrae el intervalo de velocidades de trabajo óptimo, para la posterior fabricación de microcanales y matrices de microlentes. Éste se corresponde con el comprendido entre 40 y 80 mm/s, donde el grado de solapamiento entre pulsos se encuentra entre un 60 y 80 %.

3.2.2 Segunda etapa de fabricación: Tratamiento térmico

Tras el procesado del vidrio por medio de la ablación láser, se aplica un tratamiento térmico a las microestructuras fabricadas; el cual permite mejorar la calidad morfológica y óptica de las mismas. Dicho tratamiento térmico se realiza por medio de un láser de CO₂, cuyas características se presentaron en el segundo capítulo de esta tesis. Este láser se combina con un horno Nannetti de rodillos, presentado en el mismo capítulo; donde las muestras de vidrio se calientan previamente a la interacción con la radiación, evitando de este modo la rotura de las mismas debido a choques térmicos.

Este dispositivo permite calentar de manera gradual las piezas de vidrio, a través de las distintas regiones de calentamiento del horno continuo, hasta alcanzar una temperatura máxima de 500°C. Dicha temperatura se encuentra por debajo de la temperatura de transición del vidrio sodocálcico empleado como sustrato, que es de 564°C. Sólo una vez que las muestras alcanzan la temperatura de 500°C, la radiación láser interacciona con las mismas; de este modo se evita que tengan lugar choques térmicos en el material, lo que podría originar la rotura de las piezas. La energía depositada en forma de calor por el láser de CO₂, provoca un incremento de la temperatura únicamente en una capa superficial de las muestras de vidrio; por lo que la temperatura de transición sólo se supera en la superficie de éstas, originando una serie de modificaciones a nivel superficial.

Es importante destacar que el uso de un láser de CO₂, para la aplicación del tratamiento térmico, permite solventar algunos de los problemas presentes en otros procesos convencionales. El hecho de que el láser de CO₂ produzca un incremento de la temperatura tan sólo a nivel superficial, permite evitar el fundido de las piezas de vidrio en su totalidad, con el consiguiente ahorro energético. En los tratamientos convencionales, sin embargo, se somete a todo el volumen de la muestra a una temperatura por encima de la temperatura de transición del material, por lo que ésta se funde y se adhiere a la base o molde donde se encuentra depositada [4]. En nuestro caso, a través del uso del láser de CO₂, somos capaces de evitar que la muestra se pegue al soporte

durante la aplicación del tratamiento térmico; evitando así el posterior proceso de pulido, necesario en esos casos.

Como se ha dicho, el objetivo del tratamiento térmico es mejorar la calidad morfológica y óptica de las microestructuras fabricadas. Sin embargo, tal y como se verá en las siguientes secciones de este capítulo, las modificaciones que se buscan con la aplicación del tratamiento térmico son distintas, según el tipo de microestructura a tratar. Por este motivo, todo el estudio y análisis de los distintos parámetros que intervienen en el proceso térmico se verá de manera individual, para la fabricación de cada microestructura objeto de este trabajo: microlentes y microcanales.

3.3 Fabricación y caracterización de matrices de microlentes

La técnica de fabricación de matrices de microlentes en vidrio, que se presenta en esta tesis, se basa en un proceso de escritura directa láser combinado con la aplicación posterior de un tratamiento térmico [5].

3.3.1 Microestructurado del vidrio

El sistema láser que se utiliza para llevar a cabo el microestructurado del vidrio es un láser de Nd:YVO₄ pulsado en régimen Q-Switch, trabajando en su longitud de onda fundamental (1064 nm) y con pulsos de duración temporal de 20 ns. Este láser se combina con un sistema galvanométrico, que permite diseñar las estructuras deseadas dirigiendo el haz sobre el sustrato en reposo. La radiación láser se focaliza sobre las muestras con una lente de campo plano y distancia focal 100 mm. En la figura 3.5.a) se puede ver un esquema del dispositivo experimental descrito.

El proceso de fabricación consiste en la ablación de surcos circulares en el sustrato de vidrio, a través del movimiento circular del haz láser por medio del sistema galvanométrico, mientras el sustrato permanece en reposo (ver Figura 3.5.a). De este modo, se generan un conjunto de micropostes cilíndricos, que darán lugar a las microlentes finales tras la aplicación del tratamiento térmico posterior. En la figura 3.5.b) se muestra uno de los patrones hexagonal utilizados para el empaquetamiento de los micropostes, junto con las características dimensionales del mismo.

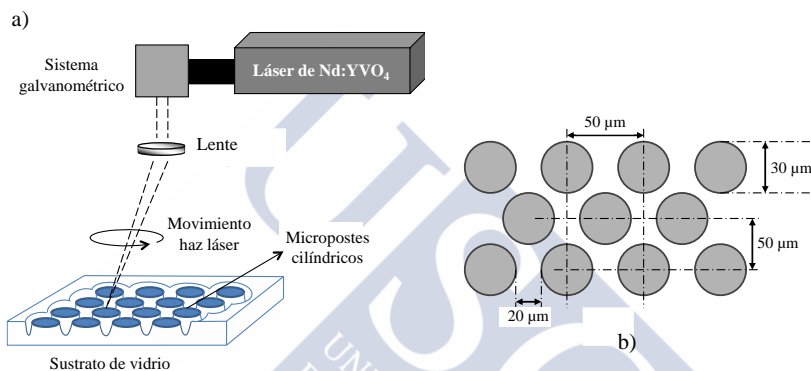


Figura 3.5.a) Esquema del dispositivo experimental y el proceso de fabricación de los micropostes iniciales. b) Patrón hexagonal y disposición espacial utilizada para el empaquetamiento de los micropostes.

En base a los estudios previamente realizados y dadas las características intrínsecas del patrón elegido para el empaquetamiento de los micropostes, se seleccionaron los siguientes parámetros de trabajo: 7 W de potencia, una tasa de repetición de 10 kHz y una velocidad de barrido de 70 mm/s. Notar que el exceso de energía con respecto al umbral (ver sección 3.2.1 de este capítulo) hace que el sistema láser deje una huella en el material mayor, tal que la región de intersección entre los postes sea ablacionada por completo; optimizando así el proceso de fabricación.

En la figura 3.6 se puede ver una imagen 3D, realizada con el microscopio confocal SENSOFAR 2300 Plμ, de una matriz de 2x2 mm² de micropostes cilíndricos fabricados con el láser de Nd:YVO₄.

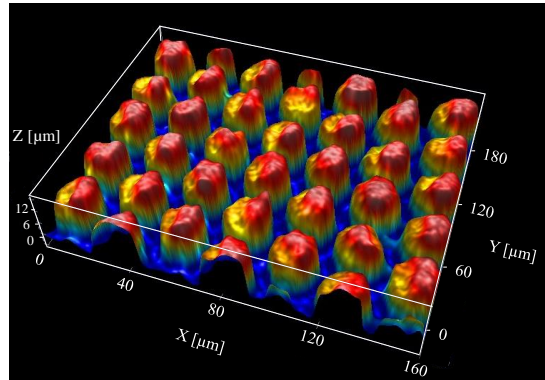


Figura 3.6. Imagen confocal de un conjunto de micropostes cilíndricos fabricados en un sustrato de vidrio sodio-cálcico por medio de la ablación láser.

Los micropostes generados se obtuvieron tras realizar 3 pasadas láser sobre el sustrato y presentan las siguientes características geométricas: $12,80 \pm 0,20 \mu\text{m}$ de altura, un diámetro interno de $29,73 \pm 0,63 \mu\text{m}$ y un período de $50,16 \pm 0,80 \mu\text{m}$. Es importante notar que, para un mayor número de pasadas láser comienzan a aparecer pequeñas micro-roturas en las matrices de microlentes fabricadas, como se puede ver en la figura 3.7. Por ello, los resultados obtenidos tras realizar un total de 3 pasadas láser, nos permiten tener una buena relación entre la altura y el período de las microlentes fabricadas, sin la existencia de micro-roturas en las mismas.

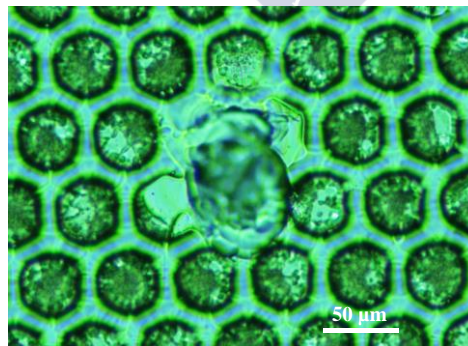


Figura 3.7. Imagen, tomada con el microscopio óptico Nikon MM-400, del detalle de una micro-rotura presente en una de las matrices de microlentes fabricadas tras 4 pasadas láser.

3.3.2 Tratamiento térmico

Con el objetivo de mejorar la calidad óptica y morfológica de las microestructuras fabricadas, se aplica un tratamiento térmico posterior, mediante el cual, se consigue reducir la rugosidad generada durante el proceso ablativo y se modifica la forma superficial de los micropostes cilíndricos iniciales, dando lugar a microlentes plano-convexas.

Para la aplicación del tratamiento térmico se utiliza un láser de CO_2 acoplado a un horno continuo, tal y como se indicó en la sección 3.2.2 de este capítulo. Las piezas se someten a una temperatura por encima de la temperatura de transición del vidrio, de manera que éste reduce su viscosidad y, consecuentemente, la tensión superficial del material fundido lleva a la modificación de la forma superficial de las microestructuras. En la figura 3.8 se muestra un esquema del mecanismo de remodelación que tiene lugar.

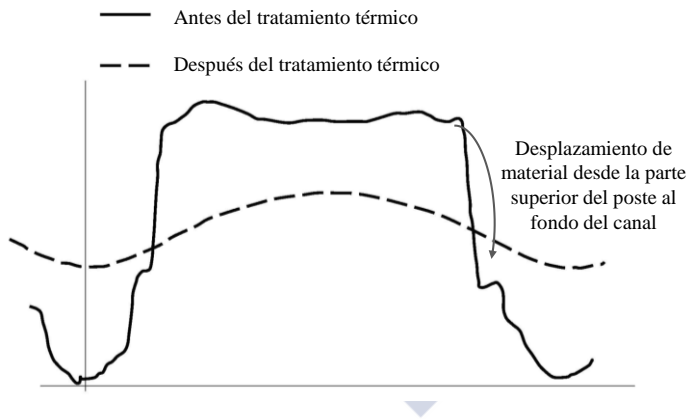


Figura 3.8. Esquema del mecanismo de remodelación de las estructuras que tiene lugar durante el tratamiento térmico.

Durante el proceso, parte del material fundido se desplace desde la zona superior del poste hacia el fondo del canal circular. Las microestructuras fabricadas evolucionan así desde su geometría original cilíndrica, sin apenas poder refractivo, hasta alcanzar un perfil aproximadamente semiesférico con capacidades de focalización de la luz. Añadido a esto, la acumulación de material en el fondo del cráter

permite suavizar las estructuras irregulares generadas en el mismo durante el proceso ablativo, reduciendo su rugosidad y mejorando la calidad morfológica de las microlentes fabricadas.

Es importante notar que, previamente a la aplicación del tratamiento térmico, es necesario un proceso de “limpieza” de los micropostes. Durante el proceso ablativo llevado a cabo con el láser de Nd:YVO₄ y, debido al carácter térmico del mismo (ver sección 1.3 del primer capítulo de esta tesis para más detalle), parte del material expulsado se encuentra en su fase de fusión; por lo que queda adherido a la parte superior de los postes generados, tal y como se puede ver en la figura 3.10.a). La eliminación de estos residuos de la ablación láser resulta esencial para la obtención de microlentes de calidad.

Para eliminar los restos de material fundido, en esta tesis se optó por la aplicación de una técnica de grabado químico en mojado. Las muestras se sumergieron por completo en una disolución acuosa de ácido fluorhídrico al 10%, una concentración lo suficientemente fuerte para atacar el vidrio, pero no peligrosa en cuanto a los niveles de vapor tóxico emitido. El proceso se llevó a cabo en una sala a temperatura ambiente y bajo una campana extractora de humos, para evitar cualquier posible contaminación.

Se probaron distintos tiempos de aplicación del proceso de limpieza, comprendidos entre medio minuto y 3 minutos de duración. De esta forma, se observó que una sumersión de 30 segundos en el ácido resultaba suficiente para la eliminación de los restos de material adheridos a los postes. Para tiempos superiores o iguales a un minuto y medio, se observó que el ácido comenzaba a generar surcos de mayor profundidad a su paso por los canales (recuadro 2 de la figura 3.9). Adicionalmente, las paredes de los postes comenzaban a presentar grietas (recuadro 1 de la figura 3.9), tras el choque del ácido contra las mismas.

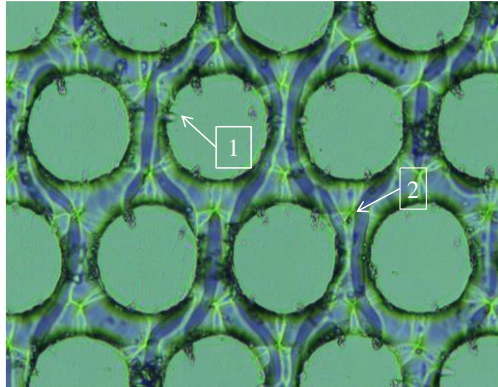


Figura 3.9. Imagen de un conjunto de micropostes tras haber sido sumergidos en una disolución de ácido fluorhídrico al 10% durante 1 minuto y medio de tiempo.

En la figura 3.10.b) se muestra una imagen SEM de la parte superior de un poste, tras haber sido sumergido 30 segundos en la disolución acuosa de ácido fluorhídrico al 10%. En ella se puede observar la ausencia de restos de material fundido, así como la ausencia de grietas en el poste.

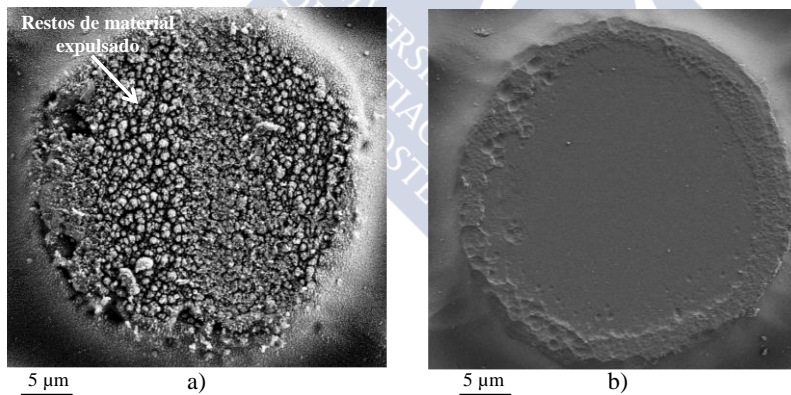


Figura 3.10. Imágenes SEM de la parte superior de uno de los postes generados con el láser de Nd:YVO₄ a) antes del proceso de grabado químico y b) después de 30 segundos en una disolución acuosa de ácido fluorhídrico al 10%.

La eliminación de los residuos generados durante el proceso ablativo con el láser de nanosegundos, resulta crucial para la obtención de las microlentes finales. Si el proceso de limpieza no es el correcto, y los restos de material fundido llegan a mezclarse con el vidrio durante el proceso térmico, entonces aparecerán una serie de burbujas, tal y como se puede ver en la figura 3.11. La aparición de estas burbujas revierte en microlentes de mala calidad, ya que imposibilita la evolución hacia un perfil aproximadamente semiesférico, y con propiedades de focalización de la luz, por parte de las micropostes fabricados.

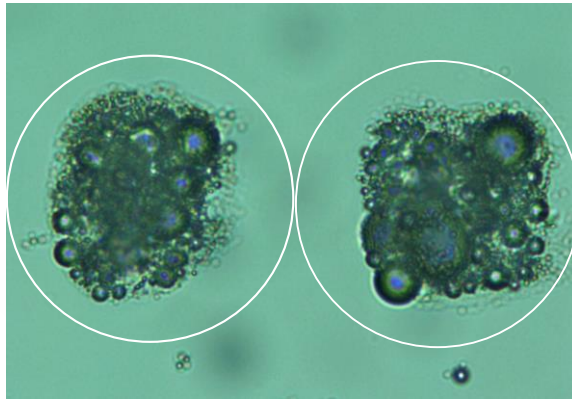


Figura 3.11. Imagen realizada con el microscopio óptico Nikon, donde se pueden observar las burbujas que aparecen en los micropostes sin limpiar, tras la aplicación del tratamiento térmico.

En la figura 3.12 se muestra una imagen confocal de los micropostes cilíndricos tras el proceso de limpieza con el ácido, los cuales se someterán posteriormente al tratamiento térmico. Notar que, una vez eliminados los restos de material fundido adheridos a los postes tras el proceso ablativo, la altura de los mismos se ve reducida en aproximadamente 3 micrómetros.

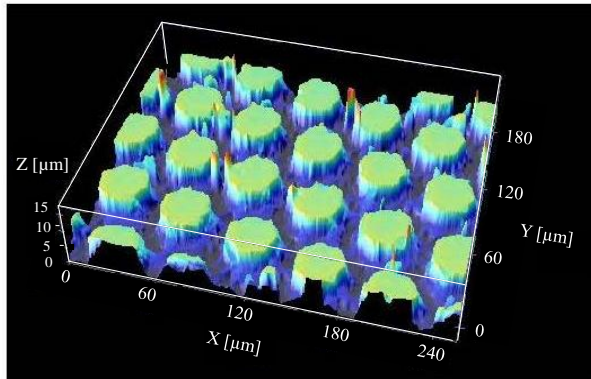


Figura 3.12. Imagen confocal de un conjunto de micropostes cilíndricos tras la eliminación de los residuos de la ablación láser.

El dispositivo experimental utilizado para la aplicación del tratamiento térmico está formado por un láser de CO₂ acoplado a un horno continuo [6] (Figura 3.13). La radiación del láser de CO₂ se focaliza sobre las muestras de vidrio con una lente de campo plano de distancia focal 1m, proporcionando un área de trabajo de 120x120 mm². Las rampas de calentamiento y enfriamiento de las piezas en el horno, previamente y después de la interacción con la radiación láser, se pueden definir con una precisión de $\pm 1^\circ\text{C}$.



Figura 3.13. Fotografía de la estación láser acoplada al horno continuo para la aplicación del tratamiento térmico.

En el tratamiento térmico aplicado, combinando el horno continuo y el láser de CO₂, intervienen 4 parámetros distintos, los cuales afectan al resultado final. Por un lado, la velocidad de desplazamiento de las muestras a lo largo del horno, controlable a través de uno de los cuadros de mando del horno Nannetti con una precisión de ± 100 mm/h. Por otro lado, los distintos parámetros láser, que se modifican a través del software del equipo del láser de CO₂: potencia (en base al ciclo de trabajo seleccionado), tasa de repetición y velocidad de barrido. Para llevar a cabo un estudio de este tratamiento térmico, se decidió mantener constante la velocidad de desplazamiento de las muestras a lo largo del horno, y realizar un barrido de los distintos parámetros láser. La velocidad elegida para el desplazamiento de las piezas fue de 1000 mm/h. De esta forma, teniendo en cuenta las dimensiones de la región de calentamiento del horno (previa a la interacción del sustrato con el láser), se garantiza un calentamiento gradual de las muestras, de una hora de duración (hasta alcanzar los 500°C de temperatura). Para el estudio de los distintos parámetros láser, se seleccionaron los siguientes intervalos de trabajo:

- Ciclo de trabajo (DC): 25% – 45%, en pasos de 5.
- Tasa de repetición: 5 kHz – 20 kHz, en pasos de 5.
- Velocidad de barrido: 150 – 350 – 550 cm/s.

En la figura 3.14 se puede ver un esquema del proceso térmico.

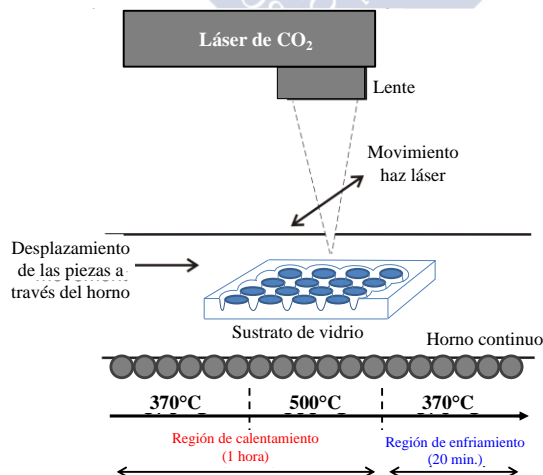


Figura 3.14. Esquema del dispositivo experimental y el proceso térmico.

3.3.3 Caracterización de las matrices de microlentes fabricadas

En esta sección se presenta el análisis, desde un punto de vista morfológico y óptico, de las matrices de microlentes fabricadas mediante la tecnología propuesta en esta tesis.

Tras el barrido de parámetros realizado con el láser de CO₂ para el estudio del tratamiento térmico, se descartaron las muestras sometidas a un ciclo de trabajo del 40-45 %. El motivo fue el grado de fundición que éstas presentaban, llegando a la casi total desaparición de las microlentes fabricadas. En estos casos, se obtenían unas microlentes finales prácticamente planas, con un poder refractivo despreciable. En la figura 3.15 se puede ver un ejemplo de una de las piezas sometidas a este tratamiento térmico más intenso.

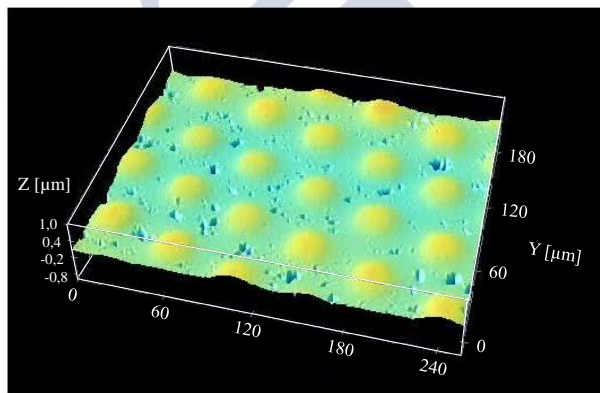


Figura 3.15. Imagen confocal de una matriz de microlentes tras haber sido sometida a un tratamiento térmico con un ciclo de trabajo del 45%.

Por otro lado, las muestras para las que se utilizaron frecuencias de trabajo de 5 y 20 kHz también se descartaron, por presentar peores resultados en cuanto a la homogeneidad de las matrices de microlentes fabricadas. Las microlentes obtenidas con una frecuencia de trabajo de 10 kHz fueron las que se consideraron como óptimas a estos efectos.

Se seleccionó un conjunto de 6 piezas, para el estudio del tratamiento térmico con diferentes condiciones de trabajo y el análisis, desde un punto de vista morfológico y óptico, de las microestructuras obtenidas en cada caso. En la tabla 3.2 se muestra la evolución de las características geométricas, morfológicas y ópticas de los resultados obtenidos.

Las características del tratamiento térmico aplicado para cada una de las 6 piezas seleccionadas, cuya caracterización se mostrará en lo que sigue, se encuentran especificadas en la tabla 3.1.

Tabla 3.1. Características del tratamiento térmico aplicado a cada una de las 6 piezas seleccionadas.

Pieza	Tratamiento Térmico		
	<i>Ciclo de trabajo</i>	<i>Tasa de repetición [kHz]</i>	<i>Velocidad de barrido [cm/s]</i>
1	25%	10	550
2	25%	10	350
3	25%	10	150
4	35%	10	550
5	35%	10	350
6	35%	10	150

Como se ha indicado en la sección 3.3.2 de este capítulo, las microestructuras fabricadas por medio de la ablación láser evolucionan, a través de la aplicación del tratamiento térmico posterior, desde su geometría originalmente cilíndrica hasta alcanzar un perfil aproximadamente semiesférico. En la figura 3.16 se puede ver dicha evolución a través de las 6 piezas seleccionadas. Los perfiles mostrados han sido obtenidos con el microscopio confocal SENSO FAR 2300 Pµ.

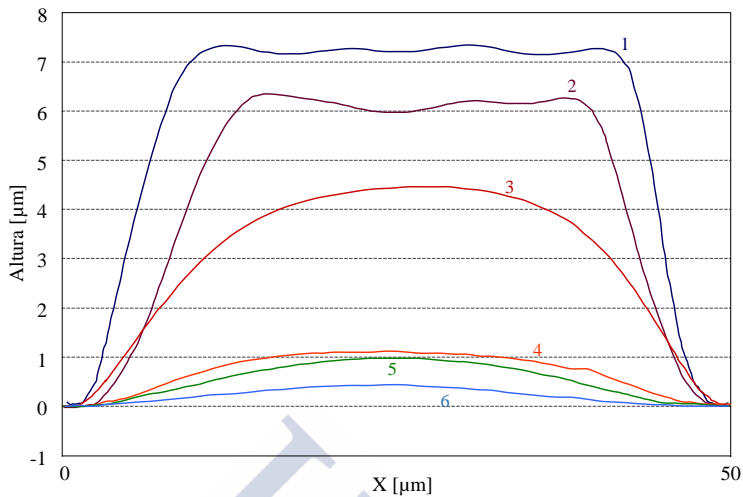


Figura 3.16. Evolución del perfil de las microlentes fabricadas según el tratamiento térmico aplicado.

Las microlentes obtenidas para un tratamiento térmico al 25% del ciclo de trabajo, lo que se corresponde con una potencia de 68 W, y las velocidades de barrido más elevadas (550 y 350 cm/s), mantienen un perfil plano (ver perfiles 1 y 2 de la figura 3.16), por lo que apenas presentan capacidad para focalizar la luz en un punto. Cuando la velocidad de barrido se reduce a 150 cm/s, manteniendo el ciclo de trabajo al 25%, las microlentes finales adquieren una cierta curvatura (ver perfil número 3), mejorando las propiedades de focalización de las mismas.

Al incrementar el ciclo de trabajo hasta un 35%, lo que equivale a una potencia de 90 W, tiene lugar una reducción notable en la altura de las microlentes, pasando de un valor en torno a los 4 micrómetros hasta aproximadamente 1 micrómetro de altura. La redistribución del material fundido, desde la parte superior de las microestructuras hasta el fondo del cráter, es la responsable de esta reducción en la altura de las microlentes fabricadas; mientras que el diámetro de las mismas permanecerá aproximadamente constante (ver Tabla 3.2). El resultado final obtenido para un ciclo de trabajo del 35% y una velocidad de barrido de 350 cm/s, perfil correspondiente a la muestra número 5,

presenta el perfil semiesférico buscado; con unas propiedades ópticas óptimas, como se mostrará a continuación.

Es importante señalar que, la redistribución de material que permite que tenga lugar una evolución en la forma de las microestructuras fabricadas, desde su perfil original plano hasta alcanzar un perfil aproximadamente semiesférico; permite también que, a través de la acumulación de material en el fondo del cráter se suavicen las estructuras irregulares generadas durante el proceso ablativo, mejorando la calidad morfológica de las microlentes y reduciendo la luz dispersa alrededor de los focos en el plano focal (ver Figura 3.18 para más detalles).

Las matrices de microlentes fabricadas se caracterizaron desde un punto de vista óptico en base a su distancia focal y tamaño de foco. Para la determinación de la distancia focal de las microlentes se empleó un dispositivo experimental como el que se muestra en la figura 3.17. Este dispositivo consiste en un láser de He-Ne ($\lambda=632.8$ nm), un objetivo de microscopio 20x y una cámara CCD.

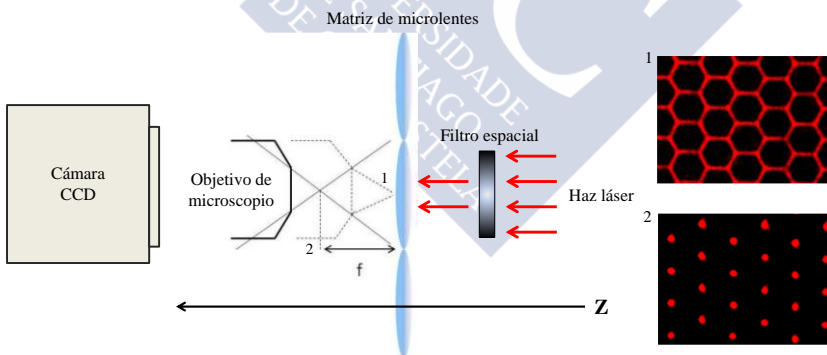


Figura 3.17. Esquema del dispositivo experimental utilizado para determinar la distancia focal de las microlentes. Los recuadros 1 y 2 muestran un ejemplo de las imágenes tomadas por la cámara CCD en el plano focal, en cada una de las posiciones del objetivo de microscopio correspondientes.

El objetivo de microscopio se focaliza en primer lugar en la superficie de las microlentes, donde podemos observar el patrón hexagonal de la matriz fabricada (recuadro 1 de la parte derecha de la figura 3.17). Posteriormente, éste se desplaza a lo largo del eje z, hasta observar los focos de las microlentes en el plano focal (recuadro 2 de la parte derecha de la figura 3.17). La diferencia entre estas 2 posiciones será la distancia focal de la matriz de microlentes en cuestión [7].

La calidad de los focos obtenidos se determinó en función de su distribución de irradiancia y tamaño. Para ello, se utilizó el mismo dispositivo mostrado en la figura 3.17, pero en lugar de la cámara CCD, se colocó el perfilómetro de haz BP-109UV en el plano focal. El tamaño de los focos se determinó a través de la anchura del perfil de intensidad a $1/e^2$.

En la figura 3.18 se pueden ver las imágenes de los focos obtenidos en el plano focal de las 6 matrices de microlentes analizadas, junto con la distribución de irradiancia obtenida para una microlente escogida aleatoriamente dentro de cada matriz.

Las imágenes de los focos obtenidos en el plano focal de las matrices de microlentes muestran cómo el tamaño de los mismos se ve reducido de manera considerable, a medida que el tratamiento térmico aplicado se hace más intenso. Esto sucede así desde el tratamiento térmico más suave, con un ciclo de trabajo del 25%, una velocidad de barrido de 550 cm/s y una frecuencia de 10 kHz; hasta el tratamiento aplicado con un 35% de ciclo de trabajo, una velocidad de barrido de 350 cm/s y una frecuencia de 10 kHz. El siguiente resultado presentado, en el que se mantiene constante tanto el ciclo de trabajo como la tasa de repetición, pero se reduce la velocidad de barrido a 150 cm/s, muestra unos focos con un tamaño que duplica el caso anterior.

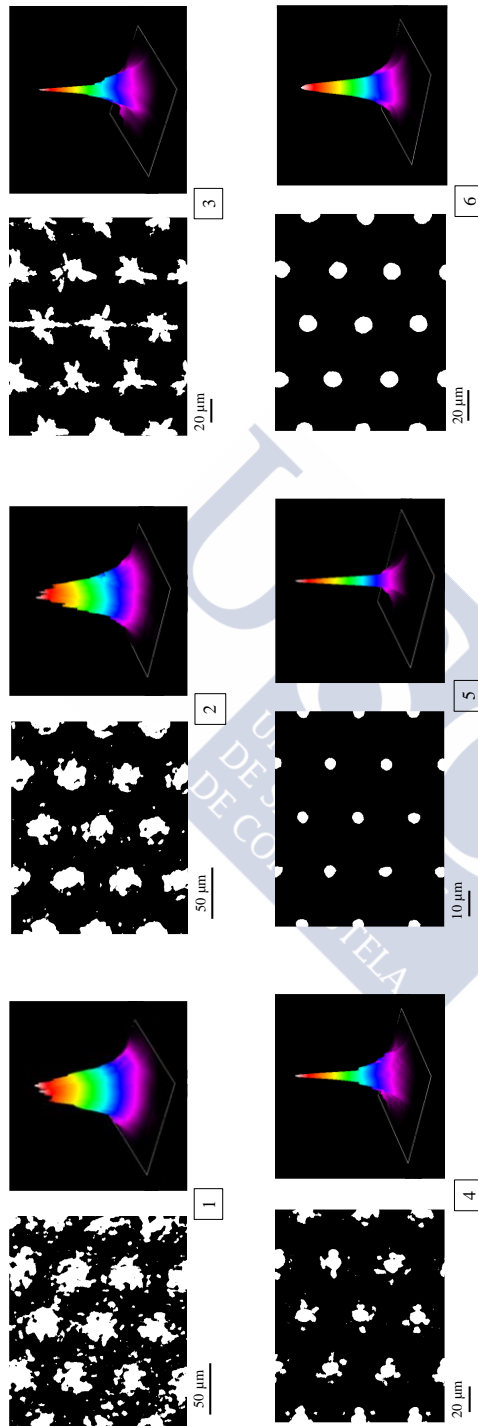


Figura 3.18. Imágenes tomadas con una cámara CCD de los focos en el plano focal de las matrices de microlentes fabricadas, acompañadas por el perfil de intensidad (obtenido con el perfilómetro de haz BP-109UV) de una microlente aleatoria dentro de cada matriz.

Inicialmente, las microlentes obtenidas en los casos 1 y 2, donde se ha aplicado un tratamiento térmico al 25% y velocidades de barrido de 550 y 350 cm/s respectivamente, presentan un perfil que mantiene su planitud en la parte central del mismo (como ya se ha visto en la figura 3.16 de esta sección); por lo que apenas presentan capacidad para focalizar la luz en un punto, dando lugar a focos con un tamaño mayor (ver imágenes correspondientes a las piezas 1 y 2 de la figura 3.18).

El poder refractivo de las microestructuras se incrementa tras alcanzar éstas un perfil con una cierta curvatura. Además, a medida que la rugosidad intersticial entre ellas se va reduciendo, a través de la acumulación de material en el fondo del cráter, la luz dispersa alrededor de los focos tiende a desaparecer. De este modo, los focos obtenidos irán reduciendo su tamaño y estarán mejor definidos, hasta alcanzarse un resultado óptimo para el tratamiento térmico aplicado al 35%, una velocidad de barrido de 350 cm/s y una frecuencia de 10 kHz (ver imágenes correspondientes a la pieza número 5 de la figura 3.18). En este caso, los focos obtenidos en el plano focal de la matriz de microlentes generada presentan un tamaño de $5,29 \pm 0,03 \mu\text{m}$ y una distribución de irradiancia uniforme y homogénea, con un perfil de intensidad próximo al caso ideal limitado por difracción. Manteniendo las condiciones de trabajo de potencia y tasa de repetición y reduciendo la velocidad de barrido a 150 cm/s, las microlentes resultantes presentan entonces un perfil ya demasiado plano (ver perfil número 6 de la Figura 3.16), que hace que los focos de las mismas aumenten de tamaño hasta un valor de $10,60 \pm 0,02 \mu\text{m}$; empeorando así la calidad óptica de las microlentes fabricadas.

Para la determinación de las dimensiones de las microlentes (diámetro y altura), así como de su rugosidad, se empleó el microscopio confocal SENSOFAR 2300 Pl μ . En la tabla 3.2 se recogen las características geométricas y de morfología, así como las características ópticas, de las matrices de microlentes fabricadas.

Tabla 3.2. Características geométricas-morfológicas y ópticas de las microlentes fabricadas.

	Características de las microlentes					
	Tratamiento Térmico					
	1	2	3	4	5	6
Diámetro [μm]	50,10 \pm 0,16	51,07 \pm 0,25	51,95 \pm 0,21	52,42 \pm 0,19	52,92 \pm 0,10	53,02 \pm 0,09
Altura [μm]	7,05 \pm 0,13	6,06 \pm 0,19	4,50 \pm 0,06	1,10 \pm 0,02	1,01 \pm 0,03	0,55 \pm 0,05
Distancia focal [μm]	410,0 \pm 20,0	400,0 \pm 20,0	220,0 \pm 20,0	500,0 \pm 20,0	550,0 \pm 20,0	725,0 \pm 20,0
Tamaño de foco [μm]	20,80 \pm 0,17	20,43 \pm 0,12	15,58 \pm 0,11	10,48 \pm 0,33	5,29 \pm 0,03	10,60 \pm 0,02
Rugosidad intersticial [nm]	275,87 \pm 26,26	174,03 \pm 6,51	113,56 \pm 6,81	58,58 \pm 4,44	28,95 \pm 2,32	15,36 \pm 1,84
Rugosidad microlente [nm]	86,04 \pm 4,62	67,97 \pm 1,86	36,32 \pm 2,11	28,42 \pm 2,15	4,66 \pm 0,47	3,42 \pm 0,24

Se observa que, el diámetro de las microestructuras fabricadas permanece aproximadamente constante para los distintos tratamientos térmicos aplicados, viéndose incrementado en aproximadamente 3 micrómetros para el tratamiento térmico más intenso (pieza número 6). Por el contrario, su altura decrece a medida que se incrementa la intensidad del tratamiento térmico, debido al desplazamiento de material fundido hacia el fondo del cráter. El primer cambio significativo en cuanto a la altura, se observa cuando se reduce la velocidad de barrido hasta 150 cm/s, trabajando con un ciclo de trabajo del 25% y una tasa de repetición de 10 kHz (pieza número 3). La altura de las microlentes obtenidas en este caso se reduce aproximadamente un micrómetro y medio con respecto al resultado obtenido con el segundo tratamiento; desde $6,06 \pm 0,19 \mu\text{m}$ hasta $4,50 \pm 0,06 \mu\text{m}$. Al incrementar la potencia de trabajo de 68 a 90 W (cambio en el DC de un 25% a un 35%), la modificación en la altura resulta más drástica y se reduce hasta $1,100 \pm 0,020 \mu\text{m}$. Entonces, para los tratamientos térmicos aplicados al 35%, 10 kHz y velocidades de barrido de 550 y 350 cm/s (piezas número 4 y 5), la altura se mantiene aproximadamente constante. Finalmente, tras disminuir la velocidad de barrido hasta 150 cm/s (manteniendo la potencia y la frecuencia constantes), se experimenta una nueva reducción de un factor 2 en la altura de las microlentes obtenidas.

A través de la acumulación de material en el fondo del cráter, además de verse reducida la altura de las microestructuras, la rugosidad intersticial entre las mismas también se reduce. Mientras que los cambios en la altura conducen a cambios en las capacidades de focalización de la luz, la reducción de la rugosidad en los intersticios contribuye a la reducción de la luz dispersa alrededor de los focos en el plano focal. La rugosidad en la parte superior de las microlentes se ve también reducida, tomando un valor igual al del vidrio sin procesar.

Los dos primeros resultados analizados, con un tratamiento térmico de 25%, 10 kHz y una velocidad de barrido de 550 y 350 cm/s, respectivamente, presentan valores de distancia focal de aproximadamente 400 micrómetros. En ambos casos, el perfil de las microestructuras se mantiene plano en su parte central, con unas pobres capacidades de focalización de la luz. Al reducir la velocidad de barrido

a 150 cm/s, manteniendo constantes el ciclo de trabajo y la tasa de repetición, se obtienen microlentes con un perfil que deja de ser plano y toma una cierta curvatura; reduciéndose la distancia focal hasta $220,0 \pm 0,20 \mu\text{m}$. Cuando se incrementa la potencia del tratamiento térmico a 90 W (cambio del DC al 35%), las microlentes obtenidas experimentan un cambio en su radio de curvatura (ver Figura 3.16), que hace que la distancia focal se incremente hasta aproximadamente unos 500 micrómetros. Finalmente, tras una reducción en la velocidad de barrido a 150 cm/s, manteniendo el ciclo de trabajo del 35%, se produce un nuevo cambio en el radio de curvatura, menos significativo en esta ocasión, aumentando la distancia focal hasta un valor de $725,0 \pm 20,0 \mu\text{m}$.

Por último, notar que como ya se ha indicado, el tamaño de los focos se va reduciendo a medida que se incrementa la intensidad del tratamiento térmico aplicado, hasta alcanzar un valor igual a $5,29 \pm 0,03 \mu\text{m}$, para las microlentes sometidas a un tratamiento térmico al 35%, 10 kHz y 350 cm/s de velocidad de barrido (pieza número 5); lo que confirma la mejora en el poder de focalización y la calidad óptica de las microlentes fabricadas. Cuando incrementamos la intensidad del tratamiento térmico, por medio de una reducción de la velocidad de barrido hasta 150 cm/s, las microlentes resultantes presentan entonces un perfil demasiado plano, con un tamaño de foco que se incrementa en un factor 2 con respecto al caso anterior, empeorando así su calidad óptica.

Para concluir con este apartado, se muestra en la figura 3.19 una imagen 3D, realizada con el microscopio confocal SENSOFAR 2300 P1 μ , de un conjunto de microlentes; tras haber sido sometidas a un tratamiento térmico con las condiciones que se han visto como óptimas tras el estudio previo realizado: ciclo de trabajo al 35% (90 W), una tasa de repetición de 10 kHz y una velocidad de barrido de 350 cm/s.

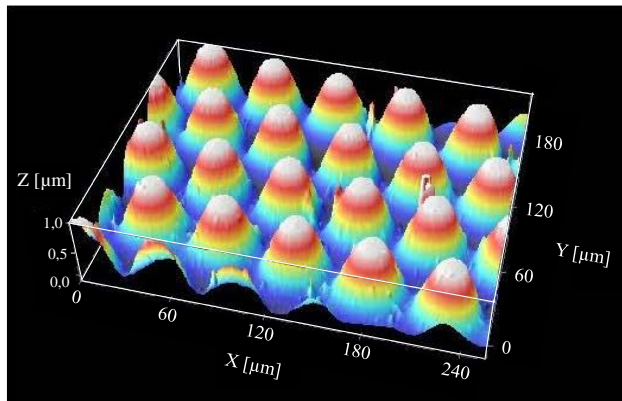


Figura 3.19. Imagen confocal de un conjunto de microlentes fabricadas en un vidrio sodo-cálcico por medio de la tecnología híbrida láser desarrollada en esta tesis.

3.3.4 Comparación entre el uso de un láser de nanosegundos y otro de femtosegundos en la fabricación de matrices de microlentes

El procesado de vidrio con láseres de femtosegundos se ha mostrado en diversas ocasiones en la literatura como óptimo para la obtención de microestructuras de gran calidad, proporcionando resultados con una alta precisión y resolución [8-10].

Como parte de esta tesis, se decidió llevar a cabo la implementación de la tecnología de fabricación propuesta para la generación de matrices de microlentes en sustratos de vidrio, con un láser pulsado de femtosegundos. En particular, se utilizó un láser de Ytterbium, con una longitud de onda de 1030 nm y pulsos con duración de 500 fs. Los resultados obtenidos en este caso se compararon con las matrices de microlentes fabricadas con el láser de Nd:YVO₄ [11].

Para llevar a cabo la primera etapa de microestructurado del vidrio por medio de la ablación láser, se utilizó el mismo procedimiento experimental descrito en la sección 3.3.1 de este capítulo. Los parámetros láser utilizados se eligieron para obtener matrices de microlentes con características comparables a aquellas fabricadas con el láser de Nd:YVO₄. Estos parámetros son los siguientes: potencia de

0,67 W, tasa de repetición de 10 kHz y velocidad de barrido de 100 mm/s.

En la figura 3.20 se muestran los patrones hexagonales empleados para el empaquetamiento de los micropostes con: el láser de Nd:YVO₄ (Figura 3.20.a) y el láser de Ytterbium (Figura 3.20.b). Además, se pueden ver sendas imágenes de un detalle de las matrices de micropostes generadas en cada caso, realizadas con el microscopio óptico Nikon MM-400 (Figura 3.20.c y Figura 3.20.d). En estas imágenes se especifica el ancho del surco circular generado por cada sistema láser y el período de los micropostes fabricados en cada caso.

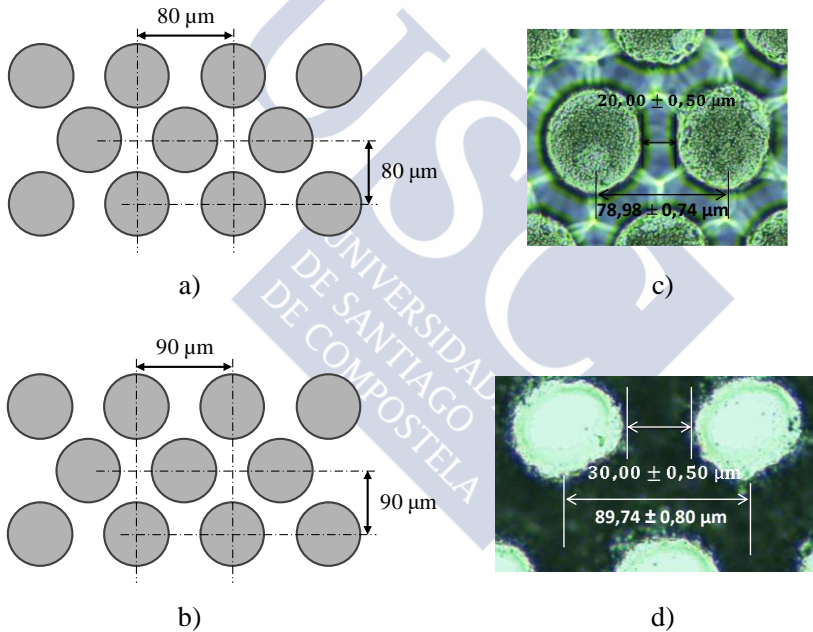


Figura 3.20. Patrón hexagonal de empaquetamiento de los micropostes utilizado para su fabricación con: a) el láser de Nd:YVO₄ y b) el láser de Ytterbium. Imágenes realizadas con el microscopio óptico Nikon MM-400, donde se especifica el tamaño del surco circular y el período obtenidos en cada caso: c) láser de nanosegundos y d) láser de femtosegundos.

El ancho del surco circular generado con el láser de Ytterbium (ver Figura 3.20.d), de aproximadamente 30 μm , resulta mayor que el que se genera con el láser de Nd:YVO₄, de en torno a 20 μm (Fig. 3.20.c). Debido a esta diferencia en la huella que deja cada sistema láser en el material, y con el objetivo de fabricar matrices de micropostes con unas dimensiones lo más similares posibles, se diseñaron dos patrones hexagonales de empaquetamiento distintos, uno para cada sistema láser. Por un lado, se seleccionó un período de 80 μm para el empaquetamiento de las microlentes fabricadas con el láser de Nd:YVO₄. Mientras que, para aquellas fabricadas con el láser de Ytterbium, se diseñó un patrón hexagonal con un período de 90 μm . De este modo, se obtuvo un conjunto de micropostes cilíndricos con un diámetro interno de aproximadamente 60 micrómetros en ambos casos.

La altura de los micropostes fabricados es otro punto a tener en cuenta, directamente relacionada con el valor de la distancia focal de la matriz. Para conseguir unas microlentes finales con alturas similares, se fabricaron distintas matrices de micropostes, entre 1 y 10 pasadas láser en total; con cada uno de los dos sistemas láser utilizados. En la figura 3.21 se muestra la evolución de la altura y el diámetro (determinados con el microscopio Nikon MM-400) de las matrices de micropostes fabricadas.

Debido a los distintos mecanismos físicos involucrados en el proceso ablativo con el láser de nanosegundos y el de femtosegundos, se observa un comportamiento distinto en la evolución de la altura de los micropostes fabricados. Por un lado, el marcado carácter térmico del proceso ablativo con el láser de Nd:YVO₄ lleva a que un mayor volumen de material se caliente y se funda con cada pasada láser. Por este motivo, con las primeras pasadas realizadas con el láser de nanosegundos se expulsa una mayor cantidad de material que con el láser de femtosegundos, donde tiene lugar la sublimación directa de una fina capa de material. Adicionalmente, la altura de los micropostes fabricados con el láser de Nd:YVO₄ alcanza un valor de saturación, tras haber realizado unas cinco pasadas con el láser (ver Figura 3.21.c). Esto se debe principalmente a la acumulación de restos de material expulsado en el fondo del cráter; algo que no ocurre durante el proceso de fabricación no-térmico con el láser de femtosegundos.

En lo que se refiere al diámetro de las matrices de micropostes fabricadas, se observó un comportamiento parecido en ambos casos, con un incremento de aproximadamente 3 micrómetros tras haber realizado 10 pasadas con el láser de Nd:YVO₄; y de en torno a 4 micrómetros en el caso del láser de Ytterbium.

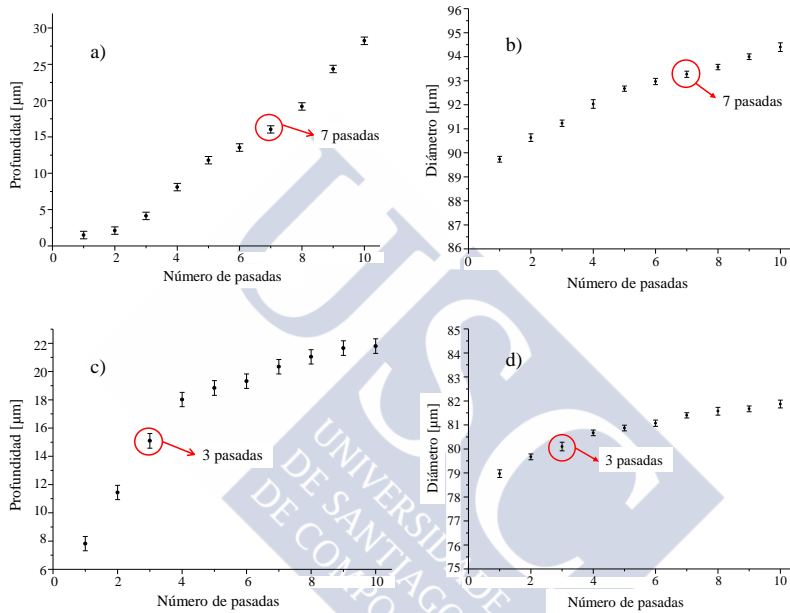


Figura 3.21. Características dimensionales de los micropostes obtenidos en función del número de pasadas láser: a) altura y b) diámetro de los micropostes fabricados con el láser de Ytterbium; y c) altura y d) diámetro de los micropostes fabricados con el láser de Nd:YVO₄.

Tras el estudio realizado, se seleccionaron las matrices de micropostes con una buena relación altura/diámetro, libres de micro-roturas y dimensionalmente lo más similares posibles entre sí. En el caso del láser de Nd:YVO₄ se escogieron de nuevo las matrices obtenidas tras un total de 3 pasadas láser, con una altura de $15,10 \pm 0,52 \mu\text{m}$ y un diámetro de $80,10 \pm 0,18 \mu\text{m}$. Para el láser de Ytterbium, se tomó como resultado óptimo, las matrices de micropostes generadas con 7 pasadas láser, con $16,04 \pm 0,12 \mu\text{m}$ de altura y $93,27 \pm 0,13 \mu\text{m}$ de diámetro. De este modo,

se garantizó la comparación entre microestructuras geoméricamente similares.

Los micropostes cilíndricos seleccionados se analizaron con el microscopio electrónico de barrido (SEM) Zeiss FESEM-ULTRA Plus. A través de las imágenes obtenidas (Figura 3.22), se realizó una caracterización cualitativa de los micropostes fabricados y se pudo hacer una comparación, desde un punto de vista morfológico, de los resultados obtenidos.

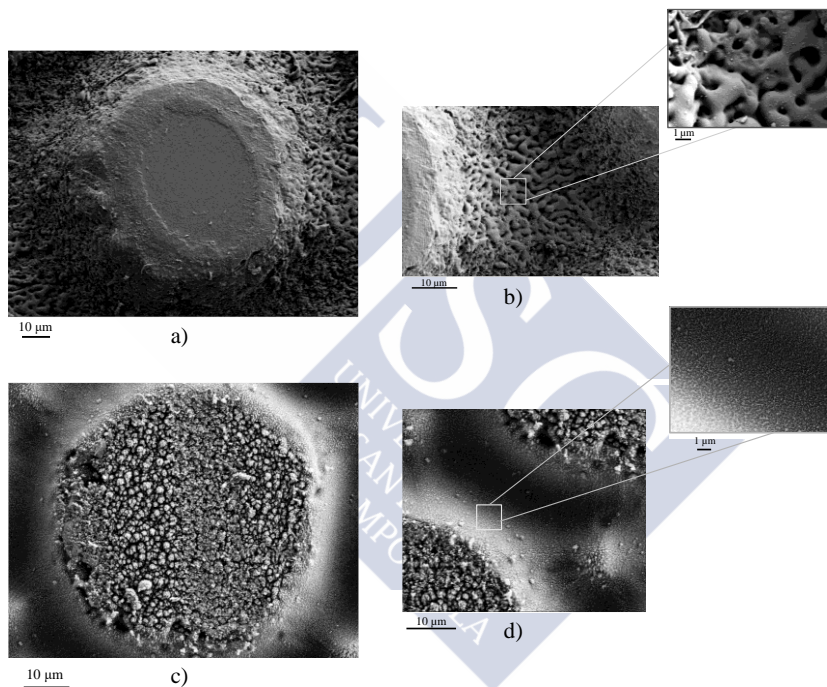


Figura 3.22. Imágenes SEM de: a) un microposte cilíndrico aleatorio y b) el canal circular adyacente, generados con el láser de femtosegundos; y c) uno de los micropostes generados tras la ablación de d) un surco circular con el láser de nanosegundos.

En la figura 3.22 se pueden apreciar diferencias significativas entre las microestructuras generadas con el láser de femtosegundos (Figura 3.22.a – 3.22.b), y las obtenidas con el de nanosegundos (Figura 3.22.c – 3.22.d). De nuevo, los distintos procesos físicos involucrados durante

el proceso ablativo del material en cada régimen de duración de pulsos, por un lado el carácter predominantemente térmico del proceso con el láser de nanosegundos y por otro el fenómeno explosivo de sublimación directa experimentado con el láser de femtosegundos (ver sección 1.3 del capítulo 1 de esta tesis para más detalle), son los responsables de las distintas morfologías obtenidas.

En las figuras 3.22.a) y 3.22.c) se muestra la parte superior de uno de los micropostes generados con el láser de Ytterbium y el de Nd:YVO₄, respectivamente. Por un lado, se puede apreciar la presencia de restos del material, adheridos en la parte superior del poste fabricado con el láser de nanosegundos. Por otro lado, se observa la ausencia de estos mismos restos de material en el poste fabricado con el láser de femtosegundos. Como se ha visto en secciones previas de este capítulo, dado que parte del material expulsado durante el proceso ablativo con el láser de nanosegundos se encuentra en su fase de fusión, éste queda adherido al poste generado. Por el contrario, esto no sucede en el caso de trabajar con el láser de femtosegundos, donde el material se evapora directamente.

Las figuras 3.22.b) y 3.22.d) muestran la distinta morfología del fondo del canal circular generado durante el proceso ablativo en cada caso. Inicialmente podría parecer que, la precisión que ofrece el láser de femtosegundos, permitiendo eliminar capas más finas de material con cada pasada láser, generaría una menor rugosidad en el surco fabricado. Sin embargo, la naturaleza disruptiva del proceso ablativo con el láser de femtosegundos, da lugar a estructuras irregulares de mayores dimensiones en el fondo del canal, generándose finalmente una mayor rugosidad que en el surco circular fabricado con el láser de nanosegundos. En la tabla 3.3, se puede ver que la rugosidad media del surco fabricado con el láser de Ytterbium difiere en un orden de magnitud de la generada con el láser de Nd:YVO₄.

Tras la limpieza con el ácido de los postes fabricados con el láser de Nd:YVO₄, paso intermedio que no resulta necesario en el caso de los postes generados con el láser de femtosegundos, dada la ausencia de restos de material fundido adherido a los mismos; las matrices de

micropostes fabricadas se sometieron al tratamiento térmico con el láser de CO_2 . Los parámetros utilizados para la aplicación del tratamiento térmico fueron los seleccionados como óptimos tras los estudios presentados anteriormente en las secciones 3.3.2 y 3.3.3 de este capítulo: una potencia de 90W, una tasa de repetición de 10 kHz y una velocidad de barrido de 350 cm/s fueron los parámetros de trabajo del láser de CO_2 , mientras que la velocidad de desplazamiento de las piezas a lo largo del horno continuo fue de 1000 mm/h.

En la figura 3.23 se muestra la evolución experimentada por el perfil de las microestructuras fabricadas, con el tratamiento térmico aplicado. Los perfiles representados se adquirieron con el microscopio confocal SENSOFAR 2300 PI μ .

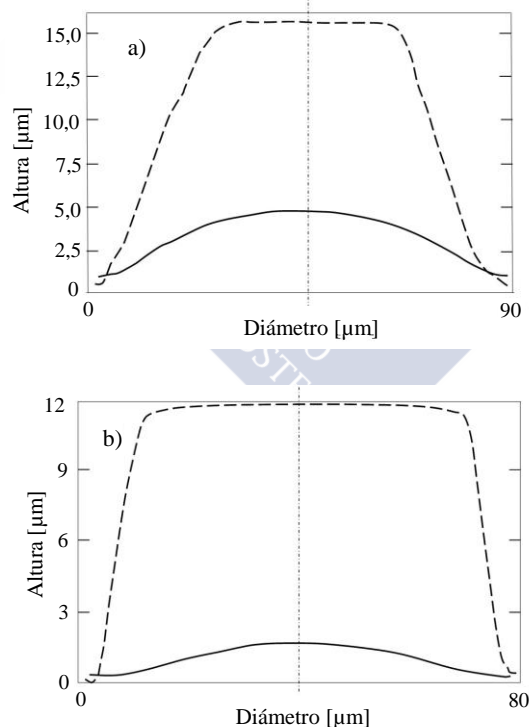


Figura 3.23. Perfil de una microlente aleatoria antes (línea punteada) y después (línea continua) del tratamiento térmico, fabricada con: a) el láser de Ytterbium y b) el láser de Nd:YVO₄.

En la figura 3.23 se puede ver la evolución de las microestructuras fabricadas desde su perfil cilíndrico original, sin capacidad de focalización de la luz, hasta alcanzar un perfil aproximadamente semiesférico. Es importante notar que, el perfil del microposte fabricado con el láser de Nd:YVO₄ (línea punteada de la figura 3.23.b) se midió tras el proceso de limpieza del mismo, por lo que su altura difiere en aproximadamente 3 micrómetros del valor indicado para los micropostes seleccionados anteriormente en esta sección. En la tabla 3.3 se presentan las características geométricas (altura y diámetro) de las microlentes fabricadas con el láser de Nd:YVO₄ y el láser de Ytterbium.

La figura 3.24 muestra imágenes SEM de las microlentes finales obtenidas con cada uno de los dos sistemas láser. En ella, se observa una diferencia notable en cuanto a la morfología de las microlentes fabricadas. Por un lado, las microlentes obtenidas en el caso del láser de Ytterbium (Figura 3.24.a) muestran peor calidad, en términos de rugosidad, del espacio intersticial entre las mismas. Por otra parte, las microlentes generadas con el láser de Nd:YVO₄ (Figura 3.22.b) presentan una morfología y rugosidad más suaves.

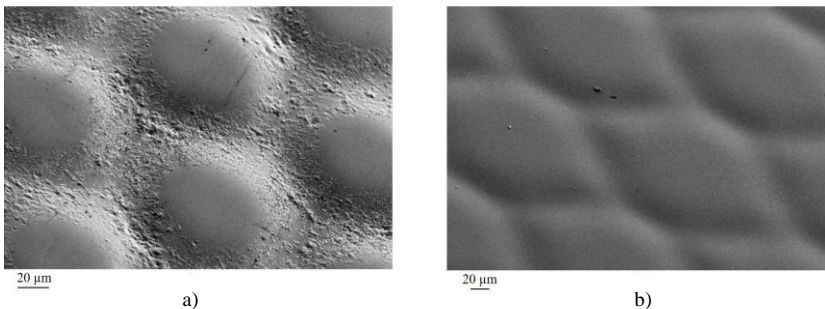


Figura 3.24. Imágenes SEM de las microlentes fabricadas con: a) el láser de Ytterbium y b) el láser de Nd:YVO₄.

A partir de la caracterización óptica de las matrices de microlentes fabricadas, en base a la calidad de sus focos, podemos hacer una comparación de los resultados obtenidos tras la implementación de la tecnología de fabricación con un láser de nanosegundos y otro de

femtosegundos. Para ello, se utilizó el mismo dispositivo experimental descrito anteriormente en la sección 3.3.3 de este capítulo.

En la figura 3.25 se muestran las diferentes imágenes obtenidas en el plano focal de las matrices de microlentes fabricadas, acompañadas de la distribución de irradiancia de una microlente escogida aleatoriamente dentro de cada matriz.

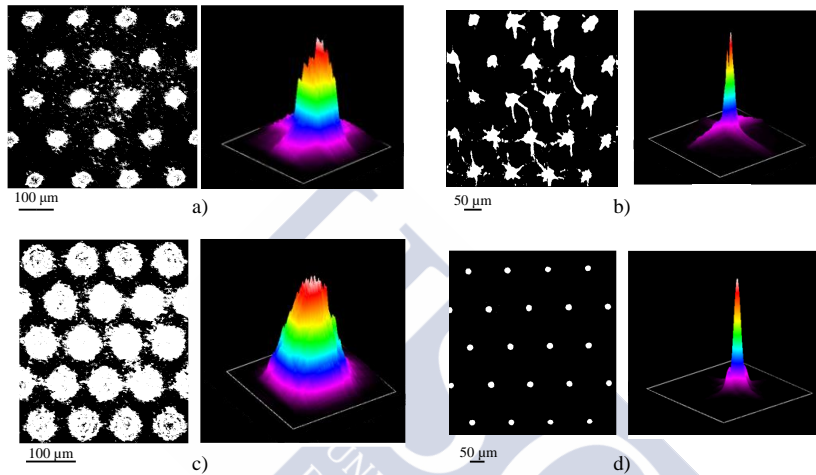


Figura 3.25. Imágenes del plano focal de las matrices de microlentes fabricadas, y de la distribución de irradiancia de una microlente aleatoria dentro de cada una de estas matrices, correspondientes a: microlentes fabricadas con el láser de Ytterbium, a) antes del tratamiento térmico y b) después del tratamiento térmico; c) micropostes fabricados con el láser de Nd:YVO₄ y d) las correspondientes microlentes obtenidas tras la aplicación del tratamiento térmico.

Como se puede ver, tanto las matrices de microlentes fabricadas con el láser de Ytterbium (Figura 3.25.a y 3.25.b), como aquellas obtenidas con el láser de Nd:YVO₄ (Figura 3.25.c y 3.25.d), experimenta una mejora en su capacidad de focalización de la luz tras la aplicación del tratamiento térmico.

Sin embargo, los focos obtenidos en el plano focal de las microlentes fabricadas con el láser de Ytterbium, no muestran una distribución de irradiancia homogénea ni uniforme. En este caso, los focos obtenidos presentan distorsiones y diferencias entre sí, con un perfil de intensidad que difiere en gran medida del caso ideal limitado por difracción

(Figura 3.25.b). Por el contrario, las matrices de microlentes fabricadas con el láser de Nd:YVO₄ presentan una distribución de irradiancia de sus focos uniforme y homogénea. Los focos presentan un tamaño menor que los obtenidos con las microlentes fabricadas con el láser de femtosegundos, sin irregularidades y aproximadamente iguales entre sí. Además, el perfil de intensidad de los focos obtenidos en este caso se aproxima mucho más a la PSF para un sistema limitado por difracción (Figura 3.25.d).

Estos resultados se encuentran relacionados con el proceso de remodelación de las estructuras que tiene lugar durante la aplicación del tratamiento térmico. A partir del desplazamiento de material que lleva a la modificación del perfil de las microestructuras fabricadas y a la mejora de sus características morfológicas, se consigue en ambos casos mejorar la calidad óptica de las mismas. Sin embargo, la morfología de los micropostes generados mediante el proceso ablativo con el láser de femtosegundos, imposibilita que a través del proceso de llenado del cráter se generen unas microlentes finales con una forma estructural y rugosidad óptimas. Por ello, como se ha visto anteriormente en la figura 3.24, las microlentes fabricadas con el láser de Ytterbium presentan una mayor rugosidad intersticial que las fabricadas con el láser Nd:YVO₄, con un valor de Ra un orden de magnitud mayor (ver Tabla 3.3). Este hecho imposibilita reducir la luz dispersa alrededor de los focos en el plano focal (Figura 3.25.b), por lo que los focos de las microlentes fabricadas con el láser de femtosegundos no están bien definidos, difieren en mayor medida entre sí y presentan un perfil de intensidad más irregular.

En la tabla 3.3 se recogen las características de las matrices de microlentes fabricadas con el láser de NY:YVO₄ y el láser de Ytterbium.

Tabla 3.3. Características geométricas y ópticas de las microlentes fabricadas con el láser de nanosegundos y el de femtosegundos.

Características de las microlentes				
	Láser de Nd:YVO₄		Láser de Ytterbium	
	<i>Antes Tratamiento Térmico</i>	<i>Después Tratamiento Térmico</i>	<i>Antes Tratamiento Térmico</i>	<i>Después Tratamiento Térmico</i>
Diámetro [μm]	80,10±0,18	81,00±0,50	93,27±0,14	95,00±0,50
Altura [μm]	12,00±0,42	1,50±0,23	16,04±0,12	5,00±0,34
Distancia focal [mm]	0,550±0,020	1,100±0,020	0,340±0,020	0,500±0,020
Tamaño de foco [μm]	70,00±0,50	20,00±0,50	65,00±0,50	26,00±0,50
Rugosidad intersticial [μm]	298,00±18,00	32,20±3,10	2963,00±56,00	231,40±16,30
Rugosidad microlente [nm]	8,21*±0,42	3,96±0,32	6,92±0,21	3,81±0,24

*Este dato de rugosidad se ha medido tras el proceso de limpieza de los micropostes con el ácido.

3.4 Fabricación y caracterización de microcanales

En esta sección se presenta la aplicación de la tecnología desarrollada para la fabricación de microcanales en vidrio. A través de los distintos estudios realizados y el análisis de resultados, se ha llevado a cabo la fabricación de microcanales en sustratos de vidrio sodo-cálcico, adecuados para su uso en microfluídica [12].

3.4.1 Microestructurado del vidrio

Para implementar la primera etapa de microestructurado del vidrio, dentro del proceso de fabricación de los microcanales, se utilizó el láser

de Nd:YVO₄ de pulsos de nanosegundos; debido al mejor resultado, en cuanto a lo morfología superficial, de las microestructuras fabricadas con éste (ver sección 3.3.4 de este capítulo). En la figura 3.26 se muestra un esquema del dispositivo experimental y el proceso de fabricación de los microcanales. Los parámetros láser de trabajo se seleccionaron en base a los estudios previos presentados en la sección anterior 3.2.a), se utilizaron: 7W de potencia, 10 kHz de frecuencia y una velocidad de barrido de 50 mm/s.

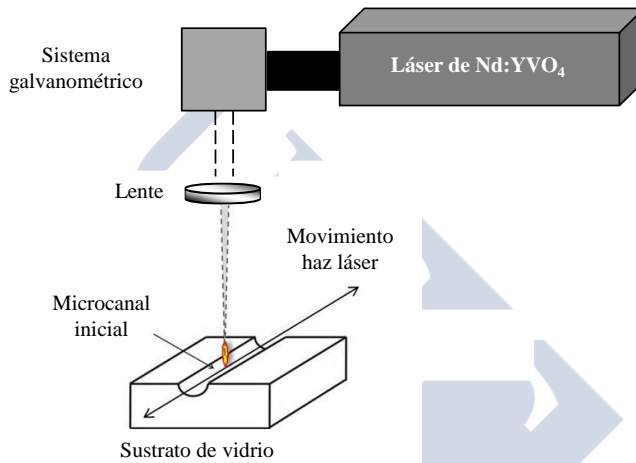


Figura 3.26. Esquema del dispositivo experimental utilizado para la fabricación de microcanales en sustratos de vidrio.

Los microcanales se obtienen por medio de la ablación de líneas individuales en el sustrato de vidrio. A través de distintas configuraciones entre las líneas fabricadas, se pueden obtener microcanales con diferentes geometrías; tal y como se verá en posteriores secciones de este capítulo.

La figura 3.27 muestra una imagen 3D de uno de los microcanales fabricados con el láser de Nd:YVO₄. Este microcanal presenta una profundidad de $2,20 \pm 0,06 \mu\text{m}$, un diámetro de $21,32 \pm 0,30 \mu\text{m}$ y una Ra en el fondo del mismo de $82,50 \pm 3,80 \text{ nm}$.

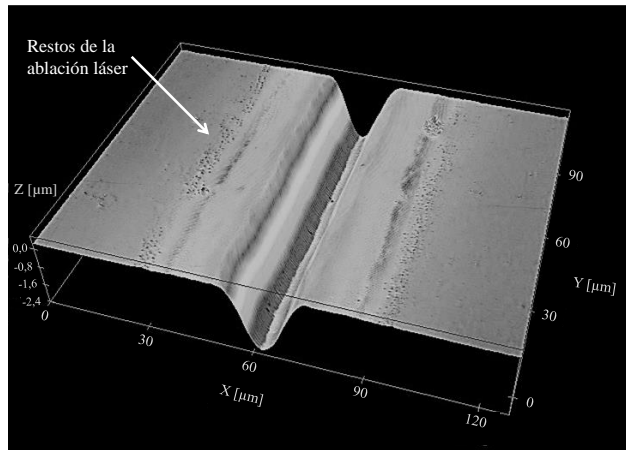


Figura 3.27. Imagen realizada con el microscopio confocal SENSOFAR 2300 Plμ de uno de los microcanales fabricados en vidrio por medio de la ablación láser.

En la imagen anterior se puede apreciar cómo parte del material expulsado desde el fondo del cráter durante el proceso ablativo, el cual se encuentra en su fase de fusión, se deposita a los bordes del canal generado. Este fenómeno se analizará en detalle en próximos apartados de esta sección.

3.4.1.a) Evolución de la profundidad y el diámetro de un microcanal con el número de pasadas láser

Con el objetivo de fabricar microcanales con distintas dimensiones, se llevó a cabo un estudio de la evolución de la profundidad y el diámetro de un microcanal, con el número de pasadas láser sobre un mismo punto del sustrato de vidrio. La figura 3.28 presenta la variación en la profundidad y el diámetro de un canal de 1 a 10 pasadas del láser.

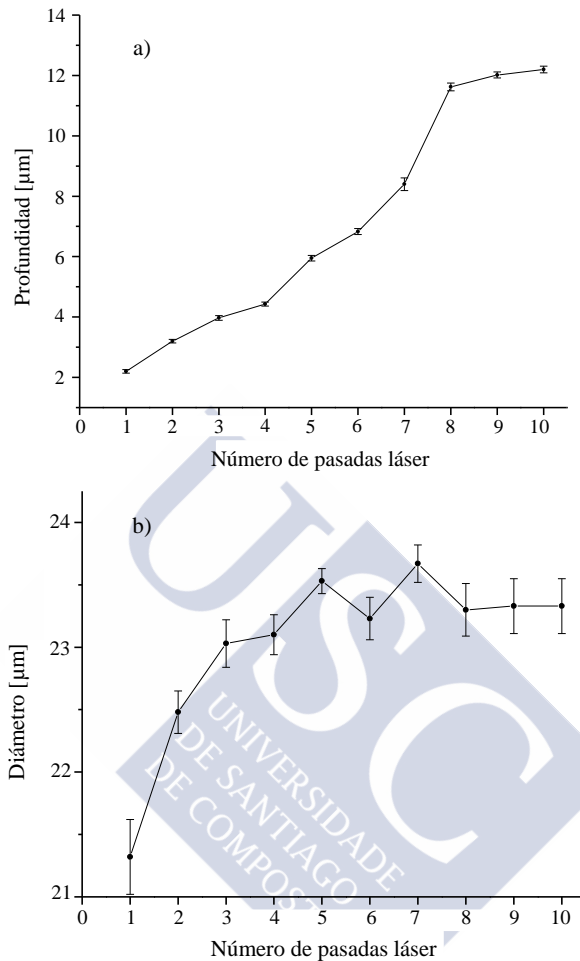


Figura 3.28. Evolución de: a) la profundidad y b) el diámetro de un microcanal, en función del número de pasadas láser.

La relación entre la profundidad y el diámetro de un canal se ve alterada con el número de pasadas realizadas con el láser. Por un lado, se observa un incremento de entre 1 y 2 micrómetros de profundidad con cada pasada láser. La profundidad del canal aumenta así desde un valor inicial de aproximadamente 2 micrómetros, hasta un valor de 12 micras; valor en el que se alcanza una saturación en la profundidad del canal, tras haber realizado un total de 8 pasadas láser (ver Figura 3.28.a). Este

comportamiento se puede relacionar con la no-evacuación de los restos de material expulsado durante el proceso ablativo, que se acumulan en el fondo del cráter; así como con la pérdida de enfoque tras el incremento de la profundidad del mismo, dado que la profundidad de foco de la lente empleada es de unos 5 micrómetros. En contraste, el diámetro del microcanal se incrementa tan sólo en aproximadamente 2 micrómetros tras haber realizado estas 8 pasadas láser, por lo que podemos decir que tiende a permanecer constante en torno a unos 20 micrómetros; lo que se encuentra relacionado con la anchura del haz láser utilizado.

3.4.1.b) Estudio de la rugosidad media (R_a) generada durante el proceso ablativo

La acumulación de los restos de material expulsado durante el proceso ablativo, da lugar a cambios en la rugosidad media del material. Por ello, el estudio de la deposición de los residuos generados durante la fase de microestructurado del vidrio, tanto fuera como en el fondo del propio canal, resulta de gran importancia para la obtención de microcanales adecuados para su aplicación en microfluídica.

Para un microcanal generado tras una única pasada láser y con los parámetros óptimos de fabricación (7 W, 10 kHz y 50 mm/s), se llevó a cabo un estudio de la deposición de los restos del material expulsado durante el proceso ablativo, en las proximidades del microcanal fabricado (Figura 3.29).

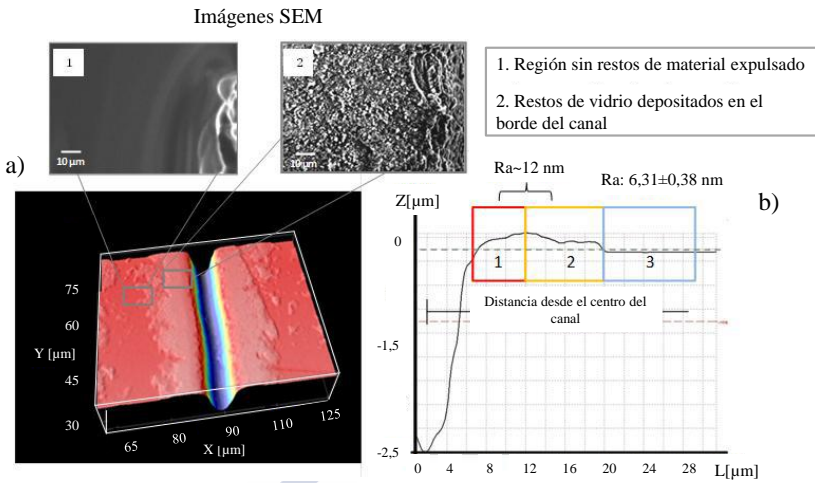


Figura 3.29. a) Imagen confocal de un microcanal de 2 μm de profundidad. Las imágenes ampliadas de a), se corresponden con imágenes SEM de: (1) región del sustrato libre de restos de material expulsado durante la ablación láser y, (2) residuos depositados en el borde del canal tras el proceso ablativo. b) Perfil transversal de la mitad del canal mostrado en a), donde se especifica la Ra a distintas distancias desde el centro del canal, debido a la deposición de los residuos de ablación.

A través del perfil transversal del canal (Figura 3.29.b), extraído de la imagen confocal del mismo (Figura 3.29.a), se realizó un análisis de la deposición del material expulsado durante la ablación láser, a diferentes distancias desde el centro del microcanal fabricado. El recuadro rojo número 1 (a una distancia entre 7 y 14 μm desde el centro del canal, aproximadamente), señala la región del sustrato con residuos más próxima al canal, donde se midió una Ra de 12,23±0,63 nm. Para la región comprendida entre unos 14 y 22 micrómetros desde el centro del canal (segundo recuadro, en color amarillo), se obtuvo una rugosidad media similar a la de la región anterior seleccionada, de 12,88±0,54 nm en este caso. El último recuadro señalado (en color azul), muestra la región del sustrato escogida para determinar la rugosidad media en el vidrio sin residuos. En este caso, se determinó una Ra de 6,31±0,38 nm, para distancias superiores a 22 μm desde el centro del canal.

La rugosidad superficial generada en el fondo del canal durante el proceso ablativo, debido a la acumulación de residuos en el mismo, lleva a un deterioro en la uniformidad y calidad del microcanal

fabricado. Con el aumento del número de pasadas láser realizadas, para generar microcanales de mayor profundidad, la Ra en el fondo del canal también se ve incrementada. En la figura 3.30 se presentan imágenes realizadas con el equipo SEM Zeiss FESEM-ULTRA Plus, del detalle de la rugosidad generada en el fondo de un canal tras 1 pasada con el láser de Nd:YVO₄ y 8 pasadas, respectivamente.

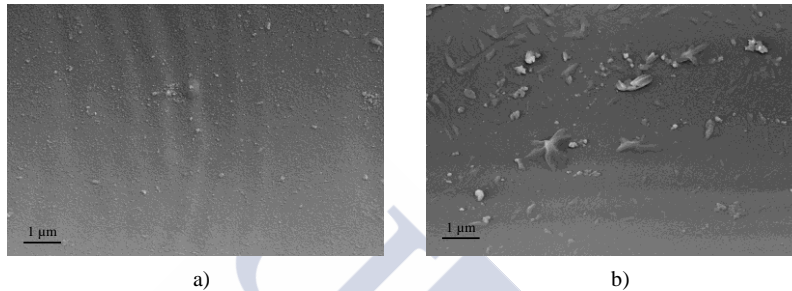


Figura 3.30. Imagen SEM del detalle de la rugosidad en el fondo de un canal con: a) una pasada láser y b) 8 pasadas láser.

En el caso del canal obtenido tras haber realizado 1 pasada con el láser de Nd:YVO₄ (Figura 3.30.a), se midió una rugosidad media de $82,49 \pm 3,80$ nm; mientras que, para el canal generado tras realizar un total de 8 pasadas con el láser (Figura 3.30.b), se obtuvo un valor de $553,77 \pm 30,00$ nm para la rugosidad en el fondo del canal.

Del estudio realizado se puede concluir que, el material expulsado durante el proceso ablativo se deposita en mayor medida en los bordes y el fondo del microcanal, no habiendo residuos de la ablación láser para distancias superiores a 22 micrómetros desde el centro del canal. Adicionalmente, y como cabía esperar, se observa un incremento en la rugosidad generada en el fondo del microcanal con el número de pasadas láser; llegando a incrementar en un factor 6,7 tras realizar un total de 8 pasadas.

3.4.2 Tratamiento térmico y caracterización morfológica de los microcanales fabricados

El control de la rugosidad superficial generada en un microcanal fabricado por medio de un proceso típico de ablación láser, que normalmente se encuentra en el orden de unos cientos de nanómetros o incluso unas pocas micras, resulta crucial para su adecuación a muchas de las aplicaciones de microfluídica. El grado de rugosidad de la superficie influye de manera significativa en el comportamiento del fluido a lo largo del canal, como por ejemplo en su velocidad [13, 14]. Además, la necesidad de detección óptica, como la captación de imágenes de microscopía de fluorescencia, hace necesaria la reducción de la rugosidad para conseguir microcanales con una buena calidad óptica.

En la literatura se pueden encontrar diferentes técnicas, basadas principalmente en el grabado químico, que permiten obtener microcanales con unas condiciones óptimas, adecuadas para aplicaciones de microfluídica. Estas técnicas permiten reducir la rugosidad superficial de los canales sin que lleguen a observarse deformaciones estructurales en los mismos [15, 16]. En esta tesis se presenta un tratamiento térmico alternativo, basado en el empleo de un láser de CO₂, que nos permite reducir la rugosidad de los microcanales fabricados por medio de la ablación láser, sin modificar el perfil original de los mismos.

De forma similar al proceso experimentado durante la aplicación del tratamiento térmico a las matrices de microlentes fabricadas, el material superficial fundido, a través del calor aportado por el láser de CO₂, se desplaza desde el borde del canal al fondo del mismo. Este desplazamiento de material, y su acumulación en el fondo del cráter, permite que tenga lugar una reducción de la rugosidad superficial del canal; pero también lleva a una reducción en la profundidad y un incremento en el diámetro de éste (ver Figura 3.31).

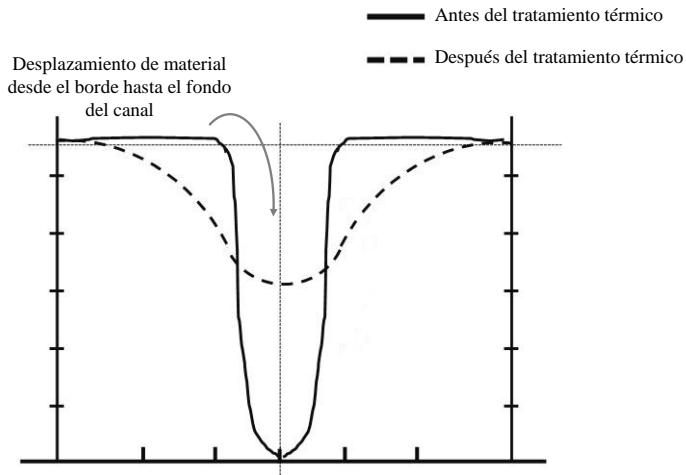


Figura 3.31. Esquema del desplazamiento de material que tiene lugar con la aplicación del tratamiento térmico a un microcanal, lo que lleva a una reducción en la profundidad y un incremento en el diámetro del mismo.

Dado que por medio de la aplicación del tratamiento térmico se busca reducir la rugosidad en el canal, pero sin llegar a modificar su estructura original; se hace necesario encontrar un compromiso entre la modificación inducida durante el tratamiento térmico y la reducción en la rugosidad.

A partir del estudio del tratamiento térmico realizado con la fabricación de las matrices de microlentes, podemos definir los parámetros del láser de CO_2 óptimos para este tratamiento térmico en particular (ver sección 3.3.3 de este capítulo). Se utilizaron los siguientes parámetros de trabajo: 25% de DC, 10 kHz de tasa de repetición y velocidad de barrido igual a 350 cm/s. Manteniendo constantes los parámetros láser seleccionados, se hizo un barrido para distintas velocidades de la muestra a través del horno continuo, variando así el tiempo de interacción entre la radiación láser y el sustrato. De este modo, se buscó un compromiso óptimo entre la reducción alcanzada en la rugosidad del canal y la modificación estructural inducida en el mismo.

En la figura 3.32 se observa la modificación experimentada por el perfil de un canal, fabricado con una única pasada del láser de Nd:YVO_4 , tras

la aplicación del tratamiento térmico a distintas velocidades del horno continuo, comprendidas entre 500 y 2500 mm/h.

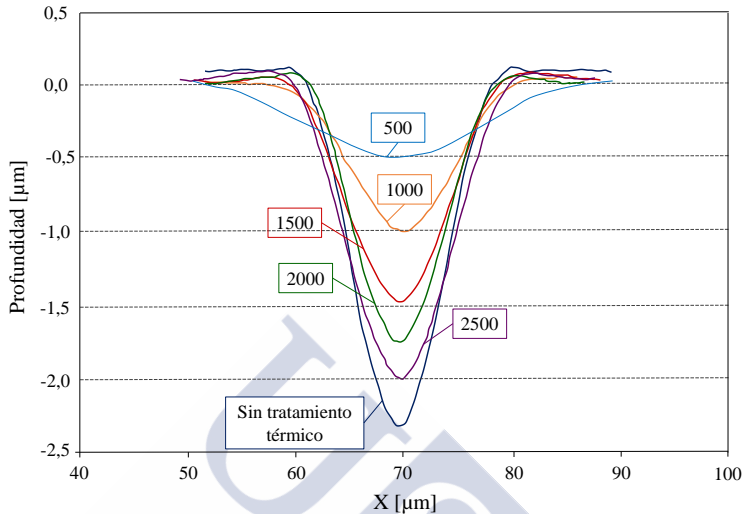


Figura 3.32. Evolución del perfil de un microcanal según el tratamiento térmico aplicado.

A medida que se reduce la velocidad de desplazamiento de las muestras a lo largo del horno continuo, el incremento en el tiempo de interacción entre la radiación láser y el vidrio lleva a una reducción progresiva en la profundidad del microcanal fabricado; y a un aumento, menos acusado, en el diámetro del mismo. Esto se debe, tal y como se ha indicado previamente, al desplazamiento de material fundido que tiene lugar desde los bordes hacia el fondo del canal.

Para un desplazamiento de la muestra de 2500 mm/h a través del horno, se observa una reducción en la profundidad del microcanal de unos pocos cientos de nanómetros; no habiendo un cambio significativo en la forma estructural de éste. Mientras que, para una velocidad de 500 mm/h o inferior, el canal tiende a aplanarse y desaparecer. Para las velocidades de 1500 y 1000 mm/h, se puede apreciar un cambio significativo en la forma del canal y un ensanchamiento del diámetro del mismo (ver Tabal 3.4). El resultado obtenido para una velocidad de desplazamiento de la muestra de 2000 mm/h, mantiene el perfil original

del microcanal. En este caso, la profundidad del canal se reduce hasta un valor igual a $1,79 \pm 0,09 \mu\text{m}$ (un factor 1,3) y el diámetro permanece aproximadamente constante e igual a $22,10 \pm 0,13 \mu\text{m}$, con una variación inferior a un micrómetro con respecto al canal original.

En la tabla 3.4 se recogen las especificaciones dimensionales, profundidad y diámetro, de los distintos microcanales fabricados; en función de las características del tratamiento térmico aplicado.

Tabla 3.4. Características geométricas de los microcanales.

	Tratamiento térmico según la velocidad del horno continuo en mm/h				
	2500	2000	1500	1000	500
Profundidad [μm]	2,08 $\pm 0,02$	1,79 $\pm 0,09$	1,46 $\pm 0,04$	1,12 $\pm 0,05$	0,56 $\pm 0,04$
Diámetro [μm]	21,77 $\pm 0,17$	22,10 $\pm 0,13$	22,65 $\pm 0,17$	25,07 $\pm 0,15$	34,23 $\pm 0,98$

Para determinar la calidad de los microcanales fabricados y corroborar los resultados tras la aplicación del tratamiento térmico, se midió la rugosidad media en el fondo del canal por medio del microscopio confocal SENSO FAR 2300 P1μ. Los resultados obtenidos para cada una de las velocidades del horno continuo utilizadas se muestran en la tabla 3.5.

Tabla 3.5. Evolución de la rugosidad en el fondo del canal con el tratamiento térmico.

Velocidad del horno continuo [mm/h]	Ra [nm]
Sin tratamiento térmico	90,30 \pm 5,10
2500	56,50 \pm 3,48
2000	24,65 \pm 2,21
1500	16,43 \pm 0,78
1000	8,16 \pm 0,42
500	7,21 \pm 0,40

La rugosidad generada en el fondo del canal, tras la etapa de microestructurado del vidrio, se encuentra próxima a los 100 nm, lo que representa un resultado esperable tras un típico proceso de ablación láser. Esta rugosidad se ve reducida hasta valores próximos al valor de la rugosidad del vidrio sin procesar ($6,31 \pm 0,38$ nm), para los resultados obtenidos a las velocidades de 1000 y 500 mm/h. Sin embargo, como se vio en la figura 3.32, el canal resultante en estos dos casos ha perdido por completo su forma original. En particular, para el canal obtenido a 500 mm/h, la profundidad se ha reducido un factor 3,7 y su diámetro se ha incrementado hasta en más de 10 micrómetros (ver Tabla 3.4).

Tras la aplicación del tratamiento térmico con los parámetros láser seleccionados (25% de DC, tasa de repetición de 10 kHz y una velocidad de barrido de 350 cm/s) y con una velocidad del horno continuo de 2000 mm/h, se consigue reducir la rugosidad superficial del canal hasta unas pocas decenas de nanómetros (ver Tabla 3.5), lo que representa un valor adecuado para aplicaciones de microfluídica [15]. Notar que en este caso, tal y como se ha visto en la figura 3.32, el canal mantiene su perfil original, por lo que el resultado obtenido resulta óptimo.

En la figura 3.33 se muestra una imagen 3D de un microcanal tras la aplicación del tratamiento térmico óptimo.

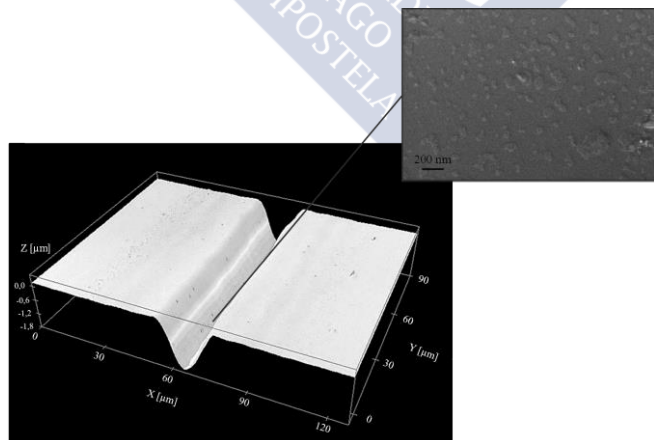


Figura 3.33. Imagen confocal de un microcanal en vidrio fabricado por medio de la tecnología híbrida láser propuesta, junto con una imagen SEM del detalle de la rugosidad en el fondo del canal.

Es importante señalar que los microcanales fabricados de mayor profundidad, tras realizar 8 pasadas en el proceso de microestructurado con el láser de Nd:YVO₄, presentan una rugosidad en el fondo del canal que asciende hasta un valor entorno a los 550 nanómetros; por lo que la aplicación del tratamiento térmico en este caso sólo permite reducir la Ra del fondo hasta unos 160 nanómetros aproximadamente. Los microcanales fabricados con más de una pasada láser verán limitadas sus posibles aplicaciones en microfluídica, conforme se vea incrementada la rugosidad final de los mismos.

Mediante la tecnología de fabricación propuesta se han obtenido microcanales con una calidad morfológica y óptica óptimas, con una profundidad mínima de $1,79 \pm 0,09 \mu\text{m}$ y un diámetro mínimo de $22,10 \pm 0,13 \mu\text{m}$; y con una rugosidad media de $24,65 \pm 2,21 \text{ nm}$, adecuada para aplicaciones de microfluídica. Se fabricaron canales con diferentes profundidades, hasta una profundidad máxima de $9,03 \pm 0,35 \mu\text{m}$ y un diámetro de $23,33 \pm 0,12 \mu\text{m}$, con una rugosidad de $160,00 \pm 9,00 \text{ nm}$.

3.4.3 Fabricación de diferentes estructuras: estudio del “límite”

Una vez obtenidos los parámetros óptimos para la fabricación de microcanales de calidad y, con el objetivo de estudiar las capacidades de la técnica presentada, este trabajo se centró en la fabricación de microcanales con diferentes configuraciones.

Como ya se ha indicado, uno de los principales inconvenientes que presenta la técnica de escritura directa láser, en la fabricación de microcanales, se encuentra relacionado con la evacuación de los restos de material expulsado durante el proceso ablativo; los cuales se depositan en el propio canal existente deteriorando la uniformidad y calidad del mismo. Este problema se ha podido solventar con la aplicación de un tratamiento térmico posterior, que nos ha permitido optimizar la calidad morfológica y óptica de los microcanales fabricados.

Otro de los problemas que presenta esta técnica tiene que ver con las estructuras que tienen intersección entre microcanales. En la región de intersección entre dos canales, el haz láser pasa 2 veces sobre un mismo punto del sustrato, de forma que en dicha región se concentra un exceso de energía, dando lugar a una estructura de mayor profundidad. Esto se traduce en una pérdida de uniformidad y homogeneidad en el dispositivo fabricado, y afectará al flujo de los fluidos a través del mismo. Conseguir minimizar este problema, resulta fundamental para la aplicación de los microcanales en estudios de microfluídica. Este hecho, nos llevó a desarrollar un análisis profundo de la calidad de la intersección entre los canales.

Para mejorar la calidad de la intersección entre dos microcanales, se tuvieron en cuenta las siguientes consideraciones. En primer lugar, es importante notar que el láser de Nd:YVO₄, utilizado para la fabricación de los microcanales, se basa en la conocida técnica Q-Switch para la generación de pulsos de nanosegundos. En esta técnica, cuando el obturador del sistema láser se abre por primera vez para liberar la energía almacenada en la cavidad láser, los primeros pulsos emitidos resultan más intensos que los posteriores. El equipo *Rofin power e-line* permite, a través de su software, controlar la energía liberada en los primeros pulsos del Q-Switch; por medio del parámetro denominado “límite”. Por lo que, si se realiza la intersección entre dos canales de forma que, dicha región de intersección se corresponda con el inicio de al menos uno de estos dos canales; el control de la energía entregada en la parte inicial del canal, a través de la modificación del “límite”, nos permitirá obtener intersecciones adecuadas en cuanto a su profundidad.

Para llevar a cabo un estudio de este proceso, se analizó la calidad de la intersección entre 2 canales para distintos valores del “límite”. Este estudio se realizó primeramente sobre una lámina de aluminio, lo que nos permitió poder determinar de manera rápida y sencilla la calidad de la intersección, a través de la visualización con el microscopio óptico Nikon MM-400. Para una frecuencia de 10 kHz y una velocidad de barrido de 70 mm/s, se realizó un canal vertical en la muestra de aluminio que se intersecó con distintos canales horizontales, para valores del “límite” comprendidos entre 20 y 200, tal y como se especifica en el esquema de la figura 3.34.

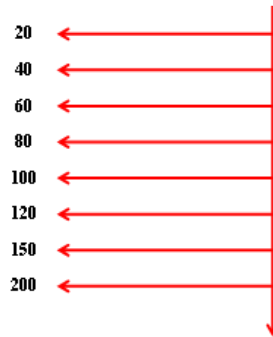


Figura 3.34. Esquema del estudio del “límite” realizado sobre una lámina de aluminio.

La dirección de barrido del láser, indicada en el esquema anterior a través de las flechas, se puede modificar con ayuda del software de nuestro equipo, lo que nos permite hacer que la región de intersección entre los dos canales coincida con el inicio de uno de ellos. En la figura 3.35 se muestran los resultados obtenidos para algunos de los valores del “límite” estudiados.

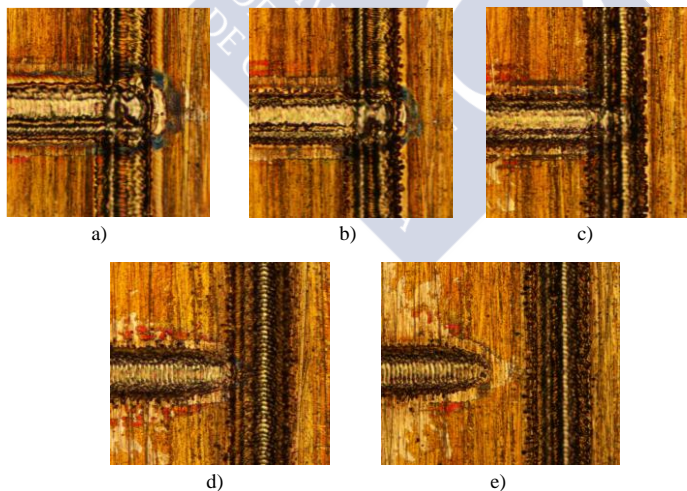


Figura 3.35. Imágenes tomadas con el microscopio óptico Nikon MM-400 de la intersección entre dos canales, realizados con el láser de Nd:YVO₄ sobre una lámina de aluminio, para diferentes valores del “límite”: a) 20, b) 60, c) 100, d) 150 y e) 200.

Los parámetros láser utilizados fueron: 6 W, 10 kHz y velocidad de barrido de 70mm/s.

Como se puede apreciar en la figura anterior, cuando se trabaja con un valor del *Límite* bajo (figuras 3.35.a y 3.35.b), los pulsos liberados inicialmente resultan más intensos, lo que hace que en la región de intersección entre los dos canales se acumule una mayor cantidad de energía; perdiéndose la uniformidad de la microestructura fabricada en cuanto a su profundidad. Por el contrario, para valores elevados del “límite”, por encima de 100, la energía de los primeros pulsos liberados se encontrará por debajo del umbral de ablación del vidrio; por lo que inicialmente no se arrancará material del sustrato. En este caso, tal y como se puede ver en las figuras 3.35.d) y 3.35.e), la intersección entre los dos microcanales no tiene lugar, dado que parte del material entre ambos queda sin ablacionar. Para un valor del “límite” igual a 100 se consiguió que la intersección entre los dos canales tuviera lugar de forma óptima, tal y como se puede apreciar en la figura 3.35.c).

Una vez realizado el estudio previo en la lámina de aluminio, éste se repitió de manera similar para la intersección entre dos microcanales fabricados en el vidrio sodo-cálcico utilizado como sustrato en esta tesis; verificando así la reproducibilidad del proceso en el vidrio. En este caso, se analizó la calidad de la intersección entre dos canales para los siguientes valores del “límite”: 50, 100 y 150. En la figura 3.36 se muestran las imágenes obtenidas con el microscopio confocal SENSOFAR 2300 Pl μ , de la intersección entre los microcanales para cada valor del “límite”.

De manera similar a lo observado en las pruebas previas en aluminio, para un valor del “límite” igual a 50, se puede apreciar la generación de una estructura de mayor profundidad en la intersección entre los dos microcanales (ver Figura 3.36.a). Mientras que, para un valor elevado del “límite”, igual a 150 en este caso, la intersección entre los dos canales no tiene lugar; pues la energía del láser inicialmente no es suficiente para ablacionar el material (ver Figura 3.36.c). Para un valor del “límite” igual a 100, la intersección entre los dos canales tiene lugar sin que se produzcan diferencias en la profundidad de la microestructura fabricada (ver Figura 3.36.b).

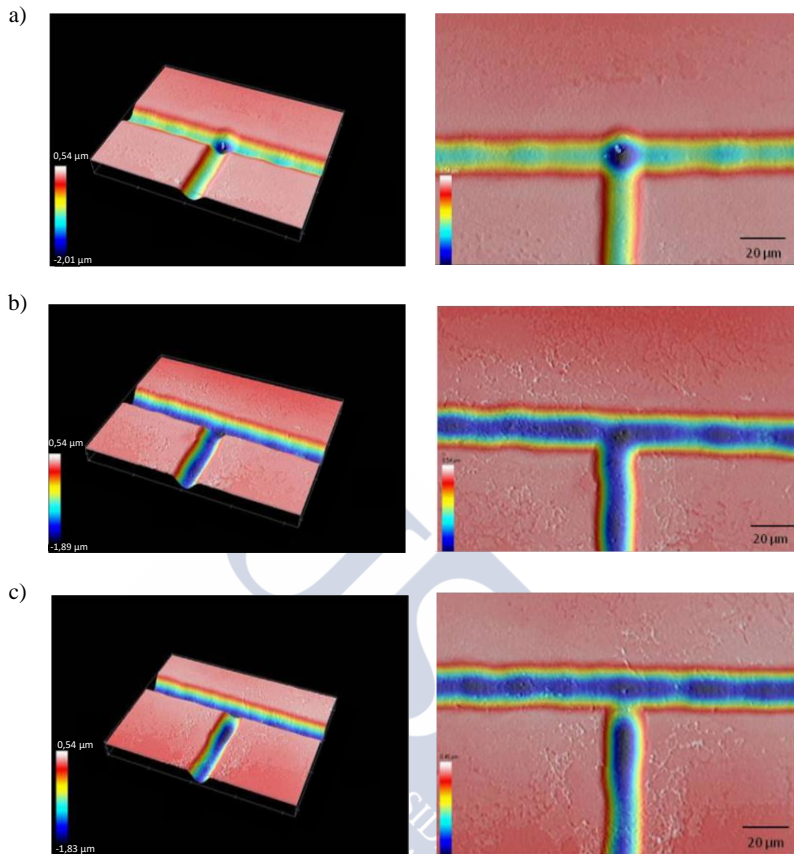


Figura 3.36. Imágenes de la intersección entre 2 microcanales, obtenidas para los siguientes valores de *Límite*: a) 50, b) 100, c) 150. Los parámetros láser utilizados fueron: 7W, 10 kHz y velocidad de barrido de 50 mm/s.

La optimización de la tecnología de fabricación propuesta nos ha permitido obtener dispositivos homogéneos y uniformes, libres de las imperfecciones generadas durante el proceso ablativo y con intersecciones bien definidas; lo que garantiza su funcionalidad en estudios de microfluídica.

3.5 Algunas aplicaciones de los elementos fabricados

El empleo de micro-dispositivos como los fabricados en este trabajo, ha sido de gran relevancia para el desarrollo de distintas ramas tecnológicas como comunicaciones ópticas, sensores, microestructurado de materiales, análisis biológico y químico o microelectrónica, entre otras.

El mundo de las comunicaciones ha experimentado una gran evolución en los últimos años. Dentro de la transformación sufrida, los dispositivos micro-ópticos juegan un papel de especial importancia. La combinación de elementos ópticos y electrónicos ha permitido la generación, manipulación y transporte de la información a alta velocidad. En este campo, las matrices de microlentes se emplean para el acoplamiento de fibras ópticas, o como colimadores o separadores de haz, entre otras aplicaciones [17-19].

El microestructurado de superficies permite que propiedades como la humectabilidad o la fricción de los materiales sean alteradas, de este modo, un sustrato se puede funcionalizar para que se comporte como hidrófobo o hidrófilo, o se puede modificar para incrementar o reducir su adherencia. Entre las técnicas empleadas para el texturizado de superficies destaca, por su sencillez, la rapidez del proceso y su versatilidad, la ablación láser. El uso de matrices de microlentes para llevar a cabo el microestructurado por medio del láser, se basa en la colocación del sustrato que se desea tratar en el plano focal de la matriz de microlentes. En este caso, por medio de la energía concentrada en el foco de cada microlente se consigue generar un patrón de microcráteres en la superficie del sustrato. En la figura 3.37 se muestra un esquema de un dispositivo experimental típico, empleado para el microestructurado de una lámina de acero por medio del uso del láser y una de las matrices de microlentes fabricadas en este trabajo.

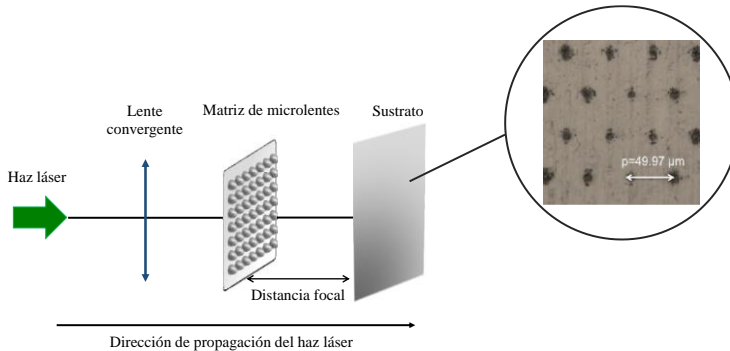


Figura 3.37. Dispositivo experimental empleado en el microestructurado de una lámina de acero de 1 mm de grosor, por medio de un láser de Nd:YAG trabajando en su segundo armónico ($\lambda=532 \text{ nm}$) y una matriz de microlentes de $50 \mu\text{m}$ de período.

En el círculo de la derecha de la figura se muestra una imagen, tomada con el microscopio óptico Nikon MM-400, del detalle del patrón generado por los focos de las microlentes, donde se indica el período del mismo (p) [20].

La rápida respuesta a variaciones o la posibilidad de hacer medidas sin contacto hacen muy adecuado el uso de dispositivos de microfluídica y elementos micro-ópticos en el campo de los sensores. Es bien conocido, por ejemplo, el uso de matrices de microlentes en sensores de frente de onda como el sensor Hartmann-Shack; donde con un solo disparo, el frente de onda es espacialmente muestreado por la matriz de microlentes utilizada, que crea un patrón de puntos en un fotodetector (típicamente una cámara CCD) colocado en su plano focal [21].

En lo que se refiere al empleo de los elementos fabricados en distintas aplicaciones de microfluídica, cabe destacar la incorporación de microlentes y microcanales en los conocidos como sistemas de microanálisis total (μTAS) o “lab-on-a-chip” [22]; los cuales presentan numerosas aplicaciones como: detección de biomoléculas [23], análisis de ADN y proteínas [24], diagnóstico de enfermedades como el VIH [25] o el empleo de éstos como sensores de temperatura o reactores bioquímicos [26, 27]. El uso de microcanales para el enfriamiento de chips en microelectrónica representa otra de las más prometedoras aplicaciones de estos dispositivos [28].

En este trabajo se han fabricado microcanales con diferentes configuraciones, que gracias a la optimización de la tecnología de fabricación desarrollada, presentan una morfología uniforme y homogénea, con intersecciones bien definidas y una rugosidad superficial adecuada para muchas de las aplicaciones mencionadas. En la figura 3.38 se muestran algunas de las configuraciones de los distintos microcanales fabricados en vidrio.

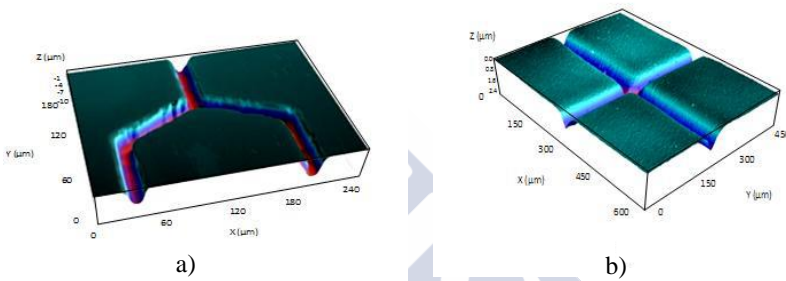


Figura 3.38. Imágenes de microscopía confocal de algunas de las estructuras generadas en vidrio por medio de la ablación láser.

Referencias

- [1] D. Nieto, J. Arines, G. M. O'Connor, M. T. Flores-Arias. "Single-pulse laser ablation threshold of borosilicate, fused silica, sapphire, and soda-lime glass for pulse widths of 500 fs, 10 ps, 20 ns". *Applied Optics*, **54**, 8596-8601. (2015)
- [2] A. Ben-Yakar, R. L. Byer. "Femtosecond laser ablation properties of borosilicate glass". *Journal of Applied Physics*, **96**, 5316-5323. (2004)
- [3] G. Thawari, J. S. Sundar, G. Sundararajan, S. V. Joshi. "Influence of process parameters during pulsed Nd: YAG laser cutting of nickel-base superalloys". *Journal of Materials Processing Technology*, **170**, 229-239. (2005)
- [4] M. Hecke, W. K. Schomburg. "Review on micromolding of thermoplastic polymers". *Journal of Micromechanics and Microengineering*, **14**, R1. (2004)
- [5] T. Delgado, D. Nieto, M. T. Flores-Arias. "Fabrication of microlens arrays on soda-lime glass using a laser direct-write technique and a thermal treatment assisted by a CO₂ laser". *Optics and Lasers in Engineering*, **73**, 1-6. (2015)
- [6] L. C. Estepa, G. F. De la Fuente. "Continuous furnace with coupled laser for the surface treatment of materials". Patente No 00560 (Marzo 2006)
- [7] A. Sayah, V. K. Parashar, M. A. M. Gijs. "Micro-replication of optical lenses in glass using a novel sol gel technology". In: *Proceedings of the IEEE MEMS'02*, 516-519. (2002)
- [8] M. D. Shirk, P. A. Molian. "A review of ultrashort pulsed laser ablation of materials". *Journal of Laser Applications*, **10**, 18-28. (1998)
- [9] N. H. Rizvi. "Femtosecond laser micromachining: Current status and applications". *Riken review*, 107-112. (2003)
- [10] R. R. Gattass, E. Mazur. "Femtosecond laser micromachining in transparent materials". *Nature Photonics*, **2**, 219-225. (2008)
- [11] T. Delgado, D. Nieto, M. T. Flores-Arias. "Soda-lime glass microlens arrays fabricated by laser: Comparison between a nanosecond and a femtosecond IR pulsed laser". *Optics and Lasers in Engineering*, **86**, 29-37. (2016)

- [12] D. Nieto, T. Delgado, M. T. Flores-Arias. “Fabrication of microchannels on soda-lime glass substrates with a Nd: YVO 4 laser”. *Optics and Lasers in Engineering*, **63**, 11-18. (20014)
- [13] C. Kleinstreuer, J. Koo. “Computational analysis of wall roughness effects for liquid flow in micro-conduits”. *Journal of Fluids Engineering*, **126**, 1-9. (2004)
- [14] Q. Heng, C. Tao, Z. Tie-chuan. “Surface roughness analysis and improvement of micro-fluidic channel with excimer laser”. *Microfluidics and Nanofluidics*, **2**, 357-360. (2006)
- [15] Z. K. Wang, H. Y. Zheng, R. Y. Lim, Z. F. Wang, Y. C. Lam. “Improving surface smoothness of laser-fabricated microchannels for microfluidic application”. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, **21**, 095008. (2011)
- [16] A. Marcinkevičius, S. Juodkazis, M. Watanabe, M. Miwa, S. Matsuo, H. Misawa, J. Nishii. “Femtosecond laser-assisted three-dimensional microfabrication in silica”. *Optics Letters*, **26**, 277-279. (2001)
- [17] P. J. Smith, C. M. Taylor, E. M. McCabe, D. R. Selviah, S. E. Day, L. G. Commander. “Switchable fiber coupling using variable-focal-length microlenses”. *Review of Scientific Instruments*, **72**, 3132-3134. (2001)
- [18] F. Wippermann, U. D. Zeitner, P. Dannberg, A. Bräuer, S. Sinzinger. “Beam homogenizers based on chirped microlens arrays”. *Optics Express*, **15**, 6218-6231. (2007)
- [19] H. Peng, Y. L. Ho, X. J. Yu, M. Wong, H. S. Kwok. “Coupling efficiency enhancement in organic light-emitting devices using microlens array-theory and experiment”. *Journal of Display Technology*, **1**, 278-282. (2005)
- [20] M. Aymerich, D. Nieto, M. T. Flores-Arias. “Laser-based surface multistructuring using optical elements and the Talbot effect”. *Optics Express*, **23**, 24369-24382. (2015)
- [21] M. Ares, S. Royo, J. Caum. “Shack-Hartmann sensor based on a cylindrical microlens array”. *Optics Letters*, **32**, 769-771. (2007)

- [22] D. R. Reyes, D. Iossifidis, P. A. Auroux, A. Manz. "Micro total analysis systems. 1. Introduction, theory, and technology". *Analytical Chemistry*, **74**, 2623-2636. (2002)
- [23] T. P. Burg, A. R. Mirza, N. Milovic, C. H. Tsau, G. Popescu, J. S. Foster, S. R. Manalis. "Vacuum-packaged suspended microchannel resonant mass sensor for biomolecular detection". *Journal of Microelectromechanical Systems*, **15**, 1466-1476. (2006)
- [24] L. Bousse, S. Mouradian, A. Minalla, H. Yee, K. Williams, R. Dubrow. "Protein sizing on a microchip". *Analytical Chemistry*, **73**, 1207-1212. (2001)
- [25] S. Thorslund, R. Larsson, F. Nikolajeff, J. Bergquist, J. Sanchez. "Bioactivated PDMS microchannel evaluated as sensor for human CD4+ cells—The concept of a point-of-care method for HIV monitoring". *Sensors and Actuators B: Chemical*, **123**, 847-855. (2007)
- [26] Z. Xue, H. Qiu. "Integrating micromachined fast response temperature sensor array in a glass microchannel". *Sensors and Actuators A: Physical*, **122**, 189-195. (2005)
- [27] T. McCreedy. "Fabrication techniques and materials commonly used for the production of microreactors and micro total analytical systems". *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, **19**, 396-401. (2000)
- [28] X. Wei, Y. Joshi. "Stacked microchannel heat sinks for liquid cooling of microelectronic components". *Journal of Electronic Packaging*, **126**, 60-66. (2004)



Conclusiones

En esta tesis se ha desarrollado una tecnología de fabricación, basada en el empleo del láser, para la generación de micro-dispositivos fotónicos en vidrio; con aplicación en los campos de micro-óptica y microfluídica. En particular, este trabajo se ha centrado en el estudio, diseño y fabricación de matrices de microlentes y microcanales en sustratos de un vidrio sodo-cálcico. Del trabajo realizado se pueden extraer las siguientes conclusiones:

- Se ha desarrollado con éxito, una tecnológica híbrida de fabricación de dispositivos fotónicos mediante láser, usando como sustrato un vidrio sodo-cálcico comercial. Esta tecnología consiste en la combinación de la técnica de escritura directa láser, para generar las microestructuras iniciales por medio de un proceso ablativo; y un tratamiento térmico posterior. En particular, se aplicó a la fabricación de matrices de microlentes y de microcanales.

-

- El microprocesado del vidrio se ha realizado con láseres infrarrojos. En particular, se ha trabajado con 2 láseres pulsados, con una longitud de onda en la región del IR cercano del espectro, y con duraciones de pulso distintas. A pesar de la baja absorción que presenta el vidrio en estas longitudes de onda, se ha demostrado que ambos láseres pueden ser una herramienta adecuada para su microestructurado, si se conocen y controlan los mecanismos involucrados en el proceso ablativo.
- Se ha mejorado la calidad morfológica y óptica de las microestructuras fabricadas mediante la aplicación de un tratamiento térmico. Para la implementación del proceso térmico se ha utilizado un láser de CO₂ acoplado a un horno continuo. El uso del láser de CO₂ permite superar la temperatura de transición del vidrio, de forma que tengan lugar las modificaciones deseadas, únicamente en la superficie de las muestras. De este modo, se evita que las piezas de vidrio se fundan en su totalidad y se peguen a la base en la que se encuentran depositadas, como sucede en los tratamientos térmicos convencionales. Podemos concluir que el tratamiento térmico propuesto, asistido por el láser de CO₂, resulta más eficiente y produce mejores resultados que los que se realizan en hornos convencionales.
- Para llevar a cabo la primera etapa de microestructurado, en el proceso de fabricación de las matrices de microlentes, se ha utilizado un láser de Nd:YVO₄ (con pulsos de 20 nanosegundos) y otro láser de Ytterbium (con pulsos de 500 femtosegundos). Debido a la naturaleza térmica del proceso ablativo con el láser de nanosegundos, las microestructuras fabricadas presentan restos de material fundido adherido a la parte superior de las mismas. Por el contrario, el carácter no-térmico del proceso con el láser de femtosegundos evita la existencia de estos residuos de la ablación láser. No obstante,

- la sublimación directa del material, de un marcado carácter explosivo, que tiene lugar en el régimen de los femtosegundos, origina una mayor rugosidad en las microestructuras fabricadas.
- Para obtener microlentes de buena calidad, en el caso de emplear un láser de nanosegundos, es necesario un proceso de limpieza, previo a la aplicación del tratamiento térmico; para la eliminación de los restos de material fundido procedentes de la ablación láser. Este proceso de limpieza se ha realizado por medio de una técnica de grabado químico en mojado, sumergiendo las piezas durante 30 segundos en una disolución acuosa de ácido fluorhídrico al 10%.
- Las microlentes obtenidas tras la aplicación del tratamiento térmico mantienen su diámetro original, mientras que experimentan una reducción de su altura.
- Las microlentes fabricadas con el láser de femtosegundos, de iguales dimensiones que aquellas generadas con el láser de nanosegundos, presentan focos más in-homogéneos, irregulares y alejados del caso ideal limitado por difracción. Esto se debe a la rugosidad intersticial remanente que no se consigue eliminar en el proceso térmico.
- Con el láser de Nd:YVO₄ se han fabricado matrices de microlentes con períodos de $52,92 \pm 0,10 \mu\text{m}$ y $81,00 \pm 0,50 \mu\text{m}$ y una profundidad de $1,01 \pm 0,03 \mu\text{m}$ y $1,50 \pm 0,23 \mu\text{m}$, respectivamente. Las microlentes obtenidas presentan unos focos uniformes y homogéneos, con un perfil de intensidad próximo a la PSF libre de aberraciones.
- Se han fabricado microcanales para su aplicación en microfluídica. En este caso, y tras los resultados observados durante la fabricación de las matrices de microlentes, únicamente se utiliza el láser de Nd:YVO₄ para llevar a cabo la

- etapa de microestructurado del vidrio. Se han generado microcanales con distintas configuraciones.
- Mediante un proceso térmico análogo al utilizado con las matrices de microlentes, se ha reducido la rugosidad superficial generada durante el proceso de ablación láser; lo que resulta crucial para la adecuación de los microcanales a muchas de las aplicaciones de microfluídica.
- Se ha optimizado la región de intersección entre dos canales, donde el haz láser pasa 2 veces sobre un mismo punto del sustrato, de forma que se concentra un exceso de energía, dando lugar a una estructura de mayor profundidad. Esta optimización se ha realizado a través del control de la energía liberada en los primeros pulsos del Q-Switch. De este modo, se han fabricado microcanales con distintas configuraciones e intersecciones bien definidas.
- Se han obtenido microcanales de diferentes dimensiones. La profundidad mínima obtenida es de $1,79 \pm 0,09 \mu\text{m}$ y la máxima de $9,03 \pm 0,35 \mu\text{m}$. En cuanto al diámetro, se ha obtenido un valor mínimo de $22,10 \pm 0,13 \mu\text{m}$ y máximo de $24,03 \pm 0,12 \mu\text{m}$. Los valores de rugosidad media obtenidos fueron de $24,60 \pm 2,20 \text{ nm}$ para aquellos canales de menor dimensión y de $160,0 \pm 9,0 \text{ nm}$ para aquellos de mayor tamaño.
- Para finalizar, se puede afirmar que la combinación de la técnica de escritura directa láser y un tratamiento térmico asistido por un láser de CO_2 , permite la fabricación de matrices de microlentes y microcanales en vidrio de manera rápida, sencilla y eficiente. La reducción en el coste y el tiempo de producción, con respecto a otros métodos de fabricación convencionales, permite la obtención de micro-dispositivos fotónicos más competitivos industrialmente.

Agradecimientos

Cuando empecé la carrera de Física en la Universidad de Santiago de Compostela, en el año 2008, nunca pensé que un día me encontraría en esta tesitura; pero aquí estamos, y no encuentro mejor forma de terminar con esta memoria de trabajo que agradeciendo a toda la gente que, de un modo u otro, ha hecho posible esta tesis.

Creo que es más que justo que comience agradeciendo a mis dos excelentes directores de tesis su tiempo y dedicación a este trabajo, muchísimas gracias por vuestras explicaciones y consejos, gracias por guiarme tan bien durante todo este tiempo y gracias a ambos por ser más que un director y una directora de tesis. Gracias Maite. Gracias Dani.

Continuaré agradeciendo a todos mis compañeros de despacho, Manu, Ferran, Ángel, María...porque todos los días hay algún motivo para echar unas risas en ese despacho de Bolseiros gracias a ellos; y porque siempre están dispuestos a echarme una mano si lo necesitas. Es necesario que tenga un especial agradecimiento para la rubia del grupo jeje, porque siempre has estado muy pendientes de mí, preguntando cada día qué tal iba todo y dándome ánimos una y otra vez, gracias por

estar siempre ahí; ya fuera para echarme una mano en el laboratorio o para decirme que todo iría bien.

Lo cierto es que hay una persona más con la que hasta hace muy poquito también compartí las risas del despacho de Bolseiros. Ana, no me he olvidado de ti, ni mucho menos; cuando llegué al Grupo de Microóptica y Óptica GRIN (que recientemente ha crecido y ha pasado a llamarse Photonics4life), tú fuiste la primera persona que me encontré en ese despacho de Bolseiros y desde el primer día me ofreciste tu ayuda para cualquier cosa que necesitara. Siempre te he tenido ahí, y no sólo para pedirte ayuda con mi trabajo de investigación, sino para cualquier tema en general. Muchísimas gracias por ser tan buena conmigo y cuidarme tanto.

Continuaré agradeciendo al resto de la “familia” que forma parte de la Facultad de Óptica y Optometría. A Ana Alonso, la mejor técnico de laboratorio que podríamos tener; muchísimas gracias por toda la ayuda que me has prestado todo este tiempo en mi trabajo y gracias por ser así. Gracias a los profesores que forman parte de esta facultad y que siempre están dispuestos a ayudarte si se lo necesitas, Carmen Bao, Justo Arines, Vicente Moreno, Suso Liñares, Carlos Montero... Gracias por estar siempre dispuestos a echar una mano.

I would like to continue thanking to Professor Gerard O'Connor and the research group of the National Centre for Laser Applications (NCLA) of NUI Galway, for giving me the opportunity to be part of the group for some days and achieve some remarkable results for this thesis. Tanks for being so welcoming people!

No me puedo olvidar de la gente del servicio de microscopía de la USC y de la Universidad de La Coruña, muchísimas gracias por ayudarme a obtener unas imágenes tan buenas para ilustrar esta tesis. Y de la gente del CiQUS, que tanto me ayudó con las pruebas con el ácido fluorhídrico. En definitiva, muchísimas gracias a todos aquellos que de alguna manera han puesto su granito de arena en este trabajo.

Quiero agradecer también el apoyo de mi familia y amigos. A mis padres, porque siempre están ahí para mí, y durante este tiempo los he necesitado en repetidas ocasiones. A mis abuelos, a los que les dedico

esta tesis, a los que ya no están, porque espero que desde donde estén se puedan sentir orgullosos; y a los que todavía tengo la suerte de tener conmigo, gracias por su cariño e infinitos cuidados.

Debo de tener también un especial agradecimiento para mi amiga Mónica Rey Carrasco. Gracias por tu apoyo, tus consejos, por estar siempre que lo he necesitado; sé que tengo un tesoro contigo y nunca podré agradecerte tanto. Gracias por ser mi amiga, Moni.

Y para terminar, un millón de gracias a la persona con la que comparto mi vida y que me hace reír cada día. A ti te ha tocado sufrir la peor parte, esta última etapa de nervios y estrés, en la que incluso me he vuelto algo “loca”. Gracias por hacer que, a pesar de mis agobios, me riera con tus pequeñas tonterías; por hacer que me distrajera, aunque fuera unos minutos, para reír contigo y gracias por cada abrazo, que era como un pequeño empuje para seguir. Gracias por quererme y cuidarme tanto, cariño. Gracias Jorge.

