

POLITECNICO DI MILANO

Facoltà di Ingegneria dell'Informazione

Corso di Laurea in Ingegneria Elettronica



STUDIO E SVILUPPO DI TECNOLOGIA
ELECTROWETTING
PER APPLICAZIONI MICROFLUIDICHE

Relatore: Prof. Alessandro SPINELLI

Correlatore: Ing. Marco DE FAZIO

Tesi di Laurea Specialistica di:

Lillo RAIA

Matr. 746002

Anno Accademico 2011-2012

SOMMARIO

INTRODUZIONE	1
CAPITOLO 1 APLICAZIONI ATTUALI DELL'ELECTROWETTING	5
1.1 APPLICAZIONI BIOTECNOLOGICHE	6
1.1.1 LAB-ON-CHIP E MICROFLUIDICA DIGITALE.....	6
1.1.2 CONTROLLO DEL VOLUME DISPENSATO	7
1.2 APPLICAZIONI OTTICHE	8
1.2.1 MICROLENTI CONTROLLATE IN TENSIONE	8
1.2.2 DISPLAYS	9
CAPITOLO 2 FISICA DELL'ELECTROWETTING	12
2.1 TENSIONE SUPERFICIALE	13
2.2 ANGOLO DI CONTATTO	16
2.3 ELECTROWETTING	18
2.3.1 PRINCIPI DI FUNZIONAMENTO.....	18
2.3.2 ELECTROWETTING ON DIELECTRIC.....	20
2.4 DIPENDENZA DEL FENOMENO DA FREQUENZA E NATURA DELLA SOLUZIONE	22
2.5 ELECTROWETTING PER ATTUAZIONE MICROFLUIDICA	24
CAPITOLO 3 ELECTROWETTING: UN MODELLO BASATO SULL'ENERGIA	25
3.1 UN MODELLO PER ATTUAZIONE MICROFLUIDICA	26
3.2 VALUTAZIONI ANALITICHE DEL MODELLO	30
3.2.1 SIMULAZIONE DELLA MATRICE DI ELETTRODI QUADRATI	30
3.2.2 SIMULAZIONE DELLA MATRICE DI ELETTRODI INTERDIGITATI.....	32
3.2.3 SIMULAZIONE DELLA VARIAZIONE DELLO SPESSORE DEI DIELETTRICI.....	33
3.2.4 SIMULAZIONE MATRICE DI ELETTRODI A SPIRALE	36
3.2.5 CONCLUSIONI SULLA TRATTAZIONE ANALITICA.....	38
CAPITOLO 4 REALIZZAZIONE DEI DISPOSITIVI	40
4.1 INTRODUZIONE	41
4.2 ELEMENTI COSTITUTIVI DEI DISPOSITIVI.....	41
4.3 ANALISI E PROPRIETÀ DEI MATERIALI USATI.....	42
4.3.1 OSSIDO DI SILICIO DA SPUTTERING.....	44
4.3.2 POLYIMIDE HD8820.....	45
4.3.3 TEFLON AF1600.....	46
4.3.4 SiNR 3570.....	47
4.4 FLUSSI DI PROCESSO	49

INDICI

4.4.1	MASCHERE	49
4.4.2	WAFER INFERIORE.....	50
4.4.3	WAFER SUPERIORE.....	58
4.5	STRUMENTAZIONE UTILIZZATA.....	66
CAPITOLO 5	PROGETTAZIONE DEI DISPOSITIVI.....	72
5.1	INTRODUZIONE	73
5.2	FUNZIONAMENTO DELLA POMPA	73
5.2.1	FASE DI POMPAGGIO	74
5.2.2	FORMAZIONE DELLA GOCCIA.....	74
5.2.3	FASE DI TRASPORTO.....	75
5.3	VALUTAZIONE DELLE PRESTAZIONI OTTENIBILI.....	75
5.3.1	TENSIONE DI ALIMENTAZIONE.....	75
5.3.2	FORZA TRAENTE	76
5.3.3	PRESSIONE E PORTATA.....	77
5.4	LAYOUT.....	78
CAPITOLO 6	ELETTRONICA DI CONTROLLO	81
6.1	INTRODUZIONE	82
6.2	MICROCONTROLLORE: STM32F103	83
6.2.1	CARATTERISTICHE DEL MICROCONTROLLORE	83
6.2.2	FIRMWARE	84
6.3	GENERATORE DI TENSIONE	88
6.3.1	REGOLATORI SWITCHING.....	88
6.3.2	FUNZIONAMENTO DI UN REGOLATORE BOOST.....	89
6.3.3	PROGETTAZIONE E DIMENSIONAMENTO DEL GENERATORE	92
6.4	SWITCHING.....	95
6.5	INDIRIZZAMENTO	97
6.6	CONTATTIERA.....	101
6.7	SOFTWARE DI CONTROLLO.....	102
6.7.1	CARATTERISTICHE DELL'APPLICAZIONE	102
6.7.2	L'interfaccia grafica.....	103
6.7.3	Struttura dell'applicazione.....	104
CAPITOLO 7	MISURE E TESTING.....	105
7.1	INTRODUZIONE	106
7.2	POLYIMIDE SU ORO	107
7.3	OSSIDO DI SILICIO E TEFLON SU ALLUMINIO.....	109
7.4	TEFLON SU ALLUMINIO	111

INDICI

7.5	SINR SU ALLUMINIO	112
7.6	TESTING DEI DISPOSITIVI	114
7.6.1	<i>DISPOSITIVO 1</i>	114
7.6.2	<i>DISPOSITIVO 2</i>	115
7.6.3	<i>DISPOSITIVO 3</i>	116
7.6.4	<i>DISPOSITIVO 4</i>	117
7.6.5	<i>DISPOSITIVO 5</i>	117
	CONCLUSIONI E SVILUPPI FUTURI	119
	BIBLIOGRAFIA	122

INDICE DELLE FIGURE

FIGURA 1.1 MICROFLUIDICA DIGITALE SU LAB ON CHIP. OGNI GOCCIA PUÒ TRASPORTARE REAGENTI, MISCHIARSI AD ALTRE GOCCE, DIVIDERSI O ESSERE AGITATA, PERMETTENDO LO SVOLGIMENTO DI PIÙ REAZIONI CHIMICHE IN PARALLELO, IN MODO AUTOMATIZZATO E SENZA INTERCONTAMINAZIONI.	6
FIGURA 1.2 NANOLITOGRAFIA DIP-PEN: LE GOCCE DEL LIQUIDO DA DISPENSARE VENGONO DEPOSTE SULLA SUPERFICIE MEDIANTE CONTATTO DIRETTO CON LA SONDA (A). SONO INOLTRE MOSTRATI VARI DETTAGLI DEL SISTEMA COMPLESSIVO (B) DELLA PUNTA DELLA SONDA (C) E DEL CANTILEVER DA CUI ESSA È SOSTENUTA (D).	7
FIGURA 1.3 RAPPRESENTAZIONE SCHEMATICA DI UNALENTE A LUNGHEZZA FOCALE VARIABILE VARIOPTIC®. LA VARIAZIONE DI CURVATURA DELLALENTE È OTTENUTA TRAMITE ELECTROWETTING.	8
FIGURA 1.4LENTE VARIOPTIC® OIS: UN DESIGN ELECTROWETTING MULTIELETTRODO PERMETTE LA TRASLAZIONE LATERALE DELLALENTE AI FINI DELLA STABILIZZAZIONE OTTICA DELL'IMMAGINE.	9
FIGURA 1.5 RAPPRESENTAZIONE SCHEMATICA DI UN PIXEL DI UN DISPLAY AD ELECTROWETTING.	10
FIGURA 2.1 UN FILM VIENE STIRATO TRAMITE UN TELAIO CON UN LATO MOBILE. PER AUMENTARE LA SUPERFICIE È NECESSARIO ESERCITARE UNA FORZA TRAEUTE F PROPORZIONALE ALLA LUNGHEZZA DEL LATO L.	13
FIGURA 2.2 RAPPRESENTAZIONE GRAFICA DELL'ORIGINE DELLA TENSIONE SUPERFICIALE. LE MOLECOLE DI UN LIQUIDO CHE SI TROVANO SULLA SUPERFICIE FORMANO MENO LEGAMI RISPETTO A QUELLE INTERNE, E SI TROVANO PERTANTO IN UNA SITUAZIONE ENERGETICAMENTE SVANTAGGIOSA.	14
FIGURA 2.3 IL VALORE DELL'ANGOLO DI CONTATTO ASSUNTO DA UNA GOCCIA DI LIQUIDO SU UNA SUPERFICIE SOLIDA È IL RISULTATO DELL'EQUILIBRIO TRA LE TENSIONI SUPERFICIALI IN GIOCO.	16
FIGURA 2.4 L'ANGOLO DI CONTATTO È INDICE DI BAGNABILITÀ DI UNA SUPERFICIE. SE LA SOSTANZA È ACQUA, LA SUPERFICIE È DETTA IDROFOBICA QUANDO DA ORIGINE AD ANGOLO DI CONTATTO MAGGIORE DI 90°; IN CASO CONTRARIO È DETTA IDROFILICA.	17
FIGURA 2.5 FENOMENO DI ELECTROWETTING. ANCHE IN ASSENZA DI TENSIONE APPLICATA (A) CI SONO CARICHE DISTRIBUITE ALL'INTERFACCIA ELETTRODO-ELETTROLITA, FORMANTI UN DOPPIO STRATO DI CARICA (EDL). APPLICANDO UNA TENSIONE (B) VARIA LA DENSITÀ DI CARICA E DI CONSEGUENZA ANCHE L'ENERGIA SUPERFICIALE E L'ANGOLO DI CONTATTO.	18
FIGURA 2.6 FENOMENO DI ELECTROWETTING SU DIELETTRICO. IN ASSENZA DI TENSIONE (A) LA CARICA ALLE INTERFACCIE VIENE SUPPOSTA TRASCURABILE. APPLICANDO TENSIONE (B) SI ACCUMULA CARICA E L'ANGOLO DI CONTATTO DIMINUISCE.	20
FIGURA 2.7 IL GRAFICO MOSTRA L'ANGOLO DI CONTATTO IN FUNZIONE DELLA TENSIONE APPLICATA A UNA SOLUZIONE ACQUOSA DI NaCl. IL DIELETTRICO UTILIZZATO È TEFLON AF 1601 CON SPESSORE D=5MM. I PUNTI PIENI (VUOTI)	

SI RIFERISCONO A MISURE EFFETTUATE AUMENTANDO (DIMINUENDO) GRADUALMENTE LA TENSIONE. LA LINEA CONTINUA RAPPRESENTA L'ANDAMENTO TEORICO. DATI RIPORTATI DA [2].	21
FIGURA 2.8 DIPENDENZA DEL FENOMENO DI ELECTROWETTING DALLA FREQUENZA. LO STRATO ISOLANTE È COSTITUITO DA 1MM DI SiO ₂ CON FUNZIONALIZZAZIONE IDROFOBICA SUPERFICIALE. IL LIQUIDO È UNA SOLUZIONE DI NaCl, IL POTENZIALE APPLICATO È 50 V. NEL FOTOGRAMMA (A) LA FREQUENZA AC È DI 1KHZ, NEL FOTOGRAMMA (B) È DI 20KHZ.	23
FIGURA 2.9 TIPICA CONFIGURAZIONE BASATA SU ELECTROWETTING PER ATTUAZIONE MICROFLUIDICA. APPLICANDO TENSIONE AL SECONDO ELETTRODO, L'ANGOLO DI CONTATTO IN BASSO A DESTRA DELLA GOCCIA SI RIDUCE, IL VOLUME DI LIQUIDO SI DEFORMA ED INIZIA A SPOSTARSI SOPRA L'ELETTRODO ATTUATO.	24
FIGURA 3.1 RAPPRESENTAZIONE SCHEMATICA DI UNA CONFIGURAZIONE DI ELECTROWETTING A DUE ELETTRODI PER ATTUAZIONE MICROFLUIDICA.	26
FIGURA 3.2 RAPPRESENTAZIONE CIRCUITALE DELLA RETE CAPACITIVA ASSOCIATA ALLE SUPERFICI DIELETTICHE IN GIOCO. IL LIQUIDO È CONSIDERATO UN CONDUTTORE PERFETTO.	27
FIGURA 3.3 ELETTRODI DI LATO 1,5MM, IL VERDE È UN ELETTRODO ACCESO E IL ROSSO È SPENTO(A), E LA RAPPRESENTAZIONE DELLA GOCCIA (B) USATA NEL MODELLO.	30
FIGURA 3.4 IL GRAFICO MOSTRA IL VALORE DELLE TRE COMPONENTI DELLA FORZA (F ₁ , F ₂ ED F ₃) AL VARIARE DELLA POSIZIONE. LA LINEA MAGENTA RAPPRESENTA IL VALORE DELLA FORZA COMPLESSIVA. I PARAMETRI CONSIDERATI NEL MODELLO SONO: DIELETTICI IN SiNR (ε _R = 2.6) SIA SUPERIORE CHE INFERIORE ENTRAMBI DI SPESSORE D=3MM; DENSITÀ DEL LIQUIDO, ACQUA, 1000KG/M ³ ; ALTEZZA DEL CANALE 50MM; TENSIONE APPLICATA DI 100V.	31
FIGURA 3.5 CONFIGURAZIONE AD ELETTRODI INTERDIGITATI; SI CONSIDERINO I MEDESIMI VALORI DEL PRECEDENTE PARAGRAFO PER TUTTI GLI ALTRI PARAMETRI.	32
FIGURA 3.6 IL GRAFICO MOSTRA IL VALORE DELLE TRE COMPONENTI DELLA FORZA (F ₁ , F ₂ ED F ₃) AL VARIARE DELLA POSIZIONE. LA LINEA MAGENTA RAPPRESENTA IL VALORE DELLA FORZA COMPLESSIVA.	32
FIGURA 3.7 IL GRAFICO MOSTRA I VALORI DELLA FORZA TRAENTE COMPLESSIVA AL VARIARE DELLA POSIZIONE; OGNI CURVA È STATA COSTRUITA PER SPESSORI D _C CHE SONO INDICATI A FIANCO DI OGNUNA.	33
FIGURA 3.8 IL MODELLO CIRCUITALE NEL CASO GENERALE (A) SI RIDUCE A QUELLO DEL CASO (B) SE LO SPESSORE DEL DIELETTICO INFERIORE È PICCOLO RISPETTO A QUELLO DEL DIELETTICO SUPERIORE. NELLA CONDIZIONE OPPOSTA SI HA LA SITUAZIONE RAFFIGURATA NEL CASO (C).	34
FIGURA 3.9 ANDAMENTO DELLO SPOSTAMENTO DELLA GOCCIA AL VARIARE DEL TEMPO; IL GRAFICO (A) SI RIFERISCE AL CASO IN CUI D _C =D _B =3MM; MENTRE NEL CASO (B) SI HA D _C <<D _B .	35

FIGURA 3.10 CONFIGURAZIONE CON ELETTRODO A SPIRALE. IN ROSSO È MOSTRATO IL CONTROELETTRODO COMUNE A TUTTI I CONTATTI; IN VERDE IL CONTATTO ATTUATO E IN BLU I DUE CONTATTI ADIACENTI SPENTI. LE DIMENSIONI DELLE PISTE SONO DI 72MM, CON UN ISOLAMENTO DI 3MM, PER UNA TOTALE DI 1,5 MM DI LATO PER OGNI CONTATTO.	36
FIGURA 3.11 IL GRAFICO MOSTRA IL VALORE DELLE TRE COMPONENTI DELLA FORZA (F_1 , F_2 ED F_3) AL VARIARE DELLA POSIZIONE SUGLI ELETTRODI A SPIRALE. LA LINEA ROSSA RAPPRESENTA IL VALORE DELLA FORZA COMPLESSIVA. I PARAMETRI CONSIDERATI NEL MODELLO SONO: DIELETTRICO IN SiNR ($\epsilon_R=2,6$) SPESSORE $D=3\text{MM}$; DENSITÀ DEL LIQUIDO, ACQUA, $1000\text{KG}/\text{M}^3$; ALTEZZA DEL CANALE 50MM.....	37
FIGURA 3.12 CONFRONTO TRA LE FORZE TRAENTI NEL CASO DI ELETTRODI A SPIRALE E QUADRATI.	38
FIGURA 4.1 NEL GRAFICO SONO STATI RAPPRESENTATI SIA LA TENSIONE DI BREAKDOWN (LINEA TRATTEGGIATA) CHE LA TENSIONE NECESSARIA AD AVERE 40° DI VARIAZIONE DI ANGOLO DI CONTATTO (LINEA CONTINUA) AL VARIARE DELLO SPESSORE DI UN POSSIBILE STRATO DI ISOLAMENTO CON SiO_2 . I VALORI UTILIZZATI PER I CALCOLI SONO $\epsilon_r = 3,9$, $E_{bd} = 500\text{V} / \mu\text{m}$, $\sigma_{iv} = 0.072\text{J} / \text{m}^2$ E $\theta_0 = 40^\circ$	45
FIGURA 4.2 NEL GRAFICO SONO STATI RAPPRESENTATI SIA LA TENSIONE DI BREAKDOWN (LINEA TRATTEGGIATA) CHE LA TENSIONE NECESSARIA AD AVERE 40° DI VARIAZIONE DI ANGOLO DI CONTATTO (LINEA CONTINUA) AL VARIARE DELLO SPESSORE DI UN POSSIBILE STRATO DI ISOLAMENTO CON POLYIMIDE HD8820. I DATI USATI PER I CALCOLI SONO $\epsilon_r = 2,94$, $E_{bd} = 470\text{V} / \mu\text{m}$, $\sigma_{iv} = 0.072\text{J} / \text{m}^2$ E $\theta_0 = 80^\circ$	46
FIGURA 4.3 NEL GRAFICO SONO STATI RAPPRESENTATI SIA LA TENSIONE DI BREAKDOWN (LINEA TRATTEGGIATA) CHE LA TENSIONE NECESSARIA AD AVERE 40° DI VARIAZIONE DI ANGOLO DI CONTATTO (LINEA CONTINUA) AL VARIARE DELLO SPESSORE DI TEFLON. I VALORI UTILIZZATI PER I CALCOLI SONO $\epsilon_r = 2$, $E_{bd} = 200\text{V} / \mu\text{m}$, $\sigma_{iv} = 0.072\text{J} / \text{m}^2$ E $\theta_0 = 120^\circ$	47
FIGURA 4.4 SCHEMATIZZAZIONE DELLA STRUTTURA CHIMICA DEL CUORE DELLA MOLECOLA DI SiNR IN FIGURA (A) MENTRE IN FIGURA (B) VIENE EVIDENZIATA LA CODA AROMATICA AD ESSA AGGIUNTA.	47
FIGURA 4.5 DESCRIZIONE DEL PROCESSO DI CROSSLINKING; VIENE MOSTRATO COME IL CROSSLINKER FORMA DEI LEGAMI STABILI SOLO NELLE ZONE ESPOSTE ALLA RADIAZIONE ULTRAVIOLETTA.....	48
FIGURA 4.6 NEL GRAFICO SONO STATI RAPPRESENTATI SIA LA TENSIONE DI BREAKDOWN (LINEA TRATTEGGIATA) CHE LA TENSIONE NECESSARIA AD AVERE 40° DI VARIAZIONE DI ANGOLO DI CONTATTO (LINEA CONTINUA) AL VARIARE DELLO SPESSORE DI SiNR. I VALORI UTILIZZATI PER I CALCOLI SONO $\epsilon_r = 2.6$, $E_{bd} = 280\text{V} / \mu\text{m}$, $\sigma_{iv} = 0.072\text{J} / \text{m}^2$ E $\theta_0 = 100^\circ$	48

FIGURA 4.7 CAMERA DI BONDING (B1) E IL MODULO DI COMANDO (B2) DELLA BONDER COSTRUITA PER L'INCOLLAGGIO DEI SINGOLI DISPOSITIVI. LE DIMENSIONI DELLA CAMERA SONO STATE PROGETTATE PER L'INCOLLAGGIO DI WAFER 4".....	58
FIGURA 4.8 SCHEMATIZZAZIONE DEL FUNZIONAMENTO DELLA BONDER PROGETTATA AD HOC PER L'INCOLLAGGIO DEI DISPOSITIVI. DALL'ALTO POSSIAMO OSSERVARE: GLI ELEMENTI DELLO STRUMENTO (A), LA BONDER IN FUNZIONE DURANTE LA PRIMA (B) E LA SECONDA (C) FASE DI BONDING.....	59
FIGURA 4.9 CHIP IN ORO INCOLLATO CON SiNR DI DIMENSIONI 20MM X 20MM. LA STRUTTURA DEI CONTATTI È QUELLA A SPIRALE.....	64
FIGURA 4.10 DETTAGLI VISTI AL MICROSCOPIO OTTICO (INGRANDIMENTO 5X) DEL CHIP INCOLLATO MOSTRATO IN FIGURA 4.9.....	64
FIGURA 4.11 IL BAS450 È LA MACCHINA DI SPUTTERING USATA PER LA DEPOSIZIONE DI TITANIO, ORO, ALLUMINIO E OSSIDO DI SILICIO.....	67
FIGURA 4.12 SPIN COATER AUTOMATICO IN GRADO DI CARICARE 25 WAFER DA 4" ALLA VOLTA. ESSO HA DUE LINEE DI LAVORO E OGNUNA HA SIA LA LINEA DI COATING SIA DI DEVELOPING UTILIZZABILI SEPARATAMENTE.	68
FIGURA 4.13 MASK ALIGNER SUSS MICROTEC MJB4, IN GRADO DI FARE UN ALLINEAMENTO MOLTO PRECISO DELLA MASCHERA SU WAFER PER POI ESPORRE TRAMITE LUCE ULTRAVIOLETTA.....	68
FIGURA 4.14 MASKLESS DWL 2000 DELLA HEIDELBER, USATA PER LA PRODUZIONE DELLE MASCHERE.	69
FIGURA 4.15 SETUP USATO PER IL WET ETCHING DELL'ORO. SONO VISIBILI: UN HOTPLATE FORNITO DI CONTROLLO DI TEMPERATURA E ALCUNI RECIPIENTI TRA CUI QUELLO CONTENENTE LA MISCELA DI ACIDI.....	70
FIGURA 4.16 CAPPА CHIMICA PREDISPOSTA AL WET ETCHING. TRA GLI ACIDI DISPONIBILI SONO PRESENTI: IL BHF 7:1, PER L'ATTACCO DELL'OSSIDO DI SILICIO, E L'ANP PER L'ATTACCO DELL'ALLUMINIO.....	70
FIGURA 4.17 SCHEMATIZZAZIONE DELLE DUE FASI DELL'ATTACCO BOSCH DEL SILICIO.....	71
FIGURA 4.18 STS MULTIPLEX ICP, IN GRADO DI ESEGUIRE L'ATTACCO BOSCH DE SILICIO.	71
FIGURA 5.1 RAPPRESENTAZIONE SCHEMATICA DELLA MICRO-POMPA ALL'INIZIO DELLA FASE DI POMPAGGIO.....	73
FIGURA 5.2 FASE DI POMPAGGIO: GLI ELETTRODI 3, 4 E 5 VENGONO ATTUATI E LA COLONNA DI LIQUIDO AVANZA VERSO DESTRA.....	74
FIGURA 5.3 FORMAZIONE DELLA GOCCIA: PONENDO A MASSA GLI ELETTRODI 3 E 4 IL VOLUME DI LIQUIDO SUL QUINTO ELETTRODO VIENE SEPARATO DAL RESTO.....	74
FIGURA 5.4 TRASPORTO DELLA GOCCIA: IL VOLUME DI LIQUIDO SEPARATO DALLA COLONNA DI SINISTRA VIENE TRASLATO FINO A FARLO UNIRE ALLA COLONNA DI DESTRA.....	75
FIGURA 5.5 SCHEMATIZZAZIONE DELLA CAMERA DI POMPAGGIO DURANTE L'AVANZAMENTO DELLA SOLUZIONE ACQUOSA.....	76

FIGURA 5.6 LAYOUT DELLA POMPETTA MICROFLUIDICA LINEARE CON ELETTRODI QUADRATI DI LATO 1,5 MM A DESTRA E STRUTTURA MICROFLUIDICA A SINISTRA.....	78
FIGURA 5.7 LAYOUT DELLA POMPETTA MICROFLUIDICA LINEARE CON ELETTRODI A SPIRALE DI LATO 1,5 MM A DESTRA E STRUTTURA MICROFLUIDICA A SINISTRA.....	79
FIGURA 5.8 LAYOUT DI UN DISPOSITIVO AD ELECTROWETTING CIRCOLARE A DESTRA E STRUTTURA MICROFLUIDICA A SINISTRA.	79
FIGURA 5.9 LAYOUT DI UNA POMPETTA AD ELECTROWETTING CON FUNZIONALITÀ AGGIUNTIVE TIPICHE DELLA MICROFLUIDICA DIGITALE. ESSO PREVEDE 4 INLET E UNA ZONA CENTRALE PER MISCELARE I LIQUIDI ED EVENTUALMENTE AGITARLI.	80
FIGURA 5.10 LAYOUT COMPLETO DEL WAFER A 4'' CHE CONTIENE TUTTI I DISPOSITIVI PRIMA DESCRITTI INSIEME AI SEGNI DI ALLINEAMENTO E AI PAD ANGOLARI CHE SERVIRANNO A FARE I TEST PRELIMINARI PER LE MISURE DI ANGOLO DI CONTATTO. SOVRAPPOSTA A TALE STRUTTURA VI È LA FLUIDICA CHE SARÀ LITOGRAFATA SUL WAFER TOP.	80
FIGURA 6.1 RAPPRESENTAZIONE SCHEMATICA DEL SETUP SPERIMENTALE REALIZZATO DURANTE L'ATTIVITÀ DI TESI.	83
FIGURA 6.2 BOARD CHE MONTA IL MICROCONTROLLORE STM32F103 E FA TRAMITE FRA IL PC E LA SUCCESSIVA DELLA BOARD DI COMANDO DEL DISPOSITIVO.	84
FIGURA 6.3 SCHEMA CIRCUITALE DI UN GENERATORE BOOST (STEP-UP).	89
FIGURA 6.4 REGOLATORE BOOST IN FASE DI CARICA: L'INTERRUTTORE S VIENE CHIUSO, LA CORRENTE NELL'INDUTTORE AUMENTA LINEARMENTE COL TEMPO E IL DIODO È NELLO STATO DO OFF.....	90
FIGURA 6.5 REGOLATORE BOOST IN FASE DI SCARICA: L'INTERRUTTORE S È APERTO E LA CORRENTE NELL'INDUTTORE DIMINUISCE LINEARMENTE COL TEMPO. IL DIODO RIMANE IN STATO DI ON FINO A QUANDO L'INDUTTORE NON È COMPLETAMENTE SCARICO, DOPODICHE' R_L È ALIMENTATO SOLO DALLA CAPACITÀ C.	91
FIGURA 6.6 SCHEMATICO DELLA BOARD CHE IMPLEMENTA IL GENERATORE BOOST. LA PRIMA RESISTENZA DI PARTIZIONE È RAPPRESENTATA DAL PARALLELO $R_{15} - R_{19}$ PER SUDDIVIDERE LA SUA POTENZA DISSIPATA SU 5 RESISTENZE INVECE CHE SU UNA SOLA.	93
FIGURA 6.7 RAPPRESENTAZIONE SCHEMATICA DI UNA CONFIGURAZIONE FULL BRIDGE.	95
FIGURA 6.8 SOLUZIONE CIRCUITALE CHE REALIZZA IL FULL BRIDGE COMPOSTA DA DUE HALF BRIDGE COMANDATI DA UN TIMER E DAL SUO NEGATO (TIMERN).	96
FIGURA 6.9 FORME D'ONDA D'USCITA DEL CIRCUITO SWITCHING. SI OSSERVANO (A) LA TENSIONE ALL'USCITA "OUT" (PRIMO HALF BRIDGE), (B) LA TENSIONE DEL CONTATTO DI "TOP" E (C) LA TENSIONE CHE SI OTTIENE IN MODO DIFFERENZIALE.	96
FIGURA 6.10 PRINCIPIO DI FUNZIONAMENTO (A) E SCHEMA CIRCUITALE (B) DEL SOLID STATE RELAIS ASSR4118.	97

FIGURA 6.11 SCHEMATICO DEL CIRCUITO DI INDIRIZZAMENTO. PER IL CIRCUITO DI ACCENSIONE VIENE USATO UN TRANSISTOR MOS PER NON SOVRACCARICARE IL MICROCONTROLLORE, INFATTI OGNI CANALE ACCESO NECESSITA DI UNA CORRENTE DI ALMENO 15MA.	97
FIGURA 6.12 DIMENSIONI DEL DISPOSITIVO ASSR4118. LA FIGURA MOSTRA LE DIMENSIONI RIPORTATE NEL DATASHEET (A) E UNA FOTO DEL DISPOSITIVO (B).	98
FIGURA 6.13 SCHEMATICO COMPLETO DELLA SCHEDA DI COMANDO. SI POSSONO OSSERVARE I TRE CIRCUITI DESCRITTI IN PRECEDENZA, DALL'ALTO: IL GENERATORE BOOST, IL CIRCUITO DI SWITCHING (FULL BRIDGE) E IL CIRCUITO DI INDIRIZZAMENTO CON I SOLID STATE RELAIS; L'ULTIMA SEZIONE IN BASSO FA RIFERIMENTO AI CONNETTORI (J1-J7) CHE SONO STATI USATI PER I SEGNALI PROVENIENTI DALLA SCHEDA DEL MICRO CONTROLLORE E PER PRELEVARE I SEGNALI D'USCITA.	99
FIGURA 6.14 LAYOUT LATO SUPERIORE (A) E LATO INFERIORE (9)	100
FIGURA 6.15 FOTO DELLA SCHEDA PROGETTATA (A) E DALLA SCATOLA (B) CONTENENTE ENTRAMBI LE SCHEDE USATE: QUELLA DEL MICROCONTROLLORE E QUELLA DI COMANDO.	100
FIGURA 6.16 LA CONTATTIERA DURANTE LA LAVORAZIONE CON MICROFRESA.	101
FIGURA 6.17 LE TRE COMPONENTI DELLA CONTATTIERA, DA DESTRA: IN BLU LA BASE, IN NERO IL SUPPORTO PER I POGO PIN E IN FINE LA BOARD.	101
FIGURA 6.18 FINESTRA PRINCIPALE DELL'INTERFACCIA SOFTWARE REALIZZATA PER IL CONTROLLO DEI DISPOSITIVI DA PC. L'APPLICAZIONE È STATA REALIZZATA IN LINGUAGGIO VISUAL C++, LA COMUNICAZIONE CON IL MICROCONTROLLORE AVVIENE TRAMITE USB.	103
FIGURA 7.1 SISTEMA DI MISURA DELL'ANGOLO DI CONTATTO KSV CAM 200	107
FIGURA 7.2 VARIAZIONE DELL'ANGOLO DI CONTATTO AL VARIARE DEL QUADRATO DELLA TENSIONE APPLICATA SU UN CAMPIONE D'ORO PASSIVATO CON POLYIMIDE HD8820.	107
FIGURA 7.3 VARIAZIONE DELL'ANGOLO DI CONTATTO AL VARIARE DEL QUADRATO DELLA TENSIONE APPLICATA SU UN CAMPIONE DI ALLUMINIO PASSIVATO CON OSSIDO DI SILICIO E STRATO IDROFOBICO IN TEFLON.	109
FIGURA 7.4 VARIAZIONE DELL'ANGOLO DI CONTATTO AL VARIARE DEL QUADRATO DELLA TENSIONE APPLICATA SU UN CAMPIONE DI ALLUMINIO CON PASSIVAZIONE E STRATO IDROFOBICO IN TEFLON.	111
FIGURA 7.5 VARIAZIONE DELL'ANGOLO DI CONTATTO AL VARIARE DEL QUADRATO DELLA TENSIONE APPLICATA.	112
FIGURA 7.6 IL PRIMO PROTOTIPO COSTRUITO DI POMPA AD ELECTROWETTING;	114
FIGURA 7.7 PROTOTIPO CON ELETTRODI IN ALLUMINIO E PASSIVAZIONE CON OSSIDO DI SILICIO.	115
FIGURA 7.8 FOTOGRAMMI TRATTI DAL FILMATO GIRATO DURANTE IL TEST DEL DISPOSITIVO CON PASSIVAZIONE IN SiO ₂ E STRATO IDROFOBICO IN TEFLON.	116

INDICI

FIGURA 7.9 ALCUNI FRAME REGISTRATI DURANTE IL TEST DI UNO DEI DISPOSITIVI CON ELETTRODI IN ALLUMINIO E FUNZIONALIZZAZIONE IN TEFLON.....	116
FIGURA 7.10 DISPOSITIVI SU WAFER 4" CON ELETTRODI IN ALLUMINIO E "TOP" IN SILICIO.	117

INDICE DELLE TABELLE

TABELLA 2.1 VALORI DI ENERGIA SUPERFICIALE LIBERA (LIQUIDO/ARIA) DI DIVERSE SPECIE LIQUIDE IN FUNZIONE DELLA TEMPERATURA. VALORI DA [18].	15
TABELLA 4.1 FLUSSO DI PROCESSO PER LA PRODUZIONE DELLE MASCHERE.	50
TABELLA 4.2 FLUSSO DI PROCESSO PER LA LAVORAZIONE DEL WAFER INFERIORE PER OTTENERE ELETTRODI IN ORO CON PASSIVAZIONE IN POLYIMIDE HD8820.	52
TABELLA 4.3 FLUSSO DI PROCESSO PER LA LAVORAZIONE DEL WAFER INFERIORE PER OTTENERE ELETTRODI IN ALLUMINIO, PASSIVAZIONE IN SiO ₂ E STRATO IDROFOBICO IN TEFLON AF1600.	54
TABELLA 4.4 FLUSSO DI PROCESSO PER LA LAVORAZIONE DEL WAFER INFERIORE PER OTTENERE ELETTRODI IN ALLUMINIO CON PASSIVAZIONE E STRATO IDROFOBICO IN TEFLON AF1600.	56
TABELLA 4.5 FLUSSO DI PROCESSO PER LA LAVORAZIONE DEL WAFER INFERIORE PER OTTENERE ELETTRODI IN ALLUMINIO CON PASSIVAZIONE E STRATO IDROFOBICO IN SiNR 3570.	57
TABELLA 4.6 FLUSSO DI PROCESSO PER LA DEFINIZIONE DELLA FLUIDICA SUL WAFER SUPERIORE IN VETRO E DEL SUCCESSIVO BONDING; IL MATERIALE USATO SIA PER LA FLUIDICA SIA PER IL BONDING È IL SiNR 3570 DF-50MM. A TITOLO DI ESEMPIO LO STRATO INFERIORE USATO PER IL BONDING HA ELETTRODI IN ALLUMINIO E PASSIVAZIONE/IDROFOBICIZZAZIONE IN SiNR 3570.	61
TABELLA 4.7 FLUSSO DI PROCESSO PER LA DEFINIZIONE DELLA FLUIDICA SUL WAFER SUPERIORE IN VETRO RICOPERTO DI ITO E DEL SUCCESSIVO BONDING; IL MATERIALE USATO SIA PER LA FLUIDICA SIA PER IL BONDING È IL SiNR 3570 DF-50MM. A TITOLO DI ESEMPIO LO STRATO INFERIORE USATO PER IL BONDING HA ELETTRODI IN ALLUMINIO E PASSIVAZIONE/IDROFOBICIZZAZIONE IN SiNR 3570.	62
TABELLA 4.8 PROCESSO, SVILUPPATO IN STM, PER LA FLUIDICA IN SiNR-DF3570PF-50 E SUCCESSIVO BONDING.	63
TABELLA 4.9 FLUSSO DI PROCESSO PER LA DEFINIZIONE DEL WAFER SUPERIORE IN SILICIO.	66
TABELLA 6.1 RIASSUNTO DEI PRINCIPALI COMANDI UTILIZZATI PER LA GESTIONE DEI CONTROLLI DEL DISPOSITIVO VIA SOFTWARE.	85
TABELLA 6.2 FORMATTAZIONE DEI 'COMMAND PACKET' INVIATI AL MICROCONTROLLORE, CONTENENTI I COMANDI E GLI EVENTUALI PARAMETRI NECESSARI.	88
TABELLA 7.1 SERIE1: MISURE FATTE SU PAD D'ORO PASSIVATI CON POLYIMIDE HD8820; IN ROSSO È INDICATA LA CONDIZIONE DI ROTTURA DELLO STRATO.	109
TABELLA 7.2 SERIE2: VALORI MISURATI DI ANGOLO DI CONTATTO AL VARIARE DELLA TENSIONE APPLICATA. IN ROSSO SONO INDICATE LE CONDIZIONI ALLE QUALI SI È VERIFICATA LA ROTTURA DEGLI STRATI PASSIVANTI.	110
TABELLA 7.3 SERIE3: VALORI MISURATI DI ANGOLO DI CONTATTO AL VARIARE DELLA TENSIONE APPLICATA.	112

TABELLA 7.4 SERIE5: VALORI DI ANGOLO DI CONTATTO MISURATI AL VARIARE DELLA TENSIONE APPLICATA. IN ROSSO
SONO INDICATE LE CONDIZIONI ALLE QUALI SI È VERIFICATA LA ROTTURA DELLO STRATO DI SiNR..... 114

INTRODUZIONE

Negli ultimi anni il continuo e rapido sviluppo delle biotecnologie, in particolare della genomica, ha stimolato enormemente la richiesta di analisi chimiche e genetiche. Le scienze biologiche e biomediche, come l'oncologia, l'epidemiologia e la tassonomia, hanno incorporato con entusiasmo l'analisi del DNA e dell'RNA nei loro ambiti sperimentali. Conseguentemente è cresciuta la necessità di effettuare anche sul campo test biologici come il sequenziamento del DNA, i saggi immunologici, le analisi di espressione genica per studi ambientali, medici, forensi [1] [2] [3]. Le tipiche piattaforme cliniche attualmente utilizzate per realizzare tali test sono ancora ingombranti, ad alto consumo energetico e richiedono una grande quantità di reagenti. Inoltre, la complessità dei sistemi biologici rende i test molto costosi sia in termini di risorse umane che temporali: per ottenere l'affidabilità richiesta è, infatti, spesso necessario che le analisi siano ripetute diverse volte e sempre da personale specializzato. Nasce così il bisogno di strumenti più compatti, affidabili e altamente automatizzati per permettere analisi sul campo e a basso costo. La risposta a queste esigenze è arrivata dall'industria dei semiconduttori, nel momento in cui si è capito che la tecnologia sviluppata e consolidata per la produzione di circuiti integrati poteva essere utilizzata in ambiti diversi e spesso complementari all'elettronica. La nuova tendenza sviluppata nel settore venne così definita "More than Moore", per sottolineare un obiettivo diverso da quello dettato dalla Legge di Moore per i circuiti integrati. Con l'avvento e la rapida diffusione dei dispositivi MEMS (Micro Electro-Mechanical System), la capacità di ottenere strutture meccaniche su silicio con risoluzione micrometrica si è sempre più consolidata. Uno dei primi esempi di successo è rappresentato dalle testine delle stampanti ink-jet.

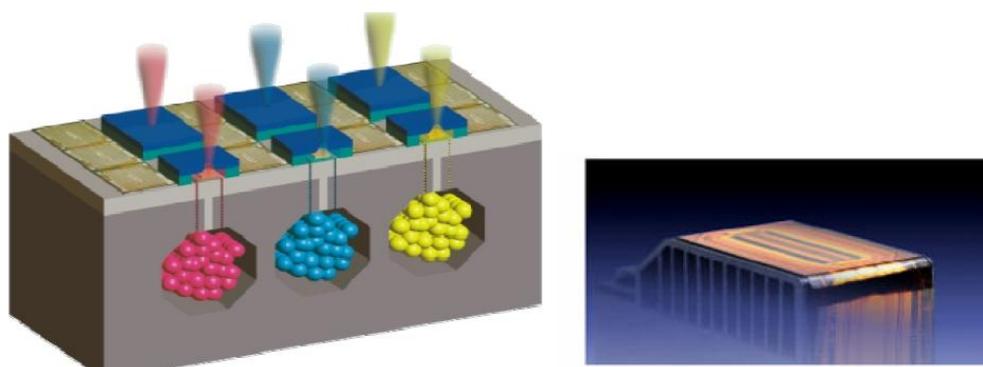


Figure 1: Le testine delle stampanti ink-jet rappresentano la prima applicazione commerciale della microfluidica su silicio.

Come mostrato in Figure I, l'inchiostro scorre all'interno di microcanali ricavati nel silicio fino a piccole camere comunicanti con l'esterno. Vicino ad ogni camera è realizzato un microriscaldatore: quando è fornito un impulso di corrente, parte dell'inchiostro nella camera viene vaporizzato e una piccola goccia viene spinta verso l'esterno dall'aumento di pressione.

Come risposta alle nuove esigenze nel campo delle biotecnologie, è nato il concetto di lab-on-chip: in questi dispositivi su silicio la preparazione del campione, i processi chimici e le successive analisi sono integrati e automatizzati [4] [5] [6] [7]. Come conseguenza, in aggiunta alla riduzione delle dimensioni, dei costi e dei consumi di energia, i lab-on-chip possono incrementare notevolmente l'efficienza del sistema, contraendo i tempi di analisi e di lavoro; inoltre l'automazione dei processi ci permette di potenziare l'utilizzo di questi dispositivi anche da parte di personale non specializzato. Tra le grandi aziende leader nel campo della miniaturizzazione, STMicroelectronics (ST) ha recentemente lanciato sul mercato un lab-on-chip per la moltiplicazione in vitro delle catene nucleotidiche (DNA/RNA) mediante Polymerase Chain Reaction (PCR) [8]. Sulla base dell'esperienza accumulata per la realizzazione di tale strumento clinico, ST sta lavorando ad una nuova piattaforma dedicata all'analisi genica tramite PCR real-time.

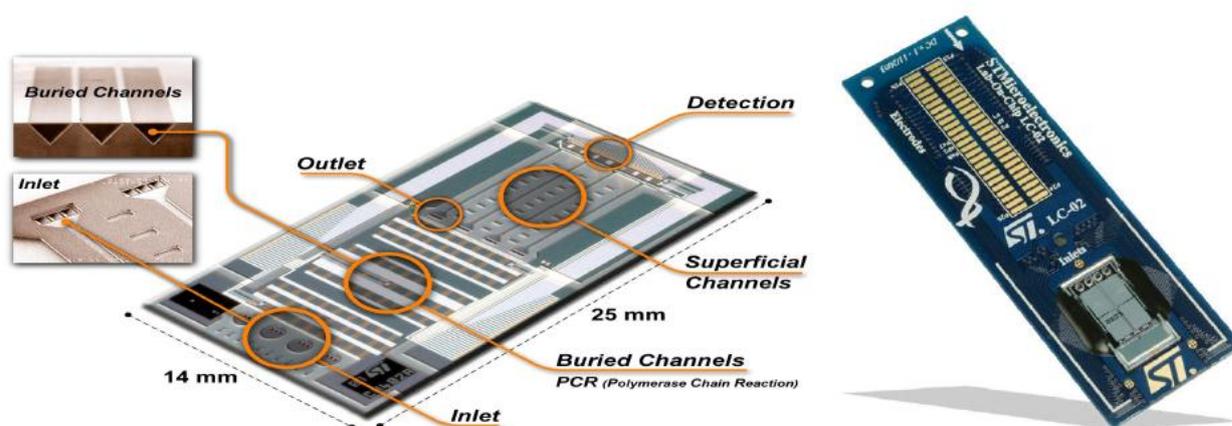


Figure II: Lab on Chip per Analisi PCR sviluppata da STMicroelectronics.

Questo progetto viene attualmente sviluppato nel laboratorio "More than Moore" di Advanced System Technology (AST), sezione di ricerca e sviluppo di STMicroelectronics ad Agrate Brianza, presso cui è stato svolto il lavoro di tesi. Con il lab-on-chip, su cui si basa il nuovo sistema di real-time PCR, è possibile sottoporre il campione da analizzare ai cicli termici necessari all'amplificazione del DNA presente; lo strumento che utilizza il chip è in grado di quantificare in tempo reale la presenza di sequenze di DNA specifiche mediante analisi di fluorescenza.

Attualmente tutte le operazioni di preparazione del campione antecedente alla ciclatura termica, come la lisi delle cellule, l'estrazione del DNA e la preparazione della mix di reazione (primer e fluorofori specifici) vengono svolte in laboratorio da personale specializzato: questo è un fattore limitante per le caratteristiche di portabilità e per l'utilizzo dello strumento al di fuori dei laboratori biologici. Per questo motivo l'attività attuale del laboratorio "More than Moore" è focalizzata sullo sviluppo della microfluidica, con lo scopo di integrare la fase di "sample preparation" direttamente sul Lab-on-Chip.

Tra le possibili soluzioni al problema del controllo della microfluidica, una delle più promettenti si basa sul principio di electrowetting su dielettrico. Il fenomeno consiste nella variazione di energia superficiale libera di un fluido a contatto con una superficie quando sono presenti campi elettrici. Se una goccia di liquido polare (ad esempio una soluzione acquosa) è deposta su di un elettrodo metallico ricoperto da un film isolante e idrofobico, applicando una tensione tra elettrodo e soluzione, la bagnabilità della superficie aumenta e ciò si manifesta con una riduzione dell'angolo di contatto della goccia sulla superficie [9].

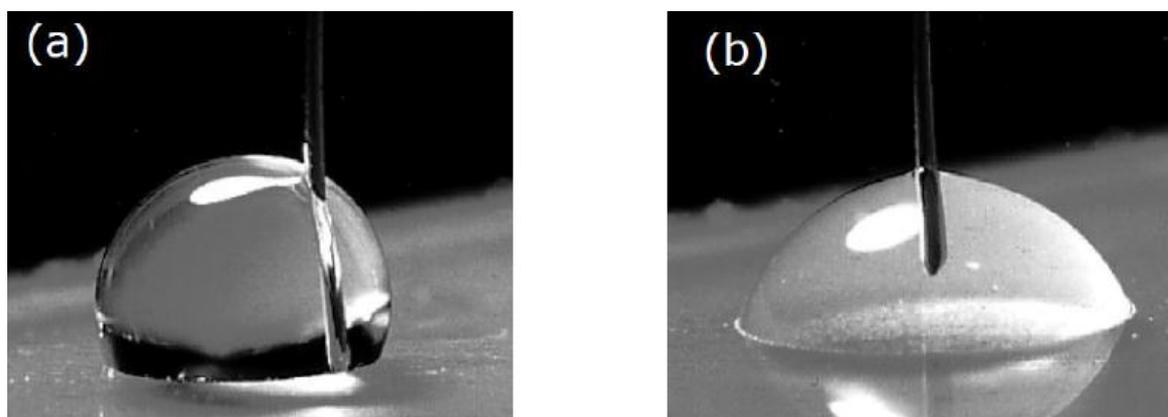


Figure III: Electrowetting. Una superficie inizialmente idrofobica (a) diviene idrofilica in presenza di un campo all'interfaccia (b). Il cambiamento è reversibile.

Utilizzando matrici di elettrodi indirizzabili indipendentemente, è possibile ottenere un aumento di bagnabilità locale: in questo modo è possibile movimentare il fluido posto sopra la superficie, che tenderà a spostarsi sulle aree la cui bagnabilità è stata aumentata. Il principale vantaggio di questa tecnologia è la sua compatibilità con la tecnologia standard dei circuiti integrati: è richiesto solamente una layer di metallizzazione per gli elettrodi e la successiva passivazione della superficie per l'isolamento elettrico. Ciò significa che è possibile realizzare un unico chip con l'elettronica di controllo nella parte inferiore e tutta la microfluidica necessaria al di sopra.

Lo scopo dell'attività di tesi è stato quello di porre le basi per l'integrazione di tecnologia electrowetting: oltre ad uno studio fenomenologico, è stata definita ogni fase del processo che va dalla progettazione di elementi di attuazione microfluidica alla loro realizzazione sfruttando unicamente tecnologie proprie dei circuiti integrati. Contemporaneamente è stata progettata e realizzata tutta l'elettronica di controllo e di generazione dei segnali necessari a pilotare questo tipo di dispositivi, così come l'interfaccia grafica che ne permette l'utilizzo.

CAPITOLO 1
APPLICAZIONI ATTUALI
DELL'ELECTROWETTING

1.1 APPLICAZIONI BIOTECNOLOGICHE

1.1.1 LAB-ON-CHIP E MICROFLUIDICA DIGITALE

L'implementazione di tecnologia electrowetting su dispositivi Lab on Chip richiede essenzialmente un substrato dotato di una matrice di elettrodi attuabili individualmente per permettere lo spostamento di volumi di fluido discreti lungo percorsi voluti a seconda della sequenza di accensione programmata. Le gocce di liquido possono essere estratte da serbatoi più grandi, possono fondersi tra loro ed essere agitate per indurre reazioni chimiche. Quest'ambito di utilizzo dell'electrowetting prende il nome di *Microfluidica Digitale* e offre la possibilità di realizzare dispositivi a scopo diagnostico con numerosi vantaggi tra cui portabilità, riduzione del volume dei campioni e dei reagenti, velocità e automazione delle analisi, basso consumo di energia e compatibilità con le tecnologie di produzione a larga scala tipiche della lavorazione del silicio.

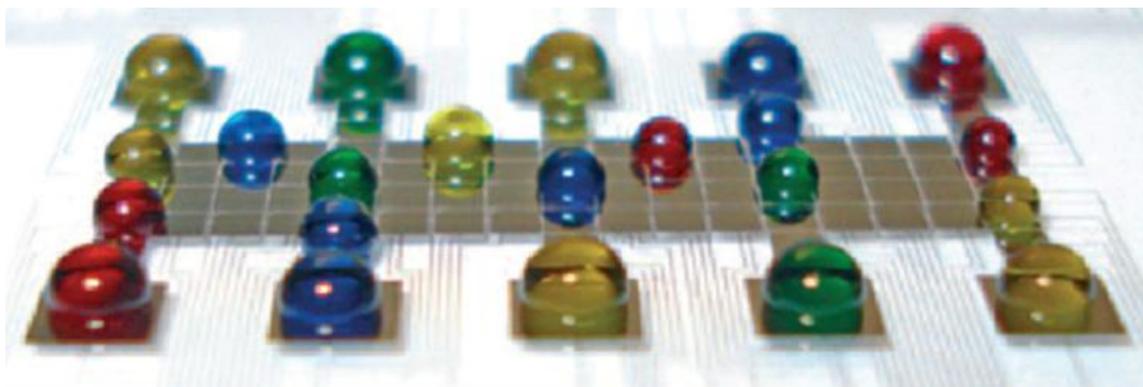


Figura 1.1 Microfluidica digitale su Lab on Chip. Ogni goccia può trasportare reagenti, mischiarsi ad altre gocce, dividersi o essere agitata, permettendo lo svolgimento di più reazioni chimiche in parallelo, in modo automatizzato e senza intercontaminazioni.

L'attuazione di procedure di routine come movimentazione, fusione, agitazione e separazione di gocce sono già state dimostrate [10] [11] [12], così come la realizzazione di sistemi in grado di svolgere operazioni più complesse [4][5]. Contemporaneamente la biocompatibilità dei materiali utilizzati è stata progressivamente aumentata, portando alla realizzazione di dispositivi in grado di funzionare per oltre 25.000 cicli, anche utilizzando direttamente fluidi come sangue e urina [13].

I vantaggi di una piattaforma basata su microfluidica digitale sono numerosi, tra cui:

- Assenza di parti in movimento: tutte le operazioni sono svolte mediante la generazione di campi elettrici, senza necessità di utilizzare pompe o valvole meccaniche.
- Non sono indispensabili strutture fluidiche: il confinamento del fluido può derivare dall'azione delle sole tensioni superficiali.

- Si possono controllare più gocce contemporaneamente.
- Non c'è consumo ohmico di corrente: il dispositivo costituisce per sua natura un carico capacitivo, per cui i consumi sono estremamente ridotti.
- È compatibile con una grande varietà di liquidi: in generale l'effetto electrowetting si osserva con una soluzione elettrolita.
- È compatibile con la microscopia: l'utilizzo di substrati trasparenti (ad esempio vetro ricoperto di ITO) permette l'osservazione diretta al microscopio.
- Si riescono ad ottenere velocità di spostamento elevate, fino a 25 cm/s.
- Elevata flessibilità: la funzionalità di un dispositivo può essere facilmente riprogrammata variando la sequenza di accensione degli elettrodi.

1.1.2 CONTROLLO DEL VOLUME DISPENSATO

I microarray di DNA e proteine oggi sono uno strumento standard nella ricerca genomica e farmacologica. Attualmente i microarray vengono prodotti con tecniche di tipo a "getto d'inchiostro" (spot system) che depositano con le gocce con i reagenti sulla superficie del dispositivo. Per ridurre la dimensione delle gocce fino a $1\mu\text{m}$ o meno sono stati prodotti nuovi approcci come l'utilizzo della nano litografia "dip-pen": con questa tecnica, l'inchiostro (la sostanza che contiene i reagenti) viene deposta tramite il diretto contatto tra la penna (in genere una sonda AFM opportunamente modificata) e la superficie (Figura 1.2).

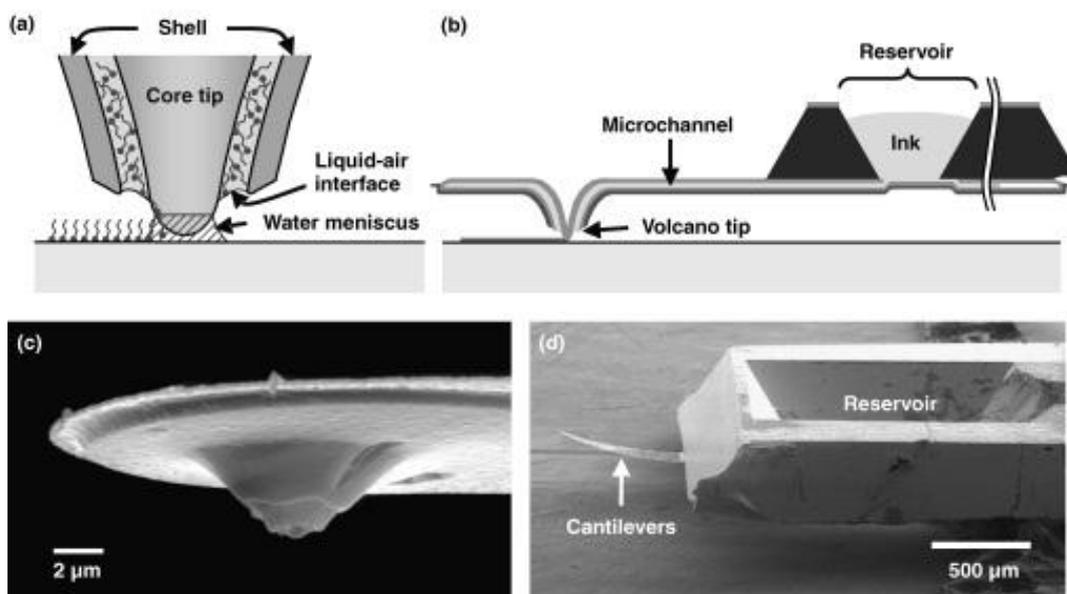


Figura 1.2 Nanolitografia dip-pen: le gocce del liquido da dispensare vengono deposte sulla superficie mediante contatto diretto con la sonda (a). Sono inoltre mostrati vari dettagli del sistema complessivo (b) della punta della sonda (c) e del cantilever da cui essa è sostenuta (d).

Uno dei fattori più critici sta nell'introdurre un quantitativo di liquido adeguato nel reservoir della sonda in modo controllato, per massimizzare il numero di gocce depositabili senza dover ricorrere ad una ricarica: a questo proposito è stato sviluppato da Belaubre et al [14] [15] un particolare design per la penna in cui l'electrowetting viene usato per aumentare e controllare l'ammontare di liquido nel serbatoio. Con questa tecnologia sono stati realizzati microarray con più di cento gocce con una singola carica, con volumi unitari che variano dai femtolitri ai picolitri.

1.2 APPLICAZIONI OTTICHE

1.2.1 MICROLENTI CONTROLLATE IN TENSIONE

In equilibrio meccanico, la superficie associata all'interfaccia tra una goccia di liquido e il mezzo che la circonda (aria o altro liquido immiscibile) ha in generale una forma sferica. La luce che attraversa l'interfaccia viene diffratta in modo dipendente dal salto d'indice di rifrazione tra i due mezzi e dal raggio di curvatura come avviene in una lente sferica classica. A differenza delle controparti solide, una lente di questo tipo è flessibile, e variando la forma della superficie del liquido si può variare la lunghezza focale. In Figura 1.3 è riportata la rappresentazione schematica di un dispositivo che sfrutta il fenomeno dell'electrowetting per ottenere tale variazione [16]: una goccia viene depositata su un substrato di metallo ricoperto da un sottile strato d'isolante; il tutto è completamente immerso in olio. Variando la tensione, l'angolo di contatto della goccia viene modificato e il raggio di curvatura della superficie di separazione si adegua a questa variazione. I due liquidi hanno la stessa densità: in questo modo la lente funziona qualsiasi sia il suo orientamento, senza deformazioni dovute alla forza di gravità.

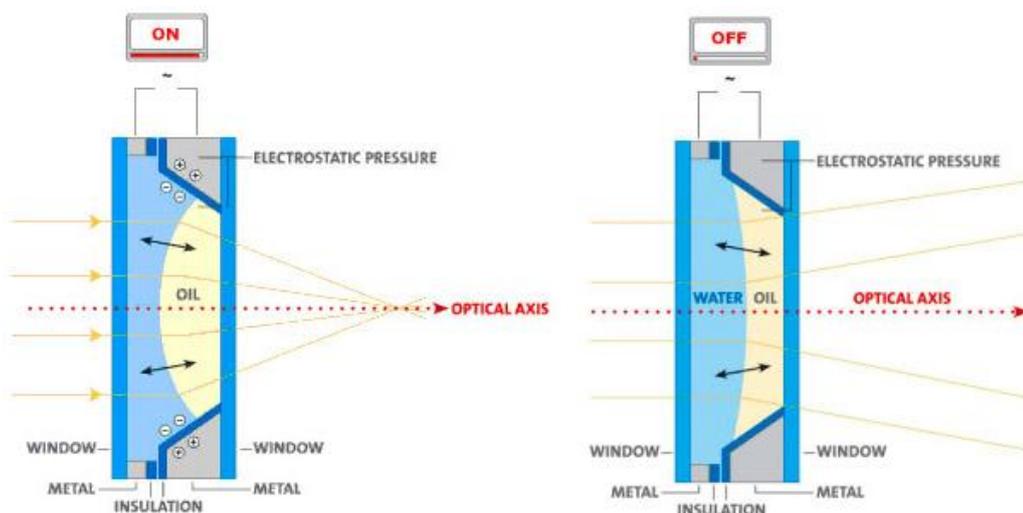


Figura 1.3 Rappresentazione schematica di una lente a lunghezza focale variabile Varioptic®. La variazione di curvatura della lente è ottenuta tramite electrowetting.

Questa tecnologia è stata brevettata sotto il marchio Varioptic®, e trova le principali applicazioni in sistemi di autofocus per dispositivi di imaging compatti (webcam, fotocamere per cellulari e per digitali compatte, microcamere). Una versione della lente variabile, caratterizzata da un design multielettrodo, permette anche di spostare il punto di fuoco traslando la superficie liquida: in questo modo è possibile realizzare sistemi di stabilizzazione ottica dell'immagine estremamente compatti



Figura 1.4 Lente Varioptic® OIS: un design electrowetting multielettrodo permette la traslazione laterale della lente ai fini della stabilizzazione ottica dell'immagine.

1.2.2 DISPLAYS

Il fenomeno di electrowetting ha trovato una delle sue applicazioni più recenti nel campo dei display [17]. In questi dispositivi, un interruttore è ottenuto mediante la contrazione controllata di un film di colorante oleoso; la struttura del dispositivo e il suo principio di funzionamento sono visibili in Figura 1.5. Ogni pixel è composto da un elettrodo ricoperto da un film isolante e idrofobico (Teflon); inoltre è presente una struttura laterale di confinamento (pixel wall). In condizioni di equilibrio e in assenza di potenziale applicato, un film sottile di colorante oleoso ricopre l'intera superficie del pixel, mentre il volume rimanente è riempito da acqua. Le dimensioni tipiche di un pixel per dispositivi di visualizzazione sono inferiori a $200\mu\text{m}$: a questa scala le forze di tensione superficiale sono 10^6 volte più intense di quelle gravitazionali, per cui questa configurazione è stabile qualunque sia l'orientamento del dispositivo. Quando viene applicato un potenziale, l'aumento di bagnabilità della superficie del film fa sì che lo strato di minima energia sia quello mostrato in Figura 1.5b: la soluzione acquosa tende a bagnare la superficie e il film oleoso si contrae in una goccia a lato del pixel.

Variando il potenziale applicato, si passa con continuità da uno stato di OFF "colorato" ad uno stato trasparente di ON, ammesso che il pixel sia sufficientemente piccolo da fare in modo che l'occhio riesca a distinguere solo le proprietà ottiche medie. A seconda del substrato su cui è depositato, il pixel in stato di ON può essere riflettente oppure trasparente.

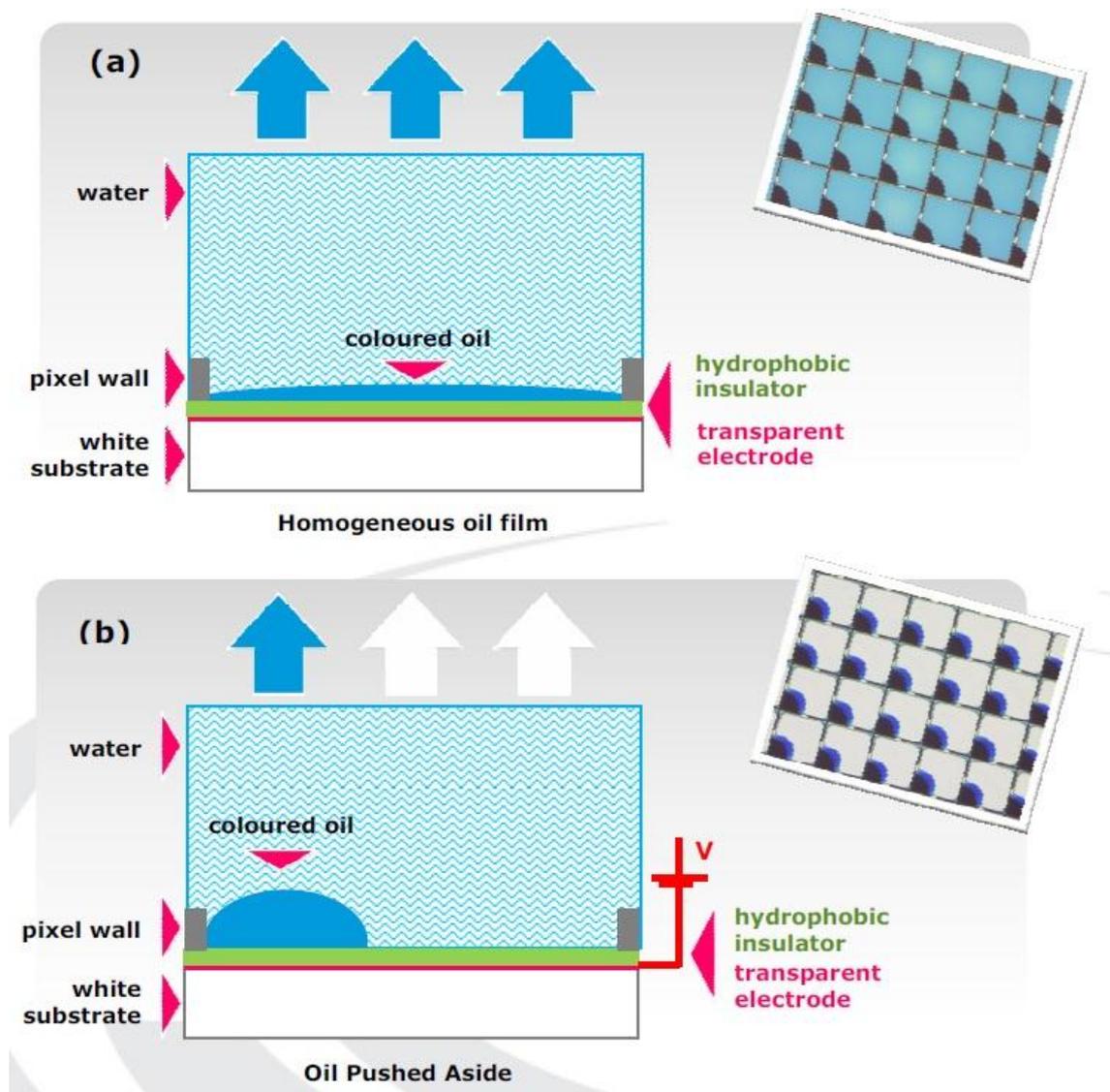


Figura 1.5 Rappresentazione schematica di un pixel di un display ad electrowetting.

Questo tipo di interruttore ottico è intrinsecamente trasparente, fatta eccezione per il film di olio colorato. Ciò significa che esso può essere utilizzato per display sia di tipo trasmissivo sia riflettivo. Fino ad oggi i display ad electrowetting sono gli unici, insieme agli LCD, ad avere questa versatilità; come conseguenza, lo spazio in ambito applicativo per questa tecnologia è vasto tanto quanto quello dei display a cristalli liquidi. Una particolare applicazione è quella che prende il nome di "carta digitale": il dispositivo viene realizzato su di un substrato bianco opaco ed è destinato alla visualizzazione di libri e documenti in formato digitale.

I principali vantaggi legati a questa tecnologia sono:

- *Ampia gamma di colori*: la scelta del colorante dissolto nell'olio determina direttamente il colore visualizzato in stato di OFF. L'esperienza raggiunta nel campo dei coloranti permette di ottenere una gamma di colori virtualmente illimitata.
- *Flessibilità*: realizzando la matrice di pixel su un substrato polimerico flessibile, so possono ottenere display in grado di funzionare anche quando piegati e deformati.
- *Velocità*: i tempi di risposta ottenibile sono inferiori a 3ms, valore minore a quello che caratterizza i cristalli liquidi.
- *Scale di grigio*: i pixel possono passare con continuità dallo stato di OFF a quello di ON.
- *Bassi consumi*: tipici dei dispositivi electrowetting.
- *Basso costo dei materiali*: i dispositivi sono essenzialmente costituiti da due strati di vetro o plastica riempiti con acqua e olio.

La tecnologia è stata brevettata da Philips, che ha affidato i diritti di sfruttamento alla sua spin-off Liquavista®.

CAPITOLO 2

FISICA DELL'ELECTROWETTING

2.1 TENSIONE SUPERFICIALE

Uno dei concetti fondamentale necessari alla descrizione di fenomeni che coinvolgono volumi ridotti di liquido è quello di *tensione superficiale*.

Può essere pensata sia in termini di *forza per unità di lunghezza* (N/m) sia in termini di *energia per unità di superficie* (J/m^2) e si indica con il simbolo γ . Teli due punti di vista portano a due definizioni, una in ambito fluidico a una termodinamico. Quindi è dal punto di vista fluidodinamico, è una particolare tensione meccanica che si sviluppa lungo la superficie di separazione tra un fluido ed un materiale di un'altra natura, ad esempio un solido, un liquido o un gas; al punto di vista termodinamico può essere definita come il lavoro necessario per aumentare la superficie del liquido di una quantità unitaria.

Per comprendere l'intercambiabilità delle due definizioni è utile l'esempio riportato in Figura 2.1. Si considera un film che viene tirato tramite una telaio avente un lato mobile. Si osserva sperimentalmente che sul lato mobile (lungo L) agisce una forza avente direzione opposta a quella traente indicata in figura, e che il modulo di questa forza è pari al prodotto tra tensione superficiale γ e lunghezza L . In questa visione γ assume le dimensioni di una forza per unità di lunghezza.



Figura 2.1 Un film viene stirato tramite un telaio con un lato mobile. Per aumentare la superficie è necessario esercitare una forza traente F proporzionale alla lunghezza del lato L .

Si può però rivedere tale esperimento anche in termini energetici: il lavoro W necessario ad estendere la parte mobile di un tratto dx è pari a:

$$W = \gamma \cdot L \cdot dx = \gamma \cdot dA \quad (2.1)$$

dove dA è l'aumento di superficie. In questa seconda formulazione è chiaro il concetto di energia superficiale.

L'origine della tensione superficiale va ricercata nelle forze di coesione tra le molecole del liquido. Si consideri una superficie libera (ad esempio acqua-aria). Come schematizzato in Figura 2.2, le molecole che si trovano all'interno sono attratte dalle altre in modo identico in qualunque direzione. Quelle che invece si trovano sulla superficie, sperimentano una forza netta diversa da zero che le attira verso l'interno. Si viene quindi a creare un gradiente di pressione tra interno ed esterno che spinge il liquido ad assumere la forma caratteristica della minima area.

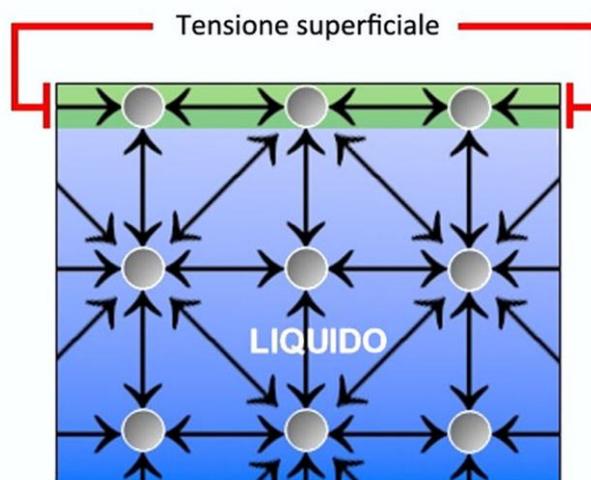


Figura 2.2 Rappresentazione grafica dell'origine della tensione superficiale. Le molecole di un liquido che si trovano sulla superficie formano meno legami rispetto a quelle interne, e si trovano pertanto in una situazione energeticamente svantaggiosa.

La tensione superficiale è quindi responsabile della forma delle gocce di qualunque liquido: in assenza di altre forze in gioco (inclusa la gravità), esse sarebbero tutte di forma sferica, caratterizzata dal minor rapporto superficie/volume. In particolare, le tensioni superficiali iniziano a dominare su tutte le altre forze quando si ha a che fare con dimensioni lineari non superiori a pochi millimetri, il che corrisponde a volumi di qualche microlitro. Nella Tabella 2.1 sono riportati i valori di tensione superficiale di alcuni liquidi importanti. Si può osservare come il valore di γ è funzione della temperatura.

Liquido	Temperatura (°C)	Tensione superficiale (mJ/m ²)
Acido acetico	20	27.6
Acido acetico (40%) in acqua	30	40.68
Acido acetico (10%) in acqua	30	54.56
Acetone	20	23.7
Etanolo	20	22.27
Etanolo (40%) in acqua	25	29.63
Etanolo (10%) in acqua	25	46.03
Glicerolo	20	63
n-Esano	20	18.4
Acido cloridrico in acqua	20	65.95
Isopropanolo	20	21.7
Mercurio	15	487
Metanolo	20	22.6
n-Ottano	20	21.8
Cloruro di sodio (6M) in acqua	20	82.55
Saccarosio (55%) in acqua	20	76.45
Acqua	0	75.64
Acqua	25	71.97
Acqua	50	67.91
Acqua	100	58.85

Tabella 2.1 Valori di energia superficiale libera (liquido/aria) di diverse specie liquide in funzione della temperatura. Valori da [18].

In realtà il concetto di energia superficiale non si applica solo all'interfaccia tra un liquido ed una fase gassosa (energia superficiale libera), ma anche a interfacce liquido-liquido, liquido-solido e solido-solido. Si parla in questi casi di *tensione interfacciale* (o energia interfacciale). In questo caso l'origine del fenomeno è da ricercare nella differenza delle forze di attrazione intermolecolare che agiscono nelle due fasi.

2.2 ANGOLO DI CONTATTO

Si consideri ora una quantità di liquido a contatto con una superficie solida (Figura 2.3). Nella maggior parte dei casi il liquido non bagnerà completamente il solido, ma assumerà la forma di una goccia con un ben definito *angolo di contatto*. Il valore dell'angolo di contatto, indicato con θ_0 , dipende esclusivamente dalle energie superficiali tra le fasi in gioco: l'energia superficiale libera del liquido, l'energia superficiale libera del solido e l'energia interfacciale tra liquido e solido.

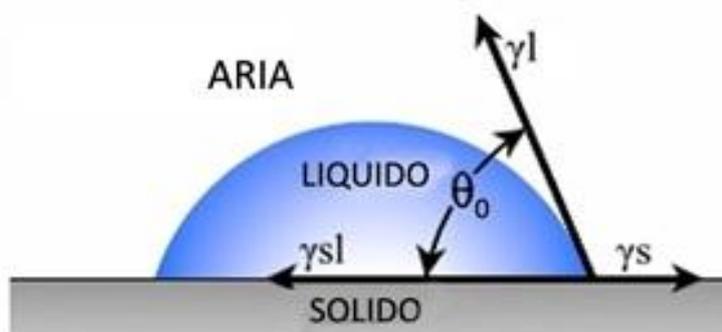


Figura 2.3 Il valore dell'angolo di contatto assunto da una goccia di liquido su una superficie solida è il risultato dell'equilibrio tra le tensioni superficiali in gioco.

Si consideri la linea ideale che separa le tre fasi, detta anche *linea tripla*. Per quanto detto in precedenza, su ogni tratto infinitesimo di questa linea agiranno tra diverse forze, o tensioni superficiali, che dovranno annullarsi in situazione di equilibrio:

$$\gamma_s - \gamma_{ls} - \gamma_l \cdot \cos \theta_0 = 0 \quad (2.2)$$

dove i pedici s, l e ls significano rispettivamente solido, liquido e liquido-solido. La (2.2) prende il nome di *EQUAZIONE DI YOUNG*. Da essa si può facilmente ricavare il valore dell'angolo di contatto in funzione delle energie superficiali:

$$\cos \theta_0 = \frac{\gamma_s - \gamma_{ls}}{\gamma_l} \quad (2.3)$$

L'angolo di contatto è un utile indice per caratterizzare la bagnabilità di una superficie (Figura 2.4). In generale se un liquido su di una superficie dà origine ad un angolo di contatto minore di 90° si afferma che la superficie è *bagnabile* dal liquido, in caso contrario è detta *non bagnabile*. Se il liquido in esame è l'acqua, si parla rispettivamente di superficie *idrofilica* o *idrofobica*.

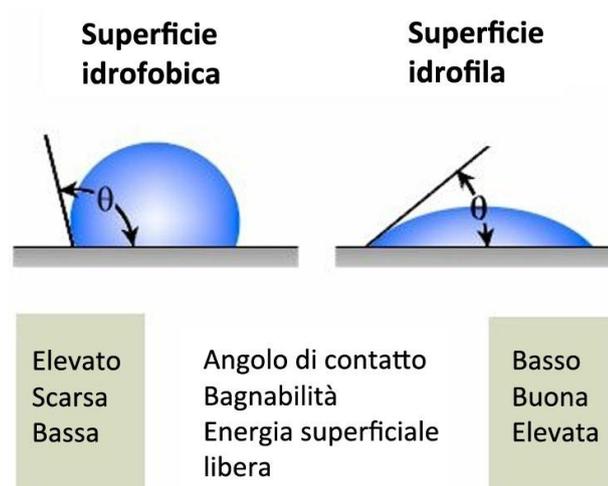


Figura 2.4 l'angolo di contatto è indice di bagnabilità di una superficie. Se la sostanza è acqua, la superficie è detta idrofobica quando da origine ad angolo di contatto maggiore di 90° ; in caso contrario è detta idrofila.

2.3 ELECTROWETTING

2.3.1 PRINCIPI DI FUNZIONAMENTO

Quando viene applicata una tensione tra una fase liquida e una solida o tra due liquidi immiscibili, le cariche (libere e/o dipolari) si ridistribuiscono, variando l'energia superficiale alle interfacce. Nel caso di una superficie metallica direttamente a contatto con una soluzione elettrolitica, possono essere applicate tensioni di alcuni decimi di volt senza che scorra corrente attraverso le superfici di separazione. Si vengono, di fatto, a creare due strati di carica, uno su ogni lato dell'interfaccia, avente segno opposto (electric double layer, EDL).

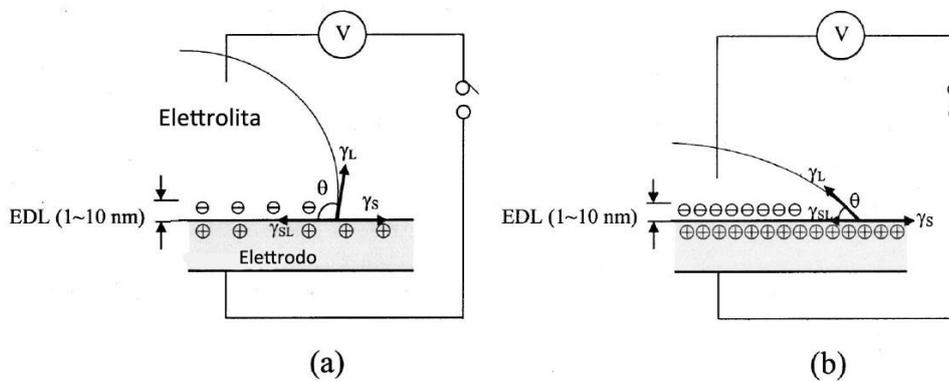


Figura 2.5 Fenomeno di electrowetting. Anche in assenza di tensione applicata (a) ci sono cariche distribuite all'interfaccia elettrodo-elettrolita, formanti un doppio strato di carica (EDL). Applicando una tensione (b) varia la densità di carica e di conseguenza anche l'energia superficiale e l'angolo di contatto.

La presenza di carica netta abbassa la tensione superficiale, perché la repulsione tra cariche dello stesso tipo diminuisce il lavoro da compiere per espandere la superficie.

Si consideri a titolo di esempio una goccia di soluzione elettrolitica deposta su di un elettrodo metallico (Figura 2.5). La variazione infinitesima di energia superficiale solido-liquido può essere scritta con la seguente relazione:

$$d\gamma_{sl} = -\sigma_{sl} \cdot dV \quad (2.4)$$

Dove $\sigma_{sl} = \sigma_{sl}(V)$ è una densità di carica che caratterizza l'EDL. La dipendenza di γ_{sl} dalla tensione si ricava integrando l'equazione (2.4): ciò in generale richiede la conoscenza della dipendenza della distribuzione di carica superficiale dalla tensione applicata.

Si introdurrà ora un'approssimazione che semplifica il problema. Ipotizzando che le cariche contrapposte del doppio strato si trovino ad una distanza d_{edl} fissa, all'EDL sarà associata una capacità per unità di area costante, pari a:

$$C_{edl} = \frac{\varepsilon_0 \cdot \varepsilon_l}{d_{edl}} \quad (2.5)$$

dove ε_l è la costante dielettrica del liquido.

Utilizzando questo risultato unito alla (2.4) si ottiene:

$$\gamma_{sl}(V) = \gamma_{sl,0} - \int_{V_0}^V \sigma_{sl} d\bar{V} = \gamma_{sl,0} - \int_{V_0}^V C_{edl} \cdot \bar{V} d\bar{V} = \gamma_{sl,0} - \frac{\varepsilon_0 \cdot \varepsilon_l}{2d_{edl}} (V - V_0)^2 \quad (2.6)$$

dove $\gamma_{sl,0}$ è l'energia superficiale dovuta al solo contributo chimico ed è considerata indipendente dalla tensione applicata. V_0 è il potenziale che corrisponde alla tensione di carica nulla; spesso, infatti, si viene a creare spontaneamente un doppio strato di carica nel momento in cui si origina la superficie: la tensione da applicare per annullare questa carica è appunto V_0 .

E' possibile ora ricavare il valore dell'angolo di contatto in funzione della tensione, utilizzando l'equazione (2.6) unita alla relazione di Young:

$$\cos \theta = \cos \theta_0 + \frac{\varepsilon_0 \cdot \varepsilon_l}{2d_{edl} \cdot \gamma_l} (V - V_0)^2 \quad (2.7)$$

Se il liquido considerato è l'acqua, si ha $\varepsilon_l = 80$ e $\gamma_{lv} = 0,072 \text{ J/m}^2$ (a $20 \text{ }^\circ\text{C}$), un valore sperimentale tipico per d_{edl} è 2 nm . Se si utilizzano questi valori per calcolare il rapporto adimensionale nell'equazione (2.7) si ottiene un valore dell'ordine di grandezza dell'unità: l'angolo di contatto di conseguenza diminuisce molto velocemente all'aumentare della tensione applicata. In realtà la (2.7) è valida finché non iniziano ad innescarsi fenomeni elettrolitici, tipicamente ciò avviene a tensione di poche centinaia di millivolt. Per aggirare questo problema nasce la tecnologia *Electrowetting on dielectric* (EWOD).

2.3.2 ELECTROWETTING ON DIELECTRIC

Per impedire i fenomeni elettrolitici, le moderne applicazioni dell'electrowetting introducono un sottile film dielettrico tra elettrodo ed elettrolita, che isola elettricamente (Figura 2.6). Questo tipo di configurazione prende il nome di *Electrowetting on dielectric* (EWOD).

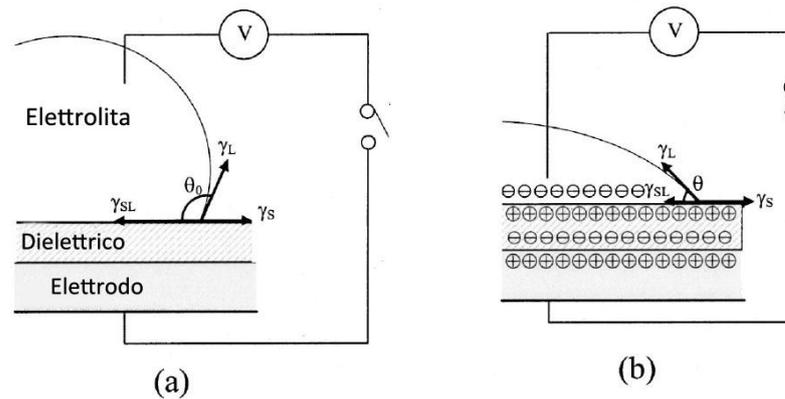


Figura 2.6 Fenomeno di electrowetting su dielettrico. In assenza di tensione (a) la carica alle interfacce viene supposta trascurabile. Applicando tensione (b) si accumula carica e l'angolo di contatto diminuisce.

In questo caso lo spessore da considerare per il doppio strato di carica è lo spessore del dielettrico (ignorando la penetrazione del campo elettrico all'interno del liquido, considerandolo cioè come un perfetto conduttore). Siccome quest'ultimo è tipicamente ordini di grandezza maggiore rispetto al caso precedente, la capacità per unità di area ad esso associata è decisamente inferiore. Il potenziale quindi cade interamente sul dielettrico e l'equazione (2.6) diventa

$$\gamma_{sl}^{eff}(V) = \gamma_{sl,0} - \frac{\epsilon_0 \cdot \epsilon_d}{2d} V^2 \quad (2.8)$$

dove d ed ϵ_d sono rispettivamente lo spessore e la costante dielettrica dello strato isolante. La notazione γ_{sl}^{eff} (effettiva), è dovuta al fatto che in realtà essa non è una vera energia superficiale, ma è l'energia per unità di superficie associata al sistema liquido-dielettrico-solido. Si noti che è anche stata introdotta l'approssimazione, valida da qui in avanti, per cui il dielettrico non dà origine a generazione spontanea di carica in assenza di tensione ($V_0=0$).

Utilizzando nuovamente la legge di Young, si ottiene la relazione fondamentale per l'EWOD:

$$\cos \theta = \cos \theta_0 + \frac{\epsilon_0 \cdot \epsilon_d}{2d \cdot \gamma_l} V^2 \quad (2.9)$$

Poiché il rapporto adimensionale $\frac{\epsilon_0 \cdot \epsilon_l}{2d \cdot \gamma_l}$ è tipicamente 4-6 ordini di grandezza maggiore rispetto al caso senza dielettrico, le tensioni necessarie per una riduzione significativa dell'angolo di contatto sono molto più alte.

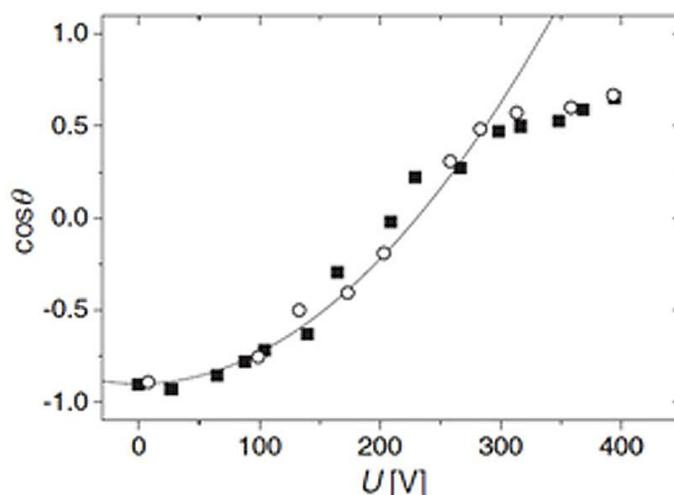


Figura 2.7 Il grafico mostra l'angolo di contatto in funzione della tensione applicata a una soluzione acquosa di NaCl. Il dielettrico utilizzato è Teflon AF 1601 con spessore $d=5\mu\text{m}$. I punti pieni (vuoti) si riferiscono a misure effettuate aumentando (diminuendo) gradualmente la tensione. La linea continua rappresenta l'andamento teorico. Dati riportati da [2].

La Figura 2.7 mostra i risultati di una tipica configurazione sperimentale: si può notare come l'equazione (2.9) (linea continua nel grafico) resti valida fino a tensioni non troppo elevate, dopodiché l'angolo di contatto diventa pressoché indipendente dal potenziale applicato. Questo fenomeno prende il nome di *saturazione dell'angolo di contatto* , le sue origini sono ancora poco chiare e non esiste ancora una teoria completa in grado di spiegarlo. La sua trattazione tuttavia esula dallo scopo di questo scritto.

2.4 DIPENDENZA DEL FENOMENO DA FREQUENZA E NATURA DELLA SOLUZIONE

La trattazione vista finora si è basata su considerazioni statiche. Se il potenziale applicato varia in modo sufficientemente lento, la forma della goccia e l'angolo di contatto si adeguano in modo continuo ed il sistema è costantemente nella situazione di equilibrio determinata dal valore istantaneo della tensione.

Se invece il campo elettrico varia in modo più rapido della risposta idrodinamica della goccia, che tipicamente corrisponde a frequenze di qualche centinaio di hertz, l'equilibrio è determinato dalla media temporale del potenziale applicato. È possibile quindi utilizzare le equazioni finora introdotte a patto di sostituire alla tensione il suo valore RMS.

Inoltre, l'equazione (2.8) rimane valida solo finché rimangono valide tutte le ipotesi fatte per ricavarla; una delle più significative era l'assunzione del liquido come conduttore perfetto, ma studiando il caso di tensioni alternate si scopre che essa diventa sempre meno significativa man mano che si sale in frequenza.

Fisicamente, la conducibilità del liquido diminuisce quando gli ioni disciolti e le cariche dipolari non riescono più a seguire le variazioni di campo elettrico e quindi ad annullare il modulo andando verso l'interno del liquido.

In generale, indicando con ω la frequenza AC, è possibile definire una *frequenza critica* ω_c tale per cui se $\omega \ll \omega_c$ il liquido si comporta come perfetto conduttore, mentre se $\omega \gg \omega_c$ esso assume un comportamento da dielettrico.

Per un generico fluido si ha

$$\omega_c = \frac{\sigma_l}{\epsilon_0 \epsilon_l} \quad (2.10)$$

dove σ_l è la conducibilità del liquido misurata in DC. Quest'ultima può variare di ordini di grandezza a seconda della natura della soluzione, ad esempio per la concentrazione di sali disciolti.

Per una soluzione acquosa 0,1M di NaCl si ha $\sigma_l = 0,1 S/m$ che corrisponde, usando la (2.10), ad una frequenza critica di 100MHz, mentre per acqua deionizzata ($\sigma_l = 10^{-6} S/m$) si ha $\omega_c \approx 1 KHz$.

A frequenze elevate quindi gran parte della tensione applicata non cadrà a ridosso della superficie liquido-elettrodo ma all'interno della goccia, riducendo il guadagno energetico che si avrebbe espandendo la superficie in questione.

Di conseguenza l'aumento di bagnabilità della superficie va via via ad annullarsi come mostrato dalle prove in Figura 2.8.

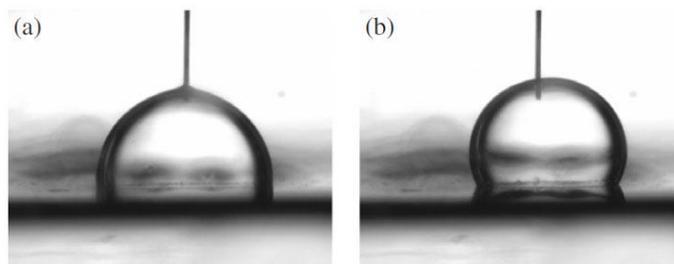


Figura 2.8 Dipendenza del fenomeno di electrowetting dalla frequenza. Lo strato isolante è costituito da $1\mu\text{m}$ di SiO_2 con funzionalizzazione idrofobica superficiale. Il liquido è una soluzione di NaCl , il potenziale applicato è 50 V . Nel fotogramma (a) la frequenza AC è di 1KHz , nel fotogramma (b) è di 20KHz .

Ad ogni modo finché si rimane a frequenze sufficientemente basse, dell'ordine del kHz, finora non sono state riportate forti dipendenze dell'electrowetting dalla concentrazione dei sali o di altre sostanze disciolte nel liquido utilizzato, purché queste sostanze non alterino l'energia superficiale (come nel caso delle sostanze tensioattive). Il fenomeno si verifica pressoché nello stesso modo anche variando di ordini di grandezza la concentrazione di ioni presenti, e in particolare non viene inficiato dalla presenza di biomolecole come DNA ed RNA, rendendo l'electrowetting un ottimo candidato allo sviluppo di dispositivi da integrare su Lab On Chip per applicazioni biologiche.

2.5 ELECTROWETTING PER ATTUAZIONE MICROFLUIDICA

Nella sezione precedente è stata presentata una configurazione di electrowetting molto elementare: una goccia di liquido su di un elettrodo e avente un semplice controelettrodo che funge da contatto elettrico per la soluzione (in genere un semplice filo conduttore immerso parzialmente in essa). In questo caso l'unico effetto ottenibile con l'applicazione di una tensione è la variazione di angolo di contatto e quindi della bagnabilità della superficie solida.

Una configurazione molto più interessante, dal punto di vista delle applicazioni, è mostrata in Figura 2.9: si riesce a variare la tensione superficiale solo in specifiche porzioni dell'interfaccia solido-liquido; ciò è possibile racchiudendo un piccolo volume di liquido tra due lastre, una superiore costituita da un unico controelettrodo piano ed una inferiore dotata di una matrice di controelettrodi singolarmente indirizzabili. Come mostrato in figura, se tutti gli elettrodi sono inizialmente flottanti e in seguito viene applicata tensione all'elettrodo a destra della goccia, la tensione superficiale verrà ridotta localmente solo in quella zona e il liquido in quel punto tenderà ad espandersi.

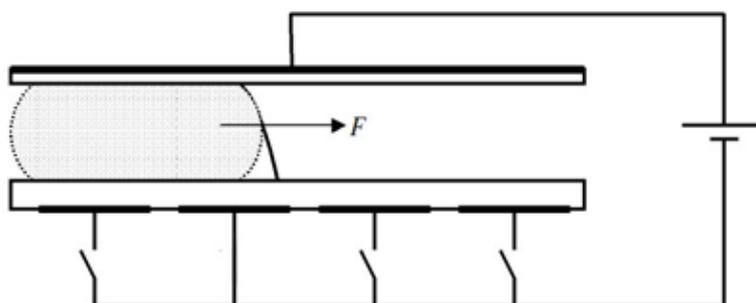


Figura 2.9 Tipica configurazione basata su electrowetting per attuazione microfluidica. Applicando tensione al secondo elettrodo, l'angolo di contatto in basso a destra della goccia si riduce, il volume di liquido si deforma ed inizia a spostarsi sopra l'elettrodo attuato.

Dal punto di vista energetico, ipotizzando che la goccia trasli gradualmente verso l'elettrodo attuato, l'energia potenziale del sistema si abbassa fino a raggiungere un minimo quando la superficie del liquido ha ricoperto tutta l'area la cui bagnabilità è stata aumentata. A questo gradiente di energia esponenziale sarà associata una forza che indurrà fisicamente la goccia a spostarsi sopra l'elettrodo attuato. Si noti che in realtà il doppio strato di carica viene a crearsi a cavallo delle due superfici, liquido-elettrodo e liquido-controelettrodo. Una trattazione completa del comportamento di tale dispositivo sarà tratta in seguito.

CAPITOLO 3
ELECTROWETTING:
UN MODELLO
BASATO SULL'ENERGIA

3.1 UN MODELLO PER ATTUAZIONE MICROFLUIDICA

Nel paragrafo 2.5 si è visto com'è possibile movimentare volumi di liquido utilizzando una configurazione di electrowetting multi-elettrodo, come quella rappresentata in Figura 3.1a. Verrà ora presentato un modello basato su considerazioni energetiche che permette di spiegare l'origine del fenomeno, di stimare la forza traente ottenibile ed altre grandezze in gioco, risultando molto utile per la scelta dei parametri di progetto.

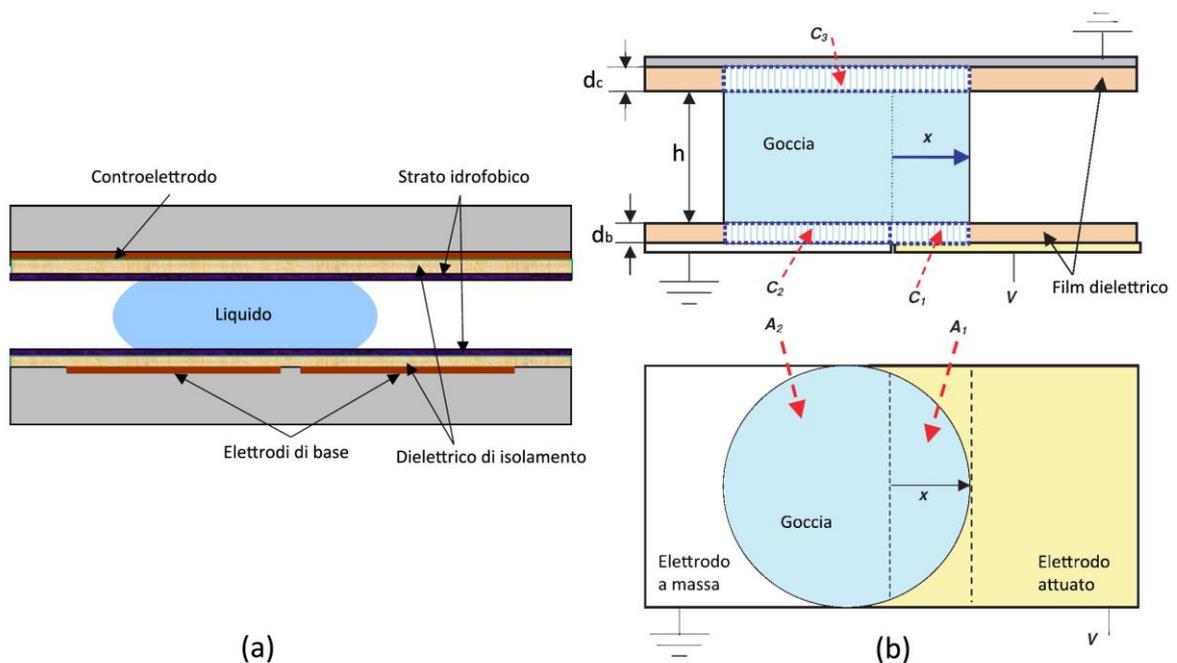


Figura 3.1 Rappresentazione schematica di una configurazione di electrowetting a due elettrodi per attuazione microfluidica.

In Figura 3.1b è riportata una versione più schematizzata del sistema, con indicate le principali grandezze d'interesse. Si esamina il caso più generale possibile: sia il layer superiore che quello inferiore presentano uno strato di isolamento (di spessori e costanti dielettriche rispettivamente d_b , ϵ_b , e d_c , ϵ_c) e un layer idrofobico, di spessore trascurabile, a diretto contatto con la goccia. Il liquido si trova inizialmente sull'elettrodo di sinistra, che come il contro elettrodo è tenuto a massa; l'elettrodo di destra viene portato ad un potenziale V .

Per prima cosa s'introduce un'approssimazione sensata: poiché in genere i dispositivi basati sull'electrowetting sono caratterizzati da un elevato rapporto tra dimensioni di base degli elettrodi e altezza del canale, l'energia associata all'interfaccia tra liquido e fluido circostante (in genere aria o un altro liquido immiscibile) viene trascurata.

Un'ulteriore motivazione a supporto di tale approssimazione è che se le superfici laterali non subiscono deformazioni troppo forti, il loro contributo all'energia totale varierà poco e di conseguenza la loro influenza sulla forza traente risultante sarà molto piccola.

Si procede adesso al calcolo dell'energia associata alle superfici di base e al contatto con il controelettrodo. Si definiscono $A_1(x)$, $A_2(x)$ rispettivamente le aree costituite dalle sovrapposizioni tra elettrodo di sinistra e la goccia e tra elettrodo di destra e goccia. Si può definire A_3 l'area in comune tra goccia e controelettrodo che sarà indipendente dalla posizione data l'uniformità del controelettrodo. Come già accennato nel capitolo precedente, l'energia associata a queste superfici dipende dall'energia di tipo capacitivo associata al doppio strato di carica:

$$E = \gamma_{sl}(V) \cdot A = \left(\gamma_{sl,0} - \frac{\epsilon_0 \epsilon_l}{2d_{edl}} V^2 \right) \cdot A = \gamma_{sl,0} \cdot A - \frac{1}{2} C_{edl} V^2 \quad (3.1)$$

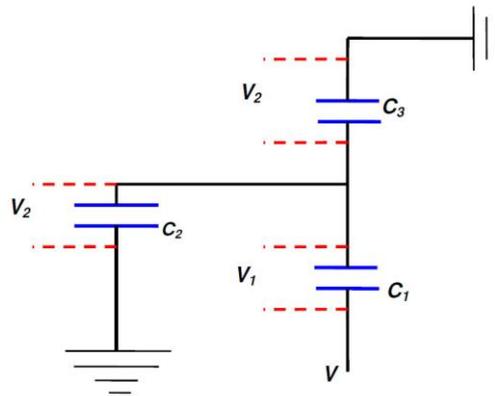


Figura 3.2 Rappresentazione circuitale della rete capacitiva associata alle superfici dielettriche in gioco. Il liquido è considerato un conduttore perfetto.

Diversamente dal caso a singolo elettrodo, adesso la tensione applicata non cade interamente sulla superficie di base, ma si divide sulle capacità associate alle superfici in gioco. È quindi utile considerare un modello circuitale semplificato, il cui schema è riportato in Figura 3.2. Le capacità indicate (C_1 , C_2 , e C_3) sono quelle associate rispettivamente alle superfici A_1 , A_2 e A_3 :

$$C_1(x) = \frac{k_b \cdot A_1(x) \cdot \epsilon_0}{d_b} \quad (3.2)$$

$$C_2(x) = \frac{k_b \cdot A_2(x) \cdot \epsilon_0}{d_b} \quad (3.3)$$

$$C_3(x) = \frac{k_b \cdot A_3 \cdot \epsilon_0}{d_c} \quad (3.4)$$

La tensione V_1 cade sul dielettrico che ricopre l'elettrodo attuato, mentre V_2 cade sia su quello che ricopre il controlettrodo sia su quello che ricopre l'elettrodo di base rimasto a massa (le capacità C_2 e C_3 sono in parallelo).

Nel modello trattato si considera il fluido come conduttore perfetto: ciò è valido entro i limiti già trattati nel paragrafo 2.4. Ora si può facilmente ricavare il legame tra V_1 , V_2 e la tensione V applicata al dispositivo, risolvendo la partizione capacitiva:

$$V_1(x) = \frac{(C_2 + C_3)}{(C_1 + C_2 + C_3)} \cdot V \quad (3.5)$$

$$V_2(x) = \frac{C_1}{(C_1 + C_2 + C_3)} \cdot V \quad (3.6)$$

È ora possibile, usando le equazioni da (3.2) a (3.6), scrivere i tre contributi all'energia del sistema:

$$E_1(x) = \gamma_{sl}^0 \cdot A_1(x) - \frac{k_b \varepsilon_0 A_1(x)}{2d_b} \cdot V_1^2 \quad (3.7)$$

$$E_2(x) = \gamma_{sl}^0 \cdot A_2(x) - \frac{k_b \varepsilon_0 A_2(x)}{2d_b} \cdot V_2^2 \quad (3.8)$$

$$E_3(x) = \gamma_{sl}^0 \cdot A_3 - \frac{k_b \varepsilon_0 A_3(x)}{2d_c} \cdot V_2^2 \quad (3.9)$$

Derivando E_1 , E_2 ed E_3 in funzione di x si ottengono le tre componenti che danno luogo alla forza risultante F_T agente sul sistema:

$$F_1(x) = -\frac{dE_1(x)}{dx} = \frac{\varepsilon_b \varepsilon_0 V_1^2}{2d_b} \frac{dA_1(x)}{dx} + \frac{\varepsilon_b \varepsilon_0 V_1 A_1(x)}{d_b} \frac{dV_1(x)}{dx} \quad (3.10)$$

$$F_2(x) = -\frac{dE_2(x)}{dx} = \frac{\varepsilon_b \varepsilon_0 V_2^2}{2d_b} \frac{dA_2(x)}{dx} + \frac{\varepsilon_b \varepsilon_0 V_2 A_2(x)}{d_b} \frac{dV_2(x)}{dx} \quad (3.11)$$

$$F_3(x) = -\frac{dE_3(x)}{dx} = \frac{\varepsilon_b \varepsilon_0 V_2 A_3}{d_c} \frac{dV_2(x)}{dx} \quad (3.12)$$

$$F_T = F_1 + F_2 + F_3 \quad (3.13)$$

Si noti come i primi due contributi (3.10) e (3.11), associati alle superfici di base, siano dovuti sia alle variazioni del potenziale che cade sul dielettrico sia alla variazione di capacità che di verifica durante il movimento. Mentre il contributo associato alla superficie superiore è solo causato dalla variazione di potenziale, essendo l'area A_3 e quindi la capacità ad essa associata costanti.

Inoltre come già detto nella precedente sezione, si sta trascurando il termine che definisce la spontanea creazione di carica $\gamma_{st,0}$ poiché reso trascurabile dalla presenza del dielettrico.

Si vuole ora utilizzare il modello per predire il moto della goccia nel tempo. Per fare ciò è necessario conoscere tutte le forze in gioco, comprese quelle che si oppongono al movimento.

Tra esse ci sono l'attrito con le superfici superiore e inferiore, l'attrito viscoso con il fluido circostante e l'attrito associato alla linea tripla (il confine tra le tre fasi). Da evidenze sperimentali [19] si trova che quest'ultima forma di attrito domina sulle altre. Il suo valore è proporzionale alla velocità della goccia e alla lunghezza della linea tripla:

$$F_{it} = \kappa v (4\pi r) \quad (3.14)$$

dove v è la velocità istantanea della goccia e κ è un coefficiente di natura empirica, stimato pari a $0,04 \text{Ns/m}^2$ sulla base di valori riportati in letteratura [11].

Si considera per semplicità solo questa forza dissipativa, sia perché, di fatto, è quella dominante sia perché il modello presentato verrà utilizzato per trarre conclusioni di natura statica.

Si può ora scrivere l'equazione che governa la cinetica del sistema:

$$m \frac{d^2 x}{dt^2} = F_T - F_{it} \quad (3.15)$$

3.2 VALUTAZIONI ANALITICHE DEL MODELLO

Verranno adesso presentate alcune considerazioni dedotte dall'applicazione del modello, descritto nel precedente paragrafo, a due casi realistici di elettrodi di forma quadrata. In modo particolare studieremo la dinamica di movimento in elettrodi quadrati e quadrati con confine interdigitato. Studieremo poi l'effetto dello spessore dei dielettrici. Per tutti questi studi considereremo una goccia di diametro di 1,5 mm. Per far ciò utilizzeremo un simulatore implementato in Matlab che acquisisce due immagini (la goccia e la forma del contatto), fornisce una stima della forza traente e ne traccia un grafico in funzione della posizione della goccia.

Verranno anche presentate delle simulazioni allo scopo di studiare il comportamento del modello al variare degli spessori dei dielettrici. Infine, ponendoci nel caso migliore, si userà il simulatore per fare un'analisi dinamica del movimento della goccia sui contatti.

3.2.1 SIMULAZIONE DELLA MATRICE DI ELETTRODI QUADRATI

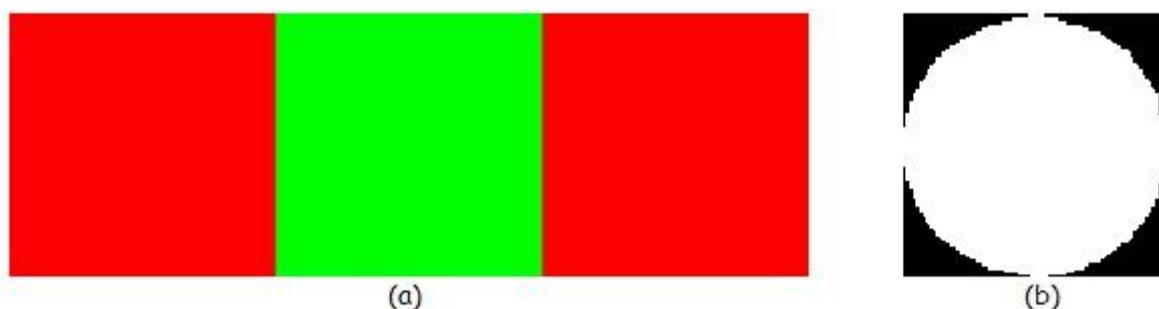


Figura 3.3 Elettrodi di lato 1,5mm, il verde è un elettrodo acceso e il rosso è spento(a), e la rappresentazione della goccia (b) usata nel modello.

Le immagini da passate al simulatore verranno prima convertite in bitmap (1bit) per la goccia e scala di grigi a 8bit per i contatti. In questo modo si riuscirà ad avere una tonalità di grigio diverso per i contatti accesi rispetto a quelli spenti. Tali immagini, una volta acquisite in matlab, verranno convertite in una matrice che contiene un valore intero da 0 a 255 per ogni pixel in base ai colori usati, mentre la matrice della goccia avrà valori logici 0 per il bianco e 1 per il nero.

Verrà allora simulato lo scorrimento della goccia sugli elettrodi e ad ogni passo, lungo un pixel, verranno calcolate aree e forze del modello prima descritto.

Per la simulazione si è scelto di usare dei pixel quadrati con lato $1\mu\text{m}$ come buon compromesso tra ridotti tempi di calcolo e precisione dei risultati ottenuti.

Usando gli elettrodi e la forma della goccia mostrati in Figura 3.3, si ottiene il seguente grafico:

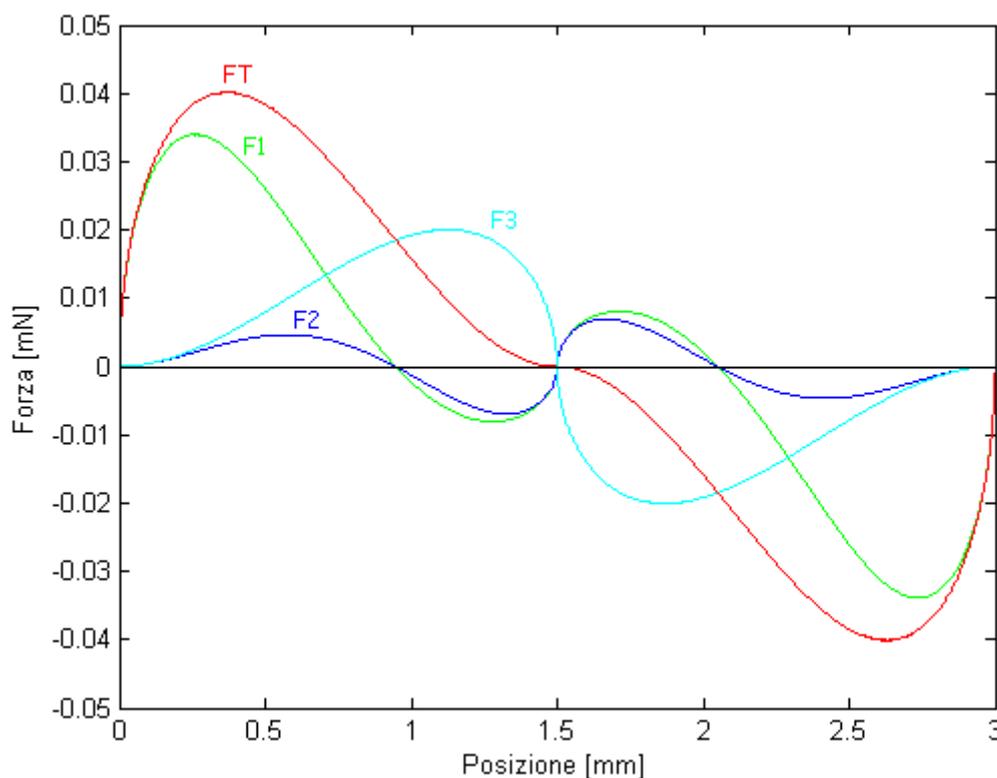


Figura 3.4 Il grafico mostra il valore delle tre componenti della forza (F_1 , F_2 ed F_3) al variare della posizione. La linea magenta rappresenta il valore della forza complessiva. I parametri considerati nel modello sono: dielettrici in SiNR ($\epsilon_r = 2.6$) sia superiore che inferiore entrambi di spessore $d=3\mu\text{m}$; densità del liquido, acqua, 1000kg/m^3 ; altezza del canale $50\mu\text{m}$; Tensione applicata di 100V.

Si può osservare che:

- Il punto $x=1,5\text{mm}$ (goccia completamente tralata sull'elettrodo attuato) è un punto di equilibrio stabile;
- Il punto $x=0\text{mm}$ (punto di partenza) è caratterizzato dal fatto che la forza totale traente è nulla e come nel caso precedente è un punto di equilibrio; in questo caso, però, risulta instabile: se la goccia si trova in questa posizione vi rimane per un tempo indeterminato, a meno che non venga fornita un'opportuna perturbazione.

In realtà il problema è aggirabile considerando una goccia lievemente più grande, per cui essa bagnerà anche gli elettrodi contigui. Anche in questo caso però il modulo della forza, nonostante sia non nullo, rimarrà comunque molto piccolo, rendendo difficoltoso lo spostamento iniziale della goccia.

3.2.2 SIMULAZIONE DELLA MATRICE DI ELETTRODI INTERDIGITATI

La configurazione mostrata in Figura 3.5 è stata ottenuta sulla base della precedente modificando la zona di confine tra due elettrodi che, in questo caso, sono stati resi interdigitati.

Questa struttura è pensata in maniera da aumentare il valore della forza traente quando la goccia si trova nella posizione iniziale.

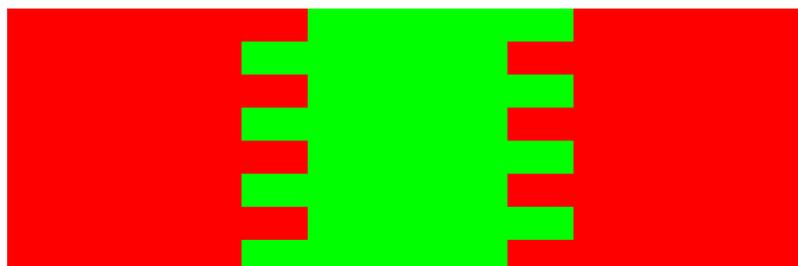


Figura 3.5 Configurazione ad elettrodi interdigitati; si considerino i medesimi valori del precedente paragrafo per tutti gli altri parametri.

In questo caso si ottiene il seguente grafico delle forze:

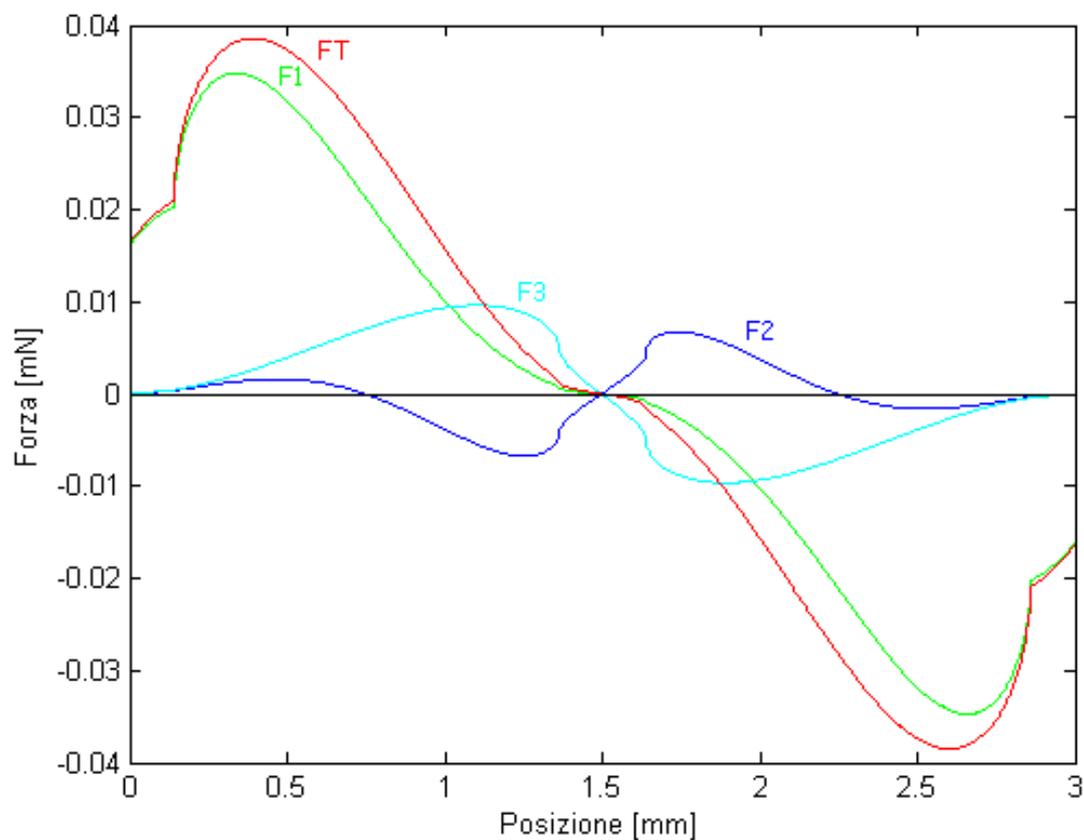


Figura 3.6 Il grafico mostra il valore delle tre componenti della forza (F_1 , F_2 ed F_3) al variare della posizione. La linea magenta rappresenta il valore della forza complessiva.

Si può osservare che:

- Il problema riscontrato in precedenza si è fortemente ridotto, in quanto il modulo della forza traente nella posizione iniziale è pari a circa la metà del suo valore di picco;
- Si nota però che la goccia avrà una rapida ed iniziale accelerazione ma poi la forza e quindi velocità e accelerazione diminuiscono fino ad annullarsi nel punto di arrivo; quindi la goccia raggiunge l'equilibrio molto lentamente; tale problema non è una caratteristica di questa configurazione in quanto anche nella precedente si osserva lo stesso fenomeno. Si può dimostrare che il fattore chiave è il rapporto tra lo spessore di dielettrico superiore rispetto a quello inferiore.

3.2.3 SIMULAZIONE DELLA VARIAZIONE DELLO SPESSORE DEI DIELETTRICI

Si considerino tutte le condizioni pari a quelle del paragrafo 3.2.2, fatta eccezione per il valore dello spessore del dielettrico superiore d_c . Ne risulta il seguente andamento delle forze:

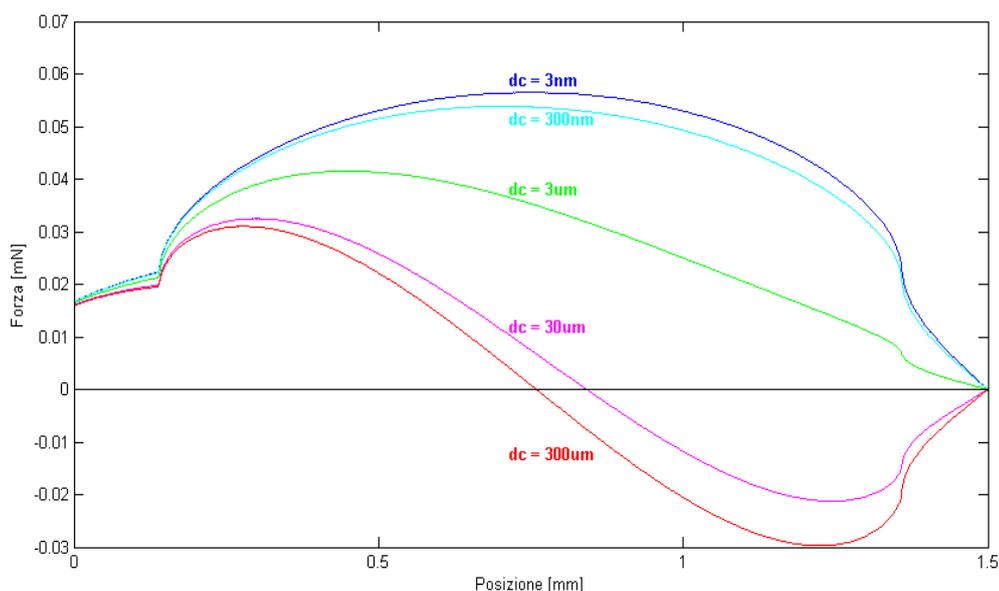


Figura 3.7 Il grafico mostra i valori della forza traente complessiva al variare della posizione; ogni curva è stata costruita per spessori d_c che sono indicati a fianco di ognuna.

Come si può osservare dal grafico in Figura 3.7, la situazione ideale si ha quando lo spessore del dielettrico superiore è trascurabile rispetto a quello dello strato inferiore. Allontanandoci da questa condizione, il modulo della forza diminuisce fino ad arrivare alla situazione limite per cui $d_b/d_c = 1$ (che corrisponde ai casi dei grafici precedenti, con $d_c = d_b = 3\mu\text{m}$).

Per valori inferiori di tale rapporto la forza non ha modulo positivo durante l'intero movimento, e ciò non garantisce il completo spostamento della goccia sull'elettrodo attuato. In particolare se d_b risulta trascurabile rispetto a d_c , il punto di equilibrio stabile si ha in $x=0,75\text{mm}$ e cioè esattamente in mezzo ai due elettrodi.

Una spiegazione di tale fenomeno si può anche cercare nel semplice modello capacitivo proposto. In modo particolare, si consideri la seguente figura:

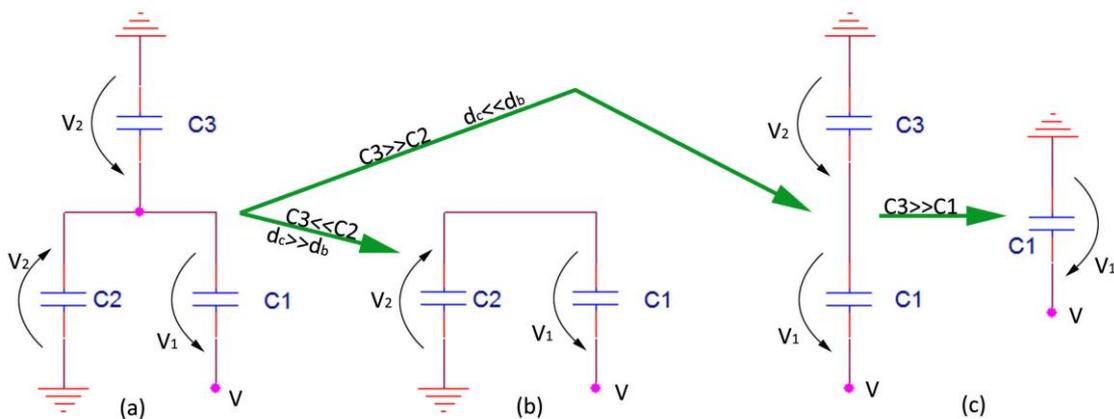


Figura 3.8 Il modello circuitale nel caso generale (a) si riduce a quello del caso (b) se lo spessore del dielettrico inferiore è piccolo rispetto a quello del dielettrico superiore. Nella condizione opposta si ha la situazione raffigurata nel caso (c).

Si consideri $d_c \gg d_b$, la capacità C_3 associata alla superficie della goccia a contatto con il controlettrodo sarà piccola rispetto alle altre capacità in gioco. Inoltre C_2 e C_3 risultano essere in parallelo (si ricordi che C_2 è la capacità associata all'elettrodo di partenza non attuato), per cui la capacità risultante sarà equivalente alla sola C_2 (caso b in figura). Questa configurazione è concettualmente la stessa che si avrebbe con l'elettrodo assente, in quanto la capacità ad esso associata non gioca alcun ruolo. Con questa analogia si riesce a capire in modo più intuitivo che il sistema, dal punto di vista energetico, è completamente simmetrico rispetto al piano $x=1,5\text{mm}$, dato che il fenomeno dell'electrowetting non distingue il segno della tensione applicata. La diretta conseguenza è che il punto di minima energia, dove la goccia tende a fermarsi, viene trovarsi esattamente a metà tra i due elettrodi.

All'estremo opposto, se $d_c \approx 0$, la capacità C_3 sarà molto elevata ed il parallelo con C_2 fornisce una capacità equivalente pari alla C_3 stessa. La partizione capacitiva si gioca ora tra C_1 e C_3 ma quest'ultima è infinitamente più grande della prima. La tensione applicata cade tutta sulla

superficie a contatto con l'elettrodo attuato (caso c in Figura 3.8). In termini matematici, le componenti F_2 ed F_3 diventano trascurabili (V_2 rimane sempre pari a 0). Per quanto riguarda F_1 in generale è somma di due componenti (equazione (3.10)): una positiva, dovuta all'aumento di area dell'elettrodo attuato che la goccia copre mentre si sposta; l'altra componente è invece negativa e dipende dalla diminuzione di V_1 che si ha a causa della progressiva riduzione della capacità C_2 . Questa seconda componente viene a mancare se $d_c \approx 0$, dato che V_1 al mancare di C_3 rimane costante e pari alla tensione applicata all'elettrodo attuato; dunque la forza complessiva risulta:

$$F_r = \frac{\epsilon_0 \epsilon_b V^2}{2d_b} \frac{dA_1(x)}{dx} \quad (3.16)$$

Facendo uno studio temporale dello spostamento della goccia si ottiene:

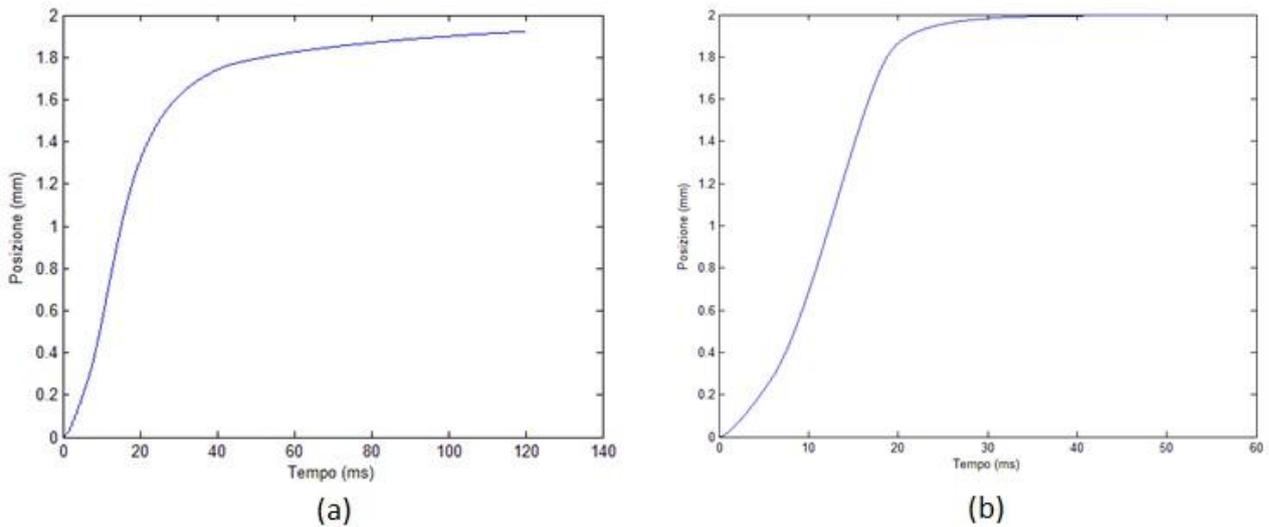


Figura 3.9 Andamento dello spostamento della goccia al variare del tempo; il grafico (a) si riferisce al caso in cui $d_c=d_b=3\mu\text{m}$; mentre nel caso (b) si ha $d_c \ll d_b$.

Ponendoci nelle condizioni favorevoli descritte in questo paragrafo, si elimina la parte lenta del transitorio mostrato in Figura 3.9a; la Figura 3.9b mostra l'evoluzione dello spostamento per $d_c=10\text{nm}$, e si osserva che la goccia si sposta interamente sull'elettrodo attuato dopo 30ms, mentre nelle condizioni precedenti si verifica che dopo 120ms non si ha la completa traslazione.

3.2.4 SIMULAZIONE MATRICE DI ELETTRODI A SPIRALE

Con lo scopo di voler eliminare un controelettrodo che si trova su un piano diverso da quello degli elettrodi, si è studiata una configurazione innovativa che permette una notevole semplificazione del processo produttivo.

Si è dunque arrivati alla configurazione a spirale mostrata nella Figura 3.10 che permette ancora l'uso di un solo controelettrodo.

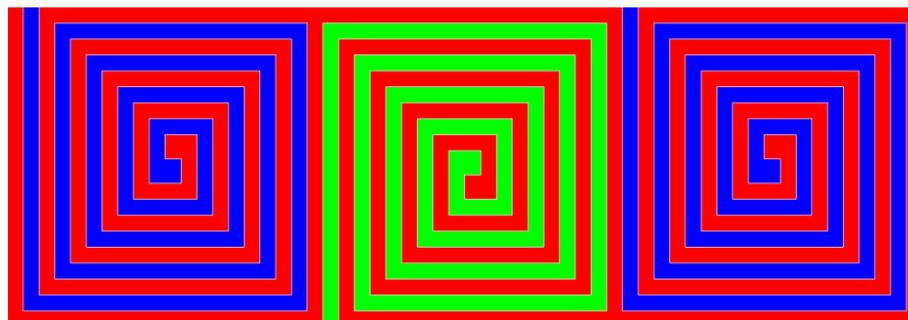


Figura 3.10 Configurazione con elettrodo a spirale. In rosso è mostrato il controelettrodo comune a tutti i contatti; in verde il contatto attuato e in blu i due contatti adiacenti spenti. Le dimensioni delle piste sono di $72\mu\text{m}$, con un isolamento di $3\mu\text{m}$, per una totale di 1,5 mm di lato per ogni contatto.

Il modello prima descritto non è utilizzabile in questa configurazione, ma deve essere ad essa adattato; infatti, in mancanza del controelettrodo superiore la capacità C3 viene a mancare così come la forza F3 (verranno poste a zero per questa simulazione).

Nelle prossime due figure verranno presentate in ordine il grafico delle forze ottenuto dalla simulazione (Figura 3.11) e un confronto con la forza traente ottenuta nel primo caso con elettrodi quadrati semplici (Figura 3.12).

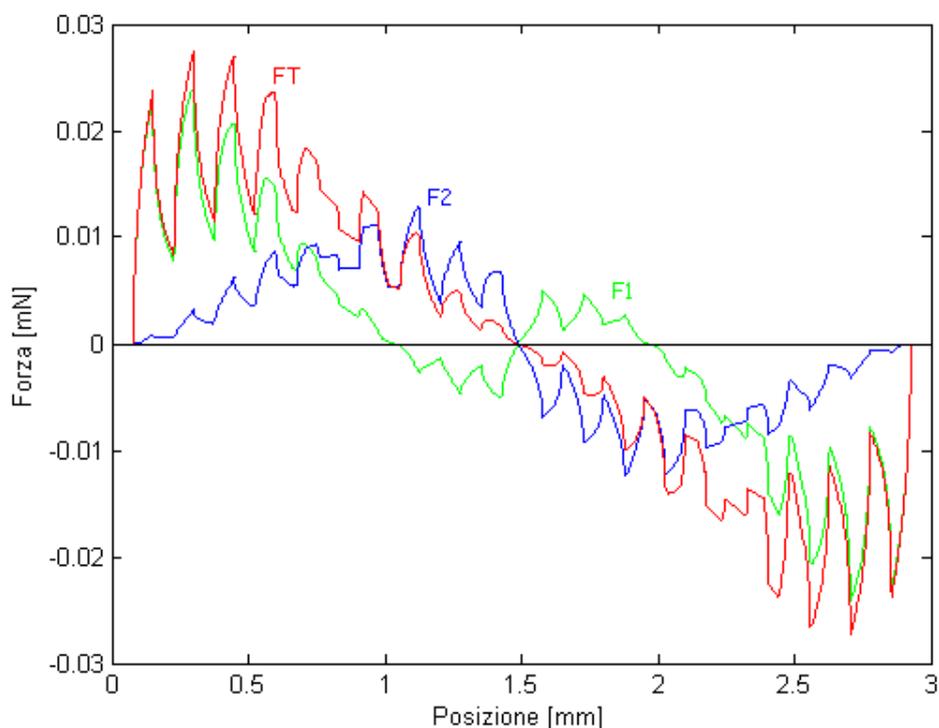


Figura 3.11 Il grafico mostra il valore delle tre componenti della forza (F_1 , F_2 ed F_3) al variare della posizione sugli elettrodi a spirale. La linea rossa rappresenta il valore della forza complessiva. I parametri considerati nel modello sono: dielettrico in SiNR ($\epsilon_r=2,6$) spessore $d=3\mu\text{m}$; densità del liquido, acqua, $1000\text{kg}/\text{m}^3$; altezza del canale $50\mu\text{m}$.

L'evoluzione della forza traente mostrata in Figura 3.11 è diversa da quella finora osservate; in modo particolare essa ha delle brusche variazioni dovute alle repentine e ripetute alternanze di zone idrofobiche e idrofiliche. Nonostante ciò si può notare che il valor medio segue l'andamento dei casi precedenti.

Inoltre, come si può notare dalla Figura 3.10, le aree che occupano sia i contatti sia il controlettrodo si sono circa dimezzate; dunque, anche il valore della forza traente risulterà dimezzato, a parità di dimensioni dei contatti. Per questo motivo, le prestazioni che tale dispositivo può raggiungere saranno minori rispetto ai precedenti.

Il grafico in Figura 3.12 mette a confronto i valori della forza traente nei casi di elettrodi quadrati ed elettrodi a spirale mentre tutti gli altri parametri vengono mantenuti uguali. Come dedotto dalle considerazioni precedenti, la forza nel caso di elettrodi a spirale risulta essere circa la metà della prima.

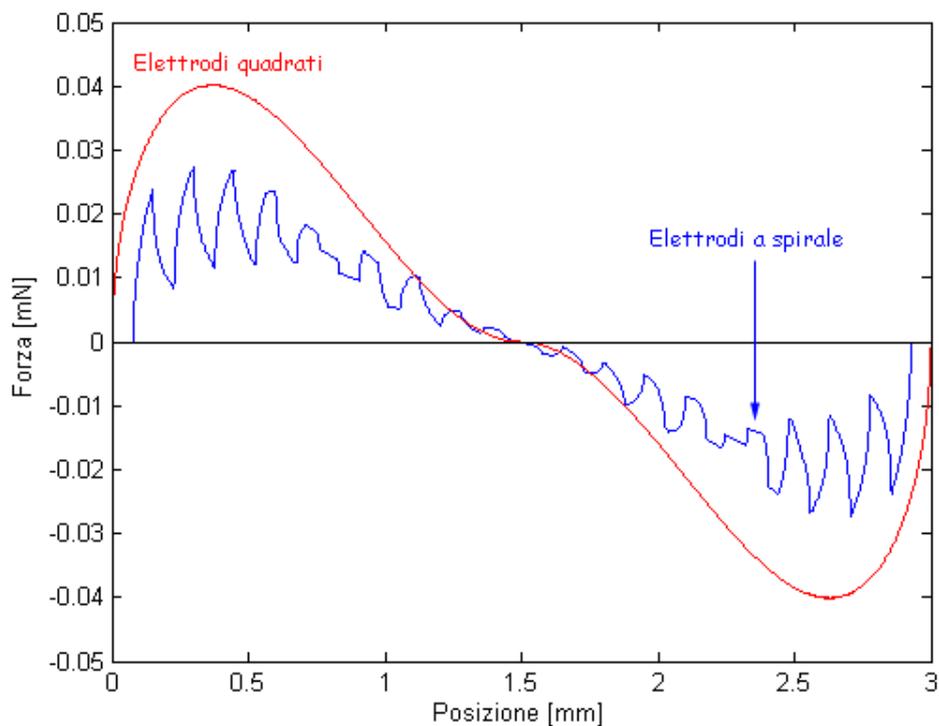


Figura 3.12 Confronto tra le forze traenti nel caso di elettrodi a spirale e quadrati.

3.2.5 CONCLUSIONI SULLA TRATTAZIONE ANALITICA

È utile sottolineare quali sono gli aspetti importanti emerse dall'analisi del modello:

- **Interdigitazione degli elettrodi:** facendo in modo che ogni elettrodo compenetri con quelli adiacenti, si favorisce la fase iniziale del movimento aiutando a vincere le forze di attrito statiche;
- **Spessore del dielettrico superiore:** deve essere tendenzialmente nullo. Nella pratica ciò non è possibile poiché viene depositato uno strato che rende idrofobico anche il contro elettrodo; in ogni caso tale strato dovrà essere il più sottile possibile.
- **Spessore del dielettrico inferiore:** come si può notare dall'equazione (3.16), la forza traente ottenuta è inversamente proporzionale allo spessore del dielettrico isolante di base che dovrà quindi essere il più sottile possibile. Esso però avrà due limiti inferiori, uno è lo spessore del contro elettrodo o meglio si dovrà avere $d_b/d_c \gg 1$; il secondo, invece, è il limite dettato dal breakdown del dielettrico con conseguente elettrolisi all'interno del liquido.

- **Tensione di attuazione:** l'abbassamento della tensione superficiale a mezzo electrowetting dipende dal quadrato della tensione applicata, e come diretta conseguenza, anche la forza traente avrà lo stesso andamento. In generale all'aumentare del potenziale applicato si ha un aumento delle prestazioni del dispositivo. Sarà ancora il fenomeno di breakdown del dielettrico a porre un limite superiore alle tensioni e quindi alle prestazioni. Si nota quindi come un buon dielettrico, con alta tensione di breakdown, è necessario in questo tipo di applicazioni.
- **Elettrodi a spirale:** questa configurazione presenta delle potenziali prestazioni indubbiamente inferiori rispetto alle strutture con contro elettrodo superiore. Il vantaggio che però ci ha spinti alla sua progettazione è di ottenere un flusso di processo decisamente più semplice da implementare. Tale semplificazione è data dall'assenza di uno strato metallico sulla sezione superiore.

CAPITOLO 4

REALIZZAZIONE DEI DISPOSITIVI

4.1 INTRODUZIONE

Verranno adesso mostrati gli elementi necessari per la realizzazione di dispositivi basati su electrowetting. Di ogni elemento verranno presentate le implementazioni fatte durante il lavoro di tesi.

4.2 ELEMENTI COSTITUTIVI DEI DISPOSITIVI

Gli elementi principali che caratterizzano un dispositivo electrowetting sono:

- *La matrice di elettrodi:* come già accennato in precedenza, con un singolo elettrodo si riesce a variare solo l'angolo di contatto. Per movimentare volumi di liquido si rende necessaria una matrice di elettrodi singolarmente indirizzabili. Essa può essere realizzata su differenti substrati e con svariate tecnologie, ciascuna con pregi e difetti legati sia a prestazioni sia a costi e semplicità realizzativa. Verrà inoltre fatto uno studio sulla disposizione dei singoli elettrodi all'interno della matrice scegliendo tra le varie possibilità, alcuni layout da realizzare.
- *La funzionalizzazione delle superfici:* a differenza dei primi esperimenti, la quasi totalità degli attuali dispositivi presenta uno o più strati di materiali dielettrici. Tale scelta è stata intrapresa in quanto, con la presenza di uno strato isolante, si hanno almeno due evidenti vantaggi: il primo è che si isola elettricamente la soluzione impedendo l'insorgere di elettrolisi che danneggerebbe il dispositivo; il secondo vantaggio è legato al mantenimento delle prestazioni teoriche in quanto, se ci portiamo in una condizione di alte tensioni e quindi elevata bagnabilità, l'angolo di contatto andrebbe a saturare. Ricoprendo quindi la superficie con uno strato idrofobico, si può contare su un alto angolo di contatto in assenza di tensione che verrà ridotto via electrowetting rimanendo lontani dalla regione di saturazione.
- *La struttura fluidica:* per permettere il contenimento e l'eventuale canalizzazione del fluido all'interno del dispositivo è necessario uno strato strutturale che separi il layer di base, con la matrice di elettrodi, da quello superiore. Si è inoltre cercato un materiale che permettesse il "bonding" tra i due strati, in modo da avere un chip definitivamente chiuso.
- *Lo strato superiore:* questo importante elemento ha prima di tutto funzione strutturale in quanto permette di sigillare il dispositivo. Inoltre, poiché il layer fluidico ha in genere spessore molto ridotto, risulterebbe difficoltoso realizzarvi gli inlets, i quali verranno

dunque ricavati sullo strato superiore. Esso può anche avere un ruolo nel funzionamento elettrico del dispositivo poiché può costituire anche il contatto superiore (controlettrodo); non tutti i dispositivi costruiti sono stati progettati con questa struttura, infatti, si è cercato un modo per integrare il controlettrodo sullo stesso piano della matrice degli elettrodi.

4.3 ANALISI E PROPRIETÀ DEI MATERIALI USATI

In questa sezione s'introducono e si descrivono i materiali presi in considerazione per la passivazione delle superfici e per lo strato idrofobico.

In ambito di progettazione di un dispositivo, si è agito in due modi:

- Prevedere due strati di funzionalizzazione: uno passivante e uno idrofobico; in questo caso il vantaggio è di avere una scelta notevolmente ampia per lo strato isolante: si può scegliere un materiale con elevata costante dielettrica ed elevato campo di breakdown abbassando in modo consistente la tensione di funzionamento necessaria.
- in alternativa è possibile utilizzare un unico materiale dielettrico con caratteristiche idrofobiche; in questo caso, invece, si ha il vantaggio di avere un processo meno complesso per la produzione del dispositivo.

Durante il lavoro di tesi si sono studiati i comportamenti dei seguenti materiali:

- Ossido di silicio da sputtering;
- Polyimide HD8820;
- Teflon AF1600;
- SiNR 3570;

Prima di entrare nel merito di ognuno di essi, introduciamo le proprietà di nostro interesse.

PASSIVAZIONE

Come già accennato nella sezione 2.3, i primi esperimenti sull'electrowetting erano caratterizzati dal diretto contatto tra la soluzione elettrolitica (in genere mercurio) e l'elettrodo metallico. In questo tipo di configurazione non è impossibile applicare tensioni maggiori di qualche decimo di volt a causa dei fenomeni di elettrolisi che iniziano a insorgere anche a potenziali applicati molto bassi. Per evitare tutto ciò, nelle odierne configurazioni si utilizzano elettrodi metallici ricoperti da un film dielettrico, che ha lo scopo di isolare elettricamente la soluzione impedendo il verificarsi dell'elettrolisi. Lo spessore del film dielettrico ha forti implicazioni sul funzionamento e sulle

prestazioni del dispositivo realizzato come si può evincere dall'equazione (2.9) qui di seguito riproposta:

$$\Delta \cos \theta = \cos \theta - \cos \theta_0 = \frac{\epsilon_0 \cdot \epsilon_f}{2d \cdot \gamma_f} V^2 \quad (4.1)$$

dove θ_0 e θ sono i valori dell'angolo di contatto rispettivamente in assenza di tensione applicata e a potenziale V , mentre d è lo spessore del film. Per riuscire a movimentare volumi di fluido, come già detto, è necessario avere una differenza di angolo di contatto di almeno a 40° . Ricordiamo che per avere una certa variazione di angolo di contatto $\Delta(\cos \theta)$, è necessario applicare una tensione V pari a:

$$V = \sqrt{\frac{2d\gamma_{lv}(\Delta \cos \theta)}{\epsilon_0 \epsilon_d}} \quad (4.2)$$

Si è portati quindi a dedurre che per avere forti variazioni di angolo di contatto applicando tensioni ridotte, sia necessario adottare un film il più sottile possibile, ma sarebbe una conclusione errata. Il potenziale, infatti, cade tutto a ridosso del dielettrico, per cui a parità di tensione V applicata il modulo del campo elettrico E nel film cresce in modo inversamente proporzionale allo spessore di quest'ultimo:

$$E = V/d \quad (4.3)$$

La tensione massima V_{\max} applicabile al dispositivo è quella per cui il campo elettrico assume il valore critico di breakdown E_{bd} :

$$V_{\max} = E_{bd} \cdot d \quad (4.4)$$

Il valore dello spessore del dielettrico non può essere scelto troppo piccolo altrimenti l'attuazione si avrebbe per tensioni superiori a quella di breakdown, ma neanche troppo alto se si vuole mantenere una bassa tensione di alimentazione.

Dunque, dobbiamo ricercare dei materiali che abbiano:

- Alta costante dielettrica;
- Alto campo di breakdown;

IDROFOBICIZZAZIONE

L'altro fenomeno avente forte influenza sul funzionamento dei dispositivi è la saturazione dell'angolo di contatto, già introdotta nel paragrafo 2.3.2.

Il fenomeno della saturazione diviene sempre più importante man mano che ci si avvicina ad una situazione di completa bagnabilità. Per questo motivo è conveniente che la superficie a contatto con la soluzione sia per sua natura idrofobica, in modo da avere un angolo di contatto, in assenza di tensione applicata, il più elevato possibile e ridurre il fenomeno di saturazione. Sarà per questo motivo introdotto uno strato idrofobico in aggiunta o in sostituzione di quello isolante.

Verrà di seguito proposta un'analisi dei tre materiali presi in considerazione.

4.3.1 OSSIDO DI SILICIO DA SPUTTERING

L'ossido di silicio (SiO_2) è il dielettrico più usato nell'industria della microelettronica, in modo particolare trova largo impiego come ossido di isolamento all'interno di circuiti integrati e l'ossido di gate del transistor MOSFET. Inoltre, la sua alta tensione di rottura insieme ad un'elevata costante dielettrica lo rendono un buon candidato per la nostra applicazione.

Le sue caratteristiche dielettriche sono:

- Alto campo elettrico di rottura, circa $500\text{V}/\mu\text{m}$ per uno strato depositato per sputtering [30];
- Costante dielettrica relativa pari a 3,9;

Mentre per quanto riguarda la sua bagnabilità, si è osservato sperimentalmente un angolo di contatto iniziale pari a circa 40 gradi. [paragrafo 7.3]

Mettiamo adesso a confronto le equazioni (4.2) e (4.4) caratterizzandole con le proprietà del nostro materiale.

Com'è possibile notare dal grafico si può ottenere l'attuazione senza incorrere nel breakdown per uno spessore maggiore di 4 nm.

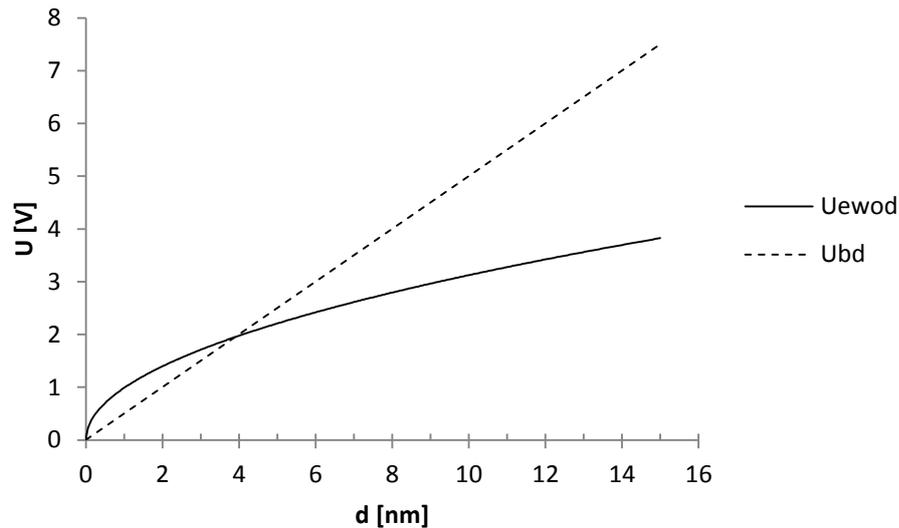


Figura 4.1 Nel grafico sono stati rappresentati sia la tensione di breakdown (linea tratteggiata) che la tensione necessaria ad avere 40° di variazione di angolo di contatto (linea continua) al variare dello spessore di un possibile strato di isolamento con SiO_2 . I valori utilizzati per i calcoli sono $\epsilon_r = 3,9$, $E_{bd} = 500\text{V} / \mu\text{m}$, $\sigma_{lv} = 0.072\text{J} / \text{m}^2$ e $\theta_0 = 40^\circ$.

4.3.2 POLYIMIDE HD8820

Il polyimide HD8820 è un materiale polimerico composto da PBO (polybenzobisoxazolo) e viene largamente utilizzato per le passivazioni [31].

Vengono di seguito riportate le sue proprietà più rilevanti che riguardano sia il comportamento dielettrico che idrofobico:

- L'angolo di contatto misurato in assenza di campo elettrico è di circa 80° [paragrafo 7.2];
- Il valore di campo elettrico di breakdown è pari a $470\text{V}/\mu\text{m}$;
- Costante dielettrica pari a 2,94;

Questi ultimi due valori sono riportati dai datasheet forniti dal produttore. Dal grafico in figura si può dedurre il minimo spessore oltre il quale si riesce ad ottenere la movimentazione del liquido senza incorrere nel breakdown è di circa 15nm.

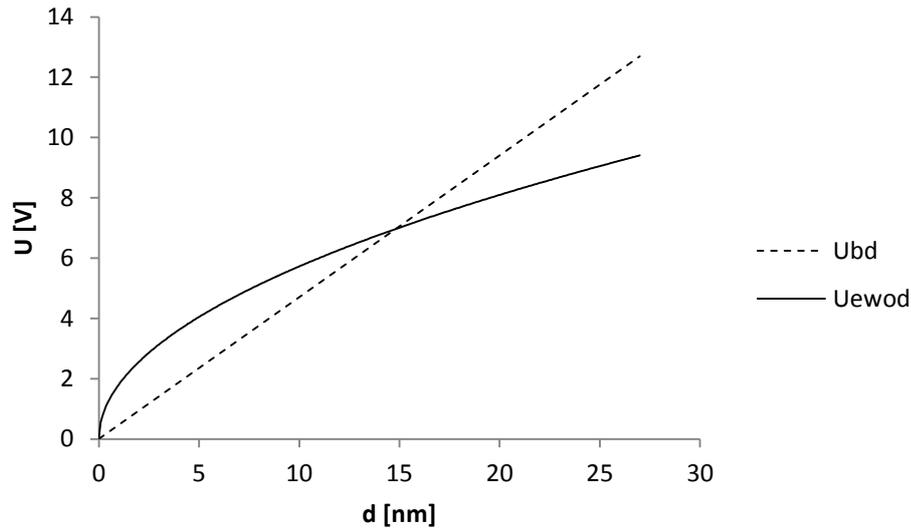


Figura 4.2 Nel grafico sono stati rappresentati sia la tensione di breakdown (linea tratteggiata) che la tensione necessaria ad avere 40° di variazione di angolo di contatto (linea continua) al variare dello spessore di un possibile strato di isolamento con Polyimide HD8820. I dati usati per i calcoli sono $\epsilon_r = 2,94$, $E_{bd} = 470V / \mu m$, $\sigma_{iv} = 0.072J / m^2$ e $\theta_0 = 80^\circ$.

4.3.3 TEFLON AF1600

Il politetrafluoroetilene (PTFE) altrimenti noto con il nome commerciale di teflon è uno dei materiali polimerici più usati nell'industria per il rivestimento di superfici sottoposte ad alte temperature alle quali si richiede una "antiaderenza" e una buona inerzia chimica.

Le principali proprietà di tale materiale sono:

- *Elevata inerzia chimica*: non viene aggredito dalla quasi totalità dei composti chimici a parte quelli a base di fluoro; inoltre non modifica i fluidi con il quale viene a contatto;
- *Buone qualità dielettriche*: $\epsilon_r = 2$ e campo elettrico di breakdown di circa $200V/\mu m$;
- È uno dei materiali con *coefficiente d'attrito* più basso;
- È *idrofobico*: l'angolo di contatto misurato è circa di 120° [Tabella 7.2];

Dati riportati nei datasheet forniti dal produttore[32].

Per la nostra applicazione prendiamo in considerazione il *Teflon AF 1600* prodotto da Dupont®.

Il Teflon-AF è una famiglia di fluoro-polimeri amorfi che, a differenza delle altre famiglie, è solubile in un composto perfluorurato (Fluorinert FC77 commercializzato da Sigma Aldrich).

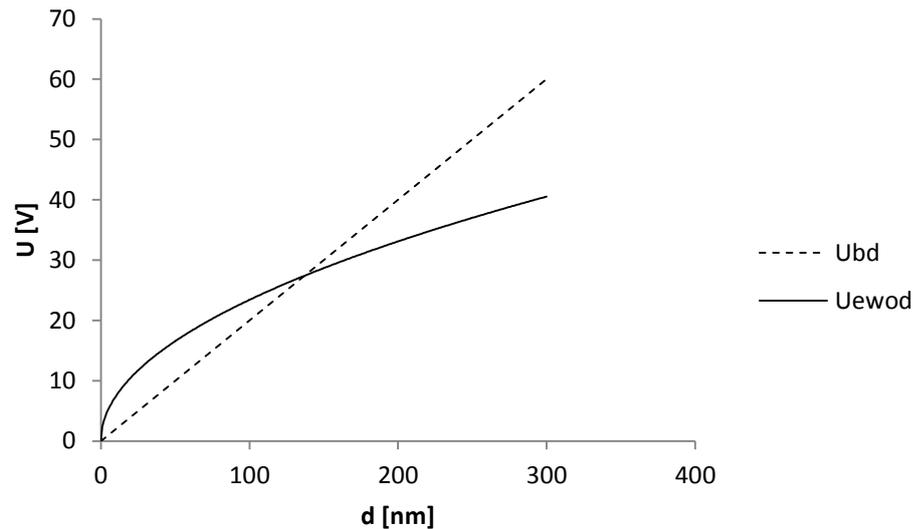


Figura 4.3 Nel grafico sono stati rappresentati sia la tensione di breakdown (linea tratteggiata) che la tensione necessaria ad avere 40° di variazione di angolo di contatto (linea continua) al variare dello spessore di Teflon. I valori utilizzati per i calcoli sono $\epsilon_r = 2$ $E_{bd} = 200V / \mu m$ $\sigma_{iv} = 0.072J / m^2$ $\theta_0 = 120^\circ$.

In questo caso il minimo spessore risulta essere di circa 150nm.

4.3.4 SiNR 3570

Il SiNR è un polimero fotodefinibile prodotto da Shin-Etsu. È formato da una catena lineare con base di silossano, altrimenti noto come silicone, alla quale è aggiunto un legame armonico resistente alle alte temperature. È anche presente un componente che lo rende sensibile alla luce ultravioletta la quale innesca un processo di crosslinking [33].

In Figura 4.4 è presentato uno schema della struttura chimica del SiNR e in Figura 4.5 è mostrato il processo di crosslinking.

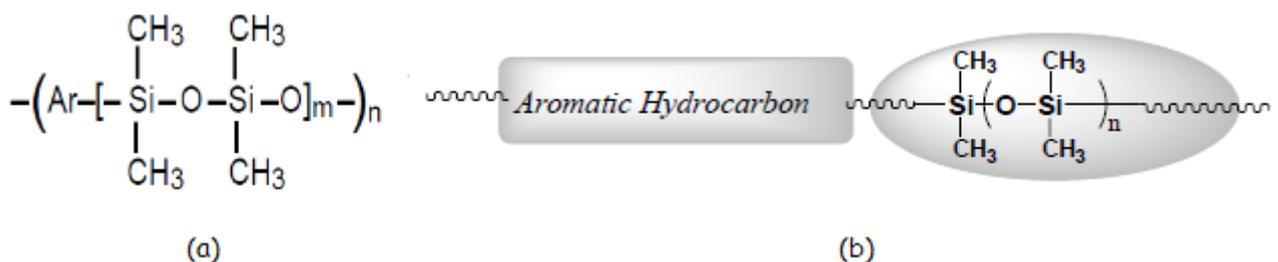


Figura 4.4 Schematizzazione della struttura chimica del cuore della molecola di SiNR in figura (a) mentre in figura (b) viene evidenziata la coda aromatica ad essa aggiunta.

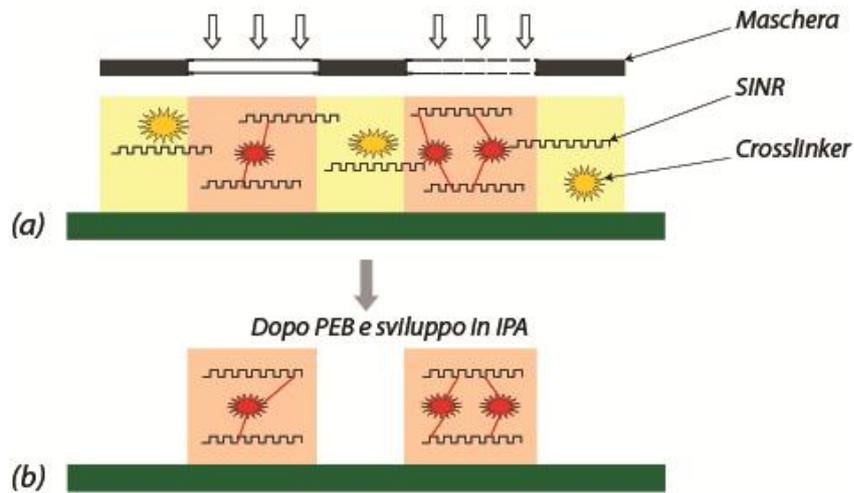


Figura 4.5 Descrizione del processo di crosslinking; viene mostrato come il crosslinker forma dei legami stabili solo nelle zone esposte alla radiazione ultravioletta.

Come si evince dalla precedente figura, risulta essere un resist negativo.

Il prodotto preso in considerazione è il SiNR 3570 di cui viene adesso proposta un'analisi delle caratteristiche:

- Disponibile in dry film, applicabile per laminazione, o liquido, depositabile via spin-coating;
- La costante dielettrica pari a 2,6 e campo elettrico di rottura fino a $280\text{V}/\mu\text{m}$ [34];
- L'angolo di contatto misurato è di circa 100° [Tabella 7.2];

Il valore del minimo spessore in questo caso risulta essere di circa 50nm, come si può dedurre da seguente grafico.

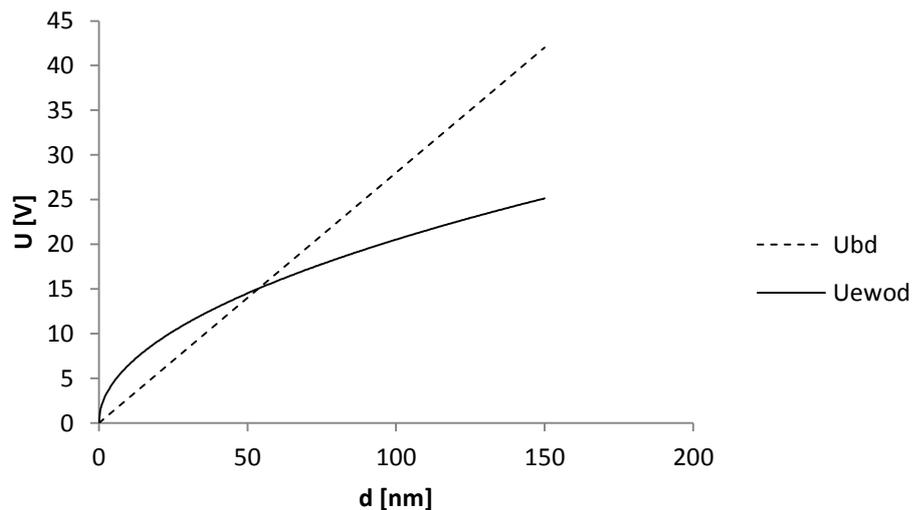


Figura 4.6 Nel grafico sono stati rappresentati sia la tensione di breakdown (linea tratteggiata) che la tensione necessaria ad avere 40° di variazione di angolo di contatto (linea continua) al variare dello spessore di SiNR. I valori utilizzati per i calcoli sono $\epsilon_r = 2.6$, $E_{bd} = 280\text{V}/\mu\text{m}$, $\sigma_{iv} = 0.072\text{J}/\text{m}^2$ e $\theta_0 = 100^\circ$.

4.4 FLUSSI DI PROCESSO

INTRODUZIONE

In questa sezione verranno descritti i diversi flussi di processo, sviluppati durante il lavoro di tesi, per la fabbricazione dei dispositivi basati su electrowetting.

Le operazioni sono state svolte in parte nel laboratorio More than Moore di STMicroelectronics, in parte al centro di micro e nanotecnologie (CMi) del politecnico di Losanna (Ecole Polytechnique Federale de Lausanne, EPFL), grazie alla collaborazione firmata con ST. I dispositivi sono stati realizzati da wafers da 4 pollici, in silicio o in vetro a seconda del flusso di processo seguito.

Ogni flusso di processo si può dividere idealmente in due parti principali:

- La prima comprende le lavorazioni sul wafer inferiore e quindi la definizione della matrice di elettrodi e la sua passivazione e/o idrofobizzazione;
- La seconda, invece, le lavorazioni sulla parte superiore dei dispositivi, fatta su wafers o su dispositivi singolari, ed il bonding con la parte inferiore.

4.4.1 MASCHERE

Prima di descrivere i flussi di processo in dettaglio, presentiamo i metodi utilizzati per la definizione delle maschere usate nei processi litografici successivi.

Esse saranno prodotte a partire da un substrato di quarzo il quale sarà ricoperto da uno strato di cromo; successivamente si è effettuata la fotolitografia tramite una *laser writing* per poi procedere con l'attacco del cromo e la rimozione del resist.

Seguendo il flusso di processo descritto in Tabella 4.1 si sono prodotte le seguenti maschere:

- Maschera 1: layout dei contatti;
- Maschera 2: Layout pad;
- Maschera 3: layout della fluidica;
- Maschera 4: layout dei pad e degli inlet;

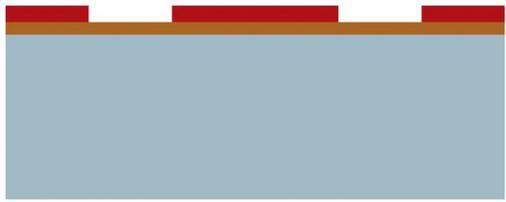
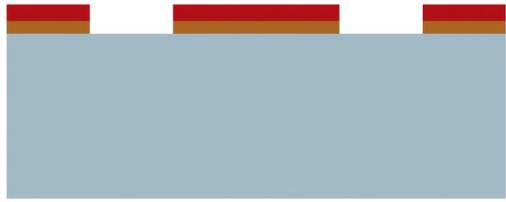
STEP	Descrizione	Cross-section dopo il processo
1	<p><i>Substrato:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Quarzo - Spessore 2 mm <p><i>Deposizione:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Cromo - Spessore 100 nm 	 <ul style="list-style-type: none"> Cr Quarzo
2	<p><i>Fotolitografia:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Coating resist (AZ 1518); - Esposizione: Maskless; - Sviluppo: TMAH. 	 <ul style="list-style-type: none"> Resist Cr Quarzo
3	<p><i>Attacco chimico cromo:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Chrome Etcher $(\text{NH}_4)_2\text{Ce}(\text{NO}_3)_6 + \text{HClO}_4$ 	 <ul style="list-style-type: none"> Resist Cr Quarzo
4	<p><i>Rimozione del resist</i></p>	 <ul style="list-style-type: none"> Cr Quarzo

Tabella 4.1 Flusso di processo per la produzione delle maschere.

4.4.2 WAFER INFERIORE

In questa sezione sono presentati i flussi di processo per la lavorazione del wafer inferiore in cui saranno ottenuti gli elettrodi. Saranno esplorate tutte le tecnologie considerate al variare del conduttore utilizzato (oro o alluminio) e dei vari materiali usati per gli strati di funzionalizzazione superficiale.

PROCESSO 1: ORO - POLYIMIDE.

Il primo processo messo a punto prevede dei contatti in oro con passivazione/idrofobizzazione in polyimide HD8820. La scelta di questa tecnologia, e in modo particolare dell'oro come materiale metallico, è stata intrapresa per testare il comportamento del polyimide che prevede delle fasi di

polimerizzazione ad alte temperature (350 gradi) per cui si rende necessario un metallo che non si ossidi durante questi trattamenti. Dunque, le caratteristiche di alta resistenza all'ossidazione e alla corrosione rendono l'oro il candidato ideale per la nostra applicazione.

Questa decisione comporta anche due principali svantaggi:

- L'oro è anche molto difficile da attaccare chimicamente, dovrà essere studiata una particolare soluzione di acidi adatta a questo scopo, l'acqua *regia*.
- Un altro problema, diretta conseguenza delle proprietà prima descritte, è che una superficie ricoperta d'oro presenta un'adesione difficoltosa. Per questo motivo la probabilità di comparsa di pin-hole, già alta, viste le grandi dimensioni degli elettrodi, viene aumentata ulteriormente. Con il termine pin-hole, si indicano le difettosità caratteristiche della deposizione di materiali via spin coater, si presentano come dei forellini e la loro comparsa dipende dalle dimensioni della superficie da ricoprire e dalle sue proprietà di adesione.

In Tabella 4.2 è riportato l'intero flusso di processo a partire dalla deposizione di oro per sputtering fino alla passivazione in polyimide; per quanto riguarda la fotolitografia, sono state usate le procedure standard già descritte per la creazione delle maschere.

STEP	Descrizione	Cross-section dopo il processo
1	<p><i>Substrato:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Vetro float <p><i>Deposizione:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Ti per sputtering - Spessore 10nm <p>(Layer di adesione)</p>	 <p>Legend: Ti Vetro</p>
2	<p><i>Deposizione:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Oro per sputtering - Spessore 100nm 	 <p>Legend: Oro Ti Vetro</p>

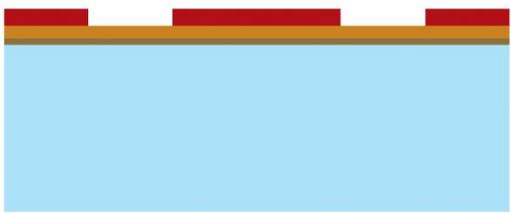
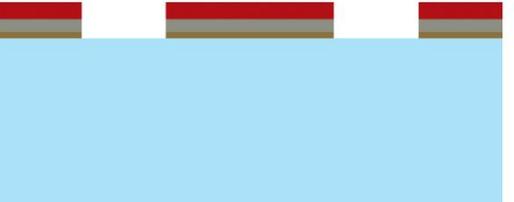
3	<p><i>Fotolitografia:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Resist AZ 4533 - Maschera 1; 	 <ul style="list-style-type: none"> █ Resist █ Oro █ Ti █ Vetro
4	<p><i>Oro Wet Etch:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Acqua Régia 	 <ul style="list-style-type: none"> █ Resist █ Oro █ Ti █ Vetro
5	<p><i>Rimozione del resist</i></p>	 <ul style="list-style-type: none"> █ Oro █ Ti █ Vetro
6	<p><i>Deposizione Polyimide (HD8820):</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Spin coater; - Spessore 4µm. 	 <ul style="list-style-type: none"> █ Polyimide █ Oro █ Ti █ Vetro
7/8	<p><i>Esposizione:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Maschera 2; <p><i>Sviluppo:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - TMAH (4%). 	 <ul style="list-style-type: none"> █ Polyimide █ Oro █ Ti █ Vetro

Tabella 4.2 Flusso di processo per la lavorazione del wafer inferiore per ottenere elettrodi in oro con passivazione in polyimide HD8820.

PROCESSO 2: ALLUMINIO – SiO₂ – PTFE.

Intraprendendo una strada che ci porterà a un flusso di processo semplice ed essenziale, si è passati ad usare l'alluminio come strato metallico; infatti questo presenta un attacco chimico standard con maggior controllo e robustezza.

In questo caso non potrà essere usato il polyimide come strato passivante poiché gli step di polimerizzazione a esso necessari degraderebbero l'alluminio stesso. Dunque, usando tale metallo si testeranno diversi metodi di funzionalizzazione, in modo particolare il primo, descritto nel flusso di processo di Tabella 4.3, prevede una passivazione con ossido di silicio e uno strato idrofobico molto sottile di teflon. Quest'ultimo è stato ottenuto tramite spin-coating e da una soluzione di teflon AF1600 in Fluorinert FC77 in rapporto 1:50.

STEP	Descrizione	Cross-section dopo il processo
1	<p><i>Substrato:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Vetro float <p><i>Deposizione:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Ti per sputtering - Spessore 10nm - (Layer di adesione) 	 <ul style="list-style-type: none"> ■ Ti ■ Vetro
2	<p><i>Deposizione:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Al per sputtering - Spessore 100nm 	 <ul style="list-style-type: none"> ■ Al ■ Ti ■ Vetro
3	<p><i>Fotolitografia:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Resist AZ 4533 - Maschera 1; 	 <ul style="list-style-type: none"> ■ Resist ■ Al ■ Ti ■ Vetro
4	<p><i>Al Wet Etch:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - ANP 	 <ul style="list-style-type: none"> ■ Resist ■ Al ■ Ti ■ Vetro

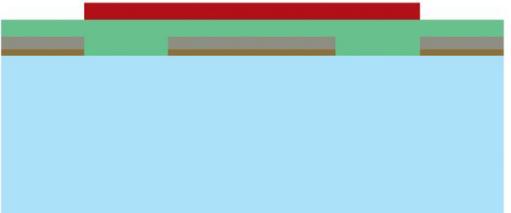
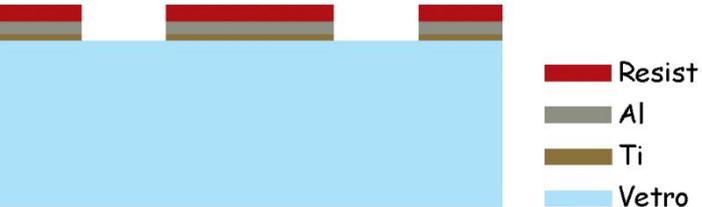
5	Rimozione resist	 <ul style="list-style-type: none"> Al Ti Vetro
6	Deposizione - SiO ₂ da sputtering; - Spessore 1µm;	 <ul style="list-style-type: none"> SiO₂ Al Ti Vetro
7	Fotolitografia: - Resist AZ 4533 - Maschera 2;	 <ul style="list-style-type: none"> Resist SiO₂ Al Ti Vetro
8/9	Wet etch ossido: - BHF; Rimozione resist	 <ul style="list-style-type: none"> SiO₂ Al Ti Vetro
10	Deposizione: - PTFE AF1600; - Spin-coater;	 <ul style="list-style-type: none"> PTFE SiO₂ Al Ti Vetro
11	Dry Etch PTFE: - O ₂ plasma; - Hard mask;	 <ul style="list-style-type: none"> PTFE SiO₂ Al Ti Vetro

Tabella 4.3 Flusso di processo per la lavorazione del wafer inferiore per ottenere elettrodi in alluminio, passivazione in SiO₂ e strato idrofobico in Teflon AF1600.

PROCESSO3: ALLUMINIO –TEFLON.

Allo scopo di ridurre gli step di processo, se ne presenta una variante di quello descritto in precedenza che consiste nell'adottare un unico materiale per la funzionalizzazione della superficie. Non potendo però utilizzare l'ossido di silicio, poiché idrofilico, si propone un primo metodo che consiste in un coating con un unico strato di teflon che, in questo caso, sarà ottenuto per spin coating di una soluzione concentrata (100%) di teflon AF1600.

Il processo dettagliato può essere consultato in Tabella 4.4.

STEP	Descrizione	Cross-section dopo il processo
1	<p><i>Substrato:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Vetro float <p><i>Deposizione:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Ti per sputtering - Spessore 10nm - (Layer di adesione) 	 <ul style="list-style-type: none"> ■ Ti ■ Vetro
2	<p><i>Deposizione:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Al per sputtering - Spessore 100nm 	 <ul style="list-style-type: none"> ■ Al ■ Ti ■ Vetro
3	<p><i>Fotolitografia:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Resist AZ 4533 - Maschera 1; 	 <ul style="list-style-type: none"> ■ Resist ■ Al ■ Ti ■ Vetro
4	<p><i>Al Wet Etch:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - ANP 	 <ul style="list-style-type: none"> ■ Resist ■ Al ■ Ti ■ Vetro

5	<i>Rimozione resist</i>	 <ul style="list-style-type: none"> Al Ti Vetro
6	<i>Deposizione:</i> <ul style="list-style-type: none"> - PTFE AF1600; - Spin-coater; 	 <ul style="list-style-type: none"> PTFE Al Ti Vetro
7	<i>Dry Etch PTFE:</i> <ul style="list-style-type: none"> - O₂ plasma; - Hard mask; 	 <ul style="list-style-type: none"> PTFE Al Ti Vetro

Tabella 4.4 Flusso di processo per la lavorazione del wafer inferiore per ottenere elettrodi in alluminio con passivazione e strato idrofobico in teflon AF1600.

PROCESSO 4: ALLUMINIO – SiNR.

Anche in questo caso si è scelto un unico materiale per la funzionalizzazione e questo è il SiNR 3570 che sarà deposto per spin coating

Il processo sviluppato è molto simile a quello precedente ed è riportato in Tabella 4.5.

STEP	Descrizione	Cross-section dopo il processo
1	<i>Substrato:</i> <ul style="list-style-type: none"> - Vetro float <i>Deposizione:</i> <ul style="list-style-type: none"> - Ti per sputtering - Spessore 10nm - (Layer di adesione) 	 <ul style="list-style-type: none"> Ti Vetro

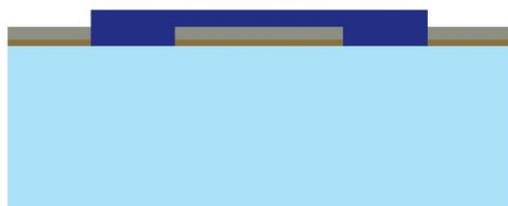
2	<p><i>Deposizione:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Al per sputtering - Spessore 100nm 	 <ul style="list-style-type: none"> Al Ti Vetro
3	<p><i>Fotolitografia:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Resist AZ 4533 - Maschera 1; 	 <ul style="list-style-type: none"> Resist Al Ti Vetro
4	<p><i>Al Wet Etch:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - ANP 	 <ul style="list-style-type: none"> Resist Al Ti Vetro
5	<p><i>Rimozione resist</i></p>	 <ul style="list-style-type: none"> Al Ti Vetro
6	<p><i>Deposizione</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - SiNR 3570; - Spin-coater; 	 <ul style="list-style-type: none"> SiNR Al Ti Vetro
7/8	<p><i>Fotolitografia</i></p> <p><i>Esposizione:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Maschera 2; <p><i>Sviluppo:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Alcol isopropilico; 	 <ul style="list-style-type: none"> SiNR Al Ti Vetro

Tabella 4.5 Flusso di processo per la lavorazione del wafer inferiore per ottenere elettrodi in alluminio con passivazione e strato idrofobico in SiNR 3570.

4.4.3 WAFER SUPERIORE

Su questo wafer saranno create due strutture:

- I fori d'ingresso e d'uscita;
- La fluidica di contenimento che servirà anche da supporto per il bonding.

A tale scopo sono stati usati substrati differenti:

- Substrato di vetro;
- Substrato di vetro ricoperto di ITO (ossido di indio-stagno) che risulta essere un ossido conduttivo trasparente;
- Substrato di silicio, in questo caso si sopperisce completamente ai problemi prima descritti, poiché è stato possibile liberare i pad e creare gli ingressi tramite attacco Bosch del silicio. Si è dunque potuta effettuare una lavorazione su fetta. Lo svantaggio è quello di non poter avere un diretto contatto visivo con la camera di pompaggio all'interno del dispositivo.

Per quanto riguarda la fluidica e il successivo bonding verranno fatti in SiNR. Il materiale è il medesimo usato per la passivazione ma avrà spessore maggiore ($50\mu\text{m}$) e sarà inoltre un dry film. La sua deposizione è, dunque, per laminazione a caldo.

Per quanto riguarda l'incollaggio dei singoli chip, è stata progettata e costruita, durante il lavoro di tesi, una bonder ad hoc (Figura 4.7), mentre per il wafer è stata usata la wafer bonder presente in CMi.



Figura 4.7 Camera di bonding (b1) e il modulo di comando (b2) della bonder costruita per l'incollaggio dei singoli dispositivi. Le dimensioni della camera sono state progettate per l'incollaggio di wafer 4".

La bonder mostrata nella precedente figura è progettata per funzionare in forno ed è stata pensata per effettuare il processo di incollaggio nelle seguenti due fasi:

- *Prima fase:* mentre il forno effettua una lenta rampa di riscaldamento, all'interno della bonder viene fatto il vuoto in entrambe le sezioni in modo che la membrana non applichi forza sul dispositivo e i gas prodotti dal SiNR (residui del processo di crosslink) possono essere rimossi;
- *Seconda fase:* al termine della rampa di riscaldamento, viene mantenuto il vuoto nella sezione inferiore mentre dalla sezione superiore viene applicata la pressione.

In Figura 4.8 è presentata una schematizzazione del funzionamento della bonder visibile nella precedente foto.

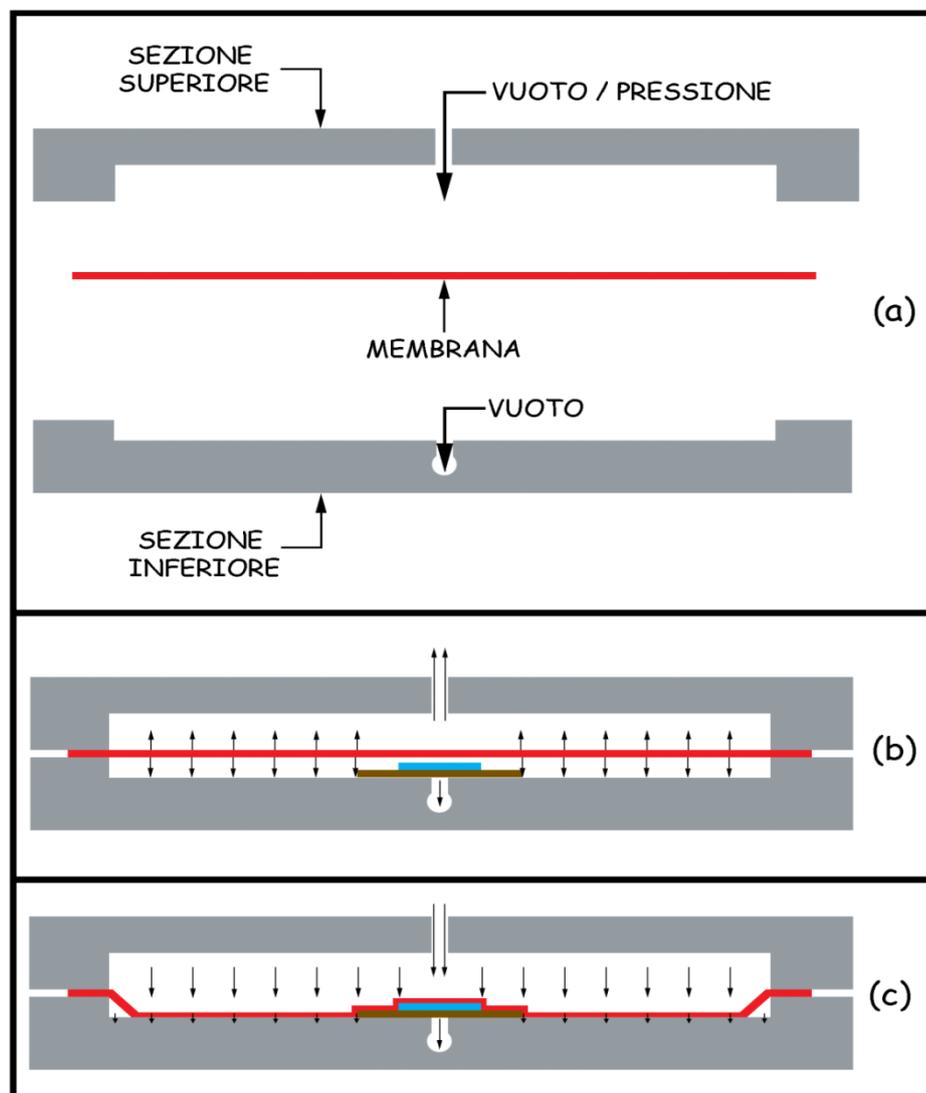


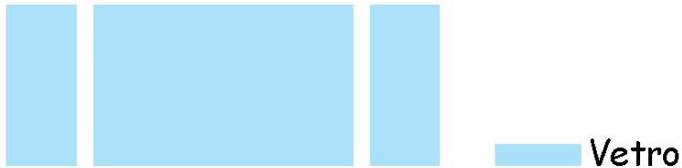
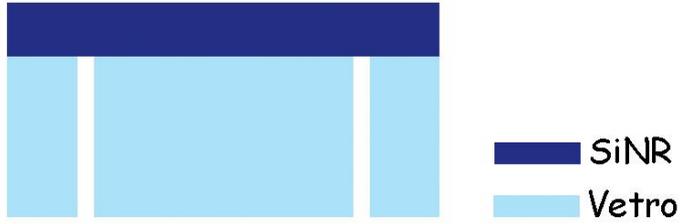
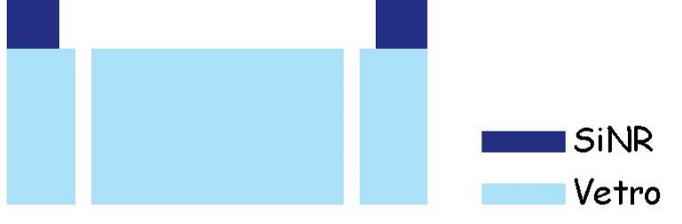
Figura 4.8 Schematizzazione del funzionamento della bonder progettata ad hoc per l'incollaggio dei dispositivi. Dall'alto possiamo osservare: gli elementi dello strumento (a), la bonder in funzione durante la prima (b) e la seconda (c) fase di bonding.

PROCESSO CON SUBSTRATO IN VETRO

Usato nel caso di dispositivi con elettrodi a spirale in cui non è necessario il controelettrodo sulla parte superiore del dispositivo.

Dato che finora non si è trovato un processo efficiente che permetta di attaccare velocemente spessori elevati di vetro, si è reso necessario lavorare su dispositivi discreti e non su fetta. In questo modo si è partiti dal wafer già tagliato delle dimensioni volute (in modo da non coprire i pad) e gli inlet sono stati ricavati tramite fresatura CNC.

In Tabella 4.6 è proposto il flusso di processo schematico per le lavorazioni del wafer superiore con substrato in vetro.

STEP	Descrizione	Cross-section dopo il processo
1	<p><i>Substrato:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Vetro float - Spessore 500µm <p><i>Creazione inlet:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Foratura CNC; 	
2	<p><i>Deposizione:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - SiNR 3570 DF - Laminazione a caldo (80°C) 	
3	<p><i>Fotolitografia</i></p> <p><i>Esposizione:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Maschera 3; <p><i>Sviluppo:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Alcol isopropilico; 	

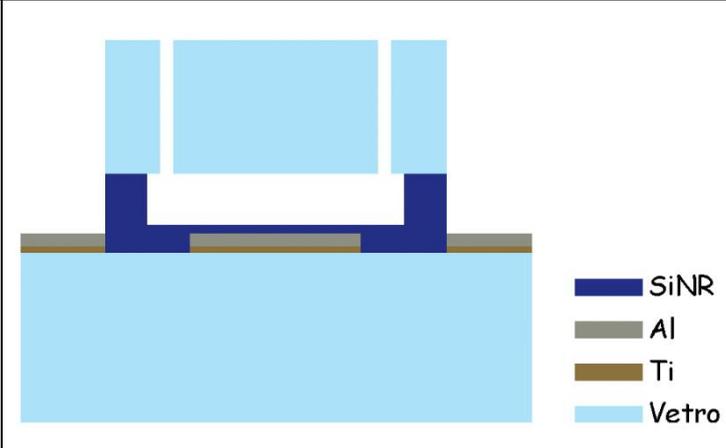
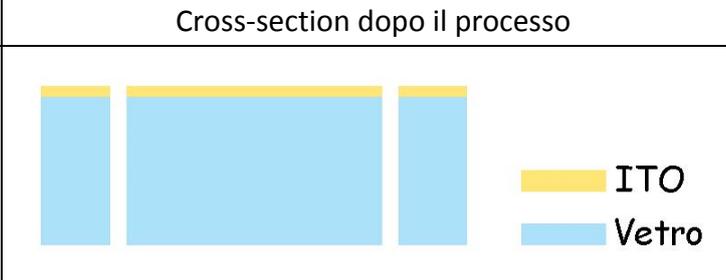
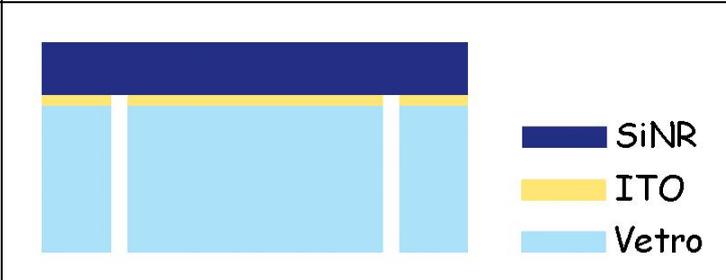
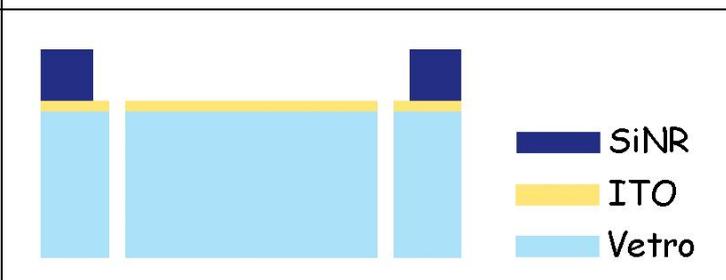
4	<i>Bonding</i>	
---	----------------	--

Tabella 4.6 Flusso di processo per la definizione della fluidica sul wafer superiore in vetro e del successivo bonding; il materiale usato sia per la fluidica sia per il bonding è il SiNR 3570 DF-50 μ m. A titolo di esempio lo strato inferiore usato per il bonding ha elettrodi in alluminio e passivazione/idrofobicizzazione in SiNR 3570.

PROCESSO CON SUBSTRATO IN VETRO+ITO

Lo stesso processo descritto nella sezione precedente è stato fatto su un substrato di vetro ricoperto di ITO per usarlo sui dispositivi che necessitano un controelettrodo superiore.

STEP	Descrizione	Cross-section dopo il processo
1	<p><i>Substrato:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Vetro float - Spessore 500μm <p><i>Creazione inlet:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Foratura CNC; 	
2	<p><i>Deposizione:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - SiNR 3570 DF - Laminazione a caldo (80°C) 	
3	<p><i>Fotolitografia</i></p> <p><i>Esposizione:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Maschera 3; <p><i>Sviluppo:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Alcol isopropilico; 	

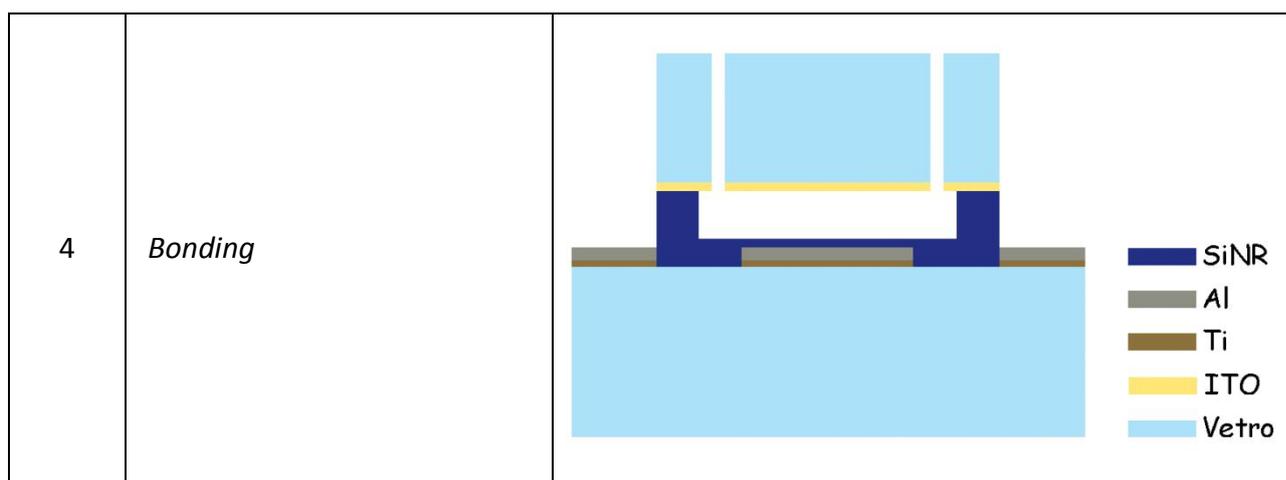


Tabella 4.7 Flusso di processo per la definizione della fluidica sul wafer superiore in vetro ricoperto di ITO e del successivo bonding; il materiale usato sia per la fluidica sia per il bonding è il SiNR 3570 DF-50 μ m. A titolo di esempio lo strato inferiore usato per il bonding ha elettrodi in alluminio e passivazione/idrofobicizzazione in SiNR 3570.

In

	Bonder	Forno
Bonding	<ul style="list-style-type: none"> - Sezione superiore: Vuoto (1bar); - Sezione inferiore: Vuoto (1bar); 	<ul style="list-style-type: none"> - Rampa: 3°C/min; - Hold: <ul style="list-style-type: none"> ○ T = 150°C; ○ t = 20min;
	<ul style="list-style-type: none"> - Sezione superiore: Pressione (4bar); - Sezione inferiore: Vuoto (1bar) 	<ul style="list-style-type: none"> - Hold: <ul style="list-style-type: none"> ○ T = 150°C; ○ t = 50min;
Curing	<ul style="list-style-type: none"> - Forno: <ul style="list-style-type: none"> ○ Atmosfera di Azoto; ○ Rampa: 3°C/min; ○ Mantenimento: 180°C per 1h; 	

Tabella 4.8 è mostrato a titolo di esempio l'intero processo messo a punto per le lavorazioni sui due tipi di wafer superiori usati; sono stati riportati tutti i parametri caratteristici per ogni fase.

<i>STEP DI PROCESSO</i>	<i>PARAMETRI</i>	
Taglio	- Dimensioni 15 mm x 20 mm; (adatte ad avere i pad liberi);	
Foratura inlet	- Tramite punta diamantata e fresa CNC;	
Pulizia	- 3 x risciacquo con acetone e asciugatura con spin coater; - 3 x risciacquo con IPA e asciugatura con spin coater;	
Preparazione superficie	- Dehydration Bake: hotplate, 200°C, 300s;	
Coating (SiNR DF3570PF - 50)	- Laminatore: ○ Temperatura: 80°C;	
Soft bake	- Hotplate, 120°C, 120s;	
Esposizione	- Maskless: 18mW 90% x 4;	
PEB	- Hotplate, 130°C, 120s;	
Sviluppo	- IPA, 10min - Risciacquo IPA, spin coater (4000rpm, 20s);	
Bonding	Bonder	Forno
	- Sezione superiore: Vuoto (1bar); - Sezione inferiore: Vuoto (1bar);	- Rampa: 3°C/min; - Hold: ○ T = 150°C; ○ t = 20min;
	- Sezione superiore: Pressione (4bar); - Sezione inferiore: Vuoto (1bar)	- Hold: ○ T = 150°C; ○ t = 50min;
Curing	- Forno: ○ Atmosfera di Azoto; ○ Rampa: 3°C/min; ○ Mantenimento: 180°C per 1h;	

Tabella 4.8 Processo, sviluppato in STM, per la fluidica in SiNR-DF3570PF-50 e successivo bonding.

Nelle seguenti figure è visibile un dispositivo incollato ed alcuni suoi dettagli visti al microscopio ottico.

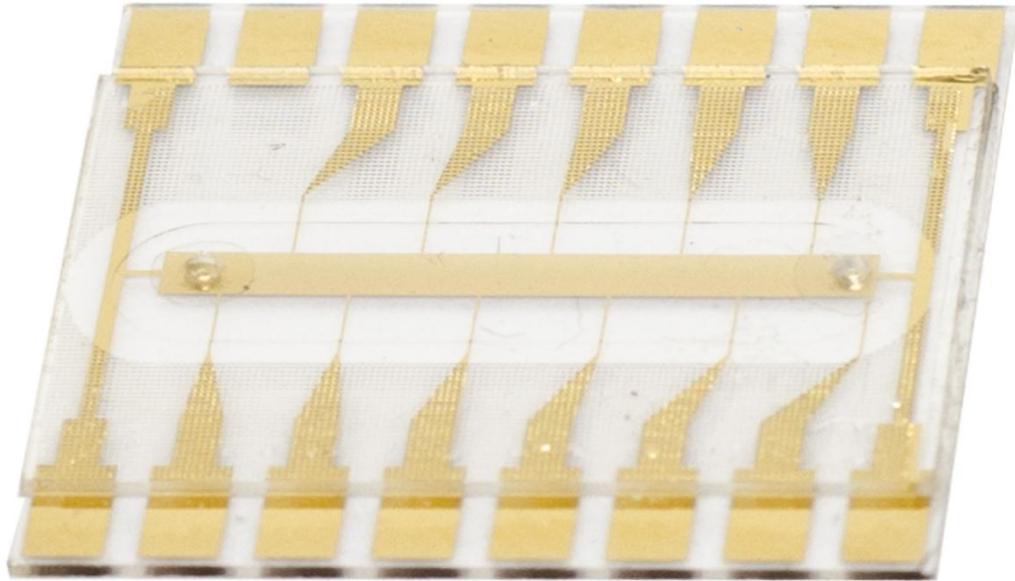


Figura 4.9 Chip in oro incollato con SiNR di dimensioni 20mm x 20mm. La struttura dei contatti è quella a spirale.

Dalla figura si notano diverse strutture:

- Un anello attorno alla camera fluidica che funge da sigillante;
- Una struttura a scacchiera pensata per agevolare l'incollaggio.
- Due fori da 1 mm di diametro che fungono da inlet; per farli si è studiato un particolare programma di foratura da usare con una fresa, *CONCEPT MILL 55 della EMCO*, e con punta diamantata del diametro voluto.

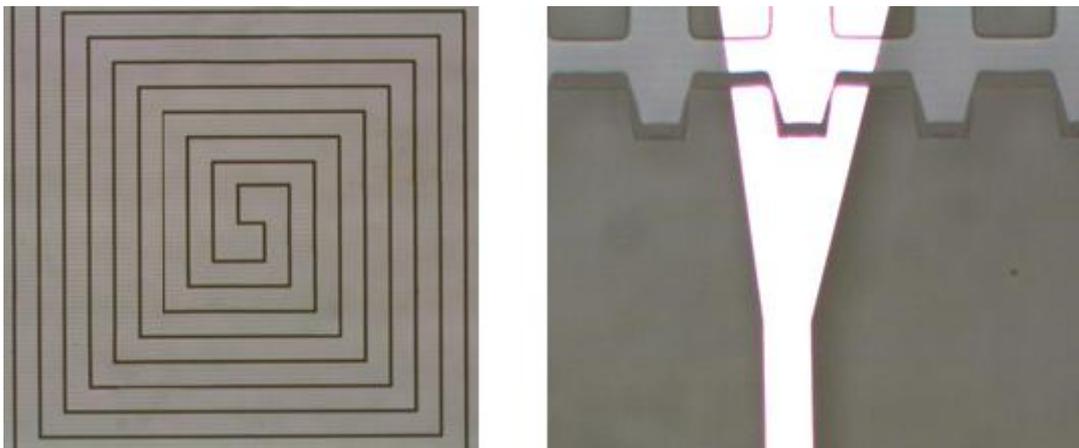


Figura 4.10 Dettagli visti al microscopio ottico (ingrandimento 5x) del chip incollato mostrato in Figura 4.9.

PROCESSO CON SUBSTRATO IN SILICIO

La scelta del vetro, come materiale costituente il wafer superiore, è stata fatta al solo scopo di rendere visibile la superficie su cui avverrà la movimentazione fluidica. Eventualità necessaria nella prima fase in cui sono stati testati i dispositivi. Come già accennato, ciò comporta una difficoltà nelle operazioni da fare per l'apertura dei buchi d'ingresso e uscita del liquido.

Per rendere quindi il processo più semplice da implementare, si propone una soluzione su wafer in silicio che offre la possibilità di sfruttare l'attacco Bosch di tale materiale.

Tutti gli altri step rimangono uguali ai precedenti.

STEP	Descrizione	Cross-section dopo il processo
1	<p><i>Substrato:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Si; - Spessore 500µm. 	
2	<p><i>Fotolitografia:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Resist AZ 4533 - Maschera 1; 	
3	<p><i>Attacco del silicio:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Attacco Bosch <p><i>Rimozione del resist</i></p>	

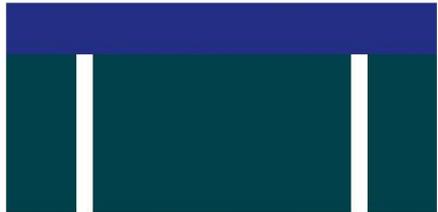
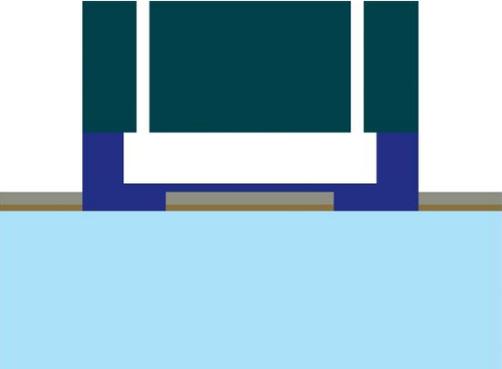
4	<p><i>Deposizione:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - SiNR 3570 DF - Laminazione a caldo (80°C) 	 <p>Legend: ■ SiNR ■ Si</p>
5	<p><i>Fotolitografia</i></p> <p><i>Esposizione:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Maschera 3; <p><i>Sviluppo:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Alcol isopropilico; 	 <p>Legend: ■ SiNR ■ Si</p>
6	<p><i>Bonding</i></p>	 <p>Legend: ■ Si ■ SiNR ■ Al ■ Ti ■ Vetro</p>

Tabella 4.9 Flusso di processo per la definizione del wafer superiore in silicio.

4.5 STRUMENTAZIONE UTILIZZATA

PROCESSO DI DEPOSIZIONE DEI MATERIALI



Figura 4.11 Il BAS450 è la macchina di sputtering usata per la deposizione di titanio, oro, alluminio e ossido di silicio.

Il principio di funzionamento della macchina sopra mostrata è PVD (*physical vapor deposition*).
Descriviamo velocemente gli step essenziali che essa prevede:

- Posizionamento del materiale sorgente, detto target, e del substrato da ricoprire all'interno della camera di reazione che sarà messa sotto vuoto.
- Sono generati degli ioni che, dopo essere stati diretti e accelerati, bombardano il target. Come conseguenza, degli atomi saranno strappati dalla sua superficie.
- Gli atomi rilasciati diffondono verso il substrato e una loro parte condensa su di esso e va a formare il film desiderato.

FOTOLITOGRAFIA

Una volta deposto un film da definire, ad esempio un film metallico, si è provveduto a litografare il layout disegnato in precedenza.

La prima operazione da svolgere è quella di copertura dei wafer con il resist; ciò avviene con lo spin coater automatico mostrato nella Figura 4.12.



Figura 4.12 Spin Coater automatico in grado di caricare 25 wafer da 4" alla volta. Esso ha due linee di lavoro e ognuna ha sia la linea di coating sia di developing utilizzabili separatamente.

Per la deposizione del resist, tutte le operazioni necessarie sono automatizzate (spinning e soft bake).

Il passaggio successivo è l'esposizione che avviene tramite il mask aligner Suss MicroTec MJB4 mostrato nella prossima figura.

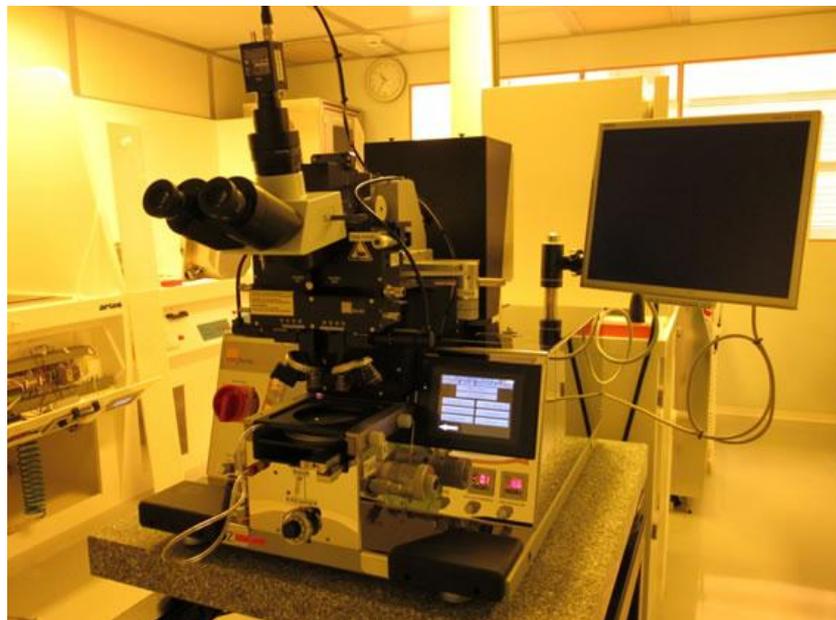


Figura 4.13 Mask aligner Suss MicroTec MJB4, in grado di fare un allineamento molto preciso della maschera su wafer per poi esporre tramite luce ultravioletta.

Questo strumento è in grado di fare un allineamento delle maschere su wafer molto preciso, grazie ad un microscopio ottico, per poi esporre il resist tramite una lampada a mercurio con filtro i-line di lunghezza d'onda pari a 365nm.

Si procede quindi allo sviluppo usando la stessa macchina con cui si è fatta la deposizione del resist. In Figura 4.14 mostra la maskless DWL2000 prodotta dalla Heidelberg, usata nella fase di esposizione durante la creazione delle maschere.



Figura 4.14 Maskless DWL 2000 della Heidelberg, usata per la produzione delle maschere.

L'ultimo passaggio è la catalizzazione del resist che consiste in un trattamento termico in grado di renderlo più resistente all'attacco chimico successivo.

ATTACCHI CHIMICI

L'attacco chimico dell'oro è stato fatto con acqua régia.

L'acqua régia (o acido nitroclorico) è una miscela, instabile a temperatura ambiente, composta da un volume di acido nitrico (HNO_3) e tre volumi di acido cloridrico (HCl).

Il suo nome deriva dalla sua capacità di sciogliere l'oro, considerato dagli alchimisti il "re dei metalli" in quanto praticamente inattaccabile dalle altre sostanze, infatti nessuno dei due acidi che la compongono, preso singolarmente, riesce ad intaccare tale metallo. In Figura 4.15 è mostrata la cappa adibita a questo tipo di attacchi e la strumentazione usata (un hotplate e un sistema di controllo della temperatura che è in grado di stabilizzarla al valore desiderato di 85°C).



Figura 4.15 Setup usato per il wet etching dell'oro. Sono visibili: un hotplate fornito di controllo di temperatura e alcuni recipienti tra cui quello contenente la miscela di acidi.

Per quanto riguarda invece l'alluminio, si è utilizzata la cappa mostrata in Figura 4.16 in cui è già presente una miscela di acidi detta ANP; tale aluminium etcher lavora ad una temperatura di 35°C ed ha un Etch-Rate di 300nm/min. Nella stessa cappa è presente la miscela di acidi, BHF 1:7, usata per l'attacco dell'ossido di silicio.



Figura 4.16 Cappa chimica predisposta al wet etching. Tra gli acidi disponibili sono presenti: il BHF 7:1, per l'attacco dell'ossido di silicio, e l'ANP per l'attacco dell'alluminio.

Alla fine di tale processo si procede con la rimozione del resist utilizzando un micro-stripper presente in un'apposita cappa chimica.

ATTACCO BOSCH DEL SILICIO

Il processo Bosch è un attacco fisico del silicio migliorato da un'azione chimica aggiuntiva che lo rende anisotropo, per questo motivo è classificato tra i processi DRIE (Deep Reactive Ion Etching). Può essere schematizzato in ciclo di due step essenziali (schematizzati in Figura 4.17):

- L'attacco fisico, che avviene tramite ioni generati attraverso un plasma;
- Una reazione chimica che passiva tutta la superficie liberata dal precedente attacco;

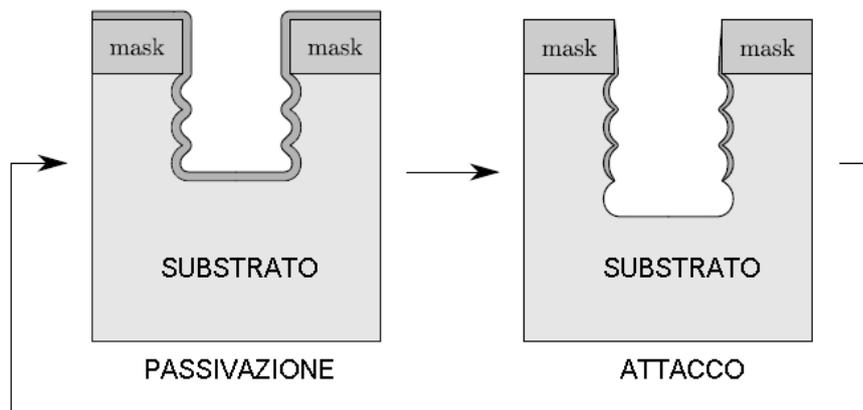


Figura 4.17 Schematizzazione delle due fasi dell'attacco Bosch del silicio.

Lo strumento che svolge queste operazioni è la macchina STS Multiplex ICP, presente in CMI.



Figura 4.18 STS Multiplex ICP, in grado di eseguire l'attacco Bosch de silicio.

CAPITOLO 5

PROGETTAZIONE DEI DISPOSITIVI

5.1 INTRODUZIONE

In questo capitolo verrà fatta un'analisi del funzionamento di una pompa microfluidica a 9 elettrodi, verranno descritte tutte le fasi che permettono l'operazione di pompaggio di liquidi. In seguito, usando le dimensioni e i parametri di una possibile implementazione del dispositivo, sarà anche, proposta una valutazione delle prestazioni ottenibili in termini di tensione forza traente, pressione e portata. Infine, saranno riportati i layout dei dispositivi prodotti, frutto delle considerazioni fatte in precedenza.

5.2 FUNZIONAMENTO DELLA POMPA

Di seguito verranno descritte le principali operazioni che le pompe microfluidiche progettate possono svolgere. Queste procedure sono state usate per il test dei dispositivi prodotti.

In Figura 5.1 è visibile una schematizzazione della serie di 9 elettrodi e della struttura fluidica; in questa prima soluzione è previsto il controelettrodo sul TOP.

Si supponga che il dispositivo si trovi inizialmente nella situazione descritta dalla figura: gli elettrodi 1,2,7,8,9 sono polarizzati e ricoperti del liquido da pompare, rappresentato in azzurro.

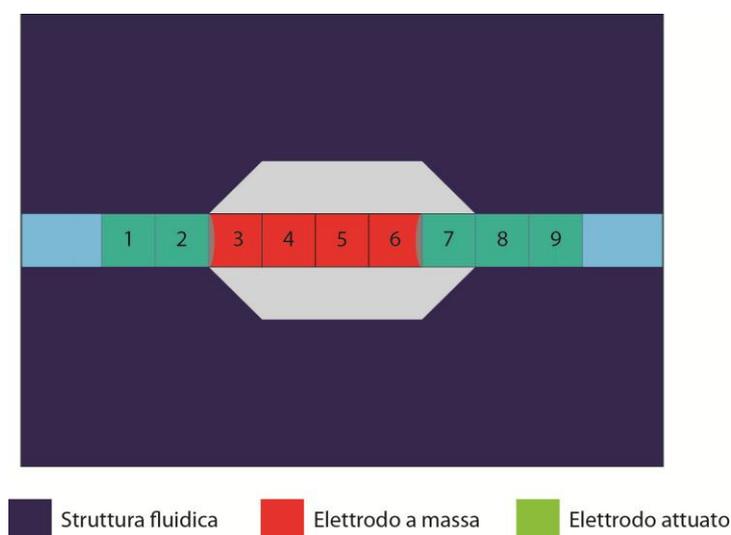


Figura 5.1 Rappresentazione schematica della micro-pompa all'inizio della fase di pompaggio.

5.2.1 FASE DI POMPAGGIO

Il liquido è portato all'interno della camera di pompaggio:

- vengono attuati gli elettrodi 3, 4 e 5 in modo che la colonna avanzi di tre posizioni verso destra (Figura 5.2).

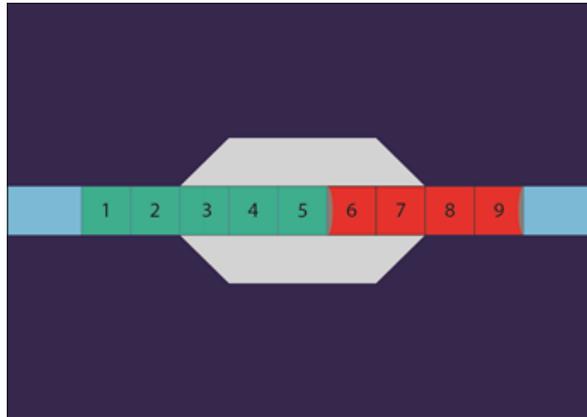


Figura 5.2 Fase di pompaggio: gli elettrodi 3, 4 e 5 vengono attuati e la colonna di liquido avanza verso destra.

5.2.2 FORMAZIONE DELLA GOCCIA

Viene svuotata la camera di pompaggio lasciando solo una quantità di liquido predefinita (questa dipende dal volume sopra i contatti):

- vengono portati a massa gli elettrodi 3 e 4 mantenendo acceso il quinto; in questo modo la colonna di liquido, nell'area divenuta idrofobica, si restringe progressivamente fino a quando non si ottiene una goccia separata sul quinto elettrodo (Figura 5.3).

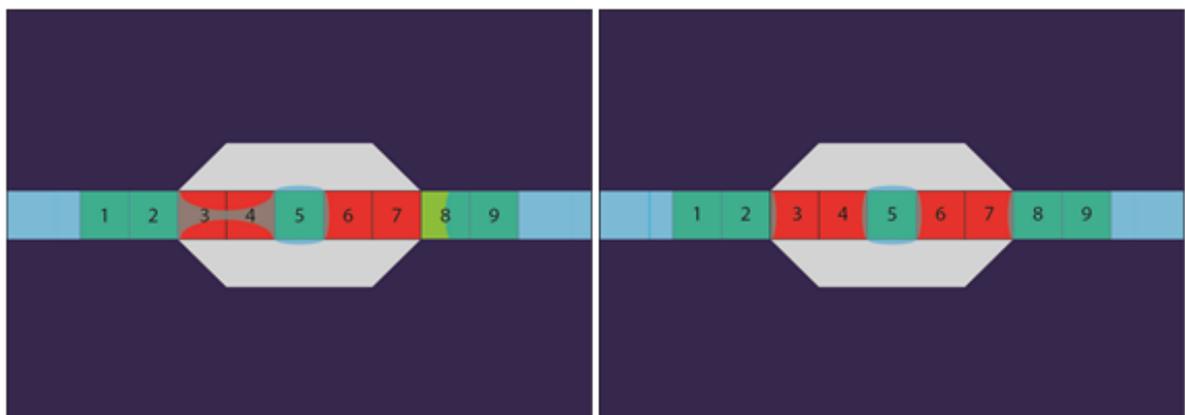


Figura 5.3 Formazione della goccia: ponendo a massa gli elettrodi 3 e 4 il volume di liquido sul quinto elettrodo viene separato dal resto.

5.2.3 FASE DI TRASPORTO

La goccia formata nella fase precedente viene portata verso l'uscita:

- Vengono attuati in sequenza il sesto e il settimo elettrodo, fino a quando essa non si riunisce con la colonna di liquido di destra (Figura 5.4).

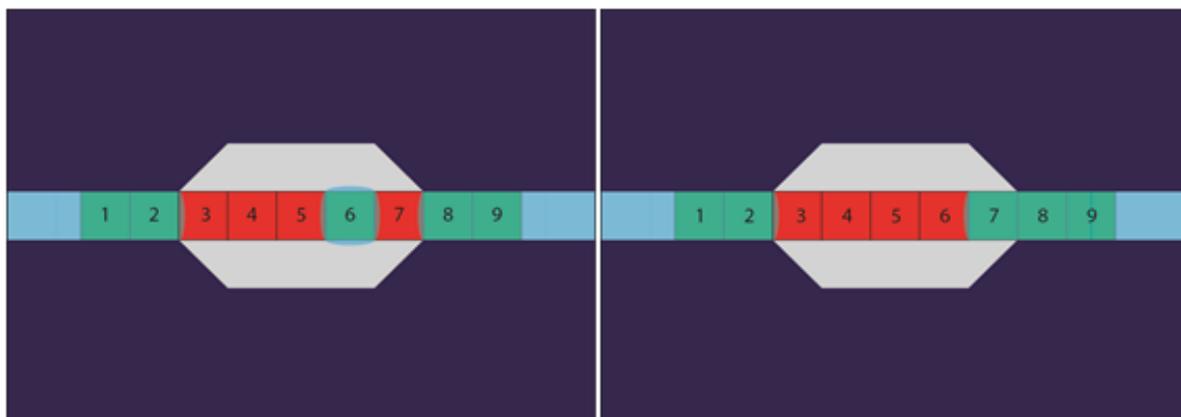


Figura 5.4 Trasporto della goccia: il volume di liquido separato dalla colonna di sinistra viene traslato fino a farlo unire alla colonna di destra.

A questo punto si è di nuovo nella situazione di partenza e il ciclo può ricominciare.

5.3 VALUTAZIONE DELLE PRESTAZIONI OTTENIBILI

5.3.1 TENSIONE DI ALIMENTAZIONE

Per riuscire a movimentare volumi di fluido, è noto in letteratura [20] [21] un valore empirico minimo da raggiungere per la variazione di angolo di contatto, pari a 40° , ricavato sulla base di evidenze sperimentali. In generale, dalla (2.9) si può ricavare che, per ottenere una certa variazione di angolo di contatto $\Delta(\cos\theta)$, è necessario applicare una tensione V pari a:

$$V = \sqrt{\frac{2d\gamma_{lv}(\Delta\cos\theta)}{\epsilon_0\epsilon_d}} \quad (5.1)$$

Consideriamo il seguente caso:

- $\gamma_{lv} = 0.072 J / m^2$ (acqua);
- $d = 3 \mu m$ (singolo strato di SiNR)
- $\epsilon_d = 2,6$ (SiNR);
- $\theta_0 = 100^\circ$ (SiNR).

Quindi si ottiene una tensione minima di funzionamento circa 110V.

5.3.2 FORZA TRAGENTE

In tutte le configurazioni progettate, ci si porterà nella condizione di annullare la componente di forza dovuta al contro elettrodo sulla parte superiore del dispositivo. Tale decisione è stata intrapresa per rendere più veloce la fase di trasporto della goccia prima descritta che altrimenti, come dimostrato dalle simulazioni fatte (paragrafo 3.2.3), richiederebbe un tempo idealmente infinito. È stato possibile quindi procedere in due modi:

- Deposporre uno strato isolante/idrofobico sul contro elettrodo superiore con spessore molto minore (almeno 10 volte) di quello sugli elettrodi inferiori (si faccia riferimento al grafico in Figura 3.9);
- Usare la configurazione con elettrodi a spirale, in tal caso viene eliminato del tutto il problema poiché non si ha più un contro elettrodo superiore che rallenta il moto del liquido.

In entrambi i casi la forza traente sarà data dall'equazione (3.16) qui di seguito riportata:

$$F_T = \frac{\epsilon_0 \epsilon_b V^2}{2d} \frac{dA_1(x)}{dx} \quad (5.2)$$

Consideriamo adesso il caso descritto in precedenza e la camera di pompaggio schematizzata nella figura seguente.

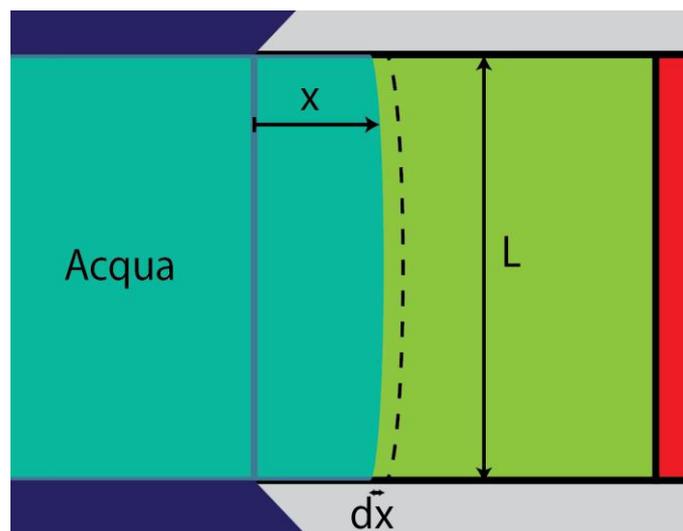


Figura 5.5 Schematizzazione della camera di pompaggio durante l'avanzamento della soluzione acquosa.

Si considerino i seguenti parametri geometrici:

- Dimensione degli elettrodi quadrati $L = 1.5mm$;
- Altezza del canale microfluidico pari a $h = 50\mu m$;
- Si consideri per semplicità un fronte lineare per il liquido.

Si può dunque ricavare:

$$\frac{dA_1(x)}{dx} = L = 1,5mm \quad (5.3)$$

Con tutti i dati di progetto proposti finora, si ottiene una forza traente di 0.07mN; se invece pilotassimo il dispositivo con una tensione di 150V otterremmo circa 0.2mN.

5.3.3 PRESSIONE E PORTATA

Per il calcolo della pressione di pompaggio si consideri la seguente equazione:

$$P = \frac{FT}{L \cdot h} \quad (5.4)$$

E nei due casi di pilotaggio proposti si ottengono rispettivamente 0.9 kPa e 2 kPa.

Possiamo dunque calcolare la portata:

$$p_v = L^2 \cdot h \cdot f \quad (5.5)$$

Dove f è la frequenza del ciclo di pompaggio descritta nel paragrafo precedente.

Ipotizzando in valore di 10Hz per tale frequenza si ottiene una portata di circa 68nanolitri al minuto.

Com'è possibile notare l'altezza del canale è uno dei parametri chiave nella progettazione in quanto al suo aumentare aumenta la portata ma diminuisce la pressione; quindi la scelta di tale parametro sarà il risultato di un compromesso tra il voler avere un'elevata portata ma anche un'adeguata pressione; entrambe le specifiche sono da valutare in base all'applicazione per la quale la pompa sarà usata.

Un altro grado di libertà che si ha nella progettazione è la tensione di pilotaggio che presenta i seguenti limiti:

- Non deve essere minore del minimo valore definito dall'equazione (5.1) (110V);
- Dovrà essere minore alla tensione di breakdown dello strato di passivazione e/o idrofobizzazione; nel nostro caso è un unico strato di SiNR che, come vedremo, per lo spessore depositato presenta una tensione di rottura pari a circa 800V.

In definitiva la tensione di attuazione, compatibilmente con l'elettronica di controllo usata, dovrà essere la più alta possibile. Così facendo si potrà ottenere grande forza traente, e quindi pressione, unita ad una rilevante portata, in quanto viene anche aumentata la velocità di spostamento del liquido e dunque la frequenza di ciclo.

5.4 LAYOUT

Nelle prossime figure sono proposti i layout dei dispositivi progettati.

Le prime due soluzioni prodotte sono due pompe microfluidiche a 9 elettrodi, necessari a implementare le funzioni descritte nei paragrafi precedenti; in modo particolare è possibile vedere il layer metallico e la struttura fluidica configurazione con elettrodi quadrati



Figura 5.6 Layout della pompetta microfluidica lineare con elettrodi quadrati di lato 1,5 mm a destra e struttura microfluidica a sinistra.

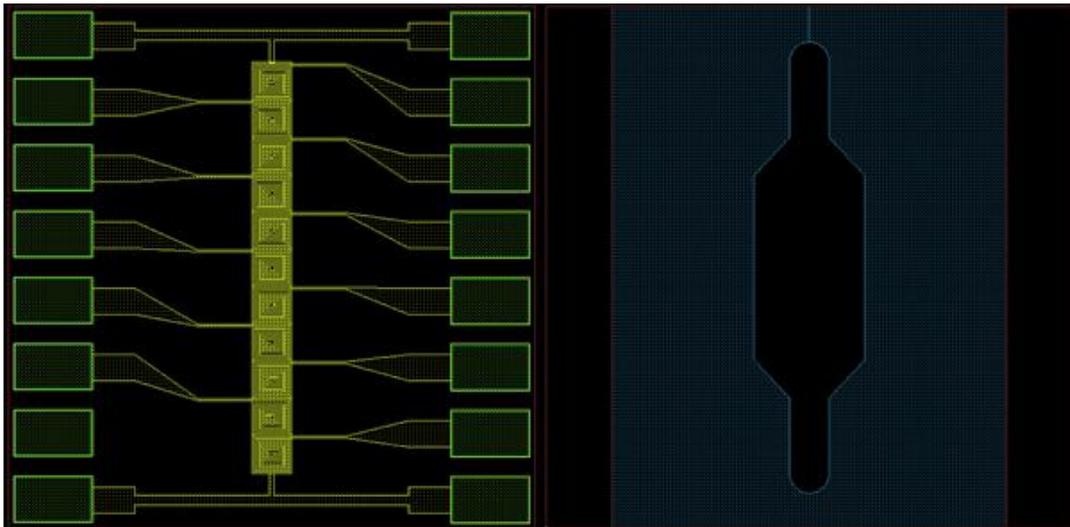


Figura 5.7 Layout della pompetta microfluidica lineare con elettrodi a spirale di lato 1,5 mm a destra e struttura microfluidica a sinistra.

Gli altri due dispositivi visibili in Figura 5.8 e Figura 5.9 sono stati progettati allo scopo di fare dei test di attuazione microfluidica di carattere generico, per valutare le prestazioni ottenibili con questo tipo di tecnologia. In modo particolare, il primo dispositivo presenta un percorso circolare formato da contatti interdigitati, mentre il secondo offre l'opportunità di implementare altre funzionalità, come ad esempio la possibilità di introdurre diversi liquidi e di mescolarli tra loro.

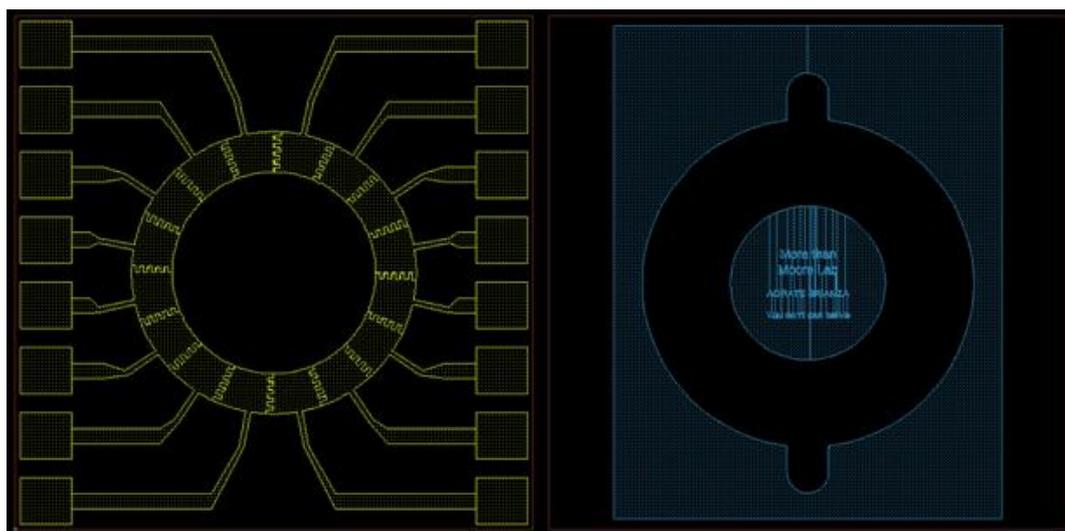


Figura 5.8 Layout di un dispositivo ad electrowetting circolare a destra e struttura microfluidica a sinistra.

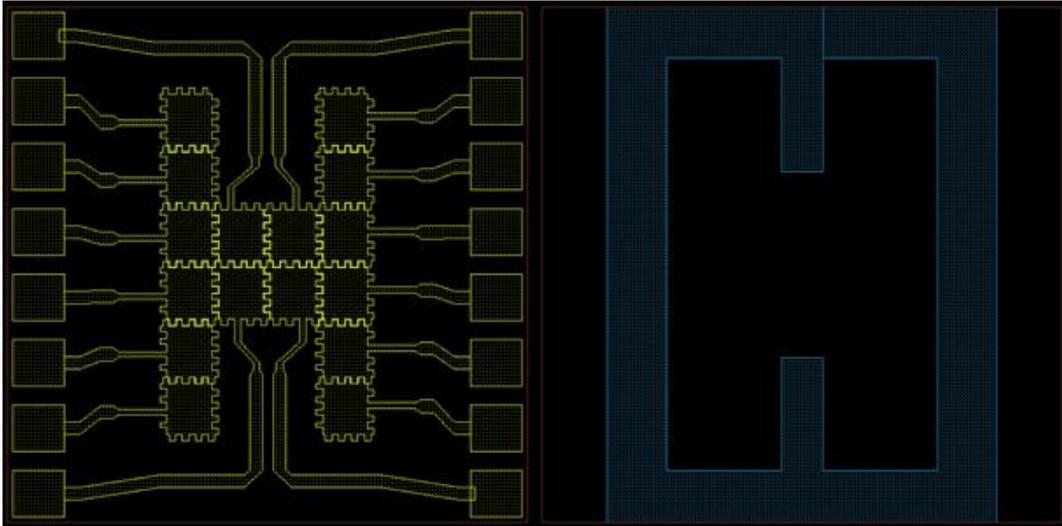


Figura 5.9 Layout di una pompetta ad electrowetting con funzionalità aggiuntive tipiche della microfluidica digitale. Esso prevede 4 inlet e una zona centrale per miscelare i liquidi ed eventualmente agitarli.

Infine mostriamo il layout disegnato su wafer 4" contenente tutte le strutture prima descritte e in aggiunta dei contatti che serviranno a fare le prove di angolo di contatto preliminari.

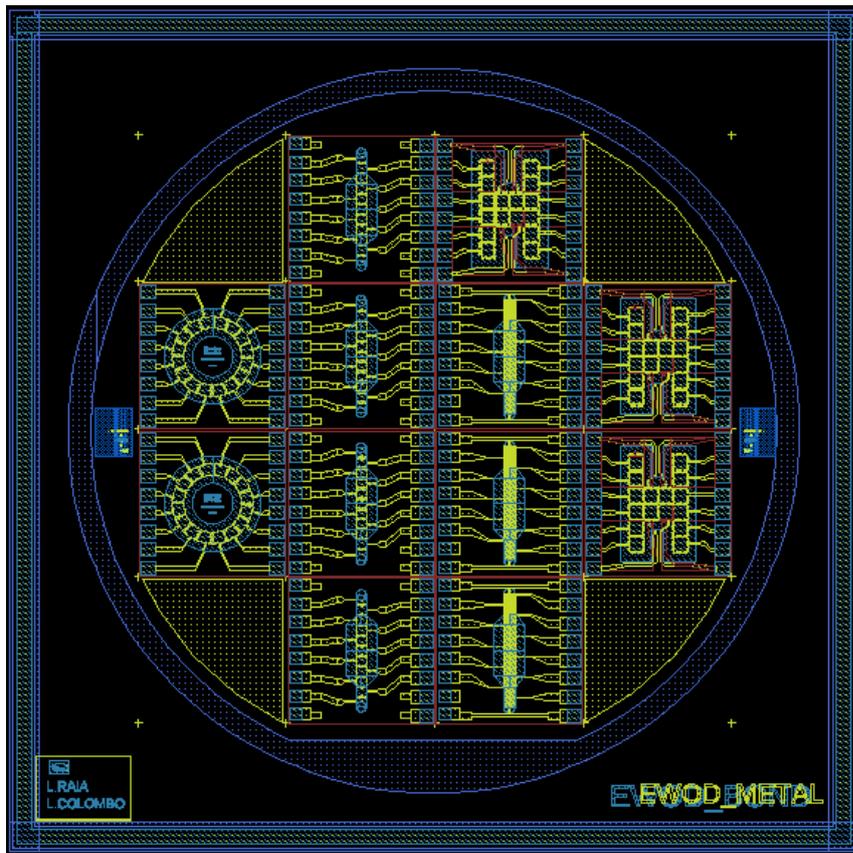


Figura 5.10 Layout completo del wafer a 4" che contiene tutti i dispositivi prima descritti insieme ai segni di allineamento e ai pad angolari che serviranno a fare i test preliminari per le misure di angolo di contatto. Sovrapposta a tale struttura vi è la fluidica che sarà litografata sul wafer TOP.

CAPITOLO 6

ELETTRONICA DI CONTROLLO

6.1 INTRODUZIONE

Oltre ai dispositivi veri e propri, durante l'attività di tesi è stata progettata e realizzata l'elettronica di controllo e di potenza, come anche l'interfaccia software che ne permette il pilotaggio da PC. Il sistema complessivo schematizzato in Figura 6.1, è costituito da:

- *Generatore di tensione:* per osservare fenomeni di electrowetting è in genere necessario applicare tensioni elevate, anche di diverse centinaia di volt. Per ottenere tali valori di tensioni a partire dalla bassa tensione di alimentazione dell'elettronica di controllo (12 V) è stato realizzato un generatore switching di tipo *boost step-up*, in grado di ottenere un guadagno in tensione molto elevato grazie anche alle modeste correnti di carico richieste. Il generatore è controllato da un sistema a microcontrollore, che lo stabilizza mediante retroazione.
- *Switching:* Si è scelto di alimentare i dispositivi in regime AC per evitare un possibile deterioramento del dispositivo dovuto all'accumulo di ioni disciolti nel liquido sugli strati idrofobici superiore e inferiore. E' stato quindi realizzato un circuito che, dalla tensione continua fornita dal generatore boost, genera una tensione alternata.
- *Elettronica d'indirizzamento:* i tipici dispositivi electrowetting sono dotati di un numero abbastanza elevato di elettrodi, che devono poter essere attuabili in modo indipendente. Quindi la tensione AC finora ottenuta viene portata ad 8 canali, essi sono connessi ai canali di uscita attraverso una relais indirizzabili sulla base di 8 ingressi di tipo logico.
- *Elettronica di controllo:* è stato utilizzato un sistema basato su microcontrollore che è stato programmato per gestire sia una o più schede d'indirizzamento e switching, sia il generatore di tensione. Il microcontrollore utilizza una connessione USB per ricevere istruzioni e per inviare informazioni sullo stato di funzionamento dell'intero sistema. La frequenza di switching è regolata tramite un timer e il suo negato, mentre la tensione del generatore è regolata mediante un segnale PWM.
- *Interfaccia software:* è stata realizzata un'apposita interfaccia software in Visual C++ per pilotare i dispositivi, in grado di inviare al microcontrollore tutte le istruzioni necessarie. L'interfaccia realizzata permette di:
 - Creare, attuare e memorizzare specifiche sequenze di accensione degli elettrodi;
 - Variare tensione di alimentazione e frequenza di switching;
 - Visualizzare in tempo reale il buon funzionamento del dispositivo.

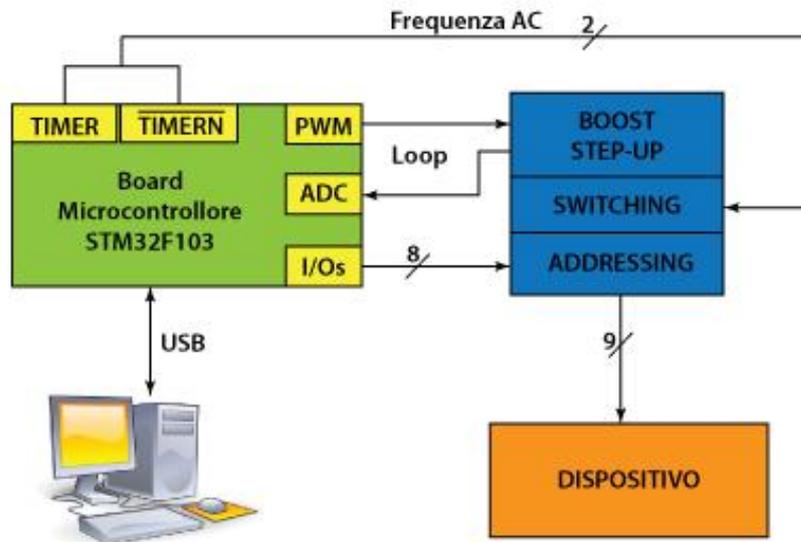


Figura 6.1 Rappresentazione schematica del setup sperimentale realizzato durante l'attività di tesi.

6.2 MICROCONTROLORE: STM32F103

6.2.1 CARATTERISTICHE DEL MICROCONTROLORE

Il cuore di tutta l'elettronica di controllo realizzata per pilotare i dispositivi è l'STM32F103, un microcontrollore a 32 bit realizzato da STMicroelectronics che sfrutta le potenzialità di un core implementato da ARM e caratterizzato da memorie Flash e RAM integrate e facilmente programmabili mediante tool di sviluppo dedicati.

Le principali caratteristiche di questo dispositivo sono:

- Processore ARM Cortex a 72MHz;
- 256kByte di memoria flash;
- 64kByte di SRAM;
- 1 convertitore analogico-digitale a 12bit;
- Fino a 51 pin configurabili come input o output logici;
- 4 timer indipendenti (PWM);
- Protocollo di comunicazione USB;

La board utilizzata che implementa l'architettura a microcontrollore è visibile in Figura 6.2.

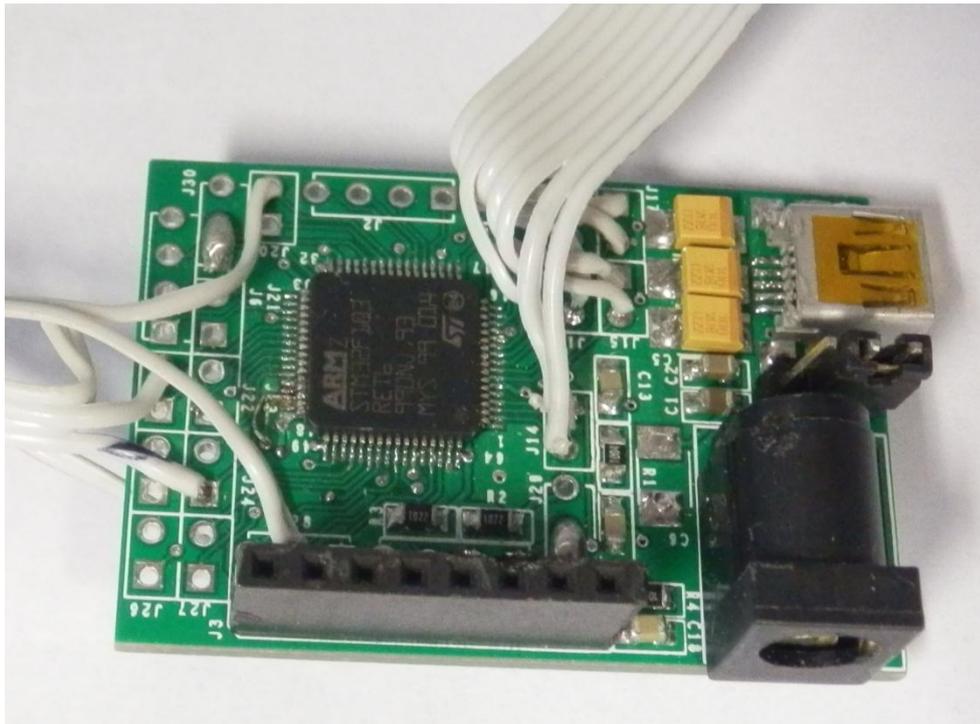


Figura 6.2 Board che monta il microcontrollore STM32F103 e fa tramite fra il PC e la successiva della board di comando del dispositivo.

6.2.2 FIRMWARE

Verrà qui presentata la struttura del firmware con cui il microcontrollore STM32F103 è stato programmato. Le principali funzioni che il microcontrollore deve svolgere sono le seguenti:

- Ricevere, decodificare ed attuare i comandi ricevuti tramite USB dall'interfaccia software.
- Gestire la sequenza temporale di accensione e spegnimento dei GPIO (general purpose inputs-outputs) che, collegati all'elettronica di indirizzamento e switching, comandano l'accensione o meno dei canali. Al momento si è deciso di limitare per semplicità il numero dei canali pilotabili a 8, ma per un successivo passaggio a 16 o 24 canali (aumentando il numero di schede di indirizzamento) non si prevedono particolari difficoltà.
- Generare il segnale PWM (pulse width modulation) di pilotaggio del generatore Boost. Il controllo è di tipo retroazionato: il microcontrollore dovrà leggere la tensione d'uscita del generatore tramite l'ADC a 12bit integrato, e variare il duty cycle del segnale di pilotaggio sulla base della differenza tra il valore letto e quello di riferimento.
- Generare il segnale di pilotaggio che definisce la frequenza di switching e quindi del segnale AC di comando.
- Inviare continuamente informazioni sullo stato di funzionamento del sistema, che verranno visualizzate nell'interfaccia software.

All'accensione del microcontrollore vengono lanciati a processi, detti anche thread, che coesistono per l'intero periodo di funzionamento. Essi saranno spiegati brevemente di seguito, insieme alla funzione di callback dall'ADC, che implementa il controllo retroazionato del generatore boost.

PROCESSO 1 (Principale)

Questo processo resta in costante attesa della ricezione di dati dal bus USB; questi dati provengono dall'interfaccia software e sono costituiti da sequenze di byte contenenti il codice associato ad uno specifico comando e i parametri necessari. Il codice ricevuto viene convertito nel comando corretto confrontandolo con una tabella inserita nel firmware, dopodiché si procede a svolgere le operazioni necessarie alla sua attuazione. Al termine dell'esecuzione delle operazioni, il processo si rimette in attesa di un nuovo comando. Alcuni dei comandi più importanti sono riassunti in Tabella 6.1.

COMANDO	SPIEGAZIONE
<i>ADD_SEQ_ENTRY</i>	Richiede l'aggiunta di un nuovo elemento alla sequenza di accensione degli elettrodi. L'interfaccia software, in aggiunta al codice di questo comando, invierà un intero a 16 bit contenente il tempo di accensione (in millisecondi) ed una sequenza di 8 bit ognuno associato all'accensione o meno di uno degli 8 canali. Questi due dati vengono inseriti in una nuova riga del vettore
<i>REMOVE_ENTRY</i>	Rimuove uno specifico elemento dal vettore <i>Sequence</i> . In aggiunta al comando dev'essere fornito l'indice dell'elemento da eliminare.
<i>CYCLE_ON</i> <i>CYCLE_OFF</i>	Pongono rispettivamente a 1 o a 0 il valore della variabile di sistema <i>cycle</i> , che determina se una volta finita la sequenza impostata essa dev'essere ripresa dall'inizio o meno.
<i>BOOST_START</i>	Questo comando comporta l'esecuzione di diverse operazioni: viene inizializzato l'ADC che inizia ad acquisire campioni, leggendo la tensione in uscita dal generatore boost (opportunamente ridotta tramite un partitore). Da questo momento in poi ogni volta che l'ADC acquisisce un campione viene lanciato un interrupt e la funzione di callback associata a questo evento viene posta in esecuzione. Contemporaneamente viene inizializzato e acceso anche il segnale PWM che piloterà il generatore boost.
<i>BOOST_STOP</i>	Ferma il PWM di pilotaggio del boost, abbassando la tensione al minimo arresta anche l'acquisizione dei campioni da parte dell'ADC.
<i>SET_VOLTAGE</i>	Imposta il valore di riferimento per la tensione del boost. Il controllo in retroazione farà in modo di mantenere la tensione effettiva il più vicino possibile a questo valore.

Tabella 6.1 Riassunto dei principali comandi utilizzati per la gestione dei controlli del dispositivo via software.

PROCESSO 2

Questo processo si occupa di inviare dati all'interfaccia software tramite USB. Si è scelto di effettuare questa funzione in un apposito thread perché l'invio di dati può richiedere un tempo significativo: in questo modo però un qualunque processo che necessita di inviare dati su USB deve solo inserirli in un apposito buffer e avvisare il processo 2, che provvederà ad inviarli senza che il thread di partenza rimanga bloccato.

PROCESSO 3

E' il cuore del controllo dell'elettronica di indirizzamento e switching, in quanto provvede ad accendere e spegnere i GPIO secondo la sequenza programmata. Il thread è inizialmente fermo su un semaforo, che è sbloccato dal thread principale non appena il comando "START_SEQUENCE" viene inviato tramite USB.

Nella memoria del microcontrollore è definito il vettore *Sequence*: ogni elemento di questo vettore contiene un intero a 8 bit, del quale ogni bit è associato all'accensione o meno di un canale, e un intero a 16 bit contenente il tempo (in millisecondi) per cui la specifica combinazione di accensione dev'essere mantenuta. All'interno del thread c'è un ciclo principale che passa in sequenza tutti gli elementi del vettore *Sequence*: a ogni iterazione, viene letto il byte contenente la combinazione di accensione e i GPIO vengono impostati di conseguenza; successivamente viene lanciato un comando al sistema operativo che mette in attesa (sleep) il processo per un tempo pari a quello specificato nell'elemento del vettore. Quando il ciclo arriva all'ultimo elemento inserito, se la variabile di sistema *cycle* ha valore non nullo la sequenza viene ripresa dall'inizio; in caso contrario il processo esce dal ciclo e torna in attesa sul semaforo iniziale. Il ciclo si arresta anche nel momento in cui viene inviato il comando "STOP_SEQUENCE" al thread principale.

PROCESSO 4

Ha la funzione di inviare continuamente sul bus USB informazioni sul funzionamento del dispositivo. I valori forniti sono:

- Combinazione di accensione dei canali corrente;
- Tensione di uscita del generatore boost letta dall'ADC;
- Valore del duty cycle impostato per il generatore boost;

Queste informazioni sono inviate ogni 250ms, permettendo di monitorare in tempo reale il funzionamento del dispositivo sull'interfaccia software.

CALLBACK DELL'ADC

Questa funzione viene richiamata ogni volta che l'ADC fornisce il valore di un campione. Il convertitore analogico-digitale legge la tensione in uscita dal generatore boost su un partitore; il singolo campione è il risultato di una media di 64 acquisizioni. Per fare questo l'ADC ha a disposizione due diversi buffer: in questo modo mentre si aspetta l'operazione di media sul primo buffer appena riempito, l'altro è immediatamente disponibile per ricevere nuovi valori. Nel momento in cui la funzione callback viene richiamata, il valore che l'ADC fornisce (N_{ADC}) viene convertito nel valore effettivo di tensione secondo la seconda formula:

$$V_{read} = \frac{N_{ADC}}{2^n} \cdot V_{FS} \cdot K \quad (6.1)$$

dove:

- $n = 12$ = numero di bit dell'ADC e $2^n = 2^{12} = 4096$ = numero di livelli;
- V_{FS} è la tensione di riferimento di fondo scala pari a 3,3V;
- K è la costante di proporzionalità definita dal partitore di tensione;

A questo punto si effettua una regolazione di tipo proporzionale del duty cycle del PWM che pilota il generatore step-up:

$$\Delta D = F \cdot (V_{read} - V_{ref}) \quad (6.2)$$

dove ΔD è la variazione di duty cycle che verrà effettuata e V_{ref} è la tensione di riferimento desiderata per l'uscita del generatore. Il valore utilizzato per la costante di feedback F , che è il risultato di un buon compromesso tra velocità di risposta e ridotte sovraelongazioni, è pari a $5 \cdot 10^{-5}$. Viene impostato un controllo che impedisce di impostare un duty cycle maggiore di un limite preimpostato, per evitare che correnti elevate fluiscono nel transistor MOS del regolatore boost (per maggiori informazioni di veda il paragrafo 6.3).

FORMATTAZIONE DEI COMANDI

La necessità di comunicazione tra microcontrollore e interfaccia software ha richiesto l'implementazione di un protocollo di comunicazione per l'invio e la ricezione di dati e comandi. Ogni comando inviato dall'interfaccia è costituito da una sequenza di byte con una struttura precisa, contenente la serie di istruzioni da eseguire e i relativi parametri se necessari.

La struttura della sequenza di byte, definita "Command Packet", è riportata nella Tabella 6.2.

Nome campo	N° Byte	Significato
Start	2	Campo che identifica l'inizio del pacchetto di comandi inviati al microcontrollore; i 2 Byte hanno valori fissi e in particolare sono 0x53 e 0x54.
Length	1	Assume valore pari al numero dei Byte che caratterizza l'intero pacchetto, esclusi i due Byte di start.
Version	1	Numero identificativo della versione del protocollo.
OpCode	1	Indica il tipo di comando da eseguire.
Cmd Counter	1	Numero che identifica lo specifico comando.
Params	Variabile da 0 ad N	Vengono inseriti i parametri che caratterizzano il comando selezionato.
Special byte	1	Byte di controllo con valore fisso pari a 0xAA.
Stop	2	Campo che identifica la fine del pacchetto di comandi inviati al microcontrollore; i 2 Byte hanno valori fissi e in particolare sono 0x4F e 0x50.

Tabella 6.2 Formattazione dei 'command packet' inviati al microcontrollore, contenenti i comandi e gli eventuali parametri necessari.

6.3 GENERATORE DI TENSIONE

6.3.1 REGOLATORI SWITCHING

Per generare tensioni di diverse centinaia di Volt a partire dalla bassa tensione di alimentazione dell'elettronica (12V), la scelta è caduta in modo naturale sulla realizzazione di un regolatore di tipo switching [22]. Questa famiglia di regolatori offre diversi vantaggi, tra cui elevata efficienza di conversione e la possibilità di elevare e ridurre la tensione di uscita rispetto a quella di ingresso oltre che a ridurla.

In generale, un regolatore switching è un circuito che utilizza un induttore, un trasformatore, o una capacità come elemento reattivo per trasferire l'energia dall'ingresso all'uscita suddividendola in pacchetti temporali discreti. È sempre richiesto un circuito di retroazione, che regola il

trasferimento di energia per mantenere una tensione costante sull'uscita entro i limiti di carico del circuito.

L'unico svantaggio di un regolatore switching è il rumore che lo caratterizza. In ogni momento si sposta della carica in pacchetti discreti, per cui si genera rumore e un'ondulazione della tensione d'uscita (ripple).

Questi effetti sono minimizzati mediante un'accurata progettazione dei componenti del regolatore. Il tipo di regolatore switching necessario al setup sperimentale è quello che permette di ottenere una tensione in uscita maggiore di quella in ingresso: esso prende il nome di *regolatore boost step-up*.

6.3.2 FUNZIONAMENTO DI UN REGOLATORE BOOST

La topologia circuitale è riportata in Figura 6.3: l'elemento di accumulo di energia è l'interruttore L, che è collegato al nodo di uscita tramite il diodo D. L'interruttore ideale S sarà nella pratica costituito da un transistor (MOS o BJT) con bassa resistenza nello stato di ON. Si esaminano ora le diverse fasi di funzionamento del regolatore.

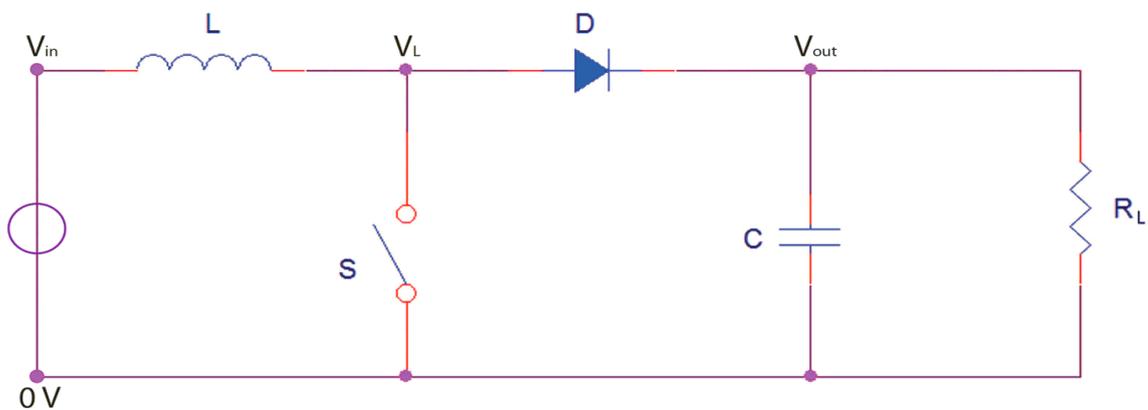


Figura 6.3 Schema circuitale di un generatore boost (step-up).

FASE DI CARICA

In Figura 6.4 è rappresentato lo stato del circuito nello stato di carica.

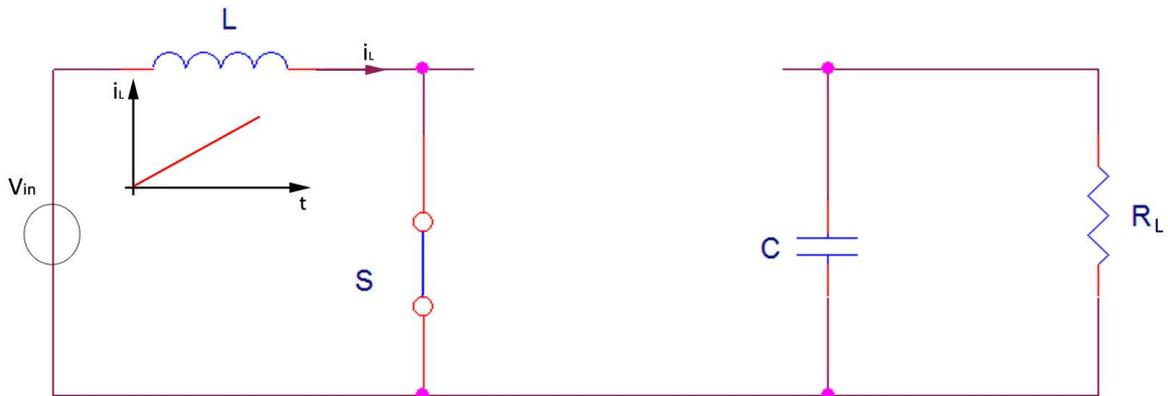


Figura 6.4 Regolatore boost in fase di carica: l'interruttore S viene chiuso, la corrente nell'induttore aumenta linearmente col tempo e il diodo è nello stato *OFF*.

Si suppone che l'interruttore è stato aperto nella fase precedente e la tensione ai capi del condensatore C è divenuta uguale alla tensione d'ingresso. La fase di carica dell'induttore inizia quando si chiude l'interruttore: la tensione di ingresso V_{IN} cade sull'induttore mentre il diodo D , che risulta polarizzato inversamente, impedisce che il condensatore si scarichi direttamente a massa. Essendo la tensione V_{IN} costante e continua, la corrente i_L nell'induttore cresce linearmente con il tempo, con pendenza pari al rapporto tra la tensione d'ingresso e induttanza:

$$i_L = \frac{V_{IN}}{L} \cdot t \quad (6.3)$$

FASE DI SCARICA

In Figura 6.5 è riportato lo stato del circuito durante la fase di scarica dell'interruttore. Quando l'interruttore S si apre la tensione attraverso l'induttore cambia istantaneamente per mantenere il flusso di corrente, visto che esso non può cambiare istantaneamente. Dovente quindi la corrente continuando a fluire, la tensione dell'induttore cambia abbastanza da polarizzare direttamente il diodo, e la sua polarità diviene invertita rispetto a quella che si aveva nella fase di carica. La corrente inizia quindi a scorrere attraverso il diodo e a caricare la capacità C (si trascuri momentaneamente la presenza del carico R_L). La tensione V_{OUT} , pari a quella ai capi del condensatore, continua ad aumentare finché la corrente nell'induttore non si esaurisce.

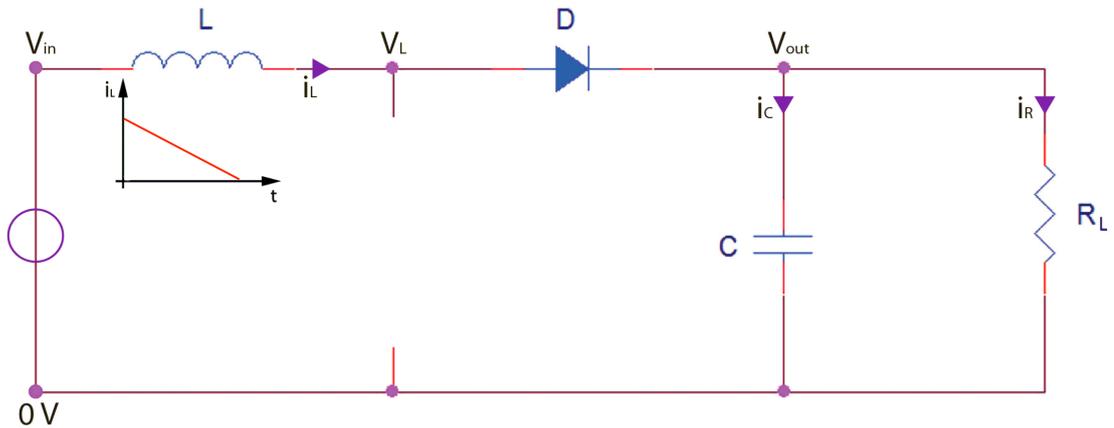


Figura 6.5 Regolatore boost in fase di scarica: l'interruttore S è aperto e la corrente nell'induttore diminuisce linearmente col tempo. Il diodo rimane in stato di ON fino a quando l'induttore non è completamente scarico, dopodiché R_L è alimentato solo dalla capacità C .

In assenza di R_L la tensione in uscita tende ad aumentare ad ogni ciclo fino a divergere, poiché con la presenza del diodo il condensatore può essere caricato ma non può scaricarsi. Quando invece si connette il carico, durante la fase di carica la corrente fornita ad R_L arriva dal condensatore, mentre in quella di scarica arriva dall'induttore. Il regolatore boost (come tutti gli altri regolatori switching) può funzionare in regime di *conduzione continua* o *conduzione discontinua*. Il guadagno V_{OUT}/V_{IN} varia secondo il regime utilizzato.

Regime di conduzione continua (CCM, continuous conduction mode)

In questo caso la corrente all'interno dell'induttore non si annulla mai. Il guadagno in tensione si può ricavare imponendo la condizione di stazionarietà sulla corrente dell'induttore, uguagliando cioè il suo aumento alla sua diminuzione su ogni periodo:

$$\frac{V_{IN}}{L} \cdot T_{ON} = \frac{V_{OUT} - V_{IN}}{L} \cdot T_{OFF} \quad (6.4)$$

dove T_{ON} e T_{OFF} sono rispettivamente i tempi in cui l'interruttore è aperto e chiuso. Il guadagno di tensione in funzione del duty cycle $D = T_{ON} / (T_{ON} + T_{OFF})$ si ricava direttamente dalla (6.4):

$$\frac{V_{OUT}}{V_{IN}} = \frac{1}{1 - D} \quad (6.5)$$

Regime di conduzione discontinua (DCM, discontinuous conduction mode)

In questo regime l'induttore si scarica completamente a ogni ciclo, ed esiste un periodo T_C in cui il carico è alimentato solo dalla capacità anche quando l'interruttore è chiuso. La condizione nell'equazione (6.4) viene modificata sostituendo al tempo T_{OFF} il valore $T_D = T_{OFF} - T_C$:

$$\frac{V_{IN}}{L} \cdot T_{ON} = \frac{V_{OUT} - V_{IN}}{L} \cdot T_D \quad (6.6)$$

E' necessaria una seconda relazione, che si ottiene uguagliando la carica fornita dall'induttore nel tempo T_C alla carica totale fornita al carico durante l'intero periodo T :

$$\frac{V_{in} \cdot T_{ON} \cdot T_C}{2LT} = \frac{V_{out}}{R_L} \quad (6.7)$$

Dalla (6.6) e dalla (6.7) si ricava direttamente il guadagno cercato:

$$\frac{V_{OUT}}{V_{IN}} = \frac{1}{2} \left(1 + \sqrt{1 + \frac{2D^2 RT}{L}} \right) \quad (6.8)$$

E' utile conoscere anche la condizione necessaria avere regime discontinuo, ricavata dalle (6.6) e (6.7) imponendo la condizione $T_{ON} + T_D < T$:

$$\frac{2L}{RT} = (V_{OUT} - V_{IN}) \frac{V_{IN}^2}{V_{OUT}^2} \quad (6.9)$$

6.3.3 PROGETTAZIONE E DIMENSIONAMENTO DEL GENERATORE

In Figura 6.6 è riportato lo schematico della board su cui è stato implementato lo step-up. E' stato necessario l'utilizzo di un gate driver (MIC5020) per pilotare l'accensione del transistore MOS utilizzato, poiché è caratterizzato da una tensione di soglia superiore ai 3,3 V che il microcontrollore può fornire. La tensione di uscita viene ridotta su un partitore ed inviata all'ingresso ad alta impedenza del convertitore analogico-digitale per permettere la retroazione.

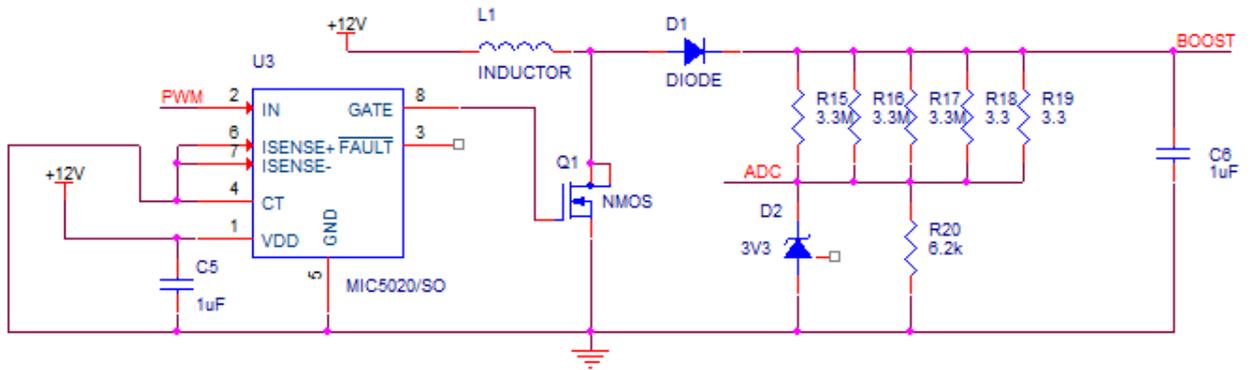


Figura 6.6 Schematico della board che implementa il generatore boost. La prima resistenza di partizione è rappresentata dal parallelo $R_{15} - R_{19}$ per suddividere la sua potenza dissipata su 5 resistenze invece che su una sola.

La tensione massima prevista per il funzionamento del regolatore è di 400 V. Per sfruttare la piena dinamica dell'ADC, la tensione sul nodo centrale del partitore dovrebbe essere pari a 3,3 V quando la tensione di uscita è 400 V. Ciò corrisponde ad avere un rapporto di partizione pari a $400/3,3 \approx 121$. Per questo motivo i valori delle resistenze R1 ed R2 scelti sono rispettivamente 660kΩ e 62kΩ, a cui corrisponde un cautelativo rapporto di partizione pari a 110.

L'impedenza di carico è costituita fondamentalmente dalla resistenza R2, poiché tutto ciò che verrà collegato in più all'uscita avrà impedenza più elevata. Dato che il valore di R2 è abbastanza alto, si può inizialmente supporre che il regolatore funzionerà in regime DCM. Il generatore è progettato per ottenere guadagni in tensione molto elevati ($400V/12V \approx 33$); in queste condizioni l'equazione (6.8) si può approssimare con la seguente:

$$\frac{V_{OUT}}{V_{IN}} = \frac{D}{2} \sqrt{\frac{2RT}{L}} = T_{ON} \sqrt{\frac{R}{2LT}} \quad (6.10)$$

Il segnale PWM che comanda il transistor MOS ha una frequenza pari a 10kHz, a cui corrisponde un periodo $T = 100\mu s$.

La corrente di picco che attraversa l'induttanza in fase di carica risulta pari a:

$$i_{max} = \frac{V_{IN}}{L} \cdot T_{ON} \quad (6.11)$$

dove $V_{in} = 12V$. Tutta la corrente che carica l'induttore passa anche attraverso il MOS, che da specifica non può tollerare intensità superiori a 700 mA. Questo valore rappresenta pertanto il limite superiore per i_{max} . Le correnti in gioco saranno tanto più elevate quanto maggiore è la

tensione di uscita, per cui è opportuno considerare per il dimensionamento una tensione di uscita lievemente maggiore di quella massima che sarà sfruttata in realtà. Considerando $V_{OUT} = 450V$, risolvendo il sistema costituito dalle equazioni (6.10) e (6.11) nelle due incognite T_{ON} e L si può ricavare il valore minimo necessario per l'induttanza:

$$L = \frac{V_{OUT}^2 \cdot T}{2R \cdot i_{max}^2} \approx 0,76mH \quad (6.12)$$

A questo valore di L corrisponde, secondo la (6.11), un valore massimo di T_{ON} pari a circa $45 \mu s$. Questo valore è stato utilizzato all'interno del firmware del microcontrollore per limitare il valore massimo del duty cycle del PWM, limitando la corrente massima e proteggendo così il dispositivo. Si può ora verificare che con i parametri scelti, la condizione (6.9) è sempre verificata, per cui i ragionamenti fatti sono validi.

Si passa ora a dimensionare il valore della capacità da porre in parallelo all'uscita, che dev'essere grande a sufficienza da impedire un sensibile calo della tensione ai suoi capi durante la fase in cui essa alimenta il carico. Come già accennato, il maggior consumo di corrente avviene da parte della resistenza R_2 del partitore di tensione.

La carica proveniente da C che fluisce in R_2 ad ogni periodo è pari a:

$$Q = \frac{V_{OUT}}{R_2} \cdot T_C \quad (6.13)$$

La variazione relativa di tensione ai capi della capacità durante la sua scarica è pari a:

$$\frac{\Delta V_{OUT}}{V_{OUT}} = \frac{\Delta Q}{C \cdot V_{OUT}} \quad (6.14)$$

Utilizzando entrambe le equazioni si ottiene la seguente relazione:

$$\frac{\Delta V_{OUT}}{V_{OUT}} = \frac{T_C}{R_2 \cdot C} \quad (6.15)$$

Si può notare che la variazione relativa (ripple) è indipendente dalla tensione di lavoro ed è pari al rapporto tra il tempo totale di scarica e la costante di tempo della rete RC. Ipotizzando il caso pessimo (peraltro impossibile da verificarsi) in cui $T_c = T$, e richiedendo una variazione relativa massima $\Delta V_{out} / V_{out} = 1\%$, è necessario utilizzare una capacità almeno pari a 37nF. Non avrebbe senso utilizzare valori molto superiori perché si rischierebbe di rallentare sensibilmente la velocità di risposta del generatore.

6.4 SWITCHING

Per alimentare i dispositivi di electrowetting è necessario poter indirizzare tensioni elevate su un grande numero di canali; come già discusso la tensione dev'essere di tipo alternato, con frequenze variabili tipicamente tra 500 Hz e qualche kHz.

Per poter cambiare segno alla tensione applicata ad un carico, una soluzione normalmente sfruttata nei circuiti elettronici è denominata *ponte H* o *full bridge* ed è rappresentata in Figura 6.7: utilizzando quattro interruttori (ad esempio dei MOSFET) pilotati in modo opportuno è possibile applicare la tensione in ingresso ad un carico in entrambi i versi.

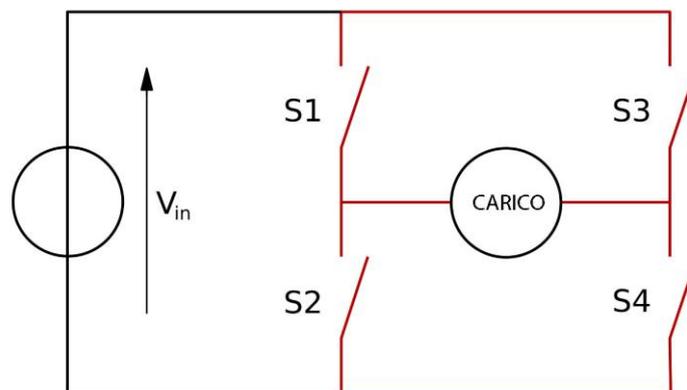


Figura 6.7 Rappresentazione schematica di una configurazione full bridge.

In Figura 6.8 è presentato lo schematico della sezione switching della scheda progettata. Come già detto rappresenta un full bridge ed è composto da due half bridge comandati dal microcontrollore attraverso uno dei suoi TIMER e il suo complementare. Gli interruttori sono stati implementati da due NMOS e tutto il sistema half bridge è comandato dal driver L6384E. Si produce in questo modo un'uscita differenziale la cui tensione oscillerà da $-HV$ a $+HV$, dove HV è la tensione in uscita al boost. Sono inoltre stati previsti due comandi di enable (EN1 ed EN2) che normalmente sono

flottanti, ma che all'evenienza possono essere attivati tramite microcontrollore e permettono lo spegnimento del bridge rendendo continua la tensione in uscita; tale modalità di funzionamento è stata utile durante la fase sperimentale di misure.

Il carico di tale circuito sarà la sezione di indirizzamento della scheda che porta a 8 canali la tensione V_{OUT} . Tali canali sono provvisti ognuno di un interruttore, pilotato dal microcontrollore, che li connette o meno alla matrice di contatti del chip.

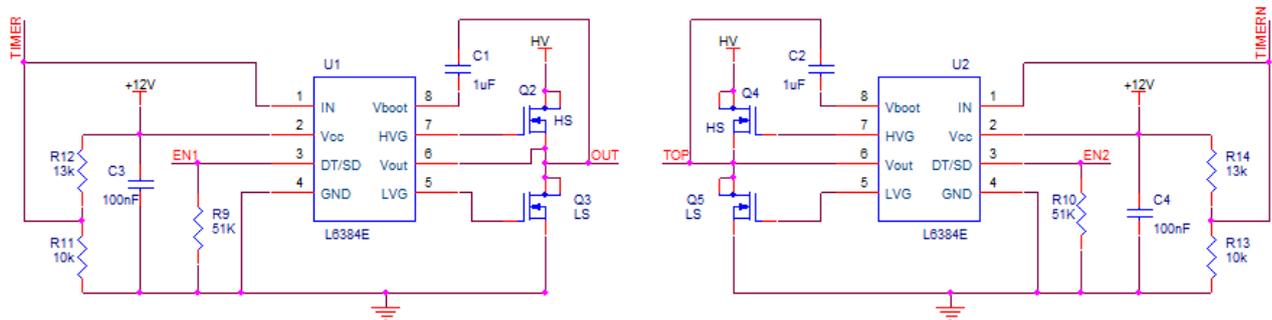


Figura 6.8 Soluzione circuitale che realizza il full bridge composta da due half bridge comandati da un timer e dal suo negato (TIMERN).

Vengono riportati in Figura 6.9 gli andamenti delle forme d'onda nel circuito.

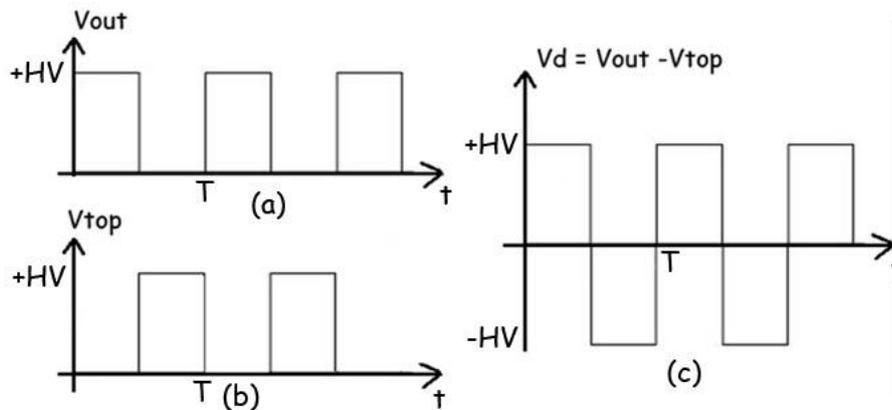


Figura 6.9 Forme d'onda d'uscita del circuito switching. Si osservano (a) la tensione all'uscita "OUT" (primo half bridge), (b) la tensione del contatto di "TOP" e (c) la tensione che si ottiene in modo differenziale.

Un valore sensato per la frequenza dell'onda quadra generata dal full bridge è 500 Hz, a cui corrisponde un periodo T di 2 ms. Il motivo per cui questo è un valore sensato è che a frequenze superiori l'approssimazione di perfetta conducibilità della soluzione, specie se è povera di ioni, può venir meno riducendo la variazione di tensione superficiale; a frequenze inferiori invece la risposta idrodinamica della goccia diviene rapida rispetto ai tempi di variazione del campo elettrico ed il liquido inizia a vibrare.

6.5 INDIRIZZAMENTO

Per selezionare i canali è stato progettato un circuito che fa uso di *Solid State Relais (SSR)*. La scelta è caduta sul dispositivo *ASSR4118* che è un relais a stato solido in grado di portare in uscita una tensione che va da -400V a +400V che sono più che sufficienti per la nostra applicazione (di conseguenza la tensione massima a cui il boost può arrivare è stata settata a 350V).

In Figura 6.10 sono riportati il principio di funzionamento e lo schematico del dispositivo *ASSR4118*; come si può notare esso realizza il funzionamento di un relais sfruttando un sistema ottico composto da un diodo LED e un array di rilevatori: quando il comando di accensione del canale, dato via software, viene impartito dal microcontrollore, nella parte di controllo del dispositivo inizia a scorrere corrente e il LED emetterà radiazioni luminose. La luce viene rilevata dall'array di diodi che attivano un circuito che cortocircuita i pin d'uscita.

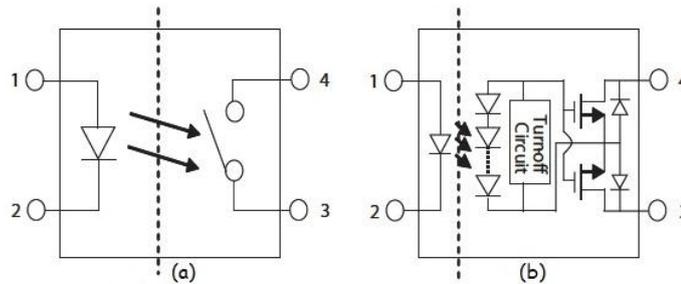


Figura 6.10 Principio di funzionamento (a) e schema circuitale (b) del solid state relais *ASSR4118*.

Viene presentato, infine, lo schema circuitale di tutta la parte di indirizzamento progettata:

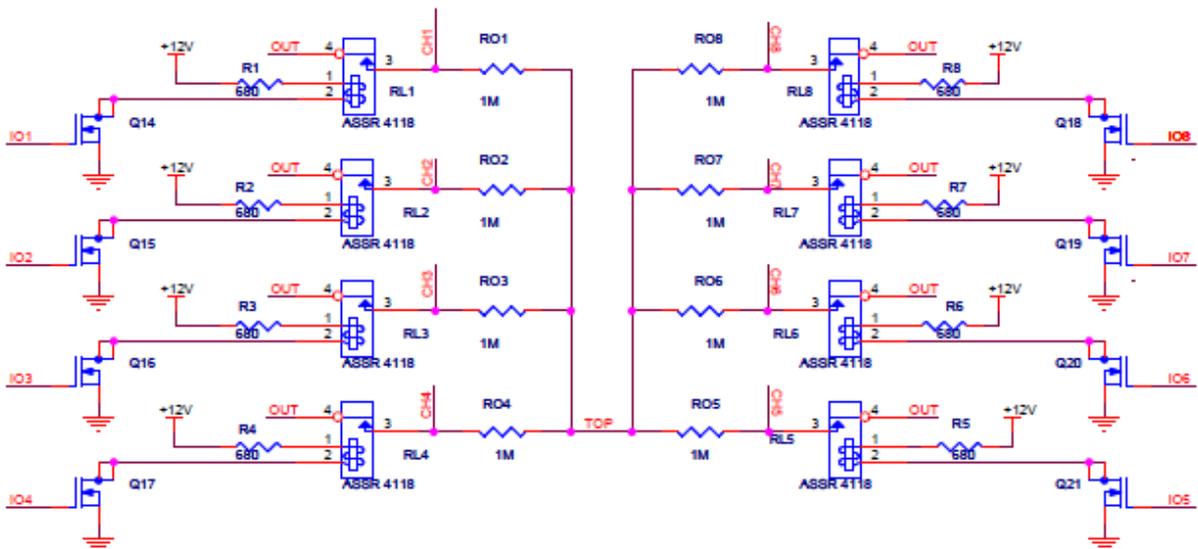


Figura 6.11 Schematico del circuito di indirizzamento. Per il circuito di accensione viene usato un transistor MOS per non sovraccaricare il microcontrollore, infatti ogni canale acceso necessita di una corrente di almeno 15mA.

Come si può notare dallo schematico, è stata inserita una resistenza di $1M\Omega$ tra ogni canale e il TOP; ciò è stato fatto per non lasciare flottante la tensione del canale quando esso è spento e assicurarsi quindi che sia uguale a quella del TOP in modo che ogni linea spenta abbia tensione differenziale nulla ai suoi capi.

Il carico che questo circuito deve pilotare è direttamente il dispositivo ad electrowetting che per sua natura è di tipo capacitivo: è utile effettuare dei semplici calcoli per valutarne l'ordine di grandezza di tale capacità. Si consideri una goccia di liquido con una superficie di base di 10mm^2 , che corrisponde a un sensato limite superiore per la dimensione del singolo elettrodo. Come già visto quando è stato presentato il modello del sistema, se il film dielettrico che riveste il controelettrodo è molto più sottile di quello che riveste la matrice di elettrodi il carico si può approssimare con la sola capacità associata alla superficie di base. Si considera uno spessore del layer dielettrico di base di $5\mu\text{m}$, valore tipico ottenuto con il processo di spin-coating. Il film dielettrico è costituito da teflon, la cui costante dielettrica è circa pari a 2. La capacità associata alla superficie di base risulta quindi:

$$C = \varepsilon_0 \varepsilon_d \frac{A}{d} \approx 35\text{pF} \quad (6.16)$$

Tale capacità, che va in parallelo alla resistenza da $1M\Omega$ inserita, ha un effetto passa basso su segnale con costante di tempo $\tau = RC$ di qualche decina di μs che corrisponde ad una frequenza di circa 100kHz , valore che rende questo effetto del tutto trascurabile vista la frequenza di funzionamento di 500Hz .

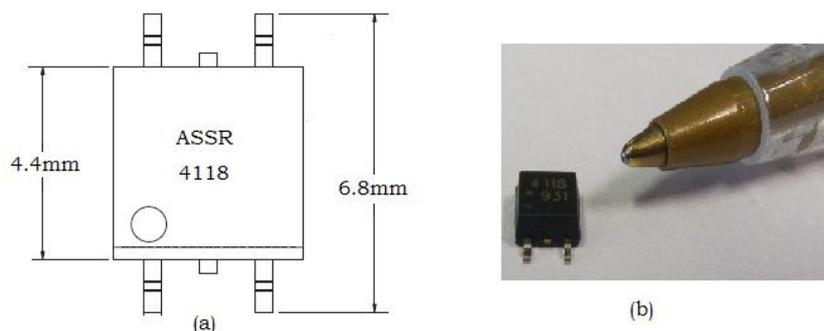


Figura 6.12 Dimensioni del dispositivo ASSR4118. La figura mostra le dimensioni riportate nel datasheet (a) e una foto del dispositivo (b).

Viste le ridotte dimensioni dei solid state relays (come mostrato in Figura 6.12) è stato possibile integrare in un'unica scheda il boost, il circuito di switching e di indirizzamento.

Vengono di seguito presentate: lo schematico (Figura 6.13), il layout della scheda PCB progettata con *Orcad PCB editor* (Figura 6.14) e la board al termine del montaggio dei dispositivi *SMD* (*surface mount device*) (Figura 6.15a); infine è mostrata la foto della scatola contenente tutto il modulo di comando del chip electrowetting (Figura 6.15b).

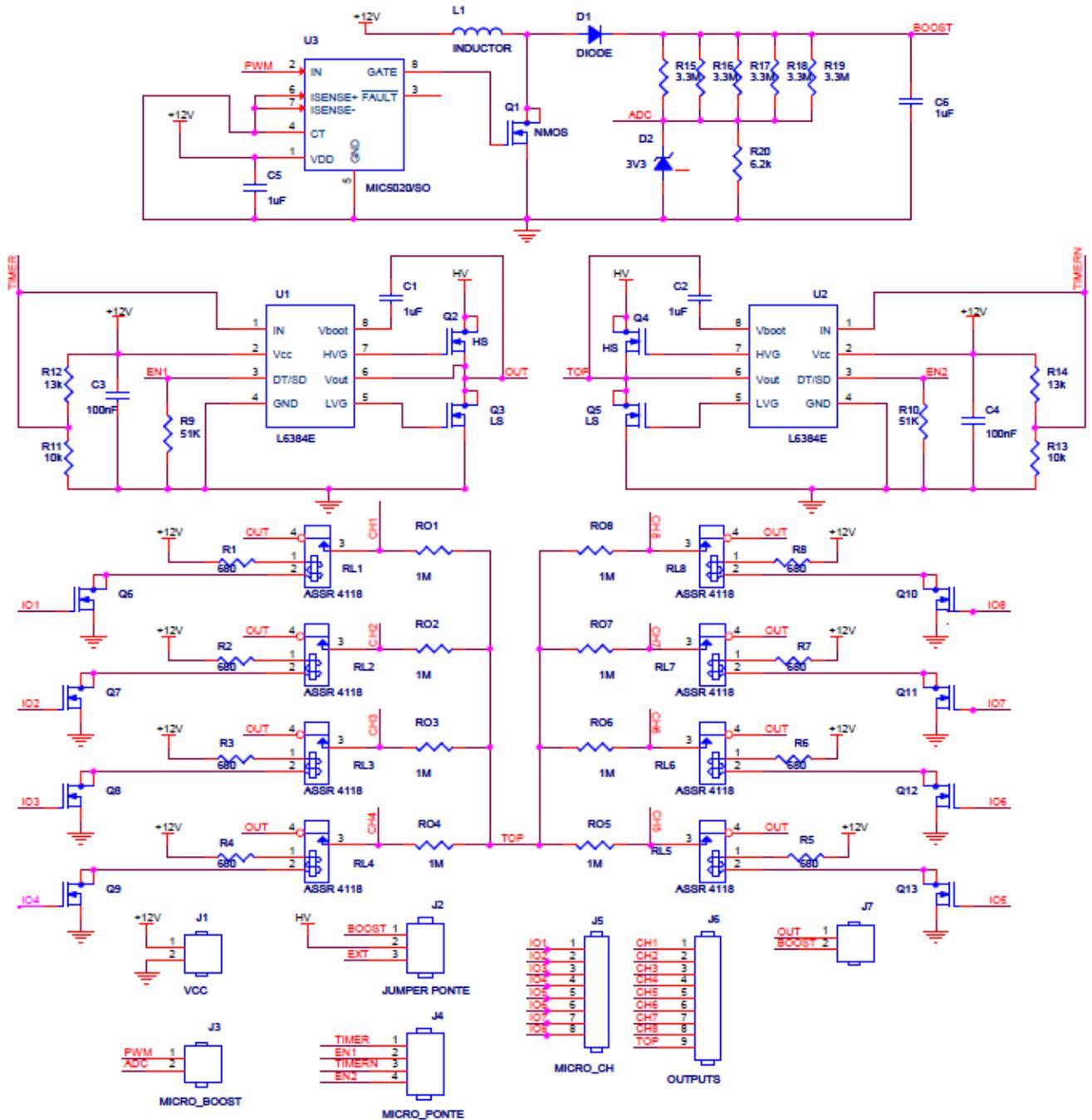


Figura 6.13 Schematico completo della scheda di comando. Si possono osservare i tre circuiti descritti in precedenza, dall'alto: il generatore Boost, il circuito di switching (full bridge) e il circuito di indirizzamento con i solid state relays; l'ultima sezione in basso fa riferimento ai connettori (J1-J7) che sono stati usati per i segnali provenienti dalla scheda del micro controllore e per prelevare i segnali d'uscita.

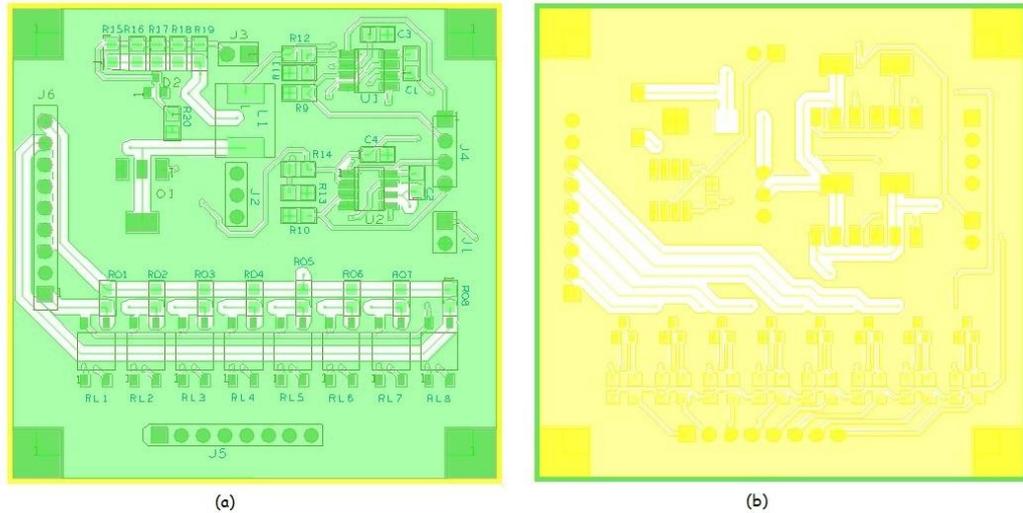
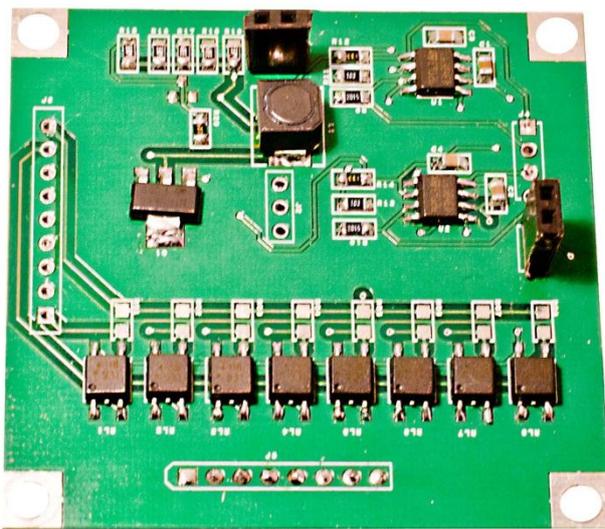


Figura 6.14 Layout lato superiore (a) e lato inferiore (b)



(a)



(b)

Figura 6.15 Foto della scheda progettata (a) e dalla scatola (b) contenente entrambe le schede usate: quella del microcontrollore e quella di comando.

Come mostrato in Figura 6.15b le due schede che rappresentano il controllo dei chip electrowetting sono state chiuse in una scatola. Tale scatola è stata progettata in modo da avere tre connettori di ingresso: uno per l'alimentazione (connettore *Jack Power*, da connettere ad un alimentatore da 12V), uno per la USB (connettore *mini USB*, da connettere al PC) ed uno per la programmazione del microcontrollore (*JTAG*, da connettere al PC tramite *ULINK* per scaricare il firmware nel microcontrollore). Si ha infine un'unica uscita composta da 9 connettori (oltre agli 8 canali si ha anche il controelettrodo). Per il disegno della scatola è stato usato il *Solid Works*, mentre per la costruzione materiale si è sfruttata la stampante 3D *FDM360mc-STRATASYS*®).

6.6 CONTATTIERA

Si è anche disegnata e prodotta una contattiera che permette la connessione del blocco di comando, descritto nella precedente sezione, direttamente con il dispositivo;

Esso comprende tre parti:

- Una base su cui è posto il chip;
- Un sostegno su cui sono stati alloggiati i pogo pin che fungono da contatto elettrico;
- La board di connessione, realizzata su PCB in laboratorio mediante fresatura CNC a partire da basette ramate.

La base ed il sostegno sono stati disegnati in SolidWorks e poi ottenuti tramite la stampante 3D FDM 360mc prodotta da STRATASYS®.

Le prossime figure mostrano la microfresa durante la lavorazione e la contattiera assemblata.

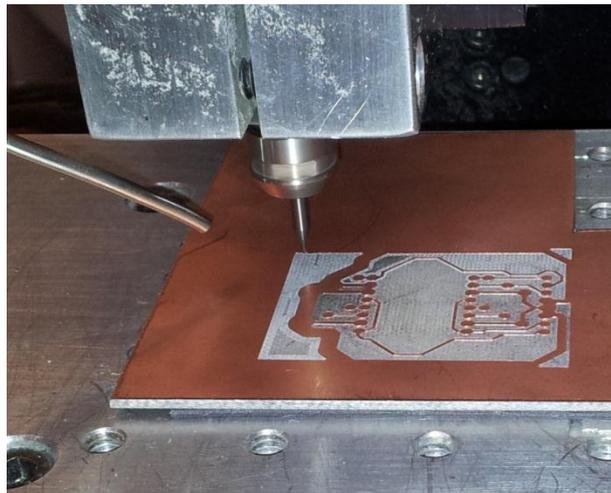


Figura 6.16 La contattiera durante la lavorazione con Microfresa.

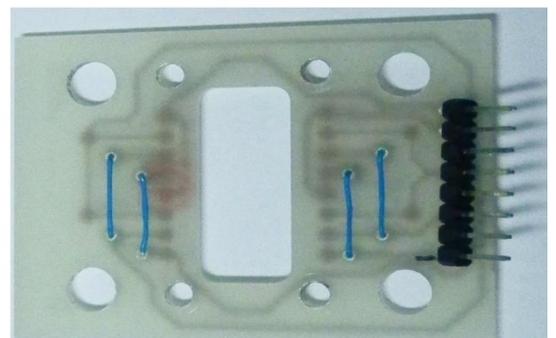
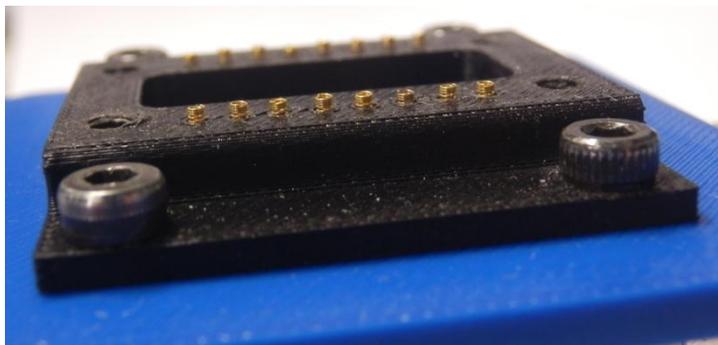


Figura 6.17 Le tre componenti della contattiera, da destra: in blu la base, in nero il supporto per i pogo pin e in fine la board.

6.7 SOFTWARE DI CONTROLLO

6.7.1 CARATTERISTICHE DELL'APPLICAZIONE

L'interfaccia software, a cui è stato dato il nome *EWOD* (electrowetting on dielectric), è stata realizzata in Visual C++. Tramite essa è possibile istruire il microcontrollore allo scopo di attuare gli elettrodi dei dispositivi con combinazioni e sequenze temporali volute. Le principali caratteristiche conferite al programma sono le seguenti:

- Possibilità di definire combinazioni di accensione degli elettrodi e relative sequenze temporali in modo arbitrario. Ogni sequenza può essere memorizzata e richiamata anche in nuove sessioni di esecuzione del programma: in questo modo è possibile costruire una 'libreria di sequenze' in grado ognuna di far svolgere una determinata funzione ad uno specifico dispositivo. Le sequenze salvate possono in ogni momento essere modificate in modo rapido, aggiungendo, rimuovendo o spostando nuove combinazioni di accensione. E' prevista anche la possibilità di variare in modo proporzionale tutti i tempi di una sequenza, per poter effettuare in modo semplice prove sui dispositivi a diverse velocità.
- Le sequenze create possono essere eseguite in modo automatico e possono essere fermate e riprese in ogni momento.
- Ogni singolo canale può essere controllato anche in modalità manuale, senza utilizzare sequenze temporali predefinite. Questa possibilità è molto utile durante i test di funzionamento dei dispositivi.
- La tensione del generatore boost può essere variata in ogni momento, anche durante l'esecuzione di una sequenza.
- Il valore della frequenza di switching può essere deciso e variato direttamente dall'interfaccia software. Sia questo valore che quello della tensione del generatore possono essere salvati ed associati ad una sequenza voluta.
- Il software visualizza sia i messaggi di risposta ai comandi del microcontrollore, sia le informazioni che esso fornisce in tempo reale durante il funzionamento. Queste informazioni includono lo stato di accensione dei diversi canali, la tensione effettiva in uscita dal generatore step-up e il duty cycle del segnale PWM che lo pilota. In questo modo è possibile sia rendersi conto dello stato di funzionamento dei dispositivi sia rilevare eventuali malfunzionamenti dell'intero sistema.

6.7.2 L'interfaccia grafica

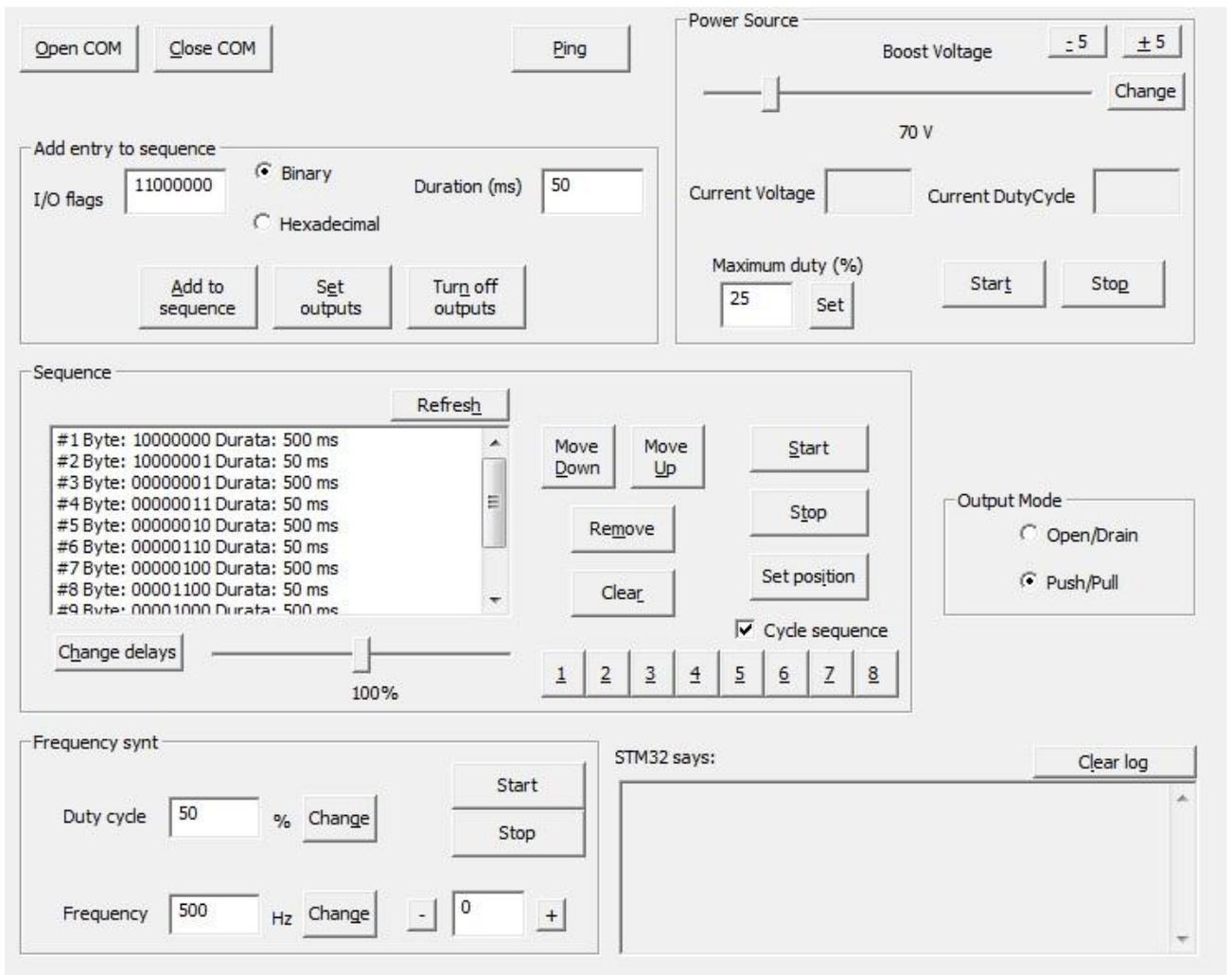


Figura 6.18 Finestra principale dell'interfaccia software realizzata per il controllo dei dispositivi da PC. L'applicazione è stata realizzata in linguaggio Visual C++, la comunicazione con il microcontrollore avviene tramite USB.

In si può vedere la finestra principale dell'applicazione; gli elementi più rilevanti che la contraddistinguono sono:

- Form di inserimento di un nuovo passo della sequenza: la sequenza di 8 bit contenente la combinazione di accensione può essere fornita in formato binario (più intuitivo) o esadecimale (più rapido).
- Controlli per la visualizzazione e modifica della sequenza: gli elementi della lista possono essere spostati o rimossi, inoltre con il controllo 'Change delays' si possono variare i ritardi.
- Controlli per l'esecuzione della sequenza: permettono di avviare, fermare e posizionare su un passo preciso la sequenza. Se la casella 'Cycle sequence' è spuntata la sequenza riparte dall'inizio una volta giunta al termine.

- Pulsanti associati ai canali (1...8): hanno una duplice funzione. Se premuti commutano lo stato di accensione del canale associato, inoltre vengono colorati di rosso se il canale è spento e di verde in caso contrario, permettendo di visualizzare l'attuale combinazione di accensione.
- Controlli associati all'alimentazione (Power source): permettono di decidere la tensione del generatore e visualizzano la tensione e il duty cycle correnti.
- Log (in basso): visualizza tutti i messaggi che il microcontrollore invia in risposta ai comandi.
- Controlli associati allo switching (frequency synt): è possibile modificare la frequenza di switching e il duty cycle del segnale AC di alimentazione.

6.7.3 Struttura dell'applicazione

Processo principale

Questo processo si occupa tra le altre cose di gestire l'intera interfaccia grafica con l'utente. Ogni volta che viene premuto un tasto per il quale è richiesta la comunicazione di un comando al microcontrollore, questo processo inserisce le informazioni necessarie al suo invio in un elemento libero del vettore globale dei comandi.

Processo di scrittura

Si occupa dell'invio dei comandi sul buffer USB. La gestione di questo buffer è di tipo circolare: si utilizzano due indici, uno che si riferisce al primo elemento valido del vettore (testa) e l'altro all'ultimo (coda). Ogni nuovo comando viene aggiunto in coda dal processo principale, mentre l'indice della coda viene incrementato. Il processo di scrittura invece preleva dalla testa del vettore un comando da inviare, per poi incrementare l'indice di testa. I comandi vengono inviati secondo il formato descritto nel paragrafo 6.2.2 relativo al microcontrollore.

Processo di lettura

Questo thread resta costantemente in ascolto sul canale USB. Ogni volta che arrivano dei dati il processo li decodifica: i messaggi testuali provenienti dal microcontrollore vengono visualizzati nel log della finestra principale, mentre i dati numerici vengono utilizzati per aggiornare costantemente i controlli relativi allo stato di accensione dei canali e allo stato di funzionamento del generatore.

CAPITOLO 7

MISURE e TESTING

7.1 INTRODUZIONE

In questo capitolo vengono riportate le misure di angolo di contatto fatte durante i test dei materiali usati per la passivazione e per lo strato idrofobico.

Dalle misure si è anche potuto dedurre lo spessore realmente depositato; infatti dall'equazione 2.9, si può ricavare il seguente andamento:

$$\Delta \cos \theta = \frac{\varepsilon_0 \cdot \varepsilon_r}{2 \cdot d \cdot \gamma_l} V^2 \quad (7.1)$$

Dunque, per stimare in modo sperimentale lo spessore degli strati depositi (isolanti e/o idrofobici) si può così procedere:

- Si misura l'angolo di contatto in assenza di tensione (θ_0);
- Si fanno diverse misure al variare della tensione;
- Per ogni misura effettuata si calcola di $\Delta \cos \theta = \cos \theta - \cos \theta_0$;
- Infine si effettua una regressione lineare dei valori così ottenuti;
- Come si può dedurre dall'equazione (7.1), il coefficiente angolare (m) di tale regressione è funzione dello spessore "d", il quale può essere stimato tramite la relazione seguente;

$$d \approx \frac{\varepsilon_0 \cdot \varepsilon_r}{2 \cdot m \cdot \gamma_l} \quad (7.2)$$

Descriviamo per prima cosa l'apparato di misura usato.

APPARATO DI MISURA

Il sistema di misura utilizzato è il KSV CAM 200 (Figura 7.1): lo strumento è dotato di una sorgente di luce LED, per illuminare la goccia di liquido, e di una fotocamera ad alto frame-rate (100 fps) per registrare le immagini. Il campo visivo viene massimizzato grazie al teleobiettivo che monta la fotocamera, mentre il contrasto viene aumentato via software per evidenziare il bordo della goccia. Il software è dunque in grado di eseguire il "fitting" di tale profilo e calcolare il valore di angolo di contatto.



Figura 7.1 Sistema di misura dell'angolo di contatto KSV CAM 200

7.2 POLYIMIDE SU ORO

Il campione su cui sono state fatte le misure è così composto:

- Strato d'oro (spessore 100nm);
- Passivazione e idrofobicizzazione in Polimide HD8820 con spessore nominale di 20 μ m (ottenuto da un double coating);

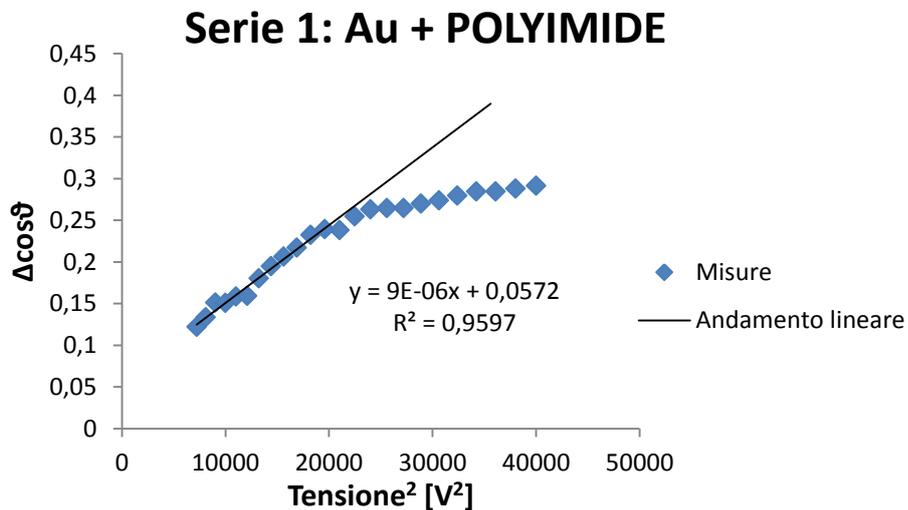


Figura 7.2 Variazione dell'angolo di contatto al variare del quadrato della tensione applicata su un campione d'oro passivato con Polyimide HD8820.

Osservazioni:

- L'andamento lineare mostrato nel grafico è quello previsto dalla teoria (paragrafo 2.3);

- È, inoltre, possibile notare che oltre un certo valore di tensione, l'angolo di contatto non segue più l'andamento teorico; ciò non è dovuto al fenomeno di saturazione ma al fatto che si è bucato il film di dielettrico; ciò avviene a circa 130V (valori indicati in rosso nella Tabella 7.1).
- Usando il valore del coefficiente lineare ottenuto dalla regressione lineare delle misure si stima uno strato depositato di polyimide con spessore pari a 19,35 μ m;

I dati a cui si riferisce il grafico sono riportati nella seguente tabella.

TENSIONE [V]	ϑ	$\Delta\cos(\vartheta)$
0	75,89	0
85	68,55	0,121887
90	67,83	0,133554
95	66,75	0,15099
100	66,77	0,150669
105	66,29	0,158257
110	66,24	0,159088
115	64,90	0,18035
120	63,99	0,194647
125	63,27	0,206047
130	62,56	0,21697
135	61,58	0,23219
140	61,12	0,239113
145	61,19	0,238104
150	60,10	0,254639
155	59,55	0,263013
160	59,45	0,264502
165	59,44	0,264652

170	59,09	0,269843
175	58,85	0,273537
180	58,45	0,279395
185	58,11	0,284413
190	58,12	0,284353
195	57,88	0,287906
200	57,66	0,291109
0 (Post)	60,89	-

Tabella 7.1 Serie1: Misure fatte su pad d'oro passivati con polyimide HD8820; in rosso è indicata la condizione di rottura dello strato.

7.3 OSSIDO DI SILICIO E TEFLON SU ALLUMINIO

Il campione su cui sono state fatte le misure è così composto:

- Strato di alluminio (spessore 100nm);
- Passivazione con ossido di silicio (spessore 1 μ m);
- idrofobicizzazione con uno strato di teflon ottenuto via spin-coating da una soluzione contenente PTFE(100%) e Fluorinert FC77 in rapporto 1:50;

Serie 2: Al + SiO₂ + PTFE

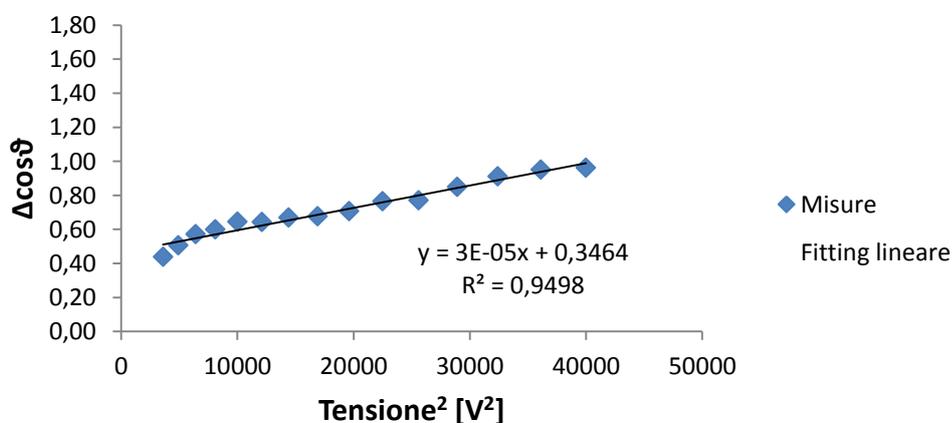


Figura 7.3 Variazione dell'angolo di contatto al variare del quadrato della tensione applicata su un campione di alluminio passivato con ossido di silicio e strato idrofobico in teflon.

TENSIONE [V]	ϑ	$\Delta\cos(\vartheta)$
0	119,40	0,0000
60	93,01	0,4385
70	89,18	0,5053
80	85,35	0,5721
90	83,74	0,6000
100	81,18	0,6443
110	81,27	0,6429
120	79,74	0,6690
130	79,31	0,6764
140	77,58	0,7060
150	74,088	0,7652
160	73,71	0,7715
170	68,99	0,8494
180	65,16	0,9110
190	62,62	0,9509
200	61,88	0,9623

Tabella 7.2 Serie2: Valori misurati di angolo di contatto al variare della tensione applicata. In rosso sono indicate le condizioni alle quali si è verificata la rottura degli strati passivanti.

Lo spessore stimato dalle misure è di circa 7,7 μ m e il breakdown si ha a circa 180V.

Prima di queste misure e prima della deposizione del teflon si è misurato anche l'angolo di contatto dell'ossido di silicio da sputtering, questo è risultato essere di 39.8°.

7.4 TEFLON SU ALLUMINIO

Il campione su cui sono state fatte le misure è così composto:

- Strato di alluminio (spessore 100nm);
- Passivazione e idrofobizzazione in PTFE (concentrazione 100%, velocità di spinnig durante il coating 2500rpm per 20 s, spessore teorico 3,5 μm).

Serie 3: Al + PTFE

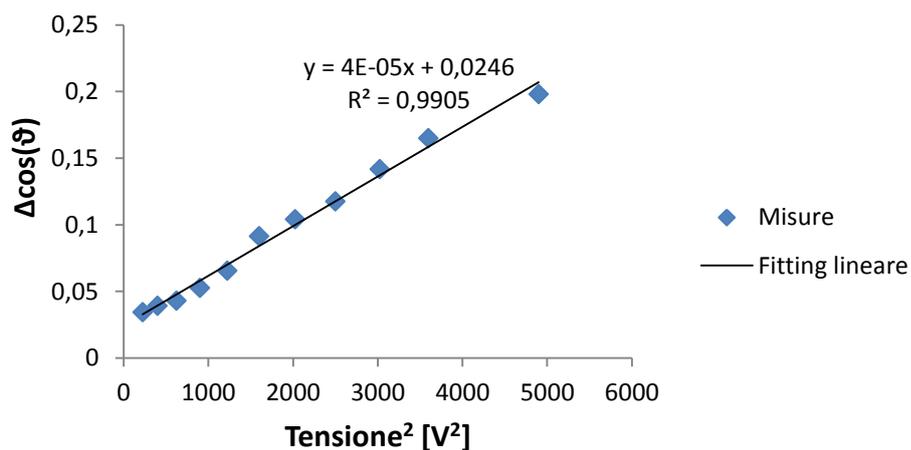


Figura 7.4 Variazione dell'angolo di contatto al variare del quadrato della tensione applicata su un campione di alluminio con passivazione e strato idrofobico in teflon.

TENSIONE [V]	ϑ	$\Delta\cos(\vartheta)$
0	114,007	-
5	114,997	-0,01572
10	113,917	0,001435
15	111,859	0,034525
20	111,563	0,039324
25	111,331	0,043093
30	110,748	0,05259
35	109,958	0,065517
40	108,382	0,091497

45	107,614	0,104245
50	106,816	0,117549
55	105,376	0,141696
60	103,997	0,164977
70	102,049	0,1981

Tabella 7.3 Serie3: Valori misurati di angolo di contatto al variare della tensione applicata.

La stima dello spessore di teflon deposto è di 3.3 μ m, alle tensioni applicate non è avvenuto il breakdown.

7.5 SiNR SU ALLUMINIO

Il campione su cui sono state fatte le misure è così composto:

- Strato di alluminio (spessore 100nm);
- Passivazione e idrofobicizzazione in SiNR (doppio coating di SiNR 3570 con velocità di 6000rpm per 25s, spessore nominale di 3 μ m);

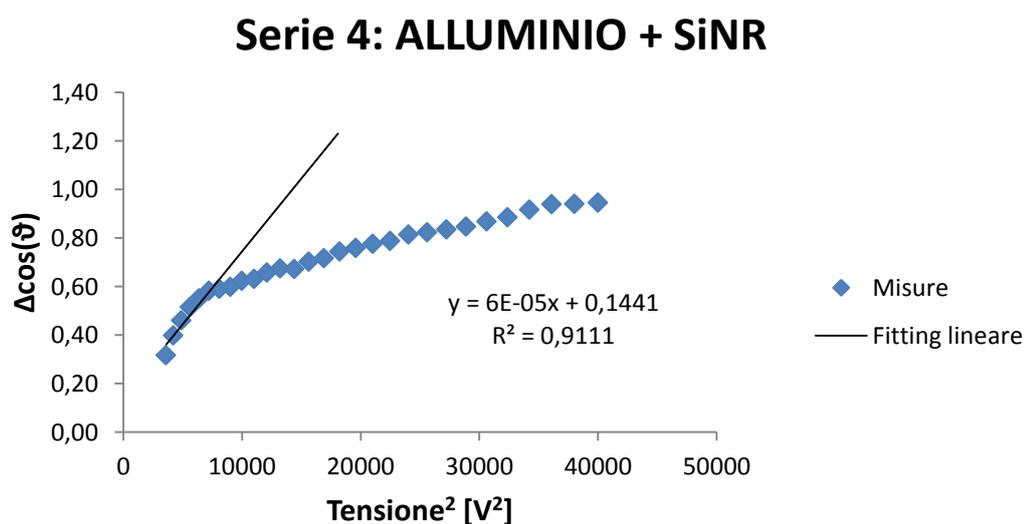


Figura 7.5 Variazione dell'angolo di contatto al variare del quadrato della tensione applicata.

TENSIONE [V]	ϑ	$\Delta\cos(\vartheta)$
0	102,408	0,0000
60	84,162	0,3166
65	79,433	0,3983
70	75,828	0,4597
75	72,54	0,5149
80	70,349	0,5512
85	68,437	0,5824
90	67,905	0,5910
95	67,475	0,5980
100	65,914	0,6230
105	65,404	0,6311
110	63,724	0,6576
115	62,663	0,6741
120	62,782	0,6722
125	60,8	0,7027
130	59,831	0,7174
135	57,982	0,7451
140	57,072	0,7585
145	55,869	0,7760
150	55,074	0,7874
155	53,165	0,8144
160	52,475	0,8240
165	51,681	0,8349
170	50,793	0,8470

175	49,204	0,8682
180	47,865	0,8858
185	45,467	0,9162
190	43,604	0,9390
195	43,505	0,9402
200	43,043	0,9457

Tabella 7.4 Serie5: Valori di angolo di contatto misurati al variare della tensione applicata. In rosso sono indicate le condizioni alle quali si è verificata la rottura dello strato di SiNR.

Lo spessore stimato dalle misure è di circa $2.7\mu\text{m}$ mentre la tensione di rottura è di circa 180V.

7.6 TESTING DEI DISPOSITIVI

7.6.1 DISPOSITIVO 1

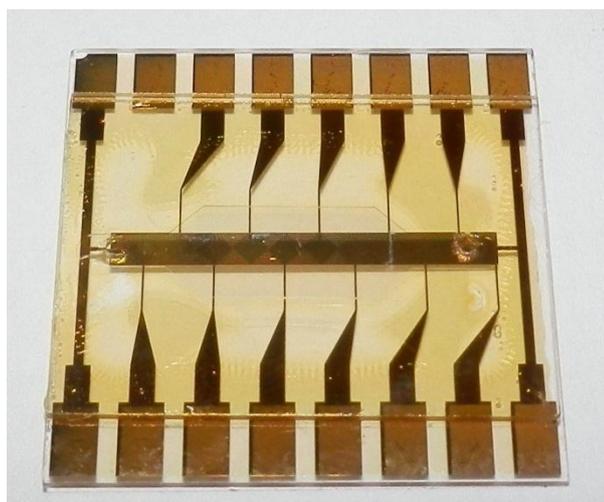


Figura 7.6 Il primo prototipo costruito di pompa ad electrowetting;

Il dispositivo mostrato in figura presenta elettrodi in oro, passivazione in Polyimide HD8820 e fluidica/bonding in SiNR 3570DF-50.

Tutte le prove di attuazione fluidica fatte su questa versione hanno dato esito negativo; si sono osservati due fenomeni deversi:

- In alcuni casi, anche mantenendo una bassa tensione di alimentazione (40V), si è verificata la rottura dello strato isolante.

- In altri casi, nonostante non si verificasse il breakdown a basse tensioni, non si è riusciti ad ottenere la movimentazione del liquido.

La motivazione di questi fallimenti è da ricerca nelle proprietà del metallo con cui sono stati costruiti gli elettrodi.

L'uso dell'oro nelle tecnologie microelettroniche è dovuto alla particolare resistenza alla corrosione, per questo motivo viene considerato un *metallo nobile*. La diretta conseguenza di questa peculiarità è la difficoltà di passivazione di una superficie ricoperta d'oro in quanto l'adesione di materiali come ossidi o polimeri risulta molto scarsa.

Una soluzione in fase di studio è quella di sfruttare una passivazione con Nitruro di silicio, che è una tecnica molto usata quando si trattano superfici ricoperte d'oro.

Come si può evincere dalle prove sperimentali fatte, le caratteristiche dello strato isolante, composto da un materiale polimerico, sono state degradate dalla scarsa adesione che l'elettrodo sottostante fornisce.

7.6.2 DISPOSITIVO 2

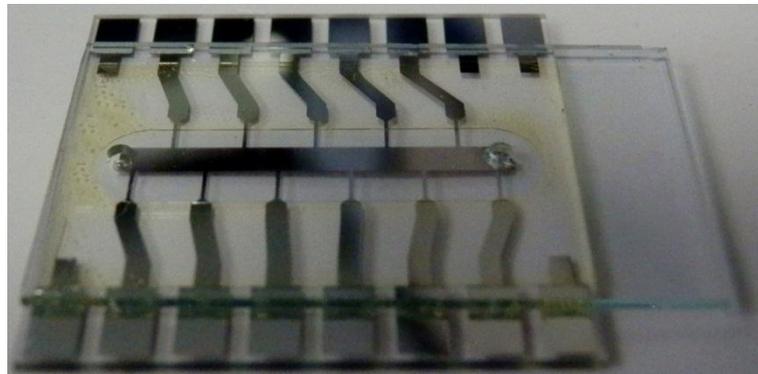


Figura 7.7 Prototipo con elettrodi in alluminio e passivazione con ossido di silicio.

Il dispositivo mostrato è composto da elettrodi in alluminio, passivazione con SiO_2 , strato idrofobico molto sottile in teflon e struttura fluidica e bonding in SiNR.

Con questo dispositivo si è riusciti a creare la goccia (Figura 7.8) con la procedura descritta nel paragrafo 5.2.2 ma non si è potuto ottenere la sua movimentazione. Il fenomeno che si è verificato è la rottura dello strato isolante in ossido di silicio. La motivazione di questo fallimento è da cercarsi nel fatto che l'ossido di silicio da sputtering ottenuto da un semplice processo di

deposizione, è risultato poroso e quindi con scarse proprietà isolanti, si dovrà dunque studiare un processo di deposizione più complesso, ma che riduca le difettosità del materiale.

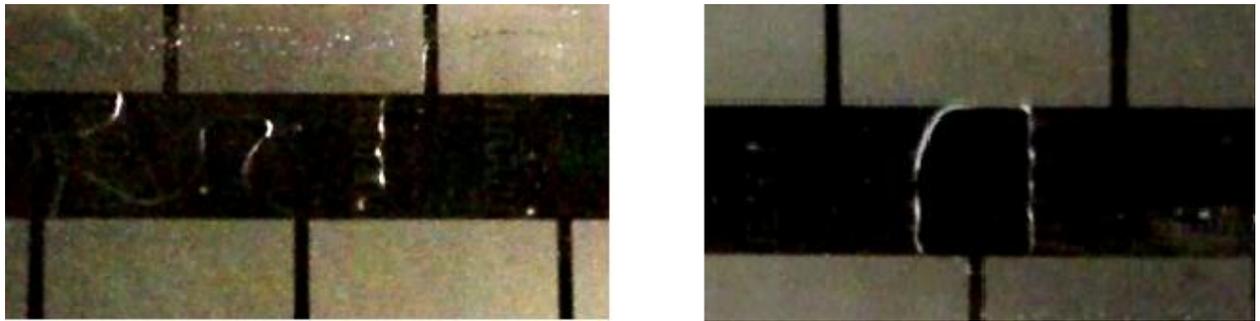


Figura 7.8 Fotogrammi tratti dal filmato girato durante il test del dispositivo con passivazione in SiO_2 e strato idrofobico in teflon.

7.6.3 DISPOSITIVO 3

La terza tipologia di dispositivi realizzati ha elettrodi in alluminio e un unico strato di funzionalizzazione in teflon spesso circa $3 \mu\text{m}$.

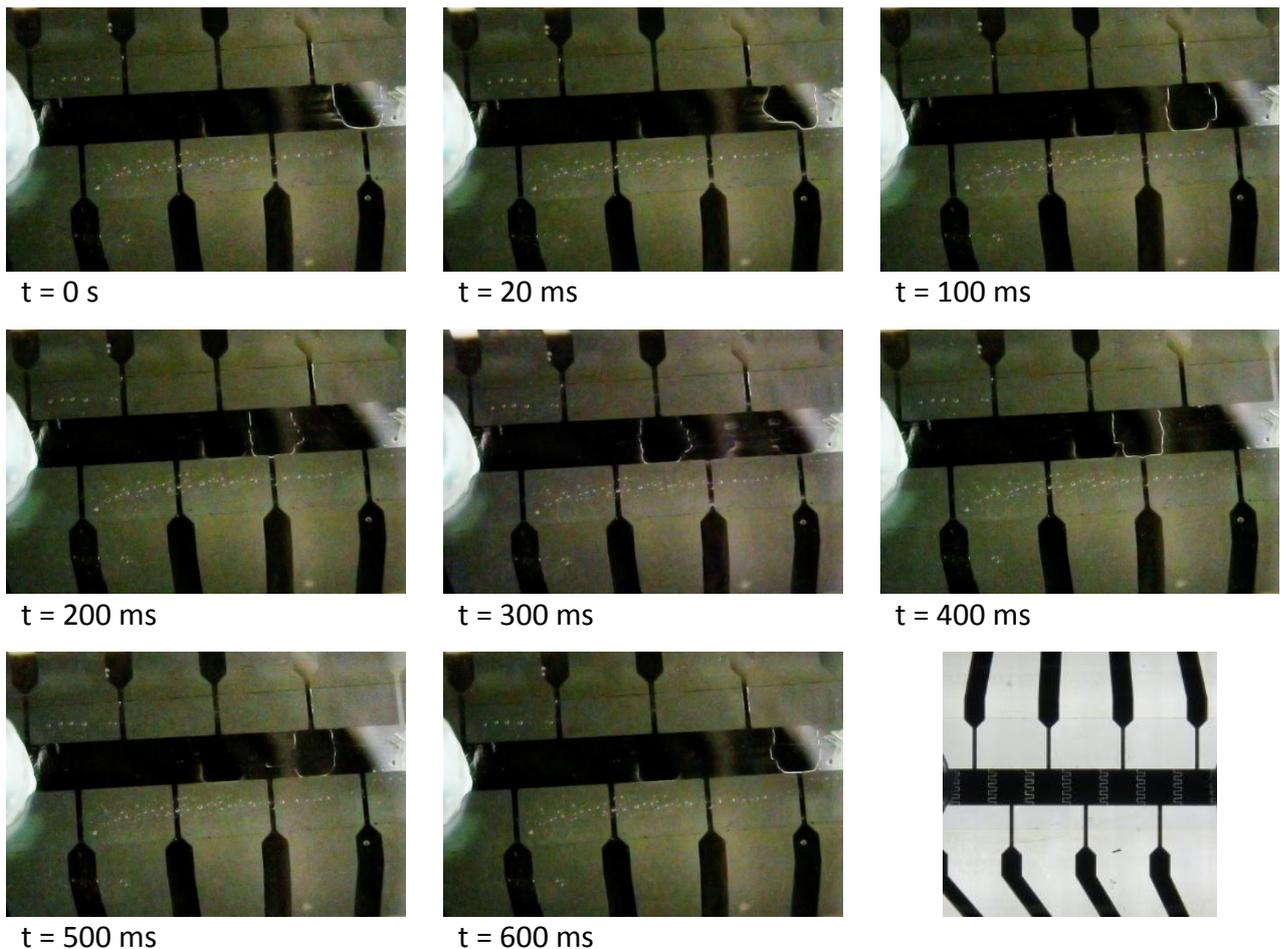


Figura 7.9 Alcuni frame registrati durante il test di uno dei dispositivi con elettrodi in alluminio e funzionalizzazione in teflon.

In Figura 7.9 sono mostrati alcuni fotogrammi del video girato durante il test dei dispositivi con elettrodi quadrati interdigitati. Viene mostrata la fase di trasporto di una goccia di acqua deionizzata attraverso alcuni elettrodi. In modo particolare le prime tre figure mostrano:

- La goccia nella posizione iniziale, al tempo zero;
- Per un tempo pari a 20 ms, vengono accesi entrambi gli elettrodi (quello di partenza e quello di destinazione) e come si può notare dalla seconda figura la goccia nella posizione intermedia tra di essi;
- Dopo questa fase viene spento il primo elettrodo e mantenuto acceso il secondo per ulteriori 80 ms; dunque la goccia si sposta totalmente su di esso e vi rimane per il tempo prestabiliti.

Questo ciclo viene ripetuto nelle figure successive.

Nell'ultima immagine è riportato un particolare della matrice di elettrodi in alluminio, illuminata dal basso, sulla quale sono stati fatti i cicli di trasporto appena descritti.

7.6.4 DISPOSITIVO 4

La quarta serie di dispositivi prodotti hanno le seguenti caratteristiche:

- Elettrodi in alluminio;
- Funzionalizzazione in SiNR (con spessore $3\mu\text{m}$);
- Fluidica e bonding in SiNR (alta $50\mu\text{m}$);

Questo tipo di dispositivi sono attualmente in fase di test; dai primi risultati e dalle misure riportate nel paragrafo 7.5 questa risulta la tecnologia più promettente.

7.6.5 DISPOSITIVO 5



Figura 7.10 Dispositivi su wafer 4" con elettrodi in alluminio e "TOP" in silicio.

Il wafer mostrato in Figura 7.10 racchiude un set di dispositivi che saranno usati per testare la tecnologia che comprende:

- Elettrodi in alluminio;
- Passivazione e strato idrofobico in SiNR 3570(3 μ m);
- Struttura fluidica di 50 μ m in SiNR 3570 DF;
- Wafer superiore in silicio.

Questa tecnologia mista che sfrutta un wafer in silicio ed uno in vetro è stata testata come transizione verso una soluzione completamente in silicio che porta come vantaggio l'eliminazione dei problemi di adesione e quindi anche delle difficoltà riscontrate nelle fasi di passivazione.

CONCLUSIONI E SVILUPPI FUTURI

Il lavoro di tesi è stato svolto con scopo di studiare e definire un processo industrializzabile per la produzione di dispositivi a electrowetting per applicazioni microfluidiche. Le attività di studio e sviluppo di questa tecnologia sono state svolte presso il laboratorio “*More than Moore*” STMicroelectronics ad Agrate Brianza e il *CMi* del Politecnico di Losanna (*EPFL*).

Le applicazioni che questa recente tecnologia trova sono molteplici e spaziano in diversi ambiti, da quello ottico, con innovative microlenti e display, a quello biomedico. In modo particolare si sono volute approfondire le potenzialità che essa offre in ambito della microfluidica sui Lab-On-Chip che rappresentano il futuro delle applicazioni biotecnologiche.

La maggior parte delle piattaforme che utilizzano questi dispositivi presentano due fasi di funzionamento che prevedono :

- L'estrazione dei materiali biologici dai campioni grezzi: insieme di procedure che vengono denominate “*Sample Preparation*”;
- Le analisi biochimiche vere e proprie che sono permesse dalla presenza di reagenti all'interno del chip.

In tal caso è allo studio un sistema che sia in grado di sostituire gli step prima descritti con un'unica operazione, creando dei chip, completamente automatizzato, che accetta in ingresso il campione grezzo e forniscono all'utente i risultati delle analisi effettuate.

È dunque necessaria una tecnologia che sia in grado di movimentare liquidi e di svolgere le operazioni tipiche della “*Sample Preparation*”, quali ad esempio la miscelazione e l'agitazione, senza l'uso di ingombranti parti meccaniche. La risposta a questo problema è proprio la tecnologia a Electrowetting che renderebbe possibile l'integrazione del sistema in un unico chip.

L'applicazione usata per testare la fattibilità e l'affidabilità di dispositivi costruiti con questo tipo di processi è una pompa microfluidica.

Per raggiungere questi obiettivi si è reso necessario lo svolgimento di uno studio approfondito del fenomeno in modo da renderne evidente le dipendenze dai parametri di progetto.

Per far ciò si è creato un modello in grado di fornire una linea guida per le successive scelte progettuali, in modo particolare è stato utile per la definizione e costruzione dell'elettronica di controllo e per la scelta dei *design* dei contatti; ciò si è fatto tenendo conto di due diverse linee guida: alte performance e semplicità di produzione.

Alla fine di questa trattazione analitica si è passati alla scelta e conseguente analisi dei materiali da utilizzarsi. Delle diverse possibilità si sono vagliati pregi e difetti e in fine, per ognuno si è dimensionato un opportuno flusso di processo.

Inoltre, grazie all'opportunità di poter usare i macchinari presenti al Politecnico di Losanna si è potuto fare uno studio di tutti gli step, dalla deposizione dei materiali, la loro definizione litografica fino al bonding delle due parti del dispositivo, in modo da ottenere un prototipo sigillato e funzionante. È stato possibile anche, svolgere tutte le operazioni su fetta (wafer 4") e non solo su singolo dispositivo, ciò ha fornito ulteriore robustezza e ripetibilità.

Una volta delineati tutti i dettagli dei flussi di processo e i parametri di progetto, si è passati alla definizione dei layout e quindi delle maschere.

Si è così potuto produrre i primi prototipi sui quali sono state fatte delle misure mirate e studiarne il funzionamento; in parallelo sono anche state fatte ulteriori misure di variazione di angolo di contatto, mirate a convalidare il modello inizialmente proposto.

Durante questo lavoro si è investito parecchio, sia in termini di lavoro che di tempo, non solo sulla messa a punto di tutti gli step di processo, ma, in qualche caso, anche della strumentazione costruita ad hoc per il loro svolgimento.

Dall'analisi dei test sperimentali si è potuto dedurre che non tutte le tecnologie processate hanno mostrato le caratteristiche per le quali erano state progettate; si sono dunque cerca le motivazioni di tali difettosità e proposte delle soluzioni ragionevoli.

Tra i dispositivi realizzati, quelli che presentano un unico layer con funzione di passivazione e strato idrofobico, risultano essere i più affidabili e performanti; in modo particolare, dei materiali usati, il più promettente è il SiNR, lo stesso usato per la fluidica e il bonding.

Si sono infine poste le basi per la definizione di un processo su silicio che sfrutti in pieno le sue potenzialità in termini di affidabilità, in quanto si userebbero le tecniche già testate e collaudate

tipiche dell'industria dei semiconduttori; ma soprattutto, si ha la possibilità di avere delle tecniche di funzionalizzazione superficiale più affidabili ed in modo particolare che riescono a garantire un buon funzionamento a tensioni di lavoro molto più basse di quelle attualmente necessarie.

BIBLIOGRAFIA

- [1] Gerlach C.L. Rogers K.R., "A status report on biosensors for ecological and human exposure assessment," *Environ. Sci. Technol.*, vol. 30, pp. 486-491, 1996.
- [2] Hoyt S., Janata J., Abando L., Booksh K. Wilson D.M., "Chemical sensors for portable, handheld instruments," *IEEE Sensors*, vol. 1, pp. 256-276, 2001.
- [3] Bartholomeusz D., Andrade J. Davis R., "Personal sensors for the diagnosis and management of metabolic disorders," *IEEE Eng. Med. Biol. Mag.*, vol. 22, pp. 32-42, 2003.
- [4] Chunyan Zhang, Juergen Pipper, Sharon Oh and Lang Zhuo Pavel Neuzil, "Ultra fast miniaturized real-time PCR: 40 cycles in less than six minutes," *Nucleic Acids Research*, vol. 34, no. 11, 2006, Vol. 34.
- [5] Alphonsus H. C. Ng, Vishal Rai, Ryan Hili, Andrei K. Yudin and Aaron R. Wheeler Mais J. Jebrail, "Synchronized Synthesis of Peptide-Based Macrocycles by Digital Microfluidics," *Angewandte Chemie*, vol. 49, 2010.
- [6] Romani A., Medoro G., Altomare L., Leonardi M., Tartagni M., Guerrieri R. Manaresi N., "A CMOS chip for individual cell manipulation and detection," *IEEE Solid-State Circuits J.*, vol. 38, pp. 2297-2305, 2003.
- [7] Lee T. Hassibi A., "A programmable electrochemical biosensor array in 0:18um standard CMOS," *IEEE ISSCC Dig. Tech. Papers*, vol. 48, pp. 564-566, 2005.
- [8] Jeanson H., Claustre P., Gruss J.A., Revol-Cavalier F., Caillat P., Mastromatteo U., Scurati M., Villa F., Barlocchi G., Corona P., Grieco B. Fuchs A., "A silicon lab-on-chip for integrated sample preparation by PCR and DNA analysis by hybridization ," *2nd 156 Annual International IEEE EMBS Spec. Topic Conf. on Microtechnologies in Med. And Biol., Wisconsin USA*, May 2002.
- [9] Frieder Mugele and Jean-Christophe Baret, "Electrowetting: from basics to applications," *Condensed Matter* , vol. 17, pp. 705–774, 2005.

- [10] R. B. Fair, "Digital microfluidics: is a true lab-on-a-chip possible?," *Microfluid Nanofluid*, vol. 3, pp. 245-281, 2007.
- [11] Hyeijin Moon, Jesse Fowler, Chang-Jin Kim Junghoon Lee, "Electrowetting and electrowetting on dielectric for microscale liquid handling," *Sensors and Actuators*, vol. 95, pp. 259-268, 2002.
- [12] A. D. Shenderov and R. B. Fair M. G. Pollack, "Electrowetting-based actuation of droplets for integrated microfluidics," *Lab on Chip*, vol. 2, pp. 96-101, 2002.
- [13] Pamula V K and Fair R B Srinivasan V, "An integrated digital microfluidic lab-on-a-chip for clinical diagnostics on human physiological fluids," *Lab on Chip*, vol. 4, p. 310, 2004.
- [14] Guirardel M, Garcia G, Pourciel J B, Leberre V, Dagkessamanskaia A, Trevisiol E Belaubre P, "Fabrication of biological microarrays using microcantilevers," *Applied Physics Letters*, vol. 82, p. 3122, 2003.
- [15] Guirardel M, Leberre V, Pourciel J B and Bergaud C Belaubre P, "Cantilever-based microsystem for contact and non-contact deposition of picoliter biological samples ," *Sensors and Actuators*, vol. 110, p. 130, 2004.
- [16] B Berge, "Liquid Lens Technology: Principle Of Electrowetting Based Lenses And Application To Imaging," Ecole Normale Supérieure de Lyon, 2004.
- [17] Robert A. Hayes & B. J. Feenstra, "Video-speed electronic paper based on 157 electrowetting," *NATURE*, vol. 425, pp. 383-385, 2003.
- [18] Alice P. Gast Arthur W. Adamson, *Physical Chemistry of Surfaces.*: Wiley Interscience, 1997.
- [19] Fair R B, Pollack M G and Shaughnessy E J Ren H, "Dynamics of electro-wetting droplet transport," *Sensors and Actuators*, vol. 87, p. 201, 2002.
- [20] Robin L. Garrell, Chang-Jin Kim Hyejin Moona and Sung Kwon Cho, "Low voltage electrowetting-on-dielectric," *Journal of Applied Physics*, vol. 92, pp. 4080-4087, 2002.

- [21] Krishnendu Chakrabart and Richard B. Fair Fei Su, "Microfluidics-Based Biochips: Technology Issues, Implementation Platforms, and Design-Automation Challenges," *Ieee Transactions On Computer-Aided Design Of Integrated Circuits And Systems*, vol. 25, no. 2, pp. 211-223, 2006.
- [22] F. Bertotti, G.A. Vignola B. Murari, *Smart Power ICs: Technologies and Applications.*: Springer, 1997.
- [23] R. Evans , Y.-Y. Lin , B.-N. Hsu J. H. Song, "A scaling model for electrowetting-on-dielectric microfluidic actuators," *Microfluid Nanofluid*, vol. 8, p. 360, 2008.
- [24] Carl R. Evans, Neil J. Shirtcliffe, Glen McHale, Michael I. Newton Dale L. Herbertson, "Electrowetting on superhydrophobic SU-8 patterned surfaces," *Sensors and Actuators (2006)* , no. A 130–131, pp. 189–193, 2006.
- [25] B Berge, "Investigation on effective interface potentials," *Europhysics letters*, vol. 60, pp. 99-105, 2002.
- [26] Jun Zeng and Tom Korsmeyer, "Principles of droplet electrohydrodynamics for labon- a-chip," *L a b on C h i p*, vol. 4, pp. 2 6 5 – 2 7 7, 2 0 0 4.
- [27] Shaun Berry, and Behrouz Abedian Jakub Kedzierski, "New Generation of Digital Microfluidic Devices," *Journal Of Microelectromechanical Systems*, vol. 18, no. 4,
- [28] K.-L. Wang and T. B. Jones, "Electrowetting Dynamics of Microfluidic Actuation," *Langmuir*, vol. 21, pp. 4211-4217, 2005.
- [29] V Bahadur and S V Garimella, "An energy-based model for electrowetting-induced droplet actuation," *Journal Of Micromechanics And Microengineering*, vol. 16, pp. 1494–1503, 2006.
- [30] ^ "Electrical insulation properties of sputter-deposited SiO₂, Si₃N₄ and Al₂O₃ films at room temperature and 400 °C - Bartzsch - 2009 - physica status solidi (a) - Wiley Online Library" . Onlinelibrary.wiley.com. 2009-01-21 . Retrieved 2011-11-08.
- [31] HD Microsystems™, HD-8820 aqueous positive pbo process guide.

[32] Dupont® teflon AF process guide.

[33] Adhesive wafer bonding using photosensitive polymer layers V. Dragoi*^a, E. Cakmak^b, E. Capsuto^c, C. McEwen^c, and E. Pabon^b ^aEV Group, DI E. Thallner Str. 1, 4782 – ST. Florian/Inn, Austria ^bEV Group Inc., 7700 S. River Pkwy., Tempe, AZ 85284, USA ^cShin-Etsu MicroSi Inc., 10028 51st Str., Phoenix, AZ 85044, USA.

[34] ShinEtsuMicrosi® SiNR 3570 process guide.