

POLITECNICO DI MILANO
Scuola di Ingegneria Industriale e dell'Informazione
Corso di Laurea Magistrale in Ingegneria Fisica



**SENSORE OPTOFLUIDICO
PER L'ANALISI IN LINEA
DI OLI LUBRIFICANTI**

Relatore:

Dott. Roberto OSELLAME

Correlatrice:

Dott.ssa Rebeca Martinez Vazquez

Candidato:

Diego ORSIGNOLA

matr. 783938

Anno Accademico 2013/2014

*”Io faccio il mio dovere verso il futuro, che il futuro
faccia il suo dovere verso me”*

F. Pessoa, *Il banchiere anarchico*.

Indice

1	Microlavorazioni mediante laser a femtosecondi	7
1.1	Introduzione	7
1.2	Scritture di guide d'onda con sistemi laser a femtosecondi	9
1.2.1	Meccanismo fisici alla base della formazione di strutture ottiche guidanti	9
1.2.2	Metodi e parametri di scritture di guide d'onda con laser a femtosecondi	18
1.2.3	Regimi di scrittura	20
1.2.4	Stato dell'arte di dispositivi ottici passivi	22
1.3	Fabbricazione di canali microfluidici con laser a femtosecondi	24
1.3.1	Meccanismi fisici alla base della formazione di canali microfluidici	24
1.3.2	Proprietà dei canali microfluidici fabbricati mediante FLICE	28
1.4	Verso il lab-on-chip: stato dell'arte dei dispositivi optofluidici	32
2	Oli lubrificanti e metodi per il controllo di qualità	37
2.1	Introduzione	37
2.2	Lubrificanti per macchine industriali ed indicatori di qualità	39
2.3	Misure ottiche per la determinazione della qualità degli oli	42
3	Apparato sperimentale per la fabbricazione e caratterizzazione dei dispositivi	45
3.1	Setup per le microlavorazioni con laser a femtosecondi	45
3.1.1	Setup di scrittura	46
3.1.2	Attacco chimico	51
3.2	Apparato di caratterizzazione dei dispositivi	51
3.2.1	Microscopio ottico	51
3.2.2	Misurazione dell'angolo di contatto	52
3.2.3	Accoppiamento guide d'onda	53
3.3	Spettrofotometro	58
4	Fabbricazione di un dispositivo optofluidico per analisi lubrificante da macchine industriali	59
4.1	Campioni di olio utilizzato per le misure e considerazioni preliminari sugli spettri d'assorbimento	60
4.2	Fabbricazione dispositivo	62
4.2.1	Ottimizzazione guide d'onda	63

4.2.2	Ottimizzazione parametri di scrittura del foro e attacco chimico	66
4.2.3	Trattamento superficiale per rendere oleofobiche le pareti del foro	69
4.2.4	Set up e procedura della misura di assorbimento sui chip	71
5	Assemblaggio e validazione del sensore	75
5.1	Progettazione packaging	75
5.2	Apparato di validazione	78
5.2.1	Fibre di lancio e raccolta e sorgenti laser	78
5.2.2	Elettronica e software	84
5.3	Realizzazione del prototipo completo	86
5.4	Validazione finale	87
	Bibliografia	102

Elenco delle figure

1.1	Schema della scrittura di strutture all'interno di un materiale . . .	9
1.2	Rappresentazione dei processi di assorbimento non lineari indotti dal laser a femtosecondi in un materiale trasparente	10
1.3	Scala temporale dei fenomeni di interazione radiazione materia . .	14
1.4	Effetto dell'accumulo di calore in regime di media frequenza di ripetizione	16
1.5	Geometrie di scrittura	22
1.6	Schema del setup del divisore di fascio 1x3 tridimensionale	23
1.7	interferometro Mach Zehnder	24
1.8	Schema dei passaggi della FLICE	25
1.9	Effetti della polarizzazione: immagini SEM (Scanning Electron Microscopy) di regioni modificate con tecnica FLICE.	27
1.10	Immagine AFM (Atomic Force Microscopy) di regioni modificate con radiazione laser con polarizzazione	27
1.11	Confronto dei profili di etching di canali lunghi 9.2 mm nel fused silica	29
1.12	Immagini a microscopio:(a) di una linea di 2 mm scritta con laser a femtosecondi alla frequenza di ripetizione 1 kHz e (b) del canale formatosi dopo l'attacco chimico.	30
1.13	Diagramma schematico di una spirale conica (linea rossa) scritta nel materiale con relativa immagine a microscopio del risultato dopo l'etching	31
1.14	Schema del dispositivo optofluidico con le guide intersecanti perpendicolarmente il microcanale	33
1.15	Sistema rivelazione di globuli rossi	35
1.16	sorter	36
2.1	Dispositivo Translume	38
2.2	Setup sperimentale per la caratterizzazione degli indicatori di usura dei campioni di oli lubrificanti tramite l'uso di fibre ottiche	43
2.3	Setup sperimentale per la caratterizzazione degli indicatori di usura dei campioni di oli lubrificanti tramite l'uso di fibre ottiche	43
2.4	Grafico delle regressioni per la previsione degli indici di usura dei tre gruppi di campioni di oli lubrificanti analizzati	44
3.1	Schema del setup di scrittura della FLM	46
3.2	Funzionamento seconda armonica	48
3.3	Fotografia del sistema di traslazione Aerotechr FiberGlide™ 3D	50
3.4	Rappresentazione dell'angolo di contatto	53

3.5	Schema del sistema di accoppiamento tramite obiettivo	54
3.6	Schema del sistema di accoppiamento tramite fibra	55
4.1	Immagine delle cuvette con oli di diversi gradi d'usura	61
4.2	Spettri di trasmittività dei vari oli usati per testare il dispositivo	62
4.3	Geometrie di irraggiamento ed immagini al microscopio dopo l'irraggiamento	64
4.4	Immagine al microscopio delle guide sepolte in prossimità del foro dopo l'etching	65
4.5	Immagine dei modi delle fibre e delle guide	67
4.6	Immagine acquisita tramite il microscopio del foro dopo l'attacco chimico. Si può notar la rugosità delle pareti interne.	69
4.7	Rappresentazione della configurazione chimica della molecola di fluorolink S 10.	70
4.8	Prove di idrofobicità su due chip in fused silica	71
4.9	Assorbimento chip setup	72
4.10	Algoritmo per il test d'ottimizzazione delle guide.	73
4.11	Immagine del foro riempito d'olio con laser blu	74
5.1	Quotatura chip	77
5.2	Immagine del case realizzato in alluminio	78
5.3	Immagine del sensore	79
5.4	Packaging definitivo in alluminio	80
5.5	algoritmo misura fibre	81
5.6	algoritmo misura fibre	82
5.7	immagine del sistema di controllo dell'elettronica	85
5.8	alimentatore e scheda acquisizione	86
5.9	Caratteristiche delle sorgenti laser nel blu	88
5.10	<i>Grafico della misura in potenza del chip non trattato con solu- zione oleofobica a 475 nm ed a 633 nm eseguite sul dispositivo ultimato.</i>	91
5.11	Grafico della trasmittività valutati sul chip trattato con soluzione oleofobica	91
5.12	grafici della trasmittività chip non trattato	93
5.13	viscosimetro	95

Elenco delle tabelle

4.1	<i>Caratteristiche chimico fisiche dell'olio Castrol AWS-46</i>	60
4.2	<i>Valori dei parametri della sorgente laser HighQ per la realizzazione delle guide per il blu.</i>	66
4.3	<i>Valori dei parametri della sorgente laser HighQ per la realizzazione delle guide per il rosso.</i>	66
4.4	<i>Caratterizzazione delle guide d'onda realizzate.</i>	66
4.5	<i>Valori dei parametri principali della sorgente laser HighQ per utilizzati per l'irraggiamento. Successivamente questa zona sarà sottoposta ad attacco chimico per la realizzazione del foro passante.</i>	68
4.6	<i>Misure dell'angolo di contatto effettuate sun chip trattato con soluzione oleofobica ed uno senza trattamento</i>	71
5.1	<i>Caratteristiche delle due fibre ottiche testate per la scelta della raccolta del segnale. La voce intervallo, indica per quale finestra spettrale -in lunghezza d'onda- la fibra supporta configurazioni monomodali</i>	82
5.2	<i>Misure di trasmittività, per la scelta delle fibre ottiche in raccolta. Misure effettuate sul chip con lser blu 473 nm. I valori numerici riportati fanno riferimento alla potenza ottica trasmessa in ricezione dalla particolare fibra.</i>	83
5.3	<i>Misure di trasmittività (T) sul chip non trattato con Fluorolink S10 con laser nel rosso. La sorgente di lancio è con in uscita una potenza di per la sorgente nel rosso e di per quella nel blu</i>	90
5.4	<i>Misure di trasmittività (T) sul chip non trattato con Fluorolink S10 con laser nel blu. La sorgente di lancio è con in uscita una potenza di per la sorgente nel rosso e di per quella nel blu</i>	90
5.5	<i>Misure di trasmittività (T) sul chip trattato con Fluorolink S10 con laser nel rosso. La sorgente di lancio è con in uscita una potenza di per la sorgente nel rosso e di per quella nel blu</i>	90
5.6	<i>Misure di trasmittività sul chip trattato con Fluorolink S10 con laser nel blu. La sorgente di lancio è con in uscita una potenza di per la sorgente nel rosso e di per quella nel blu</i>	92

Riassunto

Negli ultimi anni il perfezionamento delle microfabbricazioni con laser a femtosecondi hanno portato ad innumerevoli progressi nel campo dei Lab On a Chip, ossia dei dispositivi costituiti da reti di canali microfluidici che consentono l'analisi e la gestione di piccoli volumi di campione. In questo ambito tecnologico si è collocata l'optofluidica, una disciplina che si pone l'obiettivo di sfruttare l'integrazione di ottica e di fluidica miniaturizzata sulla scala spaziale del micron su chip. La presenza contemporanea di reti di canali microfluidici con strutture ottiche ha permesso la realizzazione dei primi dispositivi optofluidici integrati che si propongono come piccoli sensori compatti, stabili e monolitici e con cui viene risolto il problema di avere un solido allineamento tra le due micro-componenti.

Uno dei più importanti ambiti di applicazione di questi dispositivi è l'analisi di piccole quantità di campione di liquido finalizzata agli studi biologici o alla sensoristica ad ampio spettro. In tale contesto si colloca il lavoro di tesi esposto in questo elaborato. Sfruttando le tecniche di microlavorazione mediante laser a femtosecondi (Femtosecond Laser Micromachining) è stato realizzato un sensore optofluidico integrato in fused silica con la compresenza di una struttura microfluidica per la gestione del fluido e di guide d'onda per il controllo della luce laser indispensabile per l'indagine ottica.

Nello specifico, il sensore in linea è stato realizzato per essere installato su macchinari industriali per il monitoraggio dello stato d'usura dell'olio presente nel circuito di lubrificazione: è stato fabbricato e testato un sensore in fused silica

che ha dimostrato affidabilità, robustezza e stabilità nelle misure. Si è quindi andati oltre alla fase di prototipazione, realizzando un packaging dedicato ed integrandolo con un controllo software ed hardware per essere poi pronto per svolgere test preliminari su veri e propri sistemi industriali.

Il risultato di questo lavoro è pertanto la realizzazione di un sensore optofluidico compatto, integrato con un sistema digitale d'acquisizione dati in tempo reale, per l'analisi dello stato d'usura degli oli da macchinari industriali.

Abstract

In recent years, the improvement of photonic devices micromachining by femtosecond laser pulses has led to many advances in the field of Lab On a Chip. These micro-systems rely on a network of fluidic channels that allow the analysis and management of a low scale volume samples.

In this technological landscape a new discipline has emerged: optofluidic field exploits the synergy between optics and fluidics, with both functions miniaturized on chips. Simultaneous presence of networks of microfluidic channels with optical structures has allowed the creation of the first integrated optofluidic devices used as compact, stable and monolithic sensors, solving the problem of having a strong alignment between the two micro-components. One of the most important field of applications of these devices is the analysis of small quantities of liquid samples useful in biomedical diagnostics or broad spectrum sensors.

In this paper it is shown how, through the techniques of Femtosecond Laser Micromachining (FLM), has been realized an integrated sensor in fused silica with the coexistence of a microfluidic structure (as hydraulic system for the oil) and waveguides for the management of laser light which is essential for the optical investigation.

In particular, the sensor has been conceived to be installed on industrial machinery in order to check the wear state of the oil in the circuit: the tested sensor has demonstrated good reliability and proper operation. Therefore it has gone beyond the prototype stage: creation of a dedicated packaging and the subsequent integration with a management software and a proper hardware. In

the end preliminary tests were carried out to simulate a live industrial system.

Our final goal is the realization of an optofluidic, integrated, monolithic and compact sensor for the analysis of the wear state of lubricant oil.

Introduzione

Negli ultimi anni i Lab On a Chips, dispositivi microfluidici costituiti da una rete di canali di dimensioni micrometriche per la gestione dei campioni in soluzioni, hanno visto una decisa affermazione per la loro caratteristica compattezza, stabilità, oltre alla capacità di analisi di piccoli volumi in tempi rapidi. In questo contesto nasce l'optofluidica, che si propone di integrare in un dispositivo monolitico la componente microfluidica per la gestione dei fluidi e la componente ottica per l'indagine e l'analisi del campione.

Il notevole vantaggio di un'integrazione simile consiste in una maggiore stabilità delle due componenti di dimensioni micrometriche, che altrimenti verrebbe meno.

In questo contesto scientifico-tecnologico si colloca il lavoro di tesi esposto nei capitoli che seguiranno, dove viene presentata la fabbricazione di un sensore optofluidico integrato. Si è utilizzata la fabbricazione mediante microlavorazione con laser a femtosecondi (FLM: Femtosecond Laser Micromachining) per la realizzazione delle guide d'onda (la componente ottica) e del foro passante (la componente fluidica), quest'ultimo ottenuto mediante un attacco chimico successivo all'irraggiamento laser.

Il primo capitolo si focalizza sulla tecnica di microlavorazione con laser a femtosecondi per la fabbricazione di guide d'onda e canali microfluidici, esponendo a livello fisico i principi alla base della loro realizzazione a cui seguirà una breve focus sullo stato dell'arte dei dispositivi fotonici passivi e dei dispositivi optofluidici.

Il secondo capitolo analizza la problematica tecnologica del controllo della qualità degli oli lubrificanti in ambito industriale, mettendo in luce le tecniche attuali di analisi ed approfondendo la correlazione tra indagini ottiche e valutazione della qualità degli oli.

Nel terzo capitolo viene esposto nel dettaglio l'apparato sperimentale utilizzato ed il setup della fabbricazione mediante FLM. In seguito verranno descritti l'apparato di caratterizzazione dei dispositivi realizzati e i metodi di analisi delle prestazioni di tali strutture. Infine si parlerà delle altre strumentazioni da laboratorio che sono state di supporto per gli studi sui campioni e sui dispositivi, come il microscopio ottico e lo spettrofotometro.

Nel quarto capitolo viene presentato il lavoro eseguito per la realizzazione del un sensore optofluidico in fused silica volto all'analisi di olio lubrificante per macchinari industriali. Vengono descritte tutte le fasi che portano alla realizzazione ed alla validazione del dispositivo prima dell'integrazione.

Infine l'ultimo capitolo si concentra nel dettaglio su tutte le lavorazioni che portano all'integrazione del chip in un packaging appositamente realizzato mostrando anche la parte elettronica e software. Infine sono presentate le misure finali, atte a testare il completo funzionamento del dispositivo, concludendo con delle proposte per integrare ulteriori funzioni.

Capitolo 1

Microlavorazioni mediante laser a femtosecondi

1.1 Introduzione

La fabbricazione tramite laser a femtosecondi è ormai diventata da alcuni anni una realtà consolidata e affermata nell'ambito delle microfabbricazioni. Nel campo della fotonica un risultato fondamentale è stato la possibilità di potere realizzare guide d'onda direttamente nel substrato del materiale. Si è infatti in grado di creare una modificazione locale con una determinata geometria senza alterare le proprietà dello stesso nelle zone non irraggiate, permettendo quindi il confinamento della radiazione luminosa in due direzioni, mentre nella terza si ha la propagazione della luce.

Tutto questo è possibile grazie al fatto di riuscire a focalizzare con estrema precisione spaziale gli impulsi (di diversi regimi temporali) del laser all'interno del materiale ed è proprio la localizzazione spaziale dell'energia che ne permette la modifica. Questa tecnica consente di utilizzare il fascio laser come una penna e di scrivere all'interno del materiale muovendo il campione rispetto alla punta della penna (vedi Figura 1.1).

Per quanto riguarda la fabbricazione di guide d'onda il principio che permette alla luce di essere guidata è quello del cambio d'indice di rifrazione. Più in generale la modifica della struttura chimico- fisica del materiale da' la possibilità di creare più geometrie in tutte e tre le dimensioni spaziali del campione. Oltre alla possibilità di avere adeguate sorgenti laser che rendano possibili questi fenomeni fisici (controllo della potenza, frequenza e durata degli impulsi), è necessario un sistema di movimentazione che permetta al processo di fabbricazione di essere continuo e di avvenire in un'unica fase. E' quindi necessario che o il campione oppure il fascio laser abbiano la possibilità di muoversi, per definire la risoluzione spaziale della modifica del campione.

Le microlavorazioni sono in realtà affermate già da tempo ma la realizzazione tramite laser a femtosecondi (la più recente) offre molti vantaggi rispetto a quelle più classiche come ad esempio le tecniche di deposizione e litografiche.

I vantaggi della fabbricazione FLM (Femtosecond Laser micromachining) sono notevoli:

- sistema di fabbricazione più economico e versatile, controllo software semplice e relativa rapidità d'esecuzione;
- tecnica flessibile in termini di possibili geometrie e intrinseca tridimensionalità della lavorazione;
- adattabilità a molti materiali;
- basso costo e facilità in fase di prototipazione.

La realizzazione di modifiche all'interno del materiale possono rappresentare una fase preliminare per alcuni processi di lavorazione. Questo ad esempio è quello che accade nella fabbricazione dei canali microfluidici sepolti nel substrato. Infatti dopo un primo irraggiamento del materiale segue poi l'attacco acido che ha una preferenzialità nella propria azione erosiva a seguito di questo scrittura laser. La tecnica appena descritta va sotto l'acronimo di *FLICE*: femtosecond laser irradiation followed by chemical etching.

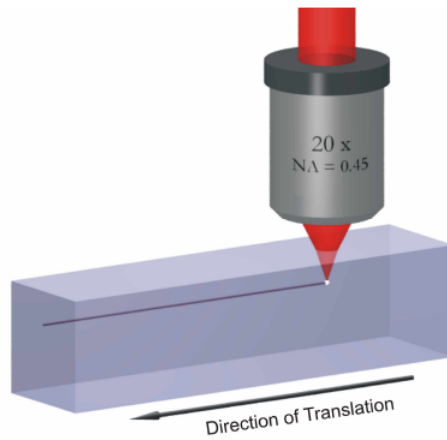


Figura 1.1: .

Schema della scrittura di strutture all'interno di un materiale: il fascio viene focalizzato da un obiettivo sul campione che trasla rispetto al fuoco del fascio.

1.2 Scritture di guide d'onda con sistemi laser a femtosecondi

1.2.1 Meccanismo fisici alla base della formazione di strutture ottiche guidanti

I fenomeni fisici alla base della fabbricazione tramite tecnologia FLM, trovano il loro campo di indagine nell'interazione radiazione-materia e più precisamente nei fenomeni non lineari. Infatti la focalizzazione di un fascio su un materiale trasparente, a seguito delle elevate intensità di picco che si realizzano sul campione da lavorare inducono processi d'assorbimento non lineari. Si può per semplicità suddividere l'interazione radiazione-materia in due fasi: una prima dove avviene l'assorbimento della radiazione elettromagnetica da parte del materiale ed un a seconda dove, diversi meccanismi di rilassamento dipendenti dall'energia del processo, inducono differenti modificazioni nella struttura del campione irraggiato.

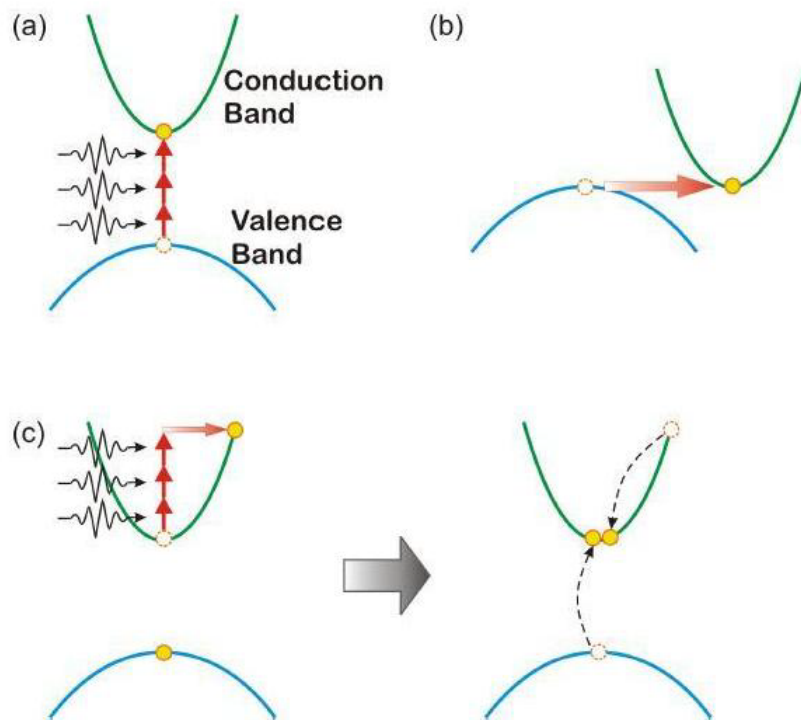


Figura 1.2: Rappresentazione dei processi di assorbimento non lineari indotti dal laser a femtosecondi in un materiale trasparente: a) assorbimento multifotone, b) ionizzazione per effetto tunnel, c) ionizzazione a valanga [21]

Assorbimento

I diversi meccanismi fisici di interazione radiazione materia dipendono sia dalle energie in gioco, che dalla durata del tempo di interazione (come mostrato in fig 1.3). Per quanto riguarda i fenomeni che si realizzano sulla scala temporale dei femtosecondi (10^{-15} s), è possibile fare una distinzione fra tre meccanismi fisici che danno luogo all'assorbimento. A causa delle alte energie depositate, si ha la creazione di un plasma altamente energetico costituito da elettroni liberi causando nel materiale transizioni elettroniche fra banda di valenza e banda di conduzione. Possono essere divisi fra *assorbimento multifotone*, *effetto tunnel* e *ionizzazione a valanga* (fig 1.2).

- *Assorbimento multifotone*: affinché avvenga è necessario che un numero minimo di fotoni n , venga assorbito contemporaneamente in modo tale che risulti valida:

$$nh\nu > E_g \quad (1.1)$$

dove h è la costante di Planck, ν è la frequenza della radiazione incidente ed E_g è la distanza energetica fra la banda di valenza e quella di conduzione.

- *Effetto tunnel*: accade in presenza di un forte campo elettrico E che provoca l'abbassamento della barriera di potenziale coulombiano, dando la possibilità all'elettrone di superarla e di andare nella banda di conduzione.
- *Ionizzazione a valanga*: è possibile spiegare tale effetto pensando ad un elettrone libero in banda di conduzione che a seguito di un campo elettrico viene accelerato andando ad aumentare la propria energia cinetica. Quando l'energia del fotone diventa superiore all'intervallo energetico fra le due bande di una quantità pari alla differenza energetica stessa, ha la possibilità di ionizzare a sua volta un altro elettrone della banda di valenza. Si ha così la presenza contemporanea di due elettroni liberi. Se a loro volta acquistano energia sufficiente possono generare per ionizzazio-

ne altri elettroni liberi creando un vero e proprio effetto valanga la cui densità cresce in modo esponenziale fino a quando al presenza del campo elettromagnetico del laser sostiene il processo.

Generalmente ad alte intensità assorbimento multifotone e ionizzazione per effetto tunnel sono presenti simultaneamente ed in maniera competitiva. E' possibile determinare quale fra i due sia il processo dominante valutando il parametro di Keldysh, definito come:

$$\gamma = \frac{\omega (2m^* E_g)^{1/2}}{e\varepsilon} \quad (1.2)$$

dove m^* e e sono massa efficace e carica dell'elettrone e E è l'intensità del campo elettrico oscillante a frequenza ω mentre ε è la costante dielettrica nel vuoto. Se $\gamma > 1.5$ la ionizzazione per effetto tunnel domina, in caso contrario risulta più rilevante l'assorbimento multi-fotone. Quando $\gamma \approx 1.5$ i due effetti sono presenti allo stesso modo [21].

I tre meccanismi descritti creano un plasma di elettroni liberi fortemente ionizzato che dà origine alle modifiche strutturali dei materiali. Il processo è possibile solo grazie alle forti intensità localizzate ed al peculiare regime temporale in cui si verificano tali fenomeni. Infatti se la durata temporale degli impulsi fosse minore -dell'ordine dei picosecondi o dei nanosecondi- l'intensità non sarebbe sufficientemente elevata per dare luogo a processi d'assorbimento multifotone o ionizzazione per effetto tunnel e si creerebbero nel materiale solo disomogeneità ed impurezze localizzate .

Per ogni substrato è possibile definire un tempo di rilassamento termico T_{th} , questo parametro indica il tempo necessario per dissipare il calore fuori dalla zona investita dal fascio. Se il tempo fra un impulso laser e il successivo, T_{rep} , è inferiore al tempo di rilassamento termico il calore non verrà dissipato e si verificheranno effetti di accumulo di calore. Se accade invece il contrario, allora il calore viene dissipato ed i fenomeni cumulativi diventano trascurabili. Per

comodità di confronto si definisce:

$$f_{th} = \frac{1}{T_{th}} \quad (1.3)$$

in modo da poter distinguere tre regimi di funzionamento in base alla frequenza di ripetizione; valori tipici da considerare per substrati vetrosi sono $T_{th} \approx 1\mu s$ da cui $f_{th} \approx MHz$.

- *Regime a bassa frequenza:* f_{rep} da $1KHz$ a $200KHz$ ($f_{rep} \ll f_{th}$). In questo regime la modificazione d'indice di rifrazione è dovuta ad un unico impulso. Solitamente si utilizzano cavità laser Ti:zaffiro in regime di *Mode Locking* con amplificazione a valle per ottenere impulsi molto energetici dell'ordine del μJ . La focalizzazione non è molto spinta, il fascio ha nel punto focale dimensioni di circa $3 - 5\mu m$, e la velocità di traslazione è relativamente bassa per ottenere strutture uniformi nell'ordine delle decine di $\mu m/s$.
- *Regime ad alta frequenza:* f_{rep} da $2MHz$ a $30MHz$ ($f_{rep} \gg f_{th}$). In questo regime la modificazione è dovuta all'azione di diversi impulsi. Anche in questo caso si utilizzano sorgenti Ti:zaffiro in configurazione di oscillatore laser a cavità allungata. Gli impulsi forniti sono meno energetici dell'ordine delle decine di nJ . Per raggiungere le intensità di picco necessarie, però, si ha una focalizzazione molto spinta: il fascio nel punto focale raggiunge le dimensioni di circa $1\mu m$. Gli effetti di diffusione del calore rendono maggiore la zona modificata e la velocità di traslazione può essere più elevata nell'ordine di qualche cm/s .
- *Regime a media frequenza:* f_{rep} da $200KHz$ a $2MHz$ ($f_{rep} \approx f_{th}$). Questo regime è intermedio ai precedenti ed è stato preso in considerazione di recente grazie allo sviluppo di efficienti sorgenti laser a femtosecondi in itterbio. In questi oscillatori gli impulsi laser generati in *Mode Locking* sono estratti attraverso tecniche di *cavity-dumping* in grado di fornire in

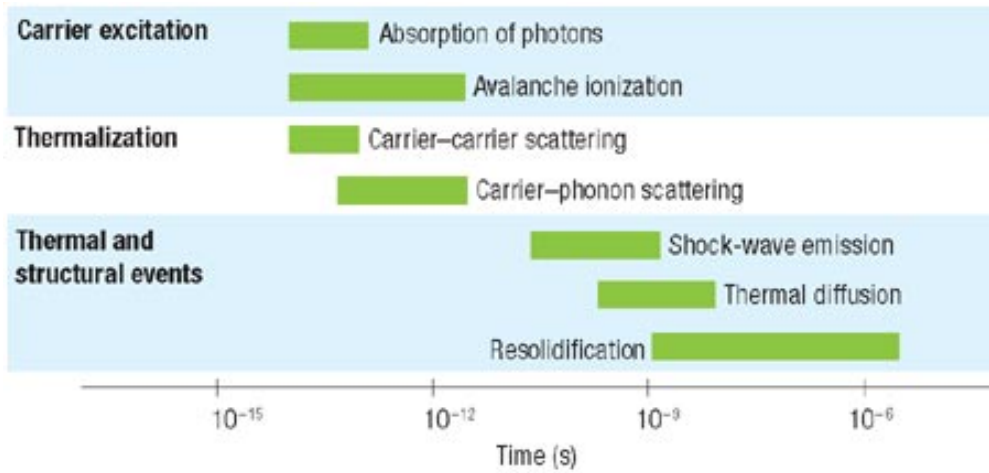


Figura 1.3: *Scala temporale dei fenomeni di interazione radiazione materia [10]*

uscita impulsi con energia dell'ordine dei nJ ad una frequenza di ripetizione regolabile. Si ha così la possibilità di sfruttare i benefici di entrambi i regimi precedenti selezionando propriamente i parametri di focalizzazione e velocità di scrittura. L'energia dell'impulso è sufficiente per modificare il materiale senza una focalizzazione eccessiva e mantenendo una velocità di scrittura tra le centinaia di $\mu m/s$ e qualche cm/s [8].

La dimensione minima delle strutture che è possibile scrivere dipende dalla dimensione di macchia del fascio laser. Supponendo che ci si avvicini il più possibile ad un fascio gaussiano, il fascio avrà nel punto di fuoco raggio ω_0 e distanza di Rayleigh -distanza lungo la direzione di propagazione del fascio a cui la dimensioni di macchia è doppia rispetto al punto di fuoco- Z_0 , date da:

$$\omega_0 = \frac{\lambda M^2}{NA\pi} \quad (1.4)$$

e

$$z_0 = \frac{M^2 n \lambda}{NA^2 \pi} \quad (1.5)$$

dove M^2 è il fattore di qualità del fascio che indica di quanto si discosta da un fascio gaussiano avente la stessa varianza del primo. NA indica invece l'apertura numerica della lente, definita come $NA = n \sin \theta / 2$ con NA apertura angolare della lente, ovvero il semiangolo del cono di luce che entra nell'ottica.

Modifica del materiale

Successivamente alla propria formazione, il plasma segue una fase di rilassamento che porta ad una riorganizzazione dei legami chimici ed alla formazione di nuove strutture all'interno del materiale irraggiato. Non è tutt'ora completamente chiara la dinamica di questo fenomeno ma chiaramente i parametri della fabbricazione, del laser e del materiale incidono in maniera decisiva su essa. Volendo creare strutture guidanti, la caratteristica fondamentale da considerare è la creazione di zone con diverso indice di rifrazione, tuttavia a livello macroscopico questa non è l'unica modifica presente ma è necessario considerare anche ulteriori fenomeni.

- *variazione dell'indice di rifrazione*: è dato dall'addensamento del materiale a seguito di un rapido raffreddamento nel volume focale. Affinché si verifichino queste modifiche non sono necessari energie troppo superiori alla soglia di modifica permanente ($\sim 100 \text{ nJ}$). La variazione d'indice seppur non elevata (10^{-3}) basta per avere buone strutture guidanti.
- *Formazione di reticoli di fratture*: all'aumentare dell'energia per singolo impulso si ha la comparsa di nanograting che risultano essere perpendicolari alla polarizzazione ed hanno una periodicità dell'ordine di $\sim \lambda / 2n$ (con n indice di rifrazione del materiale e λ lunghezza d'onda della radiazione incidente).
- *Ablazione*: un ulteriore incremento dell'energia porta alla formazione di onde d'urto nel materiale che creano nanoesplosioni e vuoti causando ad una vera e propria rimozione del materiale [12].

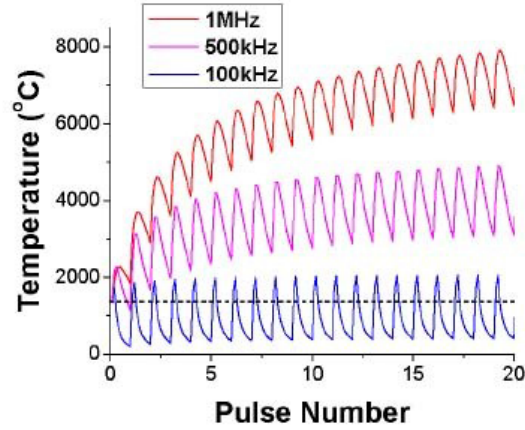


Figura 1.4: *Effetto dell'accumulo di calore in regime di media frequenza di ripetizione. La linea tratteggiata indica il punto di lavoro del substrato [8]*

Nella realizzazione del dispositivo per questo lavoro si sono sfruttati i primi due meccanismi fisici per ottenere nell'ordine buone guide d'onda e fratture che una volta attaccate dall'acido potessero realizzare dei vuoti con determinate caratteristiche

Come accennato in precedenza a seguito degli impulsi laser si genera all'interno del materiale un plasma altamente energetico. E' noto che la zona in cui si creano questi elettroni liberi coincide con la zona in cui si viene a formare la guida d'onda. Si può descrivere l'evoluzione temporale della densità di elettroni liberi $n(t)$ attraverso la seguente equazione differenziale:

$$\frac{dn}{dt} = \alpha I(t)n(t) + \sigma_m I_m(t) \quad (1.6)$$

in cui α è il coefficiente di ionizzazione a valanga, m è il numero di fotoni da assorbire per promuovere un elettrone dalla banda di valenza, σ_m il coefficiente di assorbimento del m-esimo fotone e $I(t)$ rappresenta l'andamento temporale dell'intensità dell'impulso laser. Solitamente si considera un impulso laser

gaussiano espresso come:

$$I(t) = I_0 * e \left[-\left(\frac{t}{\tau_p}\right)^2 \right] \quad (1.7)$$

in cui I_0 è l'intensità di picco e τ_p è la larghezza della campana gaussiana. L'equazione per l'evoluzione della densità di fotoni va risolta per $t \rightarrow \infty$ e la soluzione va calcolata in tutto il volume di interesse. Si trova così la zona spaziale in cui vengono creati gli elettroni liberi. Sperimentalmente è stato verificato che questa zona coincide con la geometria della guida d'onda fabbricata [6].

Analizzando in maniera più approfondita la variazione dell'indice di rifrazione si può fare riferimento a teorie recenti che provano a fare luce su questo fenomeno tutt'altro che semplice nella propria fisica di base. Una prima teoria afferma che l'irraggiamento produce nel mezzo dei centri di colore che assorbendo nell'ultravioletto, modificano tramite il meccanismo di Kramers-Kronig l'indice di rifrazione del materiale alla lunghezza d'onda di interesse. Un centro di colore è un tipo di difetto cristallografico in cui una vacanza anionica di un cristallo è riempita da uno o più elettroni, a seconda della carica ionica mancante. Gli elettroni di questa vacanza tendono ad eccitarsi nello spettro visibile, in modo tale che un materiale normalmente trasparente diventi colorato. I centri di colore sono spesso paramagnetici, per questo è possibile studiarli con tecniche come la risonanza paramagnetica elettronica o l'ESR (Electron Spin Resonance). Si è cercata una dipendenza del salto d'indice di rifrazione tra il mezzo non irraggiato e irraggiato dalla concentrazione dei centri di colore, ma i risultati non hanno reso possibile affermare che effettivamente la variazione indotta dell'indice di rifrazione dipenda alla formazione di tali centri paramagnetici [26].

Una teoria alternativa è quella termica: l'energia depositata dal laser scioglie il materiale nel volume focale. Riscaldando il vetro e congelandolo rapidamente mentre la temperatura è ancora alta si può produrre un'onda d'urto generata dall'espansione, che comporta una compressione e una relativa variazione dell'indice di rifrazione. I risultati di alcuni esperimenti hanno mostrato che esiste

una certa dipendenza della temperatura con il salto d'indice generato nel mezzo, ma tale relazione scompare dopo un certo valore di temperatura, dove invece compare una saturazione del Δn . E' dunque difficile concludere che la temperatura sia il fattore dominante per questo tipo di modifica del materiale. Rimane comunque vero che la temperatura influenza questo fenomeno e può limitare l'ampiezza della variazione d'indice indotta [24].

Un terzo possibile meccanismo è la diretta modifica fotostrutturale indotta dagli impulsi laser, ossia la riorganizzazione della rete di legami chimici nella matrice di vetro che induce un aumento della densità del materiale irraggiato. La conferma di una densificazione del materiale indotta dal laser potrebbe essere lo stress che si crea nelle regioni del mezzo adiacenti a quelle zone irraggiate [5]. Da letteratura tuttavia si trovano lavori che affermano che tale densificazione da sola non basta a tenere conto dell'effetto complessivo di variazione del Δn [26].

1.2.2 Metodi e parametri di scritte di guide d'onda con laser a femtosecondi

Nel sistema di fabbricazione i principali gradi di libertà per la lavorazione consistono nella scelta del regime di scrittura, dei parametri dipendenti dalla sorgente laser utilizzata, dalla focalizzazione del fascio e dalla movimentazione del campione in fase di fabbricazione rispetto al fascio laser di scrittura.

Parametri di scrittura

Per prima cosa si vuole analizzare la sorgente laser ed i parametri da cui dipende in generale ogni microfabbricazione. E' importante a questo fine introdurre una serie di relazioni matematiche che legano fra loro i principali parametri fisici della sorgente. Un primo facile controllo sulla scrittura è quello dato dalla potenza:

$$P_m = \frac{E}{T_r} = E f_r \quad (1.8)$$

$$P_p = \alpha \frac{E}{\tau} \quad (1.9)$$

dove P_m [W] è la potenza media mentre P_p [W] quella di picco, E [J] l'energia per impulso mentre τ e f_r T_r sono rispettivamente la durata dell'impulso, la frequenza di ripetizione ed il periodo. Infine α rappresenta un parametro adimensionale dipendente dalla forma temporale dell'impulso. Un'ulteriore grandezza in gioco è la fluenza [J/ cm^2]:

$$F = \frac{E}{A} = \frac{P_m}{A f_r} \quad (1.10)$$

dove $A = \pi \omega^2$ cm^2 rappresenta lo spot nella regione di fuoco che dipende dalla focalizzazione del fascio. Ed infine l'intensità di picco I_p :

$$I_p = \alpha \frac{E}{A \tau} = \frac{P_p}{A} = \alpha \frac{P_m}{A \tau f_r} \quad (1.11)$$

Per quanto riguarda i parametri sotto controllo, essi sono:

- *lunghezza d'onda della sorgente*: affinché i fenomeni non lineari abbiano il loro innesco è necessario che il materiale sia trasparente alla lunghezza d'onda λ di lavoro, altrimenti ci sarebbe un normale meccanismo d'assorbimento della radiazione. Nella maggior parte dei casi i laser operanti nel regime temporale dei femtosecondi hanno una lunghezza d'onda d'emissione nella regione dell'infrarosso (800- 1000 nm). Perciò per ottenere fotoni più energetici si ricorre alla generazione di seconda armonica che verrà illustrata più avanti nel corso di questo elaborato;
- *durata dell'impulso*: il valore usuale della durata degli impulsi può variare fra le decine e le centinaia di femtosecondi, ottenuti mediante un utilizzo in mode-locking della sorgente;
- *energia per singolo impulso*: a parità di durata dell'impulso, risulta essere proporzionale all'energia rilasciata dal materiale e dunque proporzionale all'entità della modifica;

- *frequenza di ripetizione*: dipende principalmente dalla cavità laser ed è normalmente peculiare del tipo di laser che si sceglie;
- *obiettivo di focalizzazione*: impatta direttamente sull'area dello spot laser. La magnificazione (M) e l'apertura numerica (NA) determinano le dimensioni e quindi l'intensità del fascio nella zona di scrittura. Poiché l'intensità di picco è un parametro fondamentale, la scelta dell'obiettivo utilizzato è alquanto rilevante;
- *velocità di traslazione del campione*: agisce in pratica come un modulatore per la quantità d'energia depositata per unità di volume.

1.2.3 Regimi di scrittura

La scelta del regime temporale di scrittura è cruciale per la modifica controllata all'interno del materiale e quindi per la realizzazione delle strutture desiderate. Una prima fondamentale distinzione può essere fatta in base alla durata temporale del periodo di ripetizione degli impulsi. Infatti si instaurano due comportamenti differenti a seconda che tale periodo sia maggior o minore rispetto al tempo caratteristico necessario al calore per diffondersi a partire dal volume focale [7]. Possiamo stimare tale durata nell'ordine di un microsecondo e ciò porta ad una distinzione dei due regimi nell'ordine di frequenze di 1 MHz distinguendo fra regimi ad alta o bassa frequenza di ripetizione.

- *Regime a bassa frequenza di ripetizione*: la modifica nel materiale è causata da un singolo impulso. Solitamente per operare in questo regime, si utilizzano sistemi con sorgente laser TI:SA in mode-locking seguito da uno stadio di amplificazione a valle ed una cavità per ottenere impulsi molto energetici (decine di μJ). Il risultato è una piccola variazione dell'indice di rifrazione (2×10^{-3})
- *regime ad alta frequenza di ripetizione*: gli effetti cumulativi entrano in gioco in maniera decisiva nella modifica del materiale. In questo caso la

sorgente laser sempre in Ti:Sa è impiegata senza uno stadio amplificativo perciò le intensità di singolo impulso risultano essere ridotte rispetto al regime a bassa frequenza. E' quindi necessario che il fascio sia molto focalizzato. La velocità può essere elevata, potendo lavorare sino a qualche cm/s

Un ulteriore regime temporale intermedio è stato sperimentalmente osservato grazie all'avvento di sorgenti laser all'itterbio a femtosecondi che fanno sì che si possa instaurare un *regime a media frequenza di ripetizione*.

Si è sviluppato grazie all'introduzione di sorgenti laser a femtosecondi in itterbio, che consentono di avere in uscita impulsi mediamente energetici e frequenze di ripetizioni regolabili. Questo regime risulta particolarmente interessante in quanto consente di combinare i vantaggi dei due regimi precedentemente introdotti: ossia l'energia degli impulsi consente di scrivere senza focalizzazioni elevate e a velocità di traslazione intermedie. Il fused silica rispetto ad altri vetri quali il borosilicato tuttavia, presenta deboli fenomeni di accumulo termico, probabilmente a causa del suo elevato band gap. Inoltre anche la temperatura di lavoro è maggiore rispetto ad altri substrati (1.5 volte maggiore del borosilicato); questo rende difficile fondere il fused silica e dare luogo a fenomeni di accumulo termico.

Geometrie di scrittura

Sono possibili due geometrie di scrittura una longitudinale ed una trasversale (vedi figura 1.5), a seconda che il campione sia traslato parallelamente alla direzione di propagazione del fascio o perpendicolarmente rispetto ad essa.

- *longitudinale*: la traslazione del campione è parallela alla direzione di propagazione del fascio laser ed il vantaggio è che consente di ottenere delle modifiche cilindriche a sezione simmetrica con dimensione $2 \omega_0$ lungo entrambi gli assi del piano. D'altro canto lo svantaggio è data dalla poca

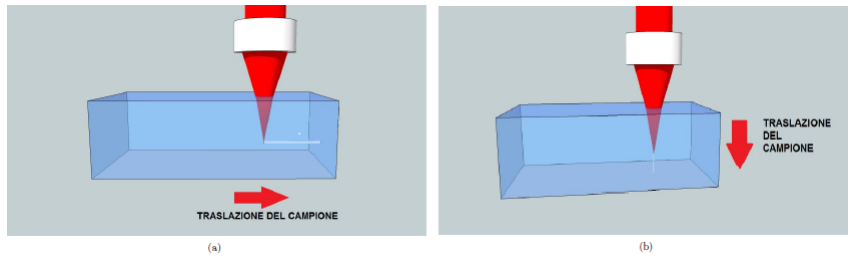


Figura 1.5: *Geometrie di scrittura: a sinistra traslazione trasversale, a destra traslazione longitudinale.*

flessibilità di questa tecnica in quanto si è limitati nella profondità di scrittura dalla distanza di lavoro dell'obiettivo in uso

- *trasversale*: la traslazione del campione è perpendicolare alla direzione di propagazione del fascio ottenendo una lavorazione più flessibile della precedente ma introducendo modifiche a sezione fortemente asimmetrica. In fatti su un asse la modifica delle dimensioni è di $2 \omega_0$ (che rappresenta il *beam waist*: il minimo delle dimensioni trasverse del fascio gaussiano) mentre sull'altro è pari a $2 z_0 = \frac{2\pi\omega_0^2 n}{\lambda}$, dove z_0 è il parametro di Rayleigh.

Le lavorazioni sul dispositivo trattate in questo lavoro faranno tutte riferimento ad una scrittura longitudinale.

1.2.4 Stato dell'arte di dispositivi ottici passivi

Si può affermare che la tecnica FLM sia ormai consolidata per quanto riguarda la fabbricazione ed utilizzo di dispositivi fotonici passivi. Con questo termine si intende la realizzazione di dispositivi come divisori di potenza, accoppiatori direzionali, interferometri, reticoli di Bragg e più in generale manufatti che diano la possibilità di guidare la radiazione elettromagnetica. Questo è stato possibile grazie alla buona qualità realizzativa delle guide d'onda, nonché dalla forte spinta tecnologica che si è avuta dal campo delle telecomunicazioni e negli ultimi anni dalle applicazioni scientifiche denominate biofotonica.

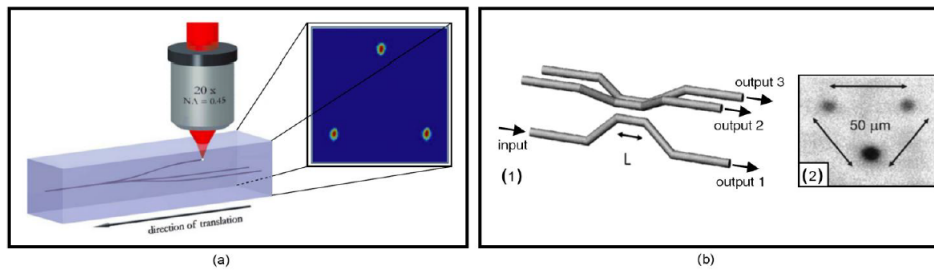


Figura 1.6: (a) Schema del setup del divisore di fascio 1x3 tridimensionale con il dettaglio della distribuzione di intensità near-field a 1,05 micrometri misurata all'uscita del dispositivo [30].(b) Schema dell'accoppiatore direzionale tridimensionale (1) con relativa immagine CCD dell'uscita(2) [27]

Un primo esempio di questo è dato dal divisore di fascio a Y 1x3 tridimensionale fabbricato in fused silica con un sistema a Ti:Sa che per lunghezze d'onda di 1.05 micrometri suddivide la radiazione incidente frazionandola in tre parti circa uguali (32:33:35) e avendo perdite in potenza di 6dB. Come si può notare da figura, questo dispositivo realizzato da Nolte et al., è formato da tre guide separate fra loro da angoli di 120° con una distanza l'una dalle altre di circa $\approx 100\mu\text{m}$.

Un ulteriore dispositivo realizzato è l'accoppiatore direzionale 3x3 come quello riportato dal lavoro di Kowalevicz et al [27]. In questo caso si è sempre utilizzata una sorgente laser Ti: Sa con energie per impulso di 150 nj ed una frequenza di ripetizione di 5.85 MHz. Le tre guide sono scritte ad una distanza variabile fra i 50 e i $5\text{ }\mu\text{m}$

Il successivo passo naturale è stato quello di sfruttare gli accoppiatori ed i separatori per giungere infine alla fabbricazione di interferometri del tipo Mach-Zender. Un esempio è quello realizzato da Florea et al. [9], dove -in figura 1.6- si può vedere lo schema del dispositivo in configurazione sbilanciata e la sua risposta spettrale.

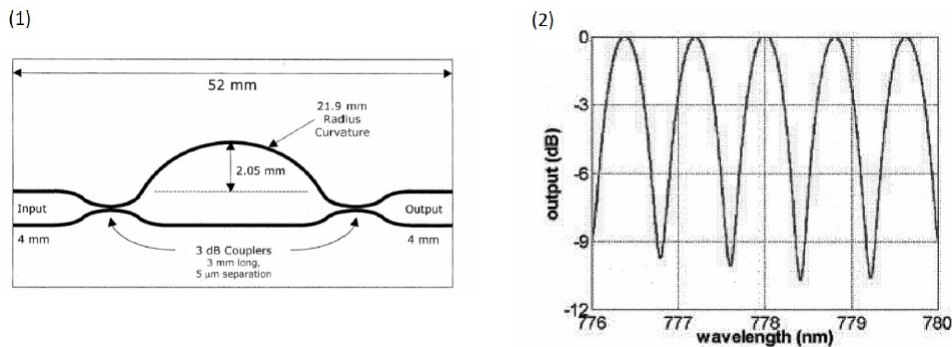


Figura 1.7: *Interferometro Mach Zehnder: a sinistra è riportato lo schema dell'interferometro fabbricato da Florea et al [9], mentre sulla destra il grafico della sua risposta spettrale.*

1.3 Fabbricazione di canali microfluidici con laser a femtosecondi

La tecnica di fabbricazione dei microcanali va sotto l'acronimo di **FLICE: Femtosecond laser irradiation followed by chemical etching**. La realizzazione avviene attraverso due fasi ben distinta. Una prima consiste nell'irraggiamento del campione utilizzando luce laser mentre in un secondo tempo si deposita il campione in un bagno acido (solitamente acido fluoridrico). L'acido attacca in maniera preferenziale le zone modificate a seguito dell'irraggiamento del materiale dal laser: in questo modo è possibile realizzare un circuito di vuoti a piacere all'interno del materiale. [23].

1.3.1 Meccanismi fisici alla base della formazione di canali microfluidici

Come precedentemente detto il secondo passaggio nella realizzazione di dispositivi tramite tecnica FLICE è data dall'attacco chimico in soluzione di HF che risulterà essere preferenziale nelle zone precedentemente irraggiate con il laser. Chiaramente questo procedimento dipende in prima analisi dal mate-

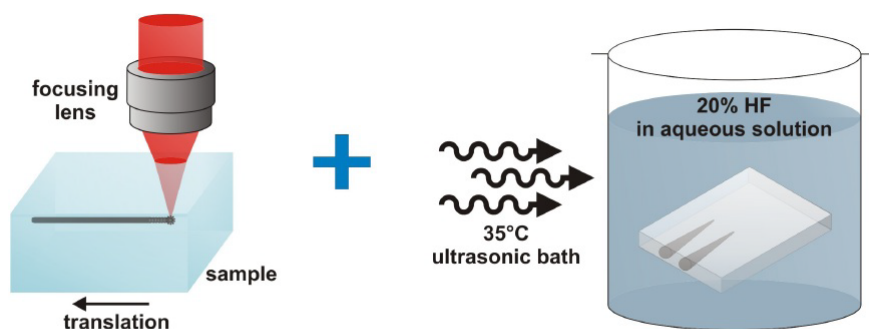


Figura 1.8: Schema dei passaggi della FLICE: irraggiamento e successivo bagno in soluzione acida.

riale utilizzato. Per quanto riguarda questo lavoro di tesi si è utilizzato del vetro *fused silica*, ampiamente usato per questo tipo di fabbricazioni e documentato in letteratura, in quanto garantisce una buona lavorabilità per quanto riguarda l'attacco acido sia per quanto riguarda le sue proprietà ottiche (bassa emissione di fluorescenza ed alta trasparenza su un'ampia banda dello spettro elettromagnetico).

L'attacco chimico precede in maniera veloce nelle zone irraggiate a seguito della combinazione di due meccanismi. Il primo è dato dalla diminuzione dell'angolo di legame Si-O-Si dovuta agli stress ed alla pressione idrostatica e questo avviene indipendentemente dalla fluenza con cui una determinata zona è stata irraggiata (quindi potenzialmente può avvenire anche in zone irraggiate per altri scopi). Tuttavia l'alta selettività di questo tipo di trattamento è determinata nelle zone irraggiate con maggior intensità: infatti si creano dei nanocracks (nanofratture) ordinati ed orientati nella direzione perpendicolare alla polarizzazione del laser.

Non è semplice riuscire a spiegare in maniera esaustiva e completa il perché di tale selettività infatti ad oggi non si è ancora giunti alla formulazione di un

unica teoria esaustiva. La più recente fa riferimento al modello nanoplasmonico [3]: secondo tale teoria nei volumi focali si creano regioni molto calde in cui avviene ionizzazione multifotonica e queste regioni, dopo essere irraggiate da numerosi impulsi laser, evolvono in nanosfere quasi metalliche a causa di una riduzione dell'effettivo gap energetico nella regione precedentemente ionizzata. L'aumento di campo elettrico ai poli delle sfere, sempre per effetti nanoplasmonici, provocano una loro crescita nella direzione perpendicolare alla polarizzazione della radiazione laser incidente, facendogli assumere una forma ellissoidale. Tali strutture sono inizialmente disposte casualmente nello spazio, ma quando la densità elettronica del plasma all'interno eccede una soglia critica, le particelle metalliche iniziano ad influenzare la propagazione della luce, portando alla creazione di nanopiani spazati di λ/n , dove n è l'indice di rifrazione del mezzo. È stata anche verificata l'effettiva dipendenza dell'orientamento di questi nanocracks dalla polarizzazione della radiazione laser, indagando un angolo intermedio tra 0° e 90° (vedi figura 1.10)

Una seconda teoria spiega la formazione di queste strutture in termini di interferenza tra il campione incidente ed il campo elettrico dell'onda di plasma di elettroni di materiale che comporta una modulazione periodica della concentrazione del plasma elettronico ed una modifica strutturale del campione [25].

Si può comunque affermare che è necessario che avvenga un effetto cumulativo di impulsi focalizzati nella stessa zona. Diventa quindi importante definire i parametri quali la velocità di scrittura ed il regime di scrittura

Un ultimo aspetto da considerare per quanto riguarda le lavorazioni FLICE è quello sulla rugosità delle superfici ottenute tramite la rimozione di materiale da parte dell'acido. Solitamente la rugosità si assesta su valori dell'ordine delle decine/centinaia di nanometri. Questo aspetto può eventualmente rappresentare un problema tutt'altro che trascurabile soprattutto per applicazioni in cui lo scopo è quello di ottenere delle immagini. Per risolvere questo problema si può eventualmente ricorrere a trattamenti termici che hanno dimostrata essere

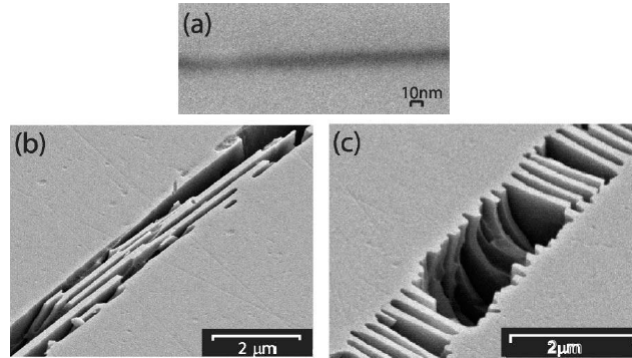


Figura 1.9: Effetti della polarizzazione: immagini SEM (Scanning Electron Microscopy) di regioni modificate con tecnica FLICE. (a) Struttura scritta con campo E perpendicolare alla direzione di scansione S dopo 20 secondi di attacco chimico in soluzione all'1% di HF; (b) e (c) array di nanostrutture scritte rispettivamente con $E \perp S$ e con $E // S$, dopo 20 minuti in soluzione all'1% di HF e ripuliti in bagno con ultrasuoni [?]

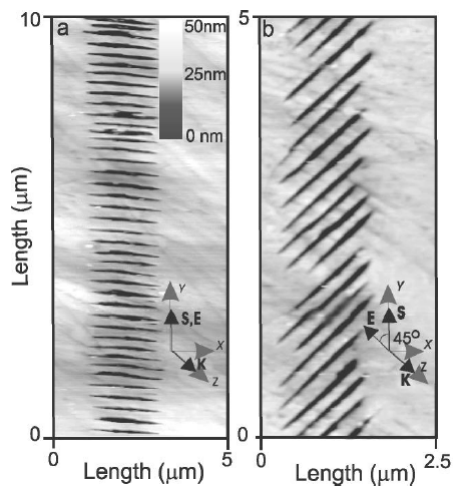


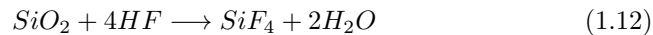
Figura 1.10: Immagine AFM (Atomic Force Microscopy) di regioni modificate con radiazione laser con polarizzazione: (a) 0° (a) e a 45° (b), dopo 4 minuti di etching in soluzione all'1% di HF. Gli impulsi sono di energia 300 nJ alla lunghezza d'onda di 800 nm [25]

efficaci per la risoluzione di tale problematica [14] [16].

1.3.2 Proprietà dei canali microfluidici fabbricati mediante FLICE

Come già detto la fase di irraggiamento del campione delle zone in cui si vogliono ottenere canali avviene sostanzialmente nello stesso modo con cui si ottengono le guide d'onda. L'unica differenza riguarda la potenza che solitamente è maggiore in quanto il rischio di ablatore il materiale o danneggiarlo è chiaramente ininfluenza poichè si vuole effettivamente rimuovere tale materiale.

Per quanto riguarda l'attacco chimico è utile procedere con alcune precisazioni. Come prima cosa si vuole analizzare il tipo di soluzione acida usata: l'acido fluoridrico HF. Questo è stato il primo utilizzato riportato da letteratura scientifica ed è il reagente standard utilizzato per rimuovere porzioni di materiale in vetri di fused silica secondo la reazione:



Nel corso degli anni si è anche utilizzato come reagente l'acido di potassio (KOH) [18] per cercare di supplire ad alcuni svantaggi dell'acido fluoridrico. Infatti quest'ultimo pur avendo un'ottima efficacia ha anche una bassa selettività (rapporto della velocità corrosiva fra le regioni irraggiate e quelle no) andando ad agire anche sulle zone non irraggiate del fused silica. C'è inoltre da considerare l'alta pericolosità del reagente che per questo deve essere utilizzato sempre con la massima cautela e comunque solo in laboratori attrezzati, limitando perciò il suo utilizzo per quanto riguarda la semplicità e la sicurezza dell'operazione. Inoltre pone il limite alla possibilità di realizzare canali lunghi (superando la scala millimetrica)

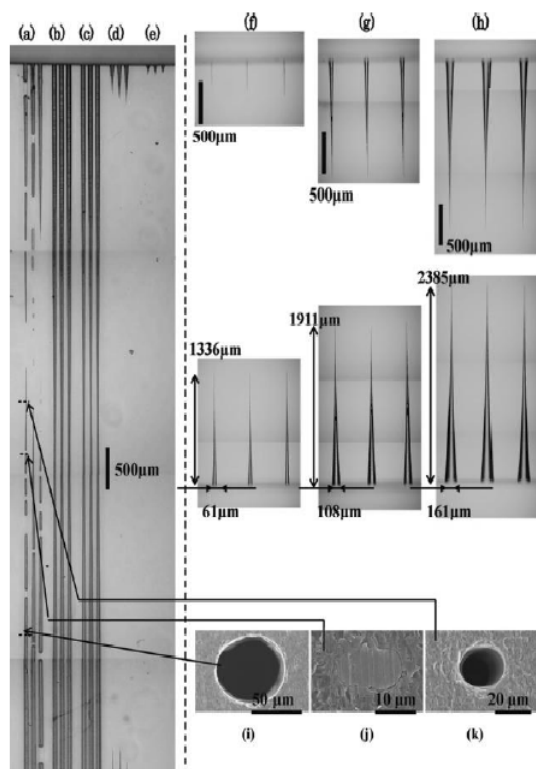


Figura 1.11: *Confronto dei profili di etching di canali lunghi 9.2 mm nel fused silica [18]*

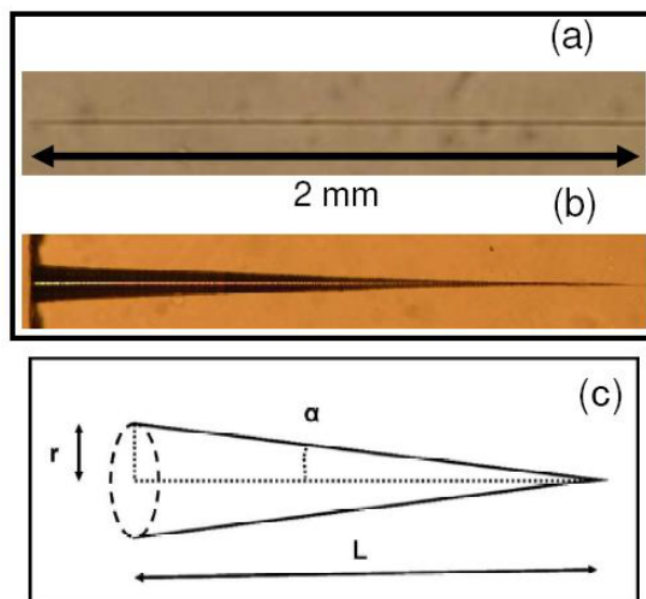


Figura 1.12: Immagini a microscopio:(a) di una linea di 2 mm scritta con laser a femtosecondi alla frequenza di ripetizione 1 kHz e (b) del canale formatosi dopo l'attacco chimico Il lato del campione è a sinistra. La figura (c) mostra lo schema del canale creato [29]

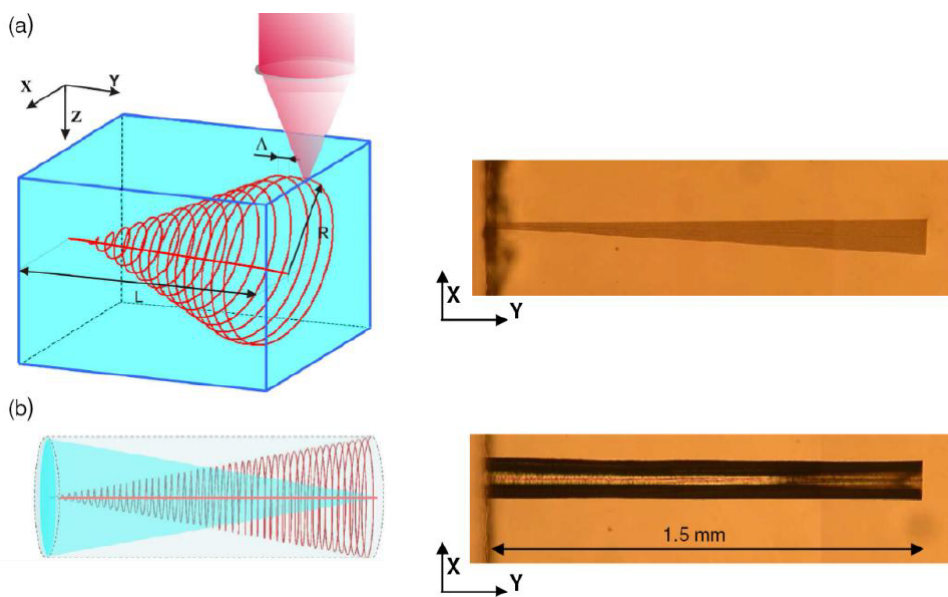


Figura 1.13: (a) Diagramma schematico di una spirale conica (linea rossa) scritta nel materiale con relativa immagine a microscopio del risultato dopo l'etching. (b) Schema della compensazione (in azzurro la forma che assumerebbe il canale senza compensazione, in rosso la spirale conica di compensazione che si scrive nel materiale assieme alla linea dritta) con relativa immagine al microscopio dopo l'etching [29]

1.4 Verso il lab-on-chip: stato dell'arte dei dispositivi optofluidici

La tecnologia FLM, come visto, offre la possibilità di integrare su un unico substrato sia dispositivi ottici che strutture microfluidiche, andando di fatto a realizzare dei veri e propri *Lab-On-chip* in cui i due aspetti interagiscono simultaneamente. E' stato a seguito di queste prime realizzazioni che è stato coniato il termine di dispositivi optofluidici. Di seguito si illustrerà lo stato dell'arte raggiunto da tali dispositivi

Uno dei primi esempi di questa integrazione optofluidica è trattato nel lavoro di Osellame et al, che nel 2007 hanno dimostrato la validità delle lavorazioni FLM in combinazione con la FLICE. Un microcanale di 1.8 mm è stato fabbricato in un substrato di fused silica tramite un laser Ti:Sa con frequenza di ripetizione di 1kHz. Il medesimo sistema laser è stato poi utilizzato per scrivere tre guide d'onda separate tra loro di 200 micrometri e intersecanti il canale microfluidico perpendicolarmente (vedi figura 1.14.a). Il microcanale di 1.8 mm e di 85 di diametro è stato fabbricato con impulsi di $4\mu J$ focalizzati con un obiettivo a magnificazione $50 \times -0.6NA$ e con un successivo etching di 3 ore in un bagno di ultrasuoni con una soluzione al 20 di HF.

Per le guide d'onda si è impiegato il medesimo sistema laser, focalizzando il fascio con un obiettivo $20 \times -0.32 NA$ e utilizzando fasci astigmatici per raggiungere una simmetria circolare della sezione finale. La massima variazione di indice di rifrazione $\Delta n = 7 \times 10^{-4}$ è stata misurata con un rifrattometro 650 nm mentre le perdite per propagazione sono di circa 0.9 dB/cm. Per testare il dispositivo si è riempito con liquido fluorescente (rodamina 6G) e si è osservato il segnale di fluorescenza in corrispondenza delle guide di eccitazione accoppiate a 543 nm. La presenza di tre guide intersecanti il canale consente l'eccitazione del segnale di fluorescenza in tre punti diversi del canale (vedi figura 1.14.b). Questo approccio applicato alla sensoristica integrata garantirebbe un'elevata risoluzione spaziale e un buon rapporto segnale/rumore.

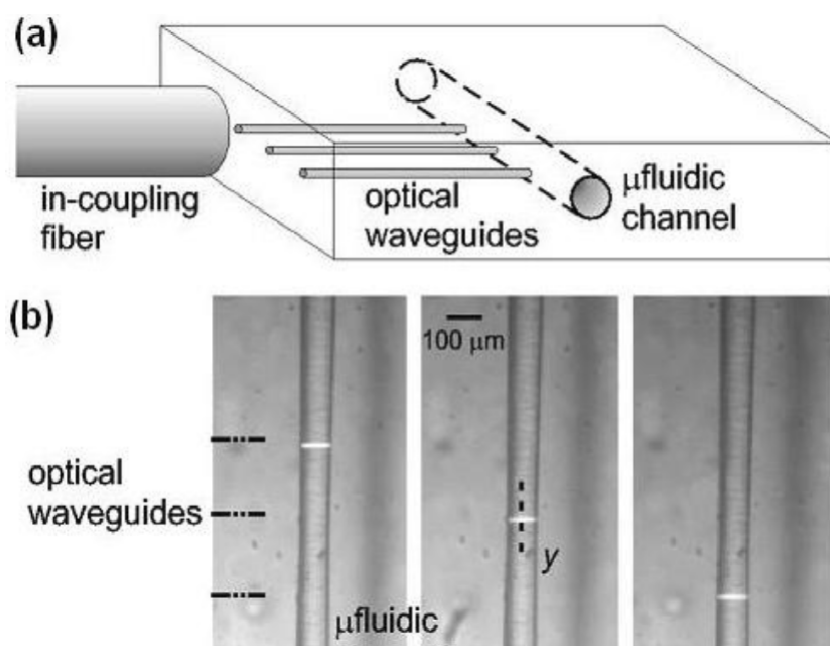


Figura 1.14: a) Schema del dispositivo optofluidico con le guide intersecanti perpendicolarmente il microcanale. (b) Immagine al microscopio del canale con la fluorescenza eccitata dalle tre guide d'onda [22]

Fanno seguito numerosi altri dispositivi optofluidici riprodotti on chip con le tecniche descritte, come ad esempio il cell sorter, il flow cytometer, il cell trapper o il cell strecher [21]. Questi sono tutti dispositivi che consentono rispettivamente di riconoscere, contare, intrappolare e manipolare delle cellule. A titolo di esempio si può parlare del flussocitometro dimostrato da Kim et al. [17], costituito da un microcanale fabbricato in un substrato di fused silica tramite la tecnica FLICE. Il canale microfluidico ha sezione circolare con diametro variabile: agli ingressi misura circa 100 micrometri, mentre la parte centrale ha diametro di una decina di micrometri. Questo permette di far passare una singola cellula per volta nella zona centrale del canale, dove arrivano perpendicolarmente le guide di eccitazione e di raccolta, consentendo una rilevazione confocale.

Sono stati adottati due schemi di rilevazione: un setup passivo che misura l'intensità trasmessa da un laser He:Ne (vedi Figura 1.13a) e l'emissione di fluorescenza stimolata da un laser ad Ar usando cellule marcate (vedi figura 1.15). In particolare il secondo approccio garantisce un contrasto maggiore grazie alla naturale assenza di background, ma ovviamente richiede un pre-trattamento delle cellule. Il funzionamento del dispositivo è stato verificato con l'impiego di globuli rossi con una portata di 0,5/min. Il conteggio della densità delle particelle che attraversano la zona centrale del canale (numero di particelle viste per secondo) viene fatta in funzione del flusso volumetrico. Nonostante il range operativo di questo dispositivo sia sotto quello garantito dalla citofluorimetria classica, dove si parla di oltre 1000 particelle analizzate al secondo, potrebbe comunque essere sufficiente per un predittore di cellule o particelle che devono essere poi controllate on chip.

Un ultimo esempio per dimostrare la versatilità ed efficacia di questi sistemi di fabbricazione è dato dal separatore di cellule realizzato sempre con tecnologia FLICE dal gruppo di ricerca di Osellame et al. nel 2012 [4]. Questo dispositivo illustrato in figura 1.16 si basa sull'analisi ottica del campione e sull'azione di forze ottiche. Nel dettaglio, nel dispositivo un canale avente forma di X, in grado

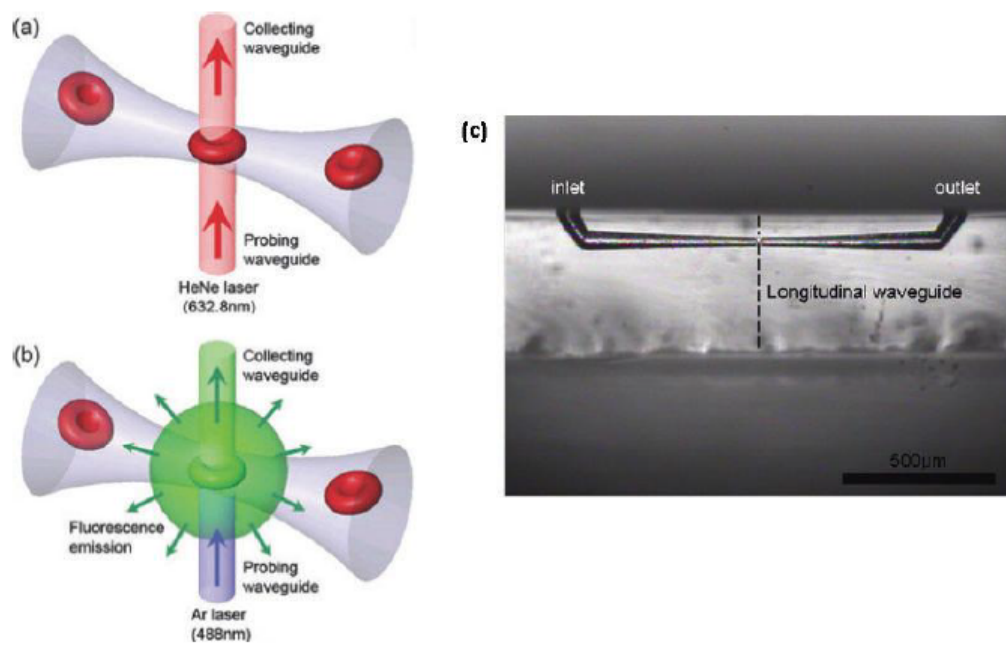


Figura 1.15: Schema della rilevazione di globuli rossi usando (a) la trasmissione della luce proveniente da un laser He:Ne e (b) la fluorescenza indotta da un laser ad Ar. (c) Immagine al microscopio del dispositivo [17]

di sostenere un flusso laminare al suo interno, viene introdotto il campione da un ingresso e la soluzione buffer dall'altra. Una prima guida posizionata in maniera perpendicolare rispetto al campione emettendo luce che in un primo momento lo eccita. Successivamente diseccitandosi, emette a sua volta luce di fluorescenza, raccolta da una telecamera CCD. Una seconda guida, posizionata a valle rispetto alla prima, agisce in modo tale da spingere le molecole fluorescenti verso l'uscita voluta.

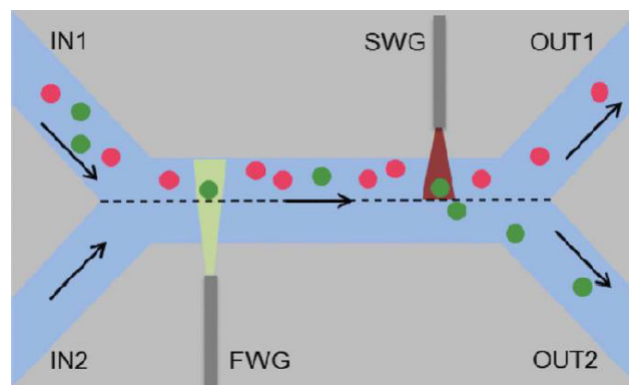


Figura 1.16: *Sorter: schema del principio di funzionamento del separatore di cellule, in cui le particelle verdi sono quelle fluorescenti. FWG (Fluorescence waveguided): guida d'onda che eccita la fluorescenza delle cellule che fluiscono nel canale. SWG (Sorting Waveguide): guida d'onda usata per applicare la forza ottica in grado di spingere la cellula in questione verso la seconda metà del canale [4]*

Capitolo 2

Oli lubrificanti e metodi per il controllo di qualità

2.1 Introduzione

Un fattore critico che determina il funzionamento e l'affidabilità di numerosi macchinari (per quanto riguarda l'ambito industriale) è sicuramente la corretta lubrificazione delle parti meccaniche in movimento. E' indispensabile infatti, sostituire l'olio di lubrificazione in base al tempo di utilizzo e al grado di usura. E' possibile migliorare le prestazioni, l'affidabilità e la manutenzione di qualsiasi veicolo e macchinario aumentando e perfezionando i sistemi di analisi e di controllo del lubrificante. Durante le normali fasi di lavorazione, non è possibile misurare le condizioni di usura delle parti in movimento ed è quindi necessario fermare l'impianto, con le conseguenti interruzioni di servizio e costi associati (per un ciclo produttivo che, per efficienza, dovrebbe invece essere il più continuo possibile). Inoltre per stabilire con esattezza il grado d'usura dell'olio lubrificante è necessario il prelievo dello stesso -se possibile- e l'analisi in laboratori attrezzati. D'altra parte, una sostituzione prematura dell'olio è sconsigliata poiché aumenta il costo di manutenzione e ovviamente lo spreco

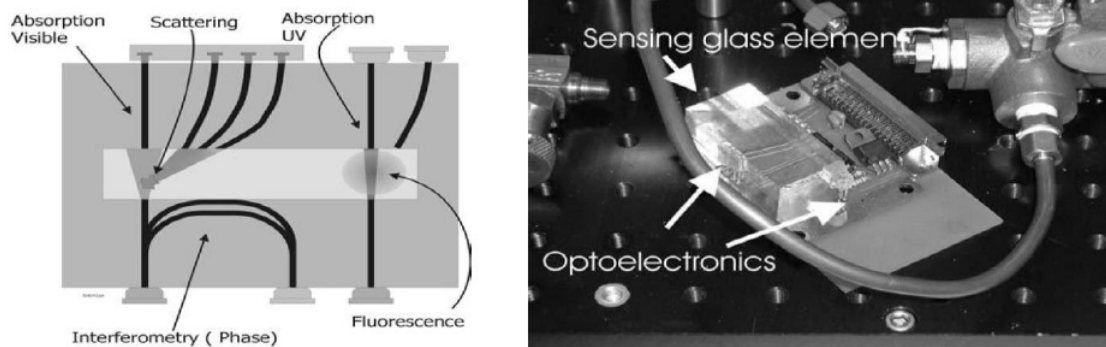


Figura 2.1: *Dispositivo Translume schema:(sinistra) e prima implementazione (destra) del sensore ottico sviluppato da Translume (2004).*

di risorse costose.

Quindi il monitoraggio preventivo della condizione chimico-fisica dell'olio e dei livelli di contaminazione permettono, entro certi limiti, l'ottimizzazione delle condizioni di esercizio del macchinario lubrificato, in un'ottica di manutenzione proattiva. Il regolare monitoraggio della presenza di metalli da usura, in particolare lo studio degli andamenti (in termini di velocità di produzione dei metalli da usura) e in casi anomali l'analisi del particolato metallico, permettono il controllo dell'usura dell'olio lubrificante, al fine di eliminare i guasti imprevisti, in un'ottica di manutenzione predittiva [28], [1].

E' pertanto utile riconoscere il momento in cui l'olio di lubrificazione è diventato abbastanza esausto da richiedere una sostituzione. Attualmente il compito di cambiare l'olio ai macchinari è affidato agli operai o al personale specializzato, che spillano un campione di lubrificante dalla macchina dopo un certo tempo stabilito e lo inviano ai laboratori di analisi per determinare se è necessaria una sostituzione. Un'alternativa vantaggiosa sarebbe quella di potere monitorare le condizioni dell'olio direttamente in loco ed in tempo reale.

I primi passi in questa direzione sono stati mossi in campo automobilistico. Per prima la casa automobilistica Oldsmobile con il programma denominato General Motor Oil -Life system introdusse commercialmente una soluzione software

che non misurava direttamente la qualità dell'olio ma controllava ad intervalli regolari una serie di parametri definiti critici per esso [11]. Si tratta di un dispositivo che, pur non misurando direttamente la qualità dell'olio, era in grado di monitorare a definiti intervalli di tempo il motore, la temperatura di lavoro ed altri fattori che influenzano l'olio, arrivando così a determinare quando fosse necessario intervenire sul lubrificante e sui filtri.

DaimlerChrysler ha prodotto altri sistemi di monitoraggio dell'olio: ASSYST in Europa e Flexible Service System (FFS) negli USA. Tale sistema proiettava su un display il tempo rimanente (in tempo o in chilometraggio) prima del cambio dell'olio, in base a caratteristiche di utilizzo, come velocità dell'auto, temperatura dell'olio, livello dell'olio.

Soluzioni di questo tipo sono convenienti nel momento in cui l'utilizzo del veicolo è ben documentato e noto. Se invece il veicolo o macchinario in questione ha un utilizzo poco prevedibile o inusuale, un approccio di questo tipo perde i propri vantaggi. Per questi casi sarebbe necessario una misura diretta dei parametri fisici in grado di descrivere lo stato dell'olio. Ad esempio, Daimler ha proposto due versioni di motori con un sensore digitale montato direttamente sopra la coppa dell'olio e in grado di fornire una sorta di misura dello stato del fluido [1]. Questo sensore (INTELLEK Oil Condition Sensor) misura delle variazioni di capacità che sono in qualche modo legate alla quantità di agenti contaminanti e di prodotti che degradano l'olio presenti nel fluido stesso: un aumento della costante dielettrica indica la contaminazione e la degradazione del lubrificante.

2.2 Lubrificanti per macchine industriali ed indicatori di qualità

Una prima indagine qualitativa dell'olio può essere semplicemente data da una prima analisi sensoriale: il colore e l'odore dello stesso e rappresentano semplice controllo sullo stato dell'olio. Infatti è possibile ricondurre una degradazione

del colore dell'olio (tendente a passare da un colore giallognolo verso uno più sul marrone con l'aumentare del grado d'usura) e l'odore (il caratteristico odore oleoso diventa rancido e pungente). Chiaramente questi primi parametri del tutto qualitativi ed in parte soggettivi non possono rappresentare uno standard di riferimento. E' quindi necessario un controllo oggettivo, quantitativo e che dia l'esatta misurazione del grado d'usura dell'olio tramite alcuni parametri. Questi parametri di tipo chimico-fisico vengono presi in esame dopo un prelievo in centri di indagine dedicati a queste problematiche e sono principalmente analizzati tramite indagini ottiche (spettroscopia d'assorbimento, fluorescenza scattering). Attualmente una serie di indicatori (ritenuti affidabili e costanti nel tempo) danno una valutazione dell'olio:

- *TAN (Total Acid Number)*: indica la concentrazione di gruppi acidi nell'olio. Si è notato che l'acidità dell'olio aumenta con il suo grado di usura ed un'eccessiva acidità porta alla formazione di composti non desiderati;
- *presenza d'acqua*: può essere dovuta all'uso di guarnizioni difettose che consentono a liquidi esterni al circuito di lubrificazione di infiltrarsi. Inoltre l'acqua innesca meccanismi di ossidazione che aumentano l'usura ed a lungo termine possono creare danneggiamenti;
- *JOAP*: è un indice anti usura ed è un parametro qualitativo introdotto dalla Joint Oil Analysis Program. Deriva da misure spettrali FTIR (fourier transform infrared spectroscopy) ai numeri d'onda 1022 e 960, dove i gruppi fosforici contenuti in molti additivi antiusura assorbono. Questo indice è fortemente correlato al contenuto di fosfori, specialmente negli oli nuovi dove gli additivi antiusura non si sono ancora consumati. L'interazione tra tali additivi e le superfici metalliche dei macchinari spesso comportano adsorbimenti fisici o chimici delle molecole antiusura [15].

L'accettazione di questi indicatori standard, porta ad una semplice analisi qualitativa dell'olio, partendo da comuni misure ottiche.

Entrando nello specifico, le analisi di un olio idraulico consistono principalmente in:

- variazione di viscosità dell'olio: è una conseguenza del degrado;
- variazione di opacità (residui carboniosi nell'olio legati alla sollecitazione termica dell'olio stesso). E' un buon indicatore di degrado ma relativo ad ogni tipologia di macchina perché correlato con il ciclo di funzionamento della stessa;
- variazione di acidità: è un indice preventivo del degrado.

Solitamente il livello di contaminazione viene determinato conteggiando il numero di particelle di determinate dimensioni per unità di volume del fluido e quindi classificato in classi di contaminazione, secondo normative internazionali. La misurazione avviene tramite contatori automatici di particelle che possono esaminare il fluido in linea (collegati ad appositi punti di prelievo predisposti sull'impianto) o a campione.

Attualmente in commercio esistono già dispositivi per l'indagine su oli lubrificanti e con l'ausilio di un contatore di particelle al laser. Ad esempio il Particle Counter 1 della STAUFF è un contatore (sfruttando tecnologie ottiche) di particelle a 8 canali, controllato da un microprocessore per il controllo delle impurità in liquidi idraulici a base di oli minerali. Le misurazioni effettuate sull'impianto idraulico rilevano e documentano lo stato del sistema, ciò permette di intervenire tempestivamente per evitare usura e danni ai componenti del sistema esaminato. Tuttavia questo sistema non è direttamente integrabile nel circuito idraulico in quanto è un sistema che opera con un proprio hardware e software. Ad ulteriore prova dell'importanza del problema, c'è da notare come i protocolli per il monitoraggio della contaminazione dei fluidi vengano effettuati secondo le Normative ISO 3306 e NAS 1638.

2.3 Misure ottiche per la determinazione della qualità degli oli

Alcuni lavori hanno mostrato come l'indagine ottica sia stata un valido strumento per valutare gli indicatori di qualità dell'olio [19], [20]. Per questo lavoro si è partiti dall'analisi ottica più semplice da effettuare: lo spettro d'assorbimento del liquido. Questo mostra la frazione di radiazione elettromagnetica assorbita da un mezzo in funzione della lunghezza d'onda. La legge di Lambert-Beer spiega proprio questo meccanismo

$$\frac{I_1}{I_0} = 10^{kl\lambda} = -T = 10^{-A} \quad (2.1)$$

dove A è l'assorbanza, T la trasmittanza, K il coefficiente d'estinzione e l_λ è il cammino ottico (come mostrato in fig 2.2). Si nota che la trasmissione e l'assorbimento sono legati direttamente da un fattore esponenziale. Lo spettro di assorbimento è dunque un grafico che presenta in funzione della lunghezza d'onda di indagine la frazione di radiazione assorbita e quest'ultima dipende dalla composizione e dalle caratteristiche del mezzo assorbente indagato.

In letteratura si possono trovare dei primi esempi di analisi di oli tramite tecniche di spettroscopia. Un lavoro esaustivo è quello compiuto dal gruppo di ricerca di Mignani et al nel 2008 [20] che tramite spettroscopia d'assorbimento in fibra ottica hanno compiuto indagini e misure sugli indici di qualità degli oli. In questo lavoro hanno dimostrato come una spettroscopia condotta con l'utilizzo di una fibra ottica compatibile con una lampada come sorgente abbia portato a risultati concordi a quelli ottenuti con una spettroscopia tradizionale. Il lavoro riporta come lo spettro d'assorbimento dell'olio per macchinari industriali mostri una correlazione con i tre indicatori di qualità. Sono stati utilizzati spettri d'assorbimento di diversi campioni per ricavare una previsione di tali indici e successivamente si è verificato che un setup basato su fibre ottiche multimodali e su semplici componenti ottici consentisse di ottenere gli stessi risultati.

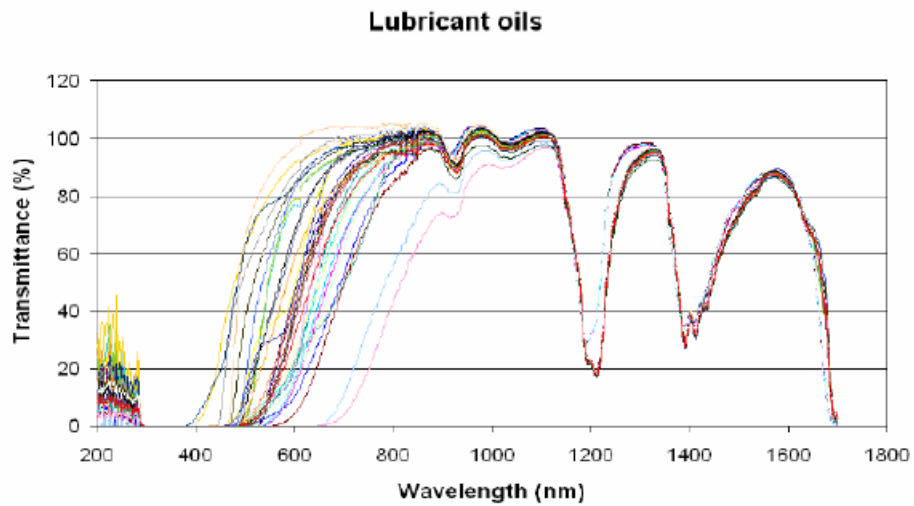


Figura 2.2: *Setup sperimentale per la caratterizzazione degli indicatori di usura dei campioni di oli lubrificanti tramite l'uso di fibre ottiche*

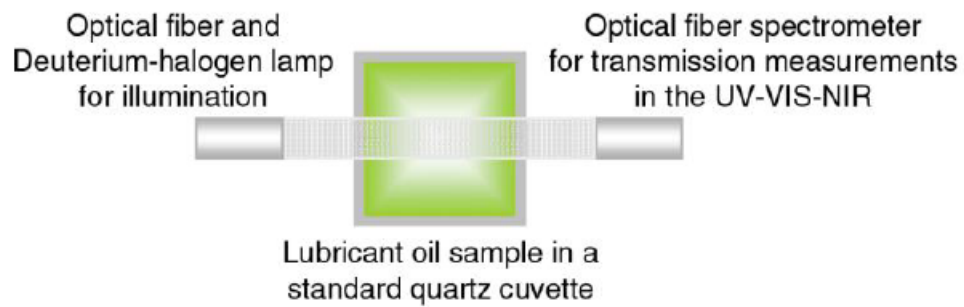


Figura 2.3: *Set up sperimentale per la caratterizzazione degli indicatori di usura dei campioni di oli lubrificanti tramite l'uso di fibre ottiche*

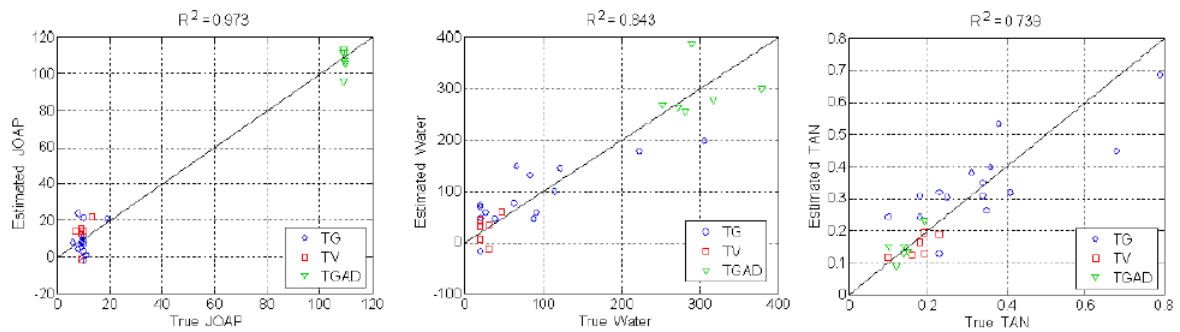


Figura 2.4: Grafico delle regressioni per la previsione degli indici di usura dei tre gruppi di campioni di oli lubrificanti analizzati (TG: Turbine a Gas. TV: Turbine a Vapore. TGAD: Turbine a Gas di tipo Aeronautico) [20]

I lavori precedentemente citati dimostrano come le tecniche di indagini ottiche si siano dimostrate valide come strumenti per indagine diagnostiche su oli lubrificanti. Partendo da queste premesse, questo lavoro di tesi ha come scopo la creazione di un sensore monolitico e compatto che si possa installare direttamente sul macchinario da controllare e che possa dare un'analisi in tempo reale dello stato di degradazione dell'olio. L'idea è che il dispositivo misurando la variazione di trasmissività dell'olio nel corso del proprio degrado, possa migliorare i programmi di manutenzione dei macchinari non portando a fermate preventive dell'impianto.

Capitolo 3

Apparato sperimentale per la fabbricazione e caratterizzazione dei dispositivi

3.1 Setup per le microlavorazioni con laser a femtosecondi

L'apparato di scrittura laser a femtosecondi risulta essere uno strumento versatile ed efficiente. In un stessa sessione di fabbricazione è possibile realizzare sia la parte di ottica guidata che le scritture per le parti optofluidiche. La relatività rapidità delle fabbricazioni (circa due ore per realizzare su un unico substrato quattro distinti chip) permette di realizzare più prototipi andando ad ottimizzare ed esplorare tutti i parametri in gioco. Possiamo dividere in due fasi distinte la fabbricazione dei dispositivi: una prima dove si tratta di compiere la vera e propria scrittura ed una seconda necessaria per realizzare i fori. Di

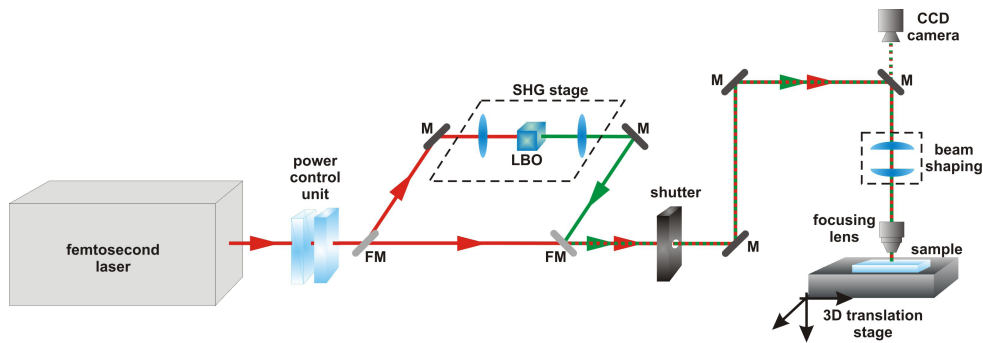


Figura 3.1: .

Schema del setup di scrittura della FLM. Le sigle *M* ed *FM* si riferiscono rispettivamente agli specchi semplici e agli specchi reclinabili.

seguito si farà riferimento al sistema di fabbricazione presente nei laboratori del Politecnico di Milano che fanno capo al prof. Osellame riportato in fig. 3.1 .

3.1.1 Setup di scrittura

In modo schematico ed intuitivo, seguiamo il fascio laser, dalla sua generazione, attraverso il percorso tra elementi ottici per finire con l'arrivo sul campione. Per fare questo si faccia riferimento al disegno che riporta il setup sperimentale.

Fabbricazione con laser a femtosecondi

La sorgente laser utilizzata è un laser di tipo commerciale, realizzato dall'azienda HigQ laser, modello Femtoregen. Nello specifico, si tratta di un oscillatore ad itterbio funzionante in regime di *mode-locking* con uno stadio di amplificazione rigenerativa in cascata. Grazie a questo stadio, è possibile generare impulsi molto energetici. Il laser ha la possibilità di lavorare a tre distinte frequenze di ripetizione: 350, 500 e 960 KHz per potere garantire in uscita potenze di picco in tutti e tre i regimi di scrittura dell'ordine di circa 7 mW. Un ulteriore vantaggio è quello dato dalla presenza di un *pulse picker* che da' la possibilità -una volta selezionata la frequenza di ripetizione- di prelevare dalla cavità un impulso ogni *N* dove *N* rappresenta un numero intero compreso tra 1 e 255. In questo modo selezionando un determinato valore del pulse picker si seleziona di

fatto la frequenza di lavoro senza andare a cambiare il regime di funzionamento del laser. Infatti quello che avviene è la possibilità di estrarre o meno l'impulso che è presente nella cavità, si varia quindi non l'energia per impulso ma la potenza media. La luce laser è polarizzata linearmente alla lunghezza d'onda nominale di 1040 nm e con durata degli impulsi dell'ordine delle centinaia di femtosecondi. Per quanto riguarda le caratteristiche del fascio, la FWHM (full width half maximum) è di circa 3 nm con una dimensione di macchia stimata di $3.8\mu m \times 4.3\mu m$ ed una divergenza di 3.6 millirad. Infine il fattore di qualità M^2 è circa 1.1 .

Generazione di seconda armonica

La scelta di potere lavorare con due lunghezze d'onda distinte (1040 nm lunghezza d'onda nominale del laser, 520 nm lunghezza d'onda di seconda armonica) è data dalla possibilità di scegliere fra due regimi energetici ben distinti. Infatti lunghezze d'onda inferiori corrispondono alla generazione di fotoni più energetici:

$$E = h\nu \quad (3.1)$$

(dove h è la costante di Planck) e tali da rendere i processi di assorbimento non lineari più efficienti. Questo fenomeno fisico non lineare è detto generazione di seconda armonica e viene creato generato facendo incidere il fascio laser su un cristallo (nel set up utilizzato si tratta triborato di litio: LBO. Questo è in materiale birifrangente e quando la radiazione elettromagnetica incide con un opportuno angolo (che rispetti la conservazione della quantità di moto detta *phase matching* eq. 3.3 e la conservazione dell'energia eq.3.2) tramite meccanismi di interazione radiazione materia, si ha la generazione di una radiazione con frequenza temporale doppia rispetto a quella incidente (fig.3.2). Il cristallo opera con in regime del cosiddetto phase matching di tipo I. Il fascio della frequenza fondamentale polarizzato linearmente vede solo l'indice di rifrazione

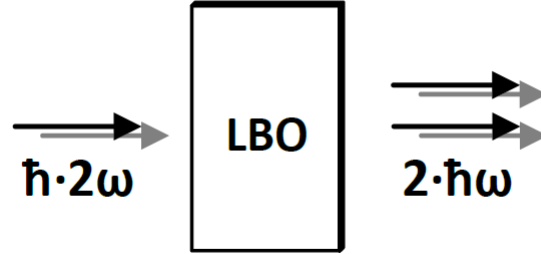


Figura 3.2: *Funzionamento seconda armonica*

ordinario mentre il fascio generato di seconda armonica vede l'indice di rifrazione straordinario ed è polarizzato perpendicolarmente.

$$\hbar \cdot 2\omega = \hbar\omega + \hbar\omega \quad (3.2)$$

$$\vec{k}_{2\omega} = \vec{k}_{\omega} + \vec{k}_{\omega} \quad (3.3)$$

$$n_{\omega} = n_{2\omega}. \quad (3.4)$$

Si capisce subito che il processo è non lineare poiché prevede la compresenza di due fotoni all'interno del materiale nella stessa regione spaziale e nello stesso intervallo di tempo.

La condizione di phase matching può essere raggiunta in diversi modi: si può variare l'angolo tra il cristallo e la radiazione incidente, oppure la si può raggiungere agendo sulla temperatura del cristallo come è avvenuto nel setup utilizzato. Entrando nel dettaglio, la massima efficienza di SHG a 1040 nm è raggiunta per un a temperatura dell'LBO pari a 171.5 °. Per ottimizzare tale procedura, la presenza di due lenti permette prima la focalizzazione della radiazione sul cristallo (che ha dimensioni minori del fascio prima della focalizzazione della lente) ed una posizionata dopo, permette la ricollimazione della seconda armonica generata lungo il percorso ottico. In questo modo nessuna frazione della radiazione viene persa nel processo e tutta la luce viene indirizzata sul cristallo.

Sistema di movimentazione

La realizzazione tridimensionale della struttura desiderata è resa possibile grazie ad un sistema di movimentazione composto da tre slitte azionate ad aria compressa. E' infatti impensabile che il fascio laser possa muoversi sia per limiti tecnologici che strutturali. Il campione viene montato sul piano d'appoggio (è sufficiente mettere una piccola quantità di colla o smalto adesivo) in modo tale da essere solidale con l'apparato di movimentazione.

Il sistema è montato su un piano di granito in modo tale da potere assorbire eventuali vibrazioni che potrebbero causare un disallineamento del fascio, rendendo il processo di scrittura poco stabile. Entrando nello specifico, il sistema di movimentazione del campione è a tre assi su cuscinetti d'aria (Aerotech, FiberGlide 3DTM fig 3.3), quindi le tre slitte indipendenti vengono spostate da tre motori brushless e sospese su cuscinetti d'aria, con il vantaggio di ridurre l'attrito e aumentare la precisione del movimento anche a velocità elevate. Gli spostamenti consentiti da questo sistema lungo gli assi x, y e z sono rispettivamente di 15, 10 e 5 cm e la massima velocità consentita è di 150 mm/s. Esiste in più un sistema in retroazione con controllore per regolare la posizione e la velocità delle tre slitte tramite un apposito software (Automation 3200): il controllo della posizione ha una risoluzione dell'ordine dei nanometri. Un grande vantaggio di questo sistema, oltre al garantire elevata risoluzione e ripetibilità, è la capacità di coordinare il moto lungo i tre assi in modo da mantenere la velocità tangenziale uniforme, il che è estremamente importante in parecchie applicazioni.

I comandi di movimento sono forniti via software tramite G-code, un linguaggio comune nelle macchine utensili a controllo numerico. Questo software è inoltre in grado di controllare lo shutter meccanico con appositi comandi di apertura e chiusura, per permettere l'interruzione dell'irraggiamento del campione coerentemente con la geometria della struttura desiderata. Il sistema Aerotech® prevede l'utilizzo di tre motori elettrici *brushless*: nei motori elettrici l'inversione della corrente nel rotore è garantita da spazzole a contatto dello

statore, non è così nel caso di motore *brushless* in cui le spazzole sono eliminate, i magneti fissi sono montati sul rotore e un circuito di controllo elettronico inverte opportunamente il verso della corrente sullo statore. Si riducono attriti e rumori elettromagnetici, inoltre le tre slitte mobili sono sospese su cuscinetti d'aria per aumentare la precisione del movimento anche a velocità elevate.

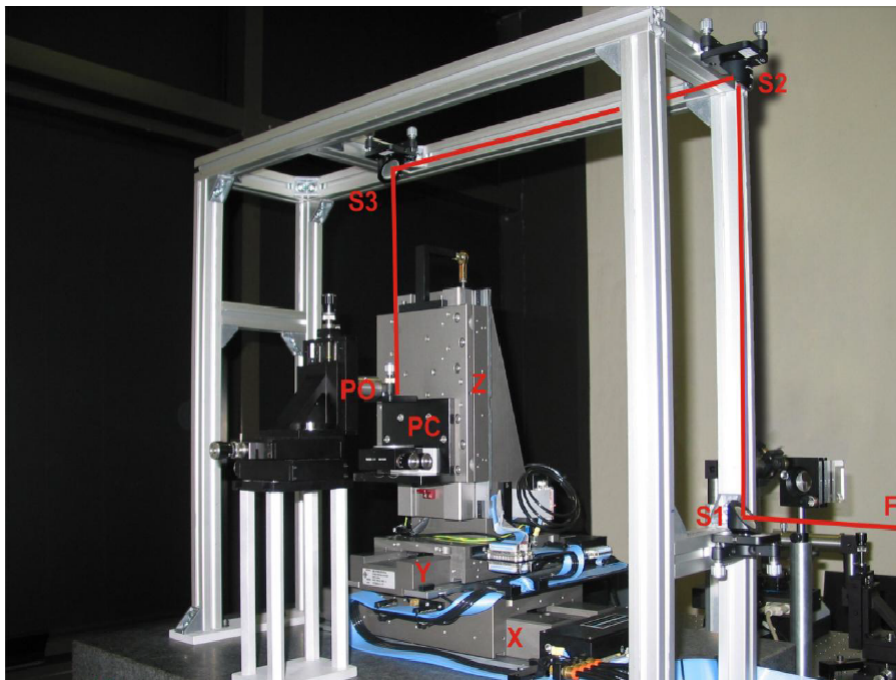


Figura 3.3: Fotografia del sistema di traslazione Aerotechr FiberGlideTM 3D. E' possibile osservare in rosso il cammino del fascio di scrittura (F), che incide su tre specchi piani (S1, S2, S3) prima di giungere sull'obiettivo di focalizzazione dall'alto. Il porta-obiettivo (PO) è indipendente dal sistema di traslazione, mentre il porta-campione (PC) è solidale a tale sistema. La movimentazione avviene lungo tre assi (X, Y, Z) ed è sincronizzata tramite un software di controllo che ne comanda i movimenti mediante un bus di invio dati (BC). L'aria compressa necessaria per la sospensione delle tre slitte viene trasportata al sistema tramite tubi di nylon (T). Per assorbire le vibrazioni, l'intera struttura è montata su una base di granito (G)

Un sistema in retroazione con controllore permette di regolare posizione e velocità delle tre slitte tramite un apposito software (Automation 3200). Il grande vantaggio di questo sistema è la capacità di coordinare il moto lungo i tre assi per mantenere la velocità tangenziale di spostamento sempre costante.

Questo è molto importante ad esempio nella realizzazione di guide d'onda di qualità uniforme lungo tutto il dispositivo. Tramite un sistema a tre specchi, il fascio laser viene fatto incidere dall'alto sul campione. La focalizzazione avviene tramite un obiettivo da microscopio montato su un porta obiettivi munito di micrometro lungo le tre direzioni.

3.1.2 Attacco chimico

La successiva fase di fabbricazione tramite tecnica FLICE consiste nel realizzare un attacco chimico delle strutture che si vuole che siano dei vuoti. Il reagente chimico utilizzato è l'acido fluoridrico il cui utilizzo -a causa della propria pericolosità- avviene sotto cappa chimica in ambiente controllato. Si tratta di una cappa aspiratrice (Gloria aRtec) che ha la possibilità d'aspirare costantemente l'aria per eliminare eventuali vapori tossici. La struttura essendo dedicata a questi utilizzi è fabbricata in materiale ignifugo e resistente a d eventuali fuoriuscite d'acido.

La soluzione acida con il campione viene poi messa in un bagno ad ultrasuoni controllandone la temperatura, che favorisce la rimozione del materiale aggredito dall'acido. L'attacco acido è suscettibile ad una serie di variabili, per cui è difficile a priori determinare con assoluta certezza una tempistica. Si procede perciò ad un avanzamento successivo di brevi passi temporali in modo da poter sempre tramite un controllo visivo l'avanzamento dell'acido. Una volta ottenuta la struttura voluta, si sottopone il campione ad un'ultima fase di pulizia in un bagno con acqua deionizzata ed alcool isopropilico per rimuovere eventuali residui.

3.2 Apparato di caratterizzazione dei dispositivi

3.2.1 Microscopio ottico

Per l'acquisizione di immagini si è utilizzato un microscopio NIKON ME600 dotato di tecnologia DIC (differential interference contrast) con il quale, sfrut-

tando i fenomeni di interferenza, si ha la possibilità di vedere salti d'indice molto piccoli e quindi di valutare la bontà delle guide d'onda scritte. Un'ulteriore facilitazione è data dalla possibilità di variare il valore di magnificazione, grazie alla presenza di una pedana a rotazione che consente di sfruttare quattro obiettivi: $4 \times -0.13NA$, $10 \times -0.3NA$, $20 \times -0.5NA$, $40 \times -0.75NA$. Viene poi sfruttata una camera CCD montata sopra al microscopio per trasferire l'immagine direttamente ad un monitor del computer e facilitare la visione della stessa oltre alla classica visione tramite i monocli. Tramite un software dedicato è possibile gestire l'acquisizione di immagini e misurare le dimensioni delle strutture scritte nel substrato. Tutto questo entro una risoluzione dettata dal limite di diffrazione, quindi per distanze $d \sim \lambda/2 \cdot NA$. Si può operare sia in trasmissione raccogliendo la luce trasmessa dal campione illuminato dalla lampada che in riflessione, raccogliendo quella riflessa. Solitamente un utilizzo in riflessione risulta più vantaggioso per l'osservazione di strutture superficiali mentre la trasmissione è più efficace per l'osservazione di strutture all'interno del substrato.

3.2.2 Misurazione dell'angolo di contatto

Nel corso della realizzazione di questo sensore si è utilizzato uno strato oleofobico per ricoprire lo stesso. Più avanti si discuterà nello specifico il motivo di tale azione e se ne descriverà la fase realizzativa. Di seguito si analizzerà il metodo per valutare l'efficacia di tale trattamento tramite l'analisi della bagnabilità valutando l'angolo di contatto fra una goccia e la superficie trattata. Una goccia d'acqua viene direttamente depositata sul materiale e l'immagine viene acquisita in scala di grigi da una videocamera situata sopra di essa. Successivamente un software tramite interpolazione ricostruisce l'immagine e valuta la misura dell'angolo di contatto: questa procedura è definita sessile drop. Più alto è questo valore e più c'è la tendenza della goccia a non aderire alla superficie ed a mantenere la propria forma peculiare. Le immagini sono acquisite e processate da un computer con un software appropriato. In particolare, le

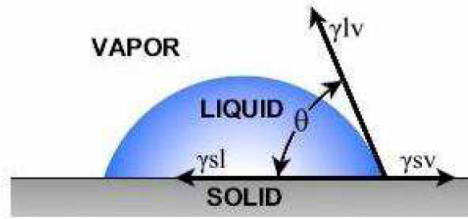


Figura 3.4: Rappresentazione dell'angolo di contatto.

misure sono state effettuate utilizzando un DataPhysics OCA 20, il cui software (Data-Physics SCA 20) permette di interpolare il contorno della goccia calcolandola differenza tra la luminosità di pixel adiacenti e applicando la funzione di Young-Laplace. Lo strumento è stato impostato in modalità sessile drop e sono stati misurati in questo modo angoli di contatto statici. Come liquido di test è stata utilizzata dell'acqua e l'angolo di contatto statico è stato calcolato applicando l'equazione di Young-Laplace:

$$\gamma_{lv} \cos \theta = \gamma_{sv} - \gamma_{sl} \quad (3.5)$$

dove γ_{lv} è la tensione superficiale del liquido (in equilibrio con il suo vapore saturo), γ_{sv} è la tensione superficiale del solido (in equilibrio con il vapore saturo del liquido) e γ_{sl} è la tensione superficiale tra solido e liquido e θ è l'angolo di contatto (fig 3.4).

3.2.3 Accoppiamento guide d'onda

Per valutare le proprietà delle guide d'onda si esegue un accoppiamento in guida con una luce laser alla lunghezza d'onda d'interesse. L'accoppiamento può avvenire sia mediante fibra ottica che mediante obiettivo. Nel primo caso si simula in maniera più efficace il contesto del lab-on-chip integrato mentre il secondo set up risulta essere più rapido e flessibile. Si sono utilizzate due sorgenti per la caratterizzazione: un laser a diodi nel rosso (633) ed un laser a stato solido nel blu (473) lanciato in fibra con potenza massima di 20 mw

Poichè l'ottimizzazione dell'accoppiamento è fondamentale, obiettivi, fibre e campioni sono posti su traslatori micrometrici, in grado di regolarne l'inclinazione in direzione orizzontale e verticale, utile per avere più gradi di libertà al fine di ottimizzare l'accoppiamento. E' possibile misurare la potenza trasmessa dalle strutture guidanti inserendo a valle del sistema di accoppiamento un sensore ottico connesso ad un rivelatore di potenza.

Accoppiamento tramite obiettivo

L'accoppiamento delle guide d'onda avviene focalizzando luce laser tramite un obiettivo sulla superficie del campione, la raccolta a valle della luce guidata avviene anch'essa attraverso un obiettivo. Lo schema del sistema è visibile in Figura 3.5.

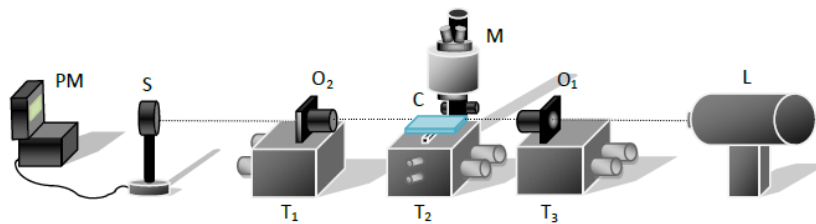


Figura 3.5: *Schema del sistema di accoppiamento delle guide d'onda focalizzando il fascio laser in ingresso con un obiettivo e misurando la potenza trasmessa a valle. L: laser, O1: obiettivo di lancio, O2: obiettivo di raccolta, T1 e T3:traslatori in x,y,z , T2: traslatore in x,y,z con regolazione dell'inclinazione del campione, M: microscopio, C: campione, S: sensore ottico e PM: rivelatore di potenza (power meter).*

Accoppiamento tramite fibra

L'accoppiamento delle guide d'onda avviene avvicinando la fibra in ingresso alla superficie del campione, in questo caso è fondamentale avere una regolazione molto precisa della distanza tra campione e fibra e per questo viene oltre ai traslatori micrometrici si affida ad un microscopio stereoscopico (MZ 12.5 Leica Microsystem®). Si fa riferimento allo schema in Figura 3.6.

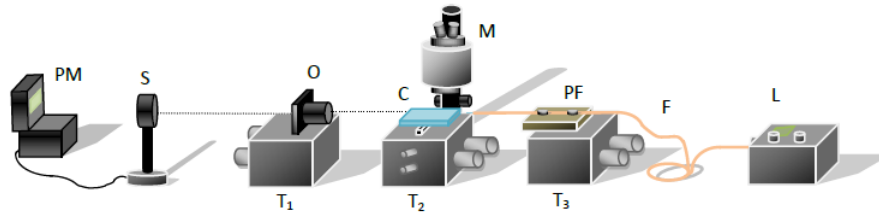


Figura 3.6: *Schema del sistema di accoppiamento delle guide d'onda lanciando in fibra il fascio laser in ingresso e misurando la potenza trasmessa a valle. L: laser in fibra, F: fibra di lancio, PF: porta fibra, O: obiettivo di raccolta, T1 e T3: traslatori in x,y,z, T2: traslatore in x,y,z con regolazione dell'inclinazione del campione, M: microscopio. C: campione. S: sensore ottico e PM: rilevatore di potenza (power meter).*

Dimensione dei modi

Elaborando le immagini ottenute con l'acquisizione mediante la telecamera ed utilizzando un opportuno programma scritto in ambiente MatLAB è possibile valutare la FWHM (full width half maximum, definita come la larghezza del modo a $1/e^2$). È necessario, per ottenere una corretta valutazione acquisire la dimensione di un modo noto da usare come riferimento per le successive misure. In questo caso si è utilizzato quello dato da una fibra ottica telecom standard monomodale il cui modo a $1/e^2$ è pari a 10.4 micrometri. Confrontando le dimensioni dei modi registrati con la videocamera con quello del riferimento si può risalire all'effettiva dimensione. Per rendere la spiegazione più chiara, applichiamo la legge delle lenti al setup considerato, legando così la distanza tra l'uscita della guida dal dispositivo e l'obiettivo di raccolta p con la distanza tra l'obiettivo ed il piano di formazione dell'immagine q

$$\frac{1}{p} + \frac{1}{q} = \frac{1}{f} \quad (3.6)$$

dove f è la focale dell'obiettivo utilizzato. La magnificazione M risulterà poi essere data dal rapporto:

$$M = -\frac{p}{q} \quad (3.7)$$

dove si nota la dipendenza da p e q che quindi non dovranno variare durante l'accoppiamento, altrimenti si otterrebbero modi con ingrandimento diverso sulla telecamera che porterebbe ad una sbagliata stima delle dimensioni.

Misura delle perdite delle guide d'onda

Nella propagazione della luce in un qualsiasi mezzo che non sia il vuoto, l'intensità non rimane costante ma sono presenti delle perdite dovute ai vari fenomeni fisici caratteristici della radiazione, come la rifrazione, riflessione e dispersione. Così anche per la luce che viene guidata da strutture appositamente progettate per tale scopo, non sono esenti da perdite che vanno stimate per potere valutare la bontà della struttura. Tralasciando le perdite dovute alla curvatura (nel progetto si sono fabbricate solo strutture rettilinee) la totalità delle perdite è data dalla somma distinta di tre tipologie: perdite d'accoppiamento, perdite di Fresnel alle interfacce e perdite di propagazione.

Le perdite totali di inserimento del campione (insertion losses, IL: vedi 3.8) sono dovute a questi tre contributi di perdita introdotti dal dispositivo rispetto al caso di assenza dello stesso, ovvero quando si raccoglie con l'obiettivo tutta la luce che esce dall'obiettivo di lancio. Il calcolo viene fatto, confrontando la potenza incidente in ingresso data dalla fibra e quella trasmessa in uscita dal dispositivo misurata direttamente. Da ciò ne consegue che:

$$T_{IL} = \frac{P_{IN}}{P_{OUT}} \quad (3.8)$$

Ed esprimendo tale quantità in decibel:

$$IL_{[dB]} = -10 \cdot \log_{10}(T_{IL}) \quad (3.9)$$

Il primo contributo alle IL è dato dalle perdite d'accoppiamento (Coupling loss, Cl) che sono legate alla sovrapposizione tra il modo in uscita dalla fibra di lancio e quello guidato dalla struttura sotto analisi: L'entità di questa perdita è calcolabile mediante un integrale di sovrapposizione dei due modi

$$CL_{[dB]} = -10 \cdot \log_{10} \frac{(\int \int E_g E_f^* dx dy)^2}{\int \int E_g E_g^* dx dy \int \int E_f E_f^* dx dy} \quad (3.10)$$

dove E_g ed E_f rappresentano rispettivamente i profili del campo in guida ed in fibra. Dato che l'ampiezza dei campi è proporzionale alla radice dell'intensità, ottenibile dall'analisi delle immagini dei modi prese con la telecamera, si riesce a calcolare tramite matLab il valore dell'integrale: Ci sono più approcci: sovrapponendo i picchi oppure facendo la convoluzione fra le due distribuzioni e considerando poi il massimo. Il valore che si ottiene è comunque ideale in quanto non si tengono conto di eventuali disallineamenti di fibra e guida

Un secondo contributo è dato dalle perdite di Fresnel (Fresnell losses, FL) che considerano la riflessione del fascio all'interfaccia aria vetro in ingresso e viceversa in uscita. Il contributo di una singola perdita di riflessione è stimato essere

$$FL_{[dB]} = -10 \cdot \log_{10} \left(1 - \left(\frac{n_1 - n_2}{n_1 + n_2} \right)^2 \right) \quad (3.11)$$

dove n_1 ed n_2 rappresentano gli indici di rifrazione e rispettivamente del materiale da cui il fascio arriva e del materiale da cui è riflesso

Il terzo contributo è quello dato dalle perdite per propagazione in guida (propagation loss, Pl): qualsiasi materiale, in base alla propria composizione, assorbe parte della radiazione luminosa che lo attraversa a seconda della lunghezza d'onda. Le strutture guidanti sono però fabbricate sul fused silica che è trasparente alle lunghezze d'onda impiegate, pertanto l'assorbimento è trascurabile . Quindi i fattori che maggiormente determinano le PL sono i fenomeni di scattering, il danneggiamento del substrato e la rugosità delle guide d'onda. Nelle guide del sepolte la funzione di centri di scattering viene spostata dalle impurità della superficie alla rugosità delle strutture fabbricate mediante FLM, dovute alle vibrazioni del sistema di traslazione. L'irraggiamento con impulsi a femtosecondi, oltre a indurre un innalzamento dell'indice di rifrazione, può

provocare danneggiamenti strutturali all'interno del substrato; tali danneggiamenti possono essere considerati un'ulteriore causa di perdite per scattering. Le perdite di propagazione scalano naturalmente con la lunghezza del dispositivo che si sta considerando. Un possibile metodo per calcolare il contributo delle perdite di propagazione si basa sul calcolo degli altri due contributi poiché le IL sono facilmente ottenibili sperimentalmente

$$PL_{[dB]} = \frac{IL_{[dB]} - 2FL_{[dB]} - CL_{[dB]}}{L_{[cm]}} \quad (3.12)$$

3.3 Spettrofotometro

La considerazione preliminare che ha portato alla volontà di realizzare il sensore realizzato in questo progetto di tesi è stata quella di valutare se effettivamente ci fosse una relazione tra il diverso grado d'usura dell'olio e le sue proprietà d'assorbimento. Si sono quindi eseguite delle misure d'assorbimento per alcuni campioni d'olio. Per condurre queste misure è stato necessario l'utilizzo di uno spettrofotometro (JASCO V-570 UV/Vis/NIR). La spettrofotometria si occupa di tracciare gli spettri delle sostanze nella luce visibile, dal vicino ultravioletto al vicino infrarosso: lo spettrofotometro è in grado di misurare l'intensità luminosa trasmessa dal campione per ogni lunghezza d'onda d'indagine. Nel caso considerato, la sorgente impiegata dallo strumento di misura è una lampada alogena che copre lo spettro dai 330 nm ai 2500 nm; la luce viene suddivisa in due fasci e la lunghezza d'onda viene cambiata tramite un monocromatore a reticoli. I due fasci vanno a incidere su due provette differenti per fare una misura relativa: solitamente una provetta viene lasciata vuota (in aria) mentre nella seconda si introduce il campione da analizzare e la misura effettiva restituisce il rapporto dell'intensità luminosa dei due diversi percorsi compiuti. Il rivelatore è costituito da una fotocellula di solfuro di piombo (PbS). La risoluzione della misura è di 0,5 nm.

Capitolo 4

Fabbricazione di un dispositivo optofluidico per analisi lubrificante da macchine industriali

Lo spunto per la realizzazione di questo chip nasce da un lavoro precedente di fattibilità precedente realizzato sempre dal team del professore Osellame nel lavoro di tesi svolto da Bernasconi [2]. Questo lavoro partendo da tale studio vuole giungere alla realizzazione del dispositivo ed alla sua successiva integrazione, simulando un vero e proprio funzionamento industriale.

4.1 Campioni di olio utilizzato per le misure e considerazioni preliminari sugli spettri d'assorbimento

L'olio utilizzato per questa indagine è il Castrol AWS 46 (di cui si riportano le principali caratteristiche descrittivo in tab 4.1), un olio idraulico da centralina, a base minerale con stabilità termica ed ossidativa. Una centralina è una componente fondamentale di numerosi macchinari industriali e costituisce il gruppo di controllo in cui l'olio lubrificante viene condizionato, facendogli assumere determinati valori di pressione e portata e distribuendolo ove necessario.

Stato fisico	liquido
Colore	480 da incolore a giallo chiaro
Odore	debole
Punto di infiammabilità	215°
Densità	880kg/m ³ 15.6°
Viscosità	(cinetica) 46mm ² a40°
Solubilità	insolubile all'acqua

Tabella 4.1: *Caratteristiche chimico fisiche dell'olio Castrol AWS-46*

Il campione complessivo è composto da otto gradazioni differenti di olio, che corrispondono a tempi di utilizzo: si passa da un olio nuovo, mai utilizzato ad un olio utilizzato per ore. Fra queste due estremi, troviamo oli prelevati a diverse durata in ore: 100, 300, 600, 1200, 1800, 2520, 3090 dove l'olio usato per più tempo sarà quello più degradato. E' interessante notare come da una prima indagine visiva (vedi fig. 4.1) la tonalità di giallo tenda a diventare via via più scura con l'aumento dell'usura.

Tali campioni sono stati estratti da un unico macchinario sotto test: in questo modo si è certi di introdurre meno variabilità nell'analisi sull'olio.

Il passo fondamentale prima di intraprendere la realizzazione del dispositivo è stato quella di valutare effettivamente se ci fosse la possibilità di correlare il

diverso grado d'usura dell'olio (registrato in ore) con un particolare andamento qualitativo e quantitativo dello spettro di assorbimento (e quindi dello spettro di trasmissione, si ricordi la formula 3.2).

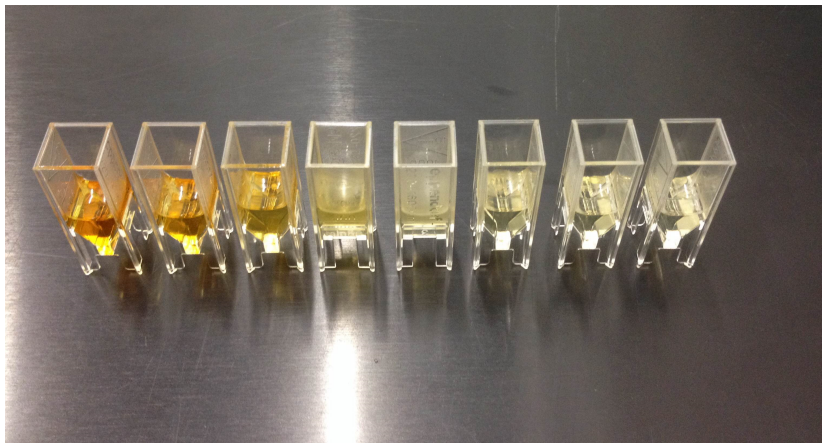


Figura 4.1: Immagine delle cuvette con oli di diversi gradi d'usura. Da sinistra: 3090, 2520, 1800, 1200, 600, 300, 100, 0 ore

In figura 4.2 è riportato il grafico della trasmittività valutato per un intervallo di lunghezze che varia da 350 a 800 nanometri ovvero circa lo spettro visibile. Dal grafico si possono subito notare due particolarità:

- la tendenza di tutti gli spettri ad assestarsi sugli stessi valore all'aumentare della lunghezza d'onda;
- il diminuire della trasmittività (e quindi un aumento dell'assorbimento) all'aumentare dell'usura in un regione del blu (400-480 nm) e la presenza di un minimo di attorno a 450 nm. Questo andamento permette di affermare che in questa regione dello spettro si hanno degli effetti di variazione dell'indice di rifrazione e non solamente un aumento di particolato nell'olio.

Prendendo spunto da questi due tratti caratteristici è chiaro che è proprio nella regione del blu -dove si ha a parità di lunghezza d'onda una maggiore variazione del segnale- che si vogliono compiere le misure per discriminare il grado d'usura

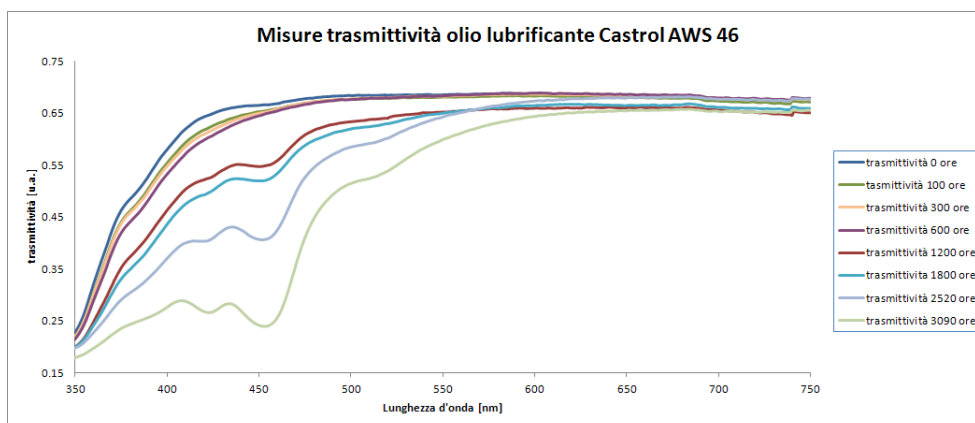


Figura 4.2: Spettri di trasmissività dei vari oli usati per testare il dispositivo

dell'olio. Mentre nella regione del rosso (600-700 nm) tutti gli spettri mantengono lo stesso andamento piatto con una minima variazione quantitativa. Questo suggerisce di usare le misure in questa regione come un parametro di controllo sulla stabilità delle misure: il segnale raccolto non deve differire in funzione del diverso grado d'usura. Un Segnale viceversa dissimile a quello portato dallo spettro, potrebbe segnalare un eventuale malfunzionamento da parte del sensore o la presenza di un agente che vada ad alterare lo stato dell'olio.

4.2 Fabbricazione dispositivo

Il dispositivo sensoristico che si vuole realizzare è formato da un chip quadrato ($10mm \times 10mm \times x1mm$) in fused silica, dove un foro centrale a sezione quadrata ($500 \times 500 \mu$) permetterà al fluido di scorrere. Due coppie di guide d'onda sepolte (ad una profondità di $400 \mu m$) funzioneranno una come lancio ed una in ricezione.

L'idea finale è quella di utilizzare due sorgenti laser in fibra una nel blu ed una nel rosso e tramite una giunzione detta *pig-tail* tramite delle ferrule, collegare le fibre di lancio e ricezione al chip. In definitiva il dispositivo lancia un segnale che, partendo dai laser, continuando in fibra sino al chip, attraversando il foro in cui scorre l'olio ed alla fine rientrando in fibra, sarà attenuato in funzione

di quanta luce viene assorbita dall'olio (proporzionale all'usura). Il segnale raccolto arriverà ad un rivelatore (fotodiode) e successivamente un software e dell'elettronica dedicata si occuperanno di elaborare il segnale e rappresentarlo. Il chip verrà a sua volta integrato in un *case* per ridurre al minimo le eventuali vibrazione ed infiltrazione da agenti esterni e più in generale per preservarne l'integrità e per simularne l'impiego finale in ambito industriale.

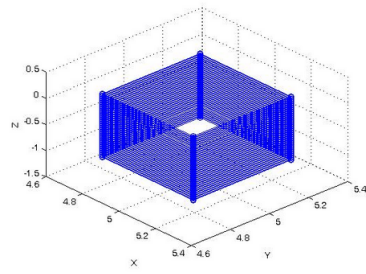
4.2.1 Ottimizzazione guide d'onda

Il primo passo è quello dell'ottimizzazione delle guide d'onda: poiché si vogliono utilizzare due lunghezze d'onda distinte per eseguire le misure, i parametri devono essere valutati indipendentemente per entrambe.

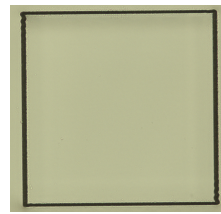
Entrando nel dettaglio, nel lavoro di ottimizzazione per trovare le condizioni di irraggiamento che consentono di ottenere guide d'onda migliori in termini di dimensione dei modi e perdite, si esplorano diversi parametri di fabbricazione:

- lunghezza d'onda del fascio laser;
- frequenza di ripetizione del laser;
- obiettivo di focalizzazione;
- velocità di traslazione del campione;
- potenza di scrittura.

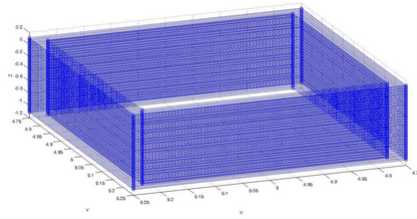
E' possibile cambiare la lunghezza d'onda del set up (1040 nm) utilizzando il cristallo di seconda armonica, ottenendo così un fascio verde a 520 nm. Generalmente per la scrittura contemporanea di fori e canali e guide si ricorre alla seconda armonica. La frequenza di ripetizione del fascio di scrittura viene variata impostando il pulse picker, il cui valore consente di dividere la frequenza nominale del laser ($f=960$ KHz) di un determinato fattore n (si rimanda a 3.2.1). Per la fabbricazione dei fori e delle guide si è deciso di impostare tale valore a $n=48$ ottenendo una frequenza di ripetizione di 20 KHz. Per quanto riguarda la



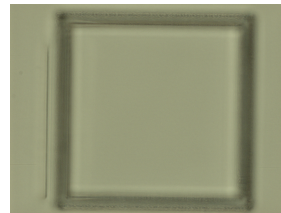
(a)



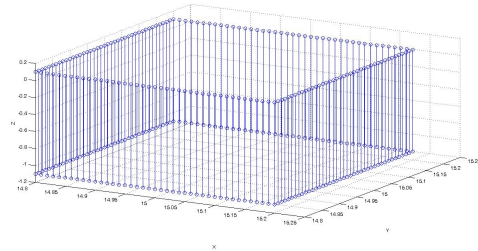
(b)



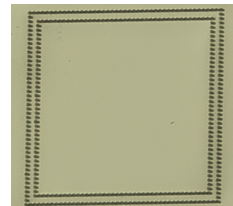
(c)



(d)



(e)



(f)

Figura 4.3: Geometrie di irraggiamento a sinistra ed immagini al microscopio dopo l'irraggiamento. Geometrie di irraggiamento per la realizzazione del foro: a) singolo quadrato, b) doppio quadrato, c) righe verticale

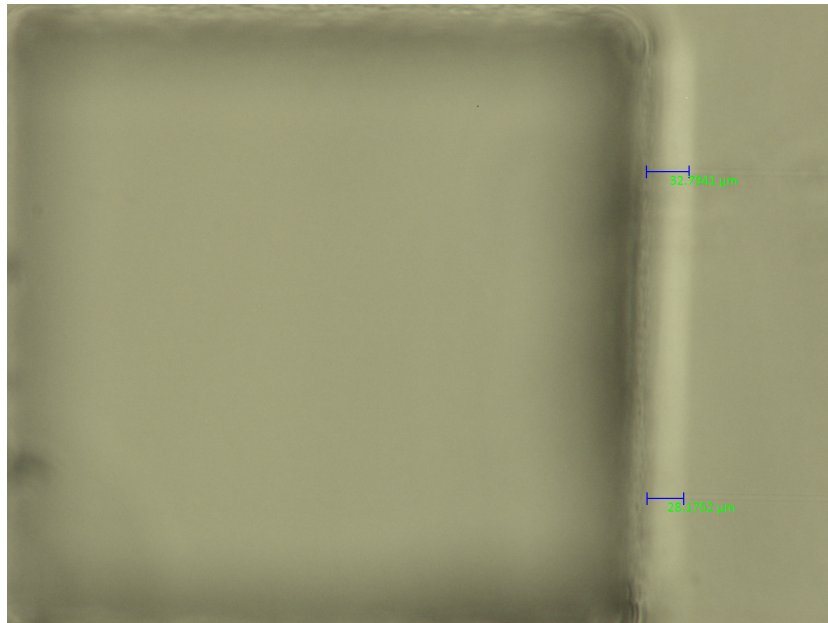


Figura 4.4: Immagine al microscopio che mostra come si riesca ad ottenere delle guide sepolte ed un foro passante con distanza da esse inferiore a $100 \mu m$

focalizzazione del fascio di scrittura, si è scelto di utilizzare il $20 \times -0.45NA$, facendo riferimento allo studio di realizzabilità già svolto in questo laboratorio, così come la profondità di scrittura delle stesse a 400 micrometri.

Sono stati testati diverse combinazioni dei parametri (velocità e potenza) per poi giungere alla valutazione degli stessi per ottenere le guide ottimali. Il Criterio con cui vengono selezionate le guide, è dato confrontando:

- dimensione del modo;
- perdite di inserzione (IL);
- perdite d'accoppiamento (CL);
- perdite per propagazione, valutate per unità di lunghezza (PL).

In tabella si riportano i valori usati.

Parametro	Valore
Lunghezza d'onda λ	520 nm
Frequenza di ripetizione laser f_{rep}	480 KHz
pulse piker n	48
potenza di picco P_p	4 mW
Velocità V	9 mm/s

Tabella 4.2: Valori dei parametri della sorgente laser HighQ per la realizzazione delle guide per il blu.

Parametro	Valore
Lunghezza d'onda λ	520 nm
Frequenza di ripetizione laser f_{rep}	480 KHz
Pulse piker n	2
Potenza di picco P_p	8 mW
Velocità V	12 mm/s

Tabella 4.3: Valori dei parametri della sorgente laser HighQ per la realizzazione delle guide per il rosso.

	Dimensione modo [$\mu m \times y$]	IL [dB]	CL [dB]	PL [dB/cm]
Blu	3.8×5.6	5	2.4	2.5
Rosso	8.3×8.8	4.5	1.9	2.6

Tabella 4.4: Caratterizzazione delle guide d'onda realizzate.

4.2.2 Ottimizzazione parametri di scrittura del foro e attacco chimico

La realizzazione del foro centrale avviene seguendo tre passaggi sequenziali

- prototipazione della geometria d'irraggiamento tramite software;
- irraggiamento tramite laser a femtosecondi;
- attacco chimico.

Per realizzare il foro passante si realizzano all'interno del campione delle scritture a geometria quadrata distanziate fra loro di 10 micrometri. Prima di giungere ad una soluzione ottimale (giusto compromesso fra la durata dell'ir-

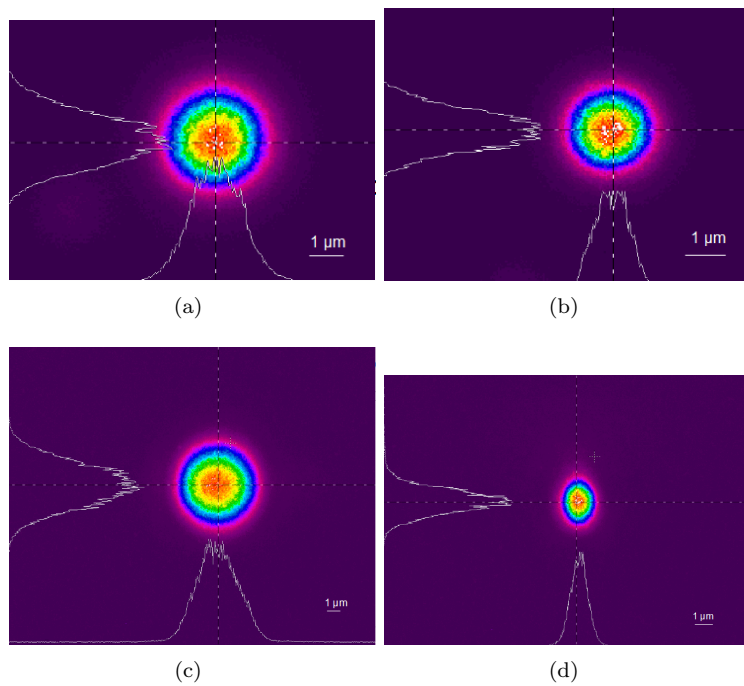


Figura 4.5: Immagini dei modi delle fibre e delle guide. In alto: a sinistra modo della fibra SM600, a destra modo della fibra SM400. In basso: a sinistra modo della guida realizzata per il rosso, a destra modo della guida realizzata per il blu.

raggiamento laser e la successiva facilità dell'azione erosiva dell'acido) si sono provate differenti geometrie di irraggiamento:

- due quadrati concentrici separati di 50μ m. L'irraggiamento avviene realizzando diversi quadrati a profondità diverse nel materiale, cioè a diverse profondità nella coordinata z (fig 4.3.a);
- singolo quadrato realizzate con una singola scansione (fig. 4.3.c);
- singola quadrato realizzato realizzando singole righe verticali distanziate fra loro 10μ (fig 4.3.e).

I parametri di irraggiamento per i fori sono riportati in tabella 4.1.

Parametro	Valore
Lunghezza d'onda λ	520 nm
Frequenza di ripetizione laser f_{rep}	480 KHz
pulse piker n	2
Potenza di picco P_p	300 mW
Velocità V	10 mm/s

Tabella 4.5: Valori dei parametri principali della sorgente laser HighQ per utilizzati per l'irraggiamento. Successivamente questa zona sarà sottoposta ad attacco chimico per la realizzazione del foro passante.

La geometria a con due quadri concentrici aumenta la rapidità dell'azione erosiva dell'acido, tuttavia durante l'azione laser c'è un accenno di stress nel campione che genera un danneggiamento situato in uno dei lati del foro in prossimità delle guide(4.3). Mentre la geometria a singole righe verticali ha mostrato una non ottimale resa (4.3.d). Si è quindi optato per una geometria a singolo quadrato che ha dato risultati soddisfacenti (4.3.f)

Per concludere il campione precedentemente irraggiato viene immerso in una soluzione di HF al% di H₂O a 35 gradi. La velocità dell'etching nella zona irraggiata è di circa 500 micron/ora mentre in quelle non irraggiate è di circa 20 micron/ora. In figura 4.6 si può inoltre vedere un'immagine acquisita tramite il microscopio in cui si riesce ad osservare la rugosità delle pareti interne del foro

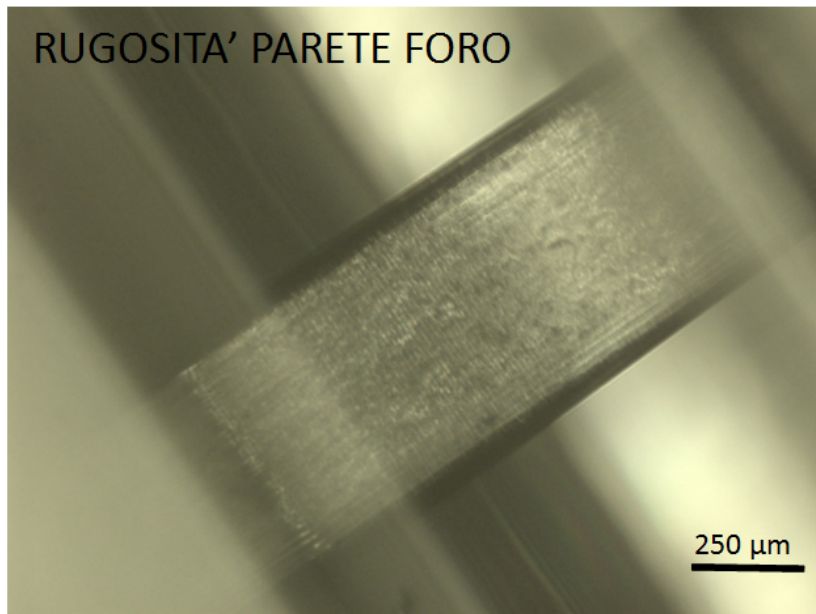


Figura 4.6: Immagine acquisita tramite il microscopio del foro dopo l'attacco chimico. Si può notar la rugosità delle pareti interne.

dopo l'attacco chimico. Da notare come alla fine della fase di etching si riescano ad avere guide sepolte che distano meno di $100 \mu m$ dal foro passante (fig. 4.4)

4.2.3 Trattamento superficiale per rendere oleofobiche le pareti del foro

Nei circuiti oleodinamici in genere, l'aumento dello stato d'usura dell'olio, comporta la possibilità della formazione di residui gommosi detti morchie. Queste hanno una viscosità elevata con una tendenza ad aderire alle superfici. Per evitare quindi il loro deposito. Per evitare che questo accada sulle pareti del foro si è realizzato un trattamento chimico delle stesse per renderle oleofobiche. Questo permette di avere un duplice vantaggio: da un lato si vuole evitare che residui oleosi di grosse dimensioni si vadano a depositare sulle pareti del foro in corrispondenza delle guide d'onda, andando a causare una perdita di segnale non congrua al segnale. Dall'altra si vuole evitare che si depositi olio sulla superficie del sensore rendendo in questo modo riutilizzabile il chip una volta

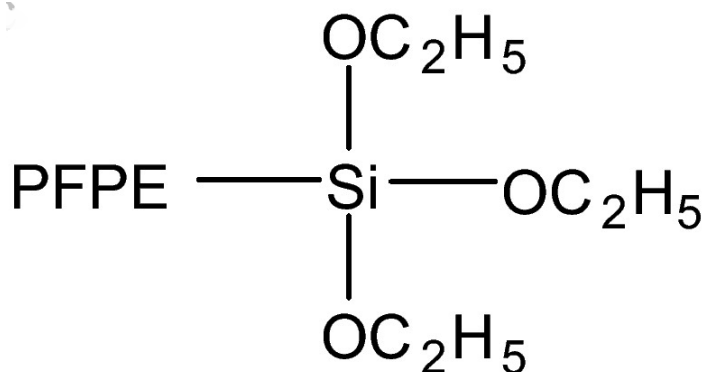


Figura 4.7: Rappresentazione della configurazione chimica della molecola di fluorolink S 10.

tolto dal case e sottoposto ad adeguato lavaggio e controllo.

Una possibile strategia è l'applicazione di una soluzione detta *Fluorolink S 10*. Questo è un prodotto a base di perfluoropolietteri *PFPA* che ha delle ottime caratteristiche per quanto riguarda l'adesione a substrati vetrosi rendendo facilitando la sua applicazione. Si tratta infatti di un film micrometrico rendendo le superfici idro-olio repellenti e più in generale rendendole antiaderenti.

Il protocollo di trattamento prevede:

- pulizia preventiva del campione da trattare;
- immersione del campione nella soluzione;
- risciacquo con alcool isopropilico ed asciugatura tramite flusso di aria pressurizzata per l'eliminazione di eventuali residui grumosi e per omogeneizzare il film;
- trattamento termico in forno per circa quindici minuti a cento gradi.

Una volta lasciato raffreddare lo si è ispezionato al microscopio per valutarne una primo rapido controllo visivo che non evidenzia alcun tipo di alterazioni. Già al tatto comunque risalta una diminuzione dell'attrito del chip. Infine si è analizzato il valore dell'angolo di contatto per avere dei parametri quantitativi come riferimento.

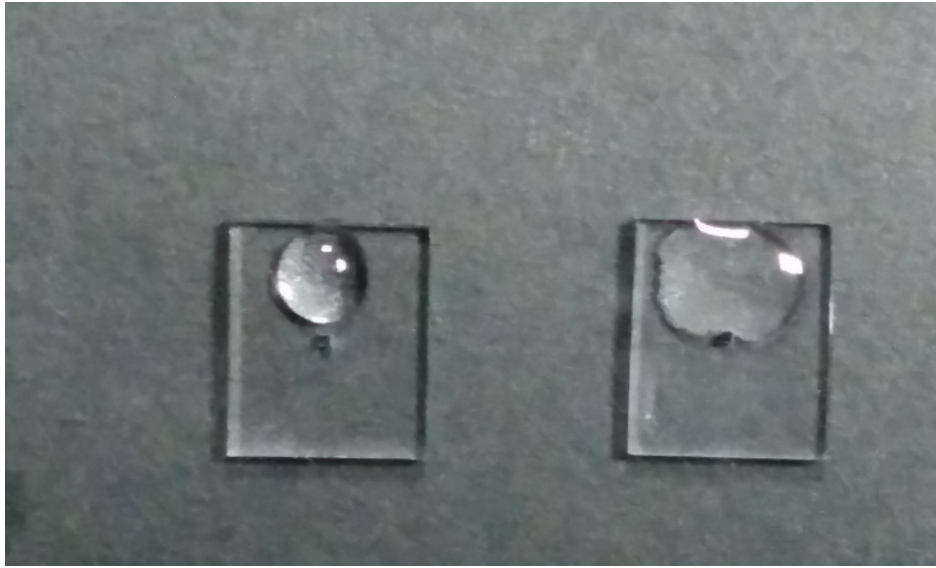


Figura 4.8: Prove di idrofobicità su due chip in fused silica. Si nota come nel dispositivo a sinistra -trattato con fluorlink S 10- si riscontri una minore tendenza da parte dell'acqua ad aderire alla superficie, rispetto a quello di destra, non trattato.

In tabella sono quindi riportate le misure sull'angolo di contatto:

Assenza di trattamento oleofobico	Presenza di trattamento oleofobico
80°	110°

Tabella 4.6: Misure dell'angolo di contatto effettuate su chip trattato con soluzione oleofobica ed uno senza trattamento

4.2.4 Set up e procedura della misura di assorbimento sui chip

Prima dell'integrazione del chip nel relativo packaging si è fatta una sorta di test sullo stesso per essere certi della fattibilità della soluzione adottata. In figura, si può vedere in dettaglio il set-up sperimentale utilizzato. I due laser (nel rosso a $\lambda = 635$ nm e nel blu a $\lambda = 473$ nm) sono lanciati in fibra per accoppiare le guide e per raccogliere il segnale di uscita si è utilizzato un obiettivo $16 \times -0.32NA$. Il

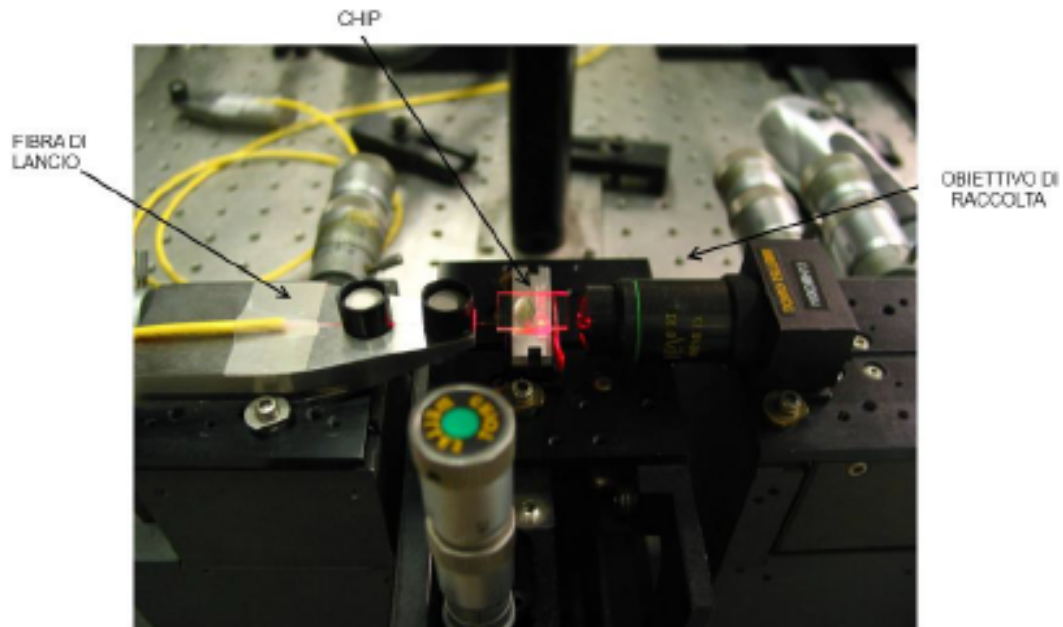


Figura 4.9: Assorbimento chip setup

campione, la fibra di lancio e l'obiettivo di raccolta sono posizionati sui traslatori micrometrici per poter ottimizzare di volta in volta l'accoppiamento delle guide.

Per quanto riguarda lo svolgimento della misura, si fa riferimento allo schema rappresentato in Figura. Si posiziona il chip sul suo traslatore e si sistema con facce lucidate su cui arrivano le guide d'onda il più possibile parallele all'ingresso della fibra e dell'obiettivo. Prima di procedere con la misura sull'olio è necessario acquisire un valore di trasmissione di riferimento per ogni foro che tenga conto del posizionamento del chip, poiché tutte le volte che si cambia il campione di olio, è necessario smontare il chip per lavarlo e questo implica la perdita di qualsiasi riferimento. Quindi, per poter misurare dei valori di trasmissione effettivamente confrontabili tra di loro si è deciso di prendere come riferimento la trasmissione a foro vuoto. Questa misura va eseguita per ogni lunghezza d'onda prima di riempire il foro con il nuovo campione.

Una volta acquisite tutte le potenze trasmesse a foro vuoto, si procede con

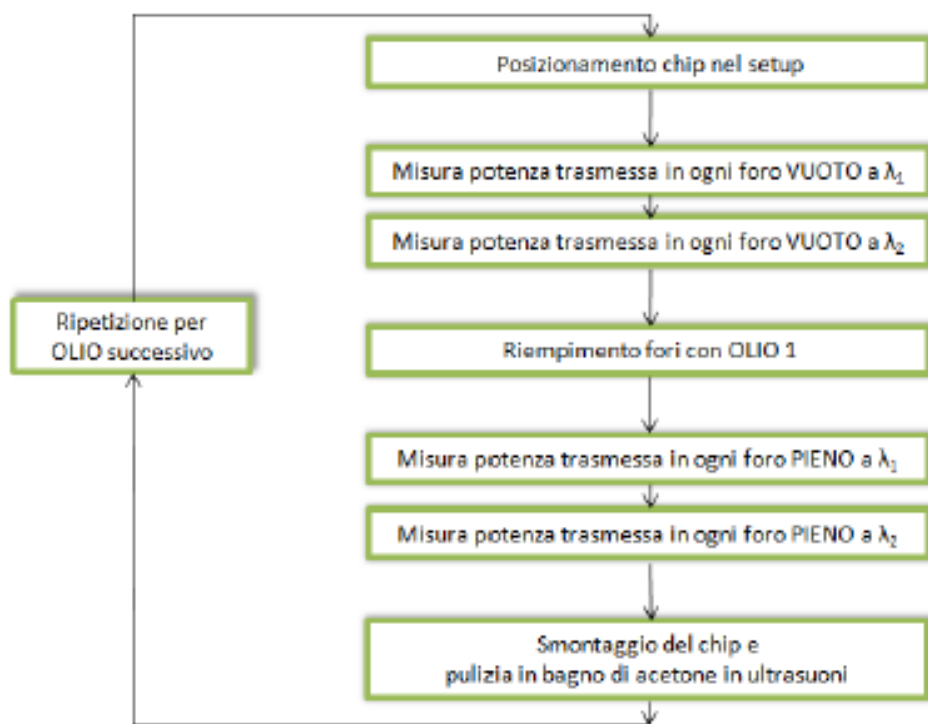


Figura 3.27: Schema della procedura della misura di assorbimento su chip.

Figura 4.10: Algoritmo per il test d'ottimizzazione delle guide.

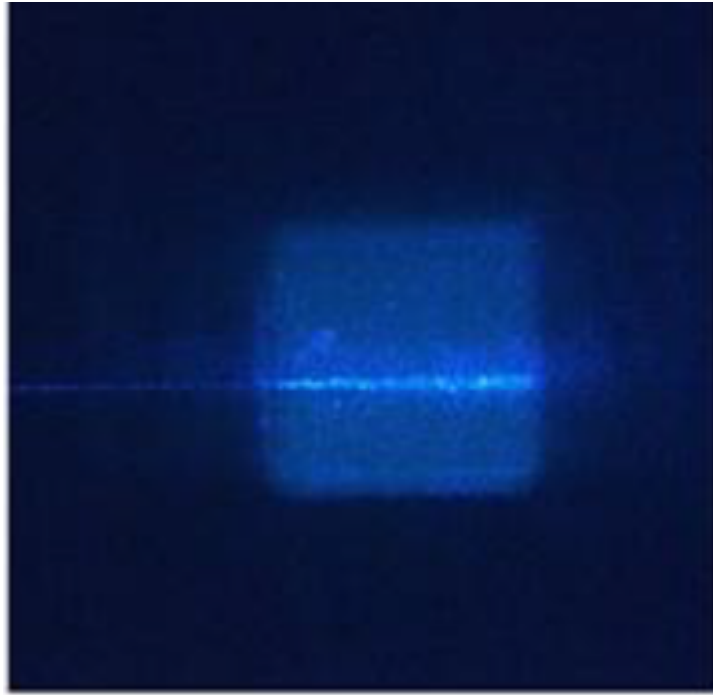


Figura 4.11: *Immagine del foro riempito d'olio con laser blu: si può notare la striscia luminescente data dal fascio laser a 475 nm. Si nota inoltre come esso rimanga sufficientemente confinato spazialmente, cosa che ne garantisce un buon accoppiamento nella guida d'onda.*

il riempimento dei fori, che viene effettuato manualmente tramite delle micropipette, facendo cadere una goccia d'olio in prossimità dei fori ed evitando il contatto con il chip che potrebbe scheggiarlo o graffiarlo. Si è così pronti ad acquisire le potenze trasmesse da ogni foro, ottimizzando con i traslatori le posizioni relative di chip, fibra di lancio e obiettivo di raccolta per massimizzare il segnale d'uscita. Le misure su ogni singolo tipo di olio vanno svolte con entrambe le lunghezze d'onda, cambiando semplicemente la fibra di lancio sul primo traslatore. In particolare la regolazione della distanza tra fibra di lancio e faccia d'ingresso del chip deve essere estremamente fine, per questo motivo si utilizza un microscopio per avvicinare la fibra. Prima di procedere con il campione di olio successivo bisogna smontare il chip e pulirlo: ciò viene fatto mettendo il chip in un bagno di acetone in ultrasuoni per qualche minuto.

Capitolo 5

Assemblaggio e validazione del sensore

In questo capitolo si affronteranno tutti i passaggi che portano all'assemblaggio del chip monolitico con le restanti parti per realizzare il vero e proprio sensore integrato. Si riporteranno dunque le fasi del completamento del dispositivo a partire dalla realizzazione della parte di trasmissione ottica, per finire con la validazione del dispositivo e le misure su campioni d'olio.

5.1 Progettazione packaging

Nella progettazione del *case* contenente il sensore, si è dovuto avere l'accortezza di ottenere un manufatto nel quale convergessero più caratteristiche contemporaneamente: robustezza, compattezza e facilità d'assemblaggio. Volendo integrare il sensore all'interno di macchinari industriali (evidentemente in alloggi dedicati, ma comunque in prossimità della centralina idraulica del macchinario) è stato necessario pensare ad un packaging che permettesse un buon isolamento da eventuali infiltrazioni esterne (nonché un isolamento termico) e che lo proteggesse da vibrazioni. In sintesi: che riuscisse a dare un confinamento completo del chip, in modo tale da permettere all'olio di fluire nel foro senza alcun tipo

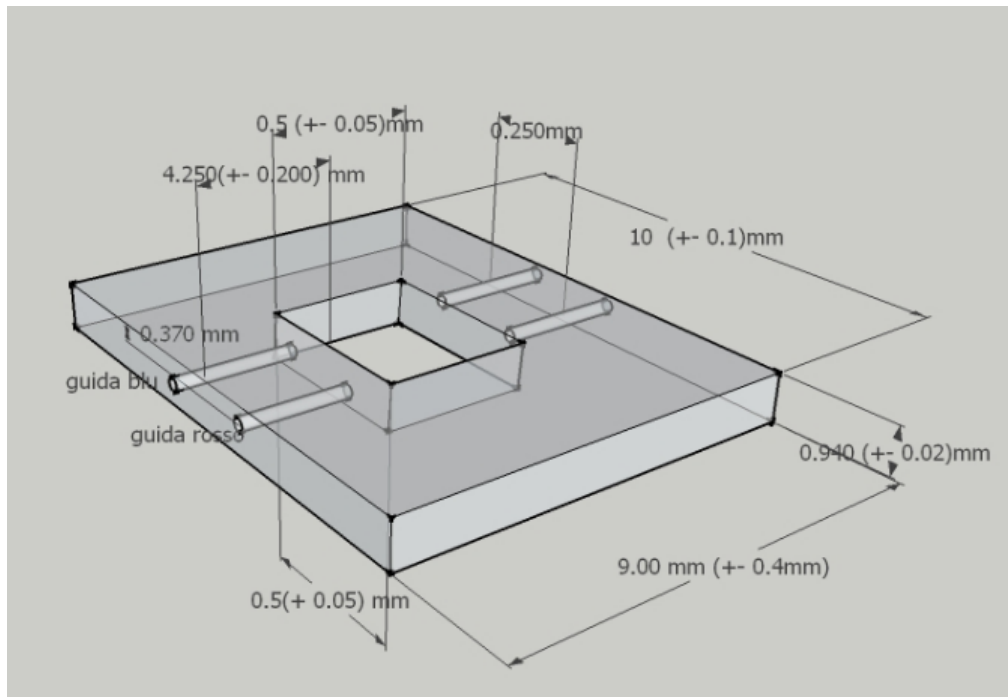
di perdite o contaminazioni. Inoltre l'alloggiamento del dispositivo all'interno del case deve far sì che siano ridotte al minimo le sollecitazioni meccaniche a cui le ferrule (la vera e propria parte debole del dispositivo) sono soggette.

Si è quindi partiti da un disegno quotato (fig. 5.1.a) dell'ipotetico case e di uno con le tolleranze del chip (fig 5.1.b) per valutare quale potesse essere la soluzione ottimale giungendo infine alla decisione di realizzare un case in alluminio, fabbricato tramite una macchina a controllo numerico.

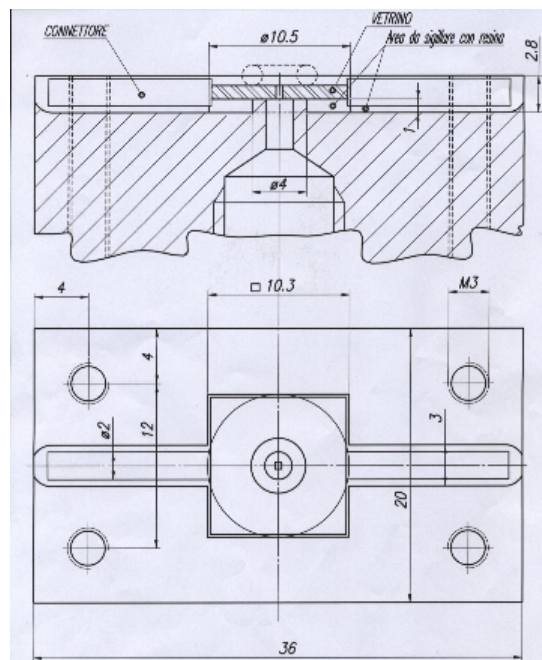
Il chip viene sistemato, senza alcun altro tipo di supporto, all'interno dell'alloggiamento di alluminio dove è stato realizzato il negativo. Le ferrule in questo modo non poggiano su alcuna parte in alluminio, riducendo al minimo il rischio di entrare in contatto con altre parti solide. In prossimità dei fori due O-ring (realizzati in NBR: gomma sintetica ottenuta dalla copolimerizzazione dell'acrilonitrile con il butadiene, che presenta una buona resistenza chimica a termica) si interpongono fra l'alluminio ed il dispositivo, svolgendo il ruolo di guarnizione in modo da non creare spazi che permettano di fare fuoriuscire il liquido lateralmente e che sopportino la pressione -una volta integrato il chip- data dall'impianto oleodinamico.

La parte superiore del case viene quindi poggiata sopra quella inferiore, avendo l'attenzione di centrare il foro del chip con quello del case; infine tramite quattro viti, si garantisce la chiusura di tutto il packaging. La connettorizzazione del circuito idraulico con l'alloggiamento del sensore è fatta con due comuni attacchi idraulici in cui inserire i tubi (si sono utilizzati dei tubi in silicone con diametro di 4 mm). E' importante notare che, con i tubi, il case in alluminio ed il chip costituiscono una sorta di unico condotto cilindrico, senza ulteriori interstizi che potrebbero creare dei problematici effetti serbatoio dove, un eventuale accumulo di residui potrebbe causare un restringimento del lume.

In laboratorio non potendo avvalerci dell'utilizzo di un sistema di pompaggio, per le prove effettuate è stata utilizzata una comune siringa per immettere il fluido in circolo.



(a)



(b)

Figura 5.1: a) Disegno del chip in fused silica in fase di progettazione. Sono riportate le dimensioni e le tolleranze previste. b) Disegno quotato del packaging in alluminio

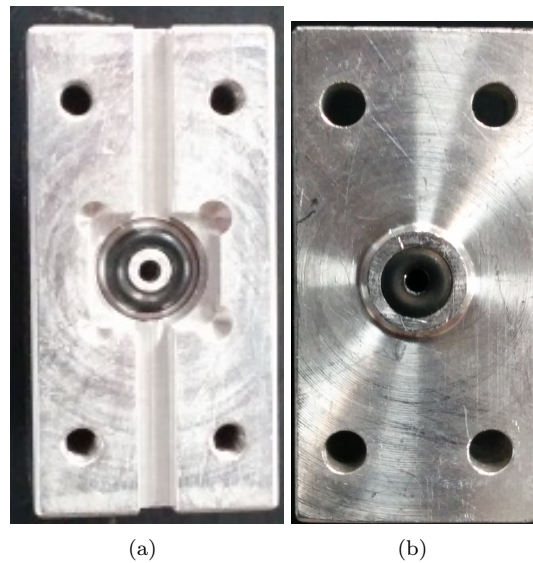


Figura 5.2: Immagine del case realizzato in alluminio: a sinistra si può notare il 'negativo' del chip nel quale alloggiarlo. A destra l'altro elemento del packaging che andrà poi a chiudersi

5.2 Apparato di validazione

5.2.1 Fibre di lancio e raccolta e sorgenti laser

Nella figura 5.6 è mostrato uno schema della configurazione per quanto riguarda la parte ottica del dispositivo in fase di validazione. Il setup rispecchia quello utilizzato per la procedura di validazione del chip in vetro nel paragrafo 4.2.4 ed in fig. 4.8.

Per il lancio della luce laser in guida sono state scelte due fibre diverse: per il rosso si è optato per una fibra Thorlabs SM600 mentre per il blu la scelta è stata per una fibra Thorlabs SM400: entrambe hanno gli stessi parametri dimensionali (core di $3.5\mu m$, diametro di cladding di $125\mu m$). La fibra SM600 è monomodale per lunghezze d'onda comprese fra 600-800 nm mentre la fibra per il blu fra 400-525 nm.

La caratteristica di entrambe le fibre di avere un comportamento monomodale in un certo intervallo spettrale, permette di ottenere un dispositivo flessibile,

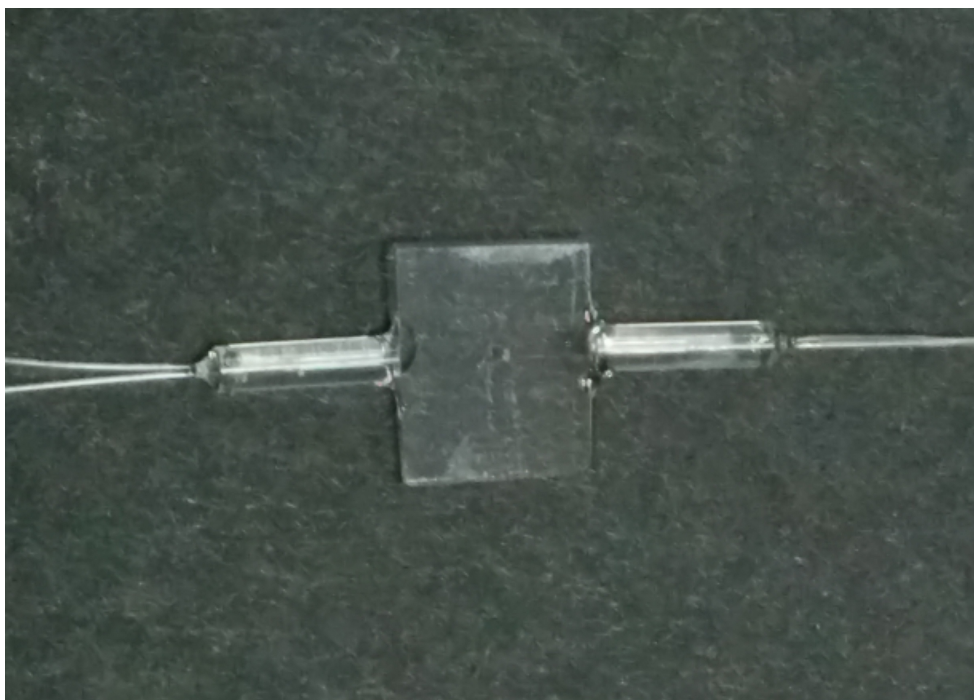


Figura 5.3: Immagine del sensore: in primo piano si vede il chip in fused silica con alle estremità le due ferrule e le fibre ottiche

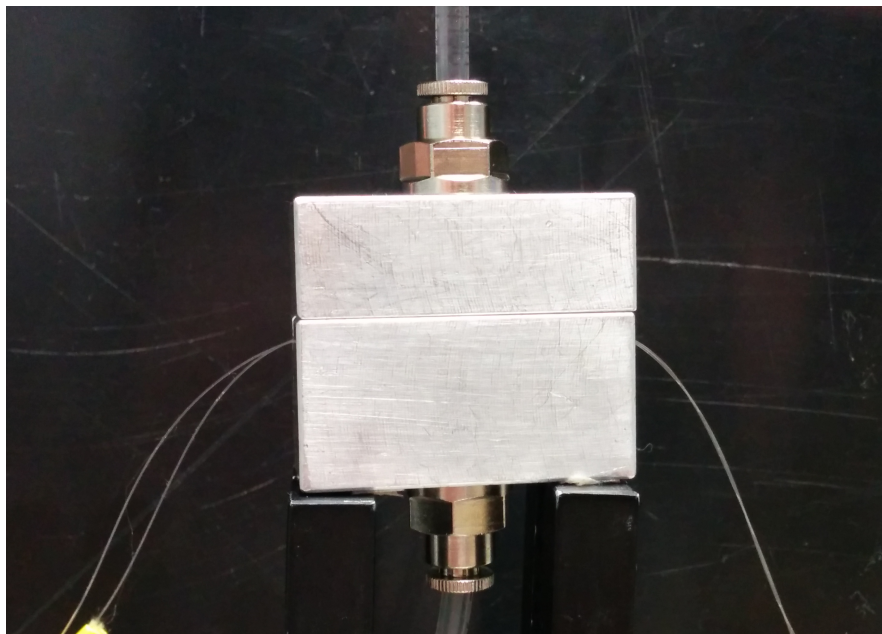


Figura 5.4: *packaging definitivo in alluminio*

che si possa adattare a sorgenti con diverse lunghezze d'onda senza ulteriori modifiche, rappresentando certamente un punto di forza.

Per la raccolta del segnale ottico, si è scelto di confrontare una fibra telecom standard e una fibra con alta apertura numerica (0.22) disponibili entrambe con diametro di cladding pari a 125 micrometri.

La scelta finale su quale delle due fibre utilizzare è avvenuta dopo aver effettuato i test con le sorgenti e le guide del prototipo. Confrontando tra loro i valori delle trasmissioni per la guida ottimale per le due fibre di raccolta osservando l'andamento delle aperture numeriche delle stesse, è possibile prevedere in modo qualitativo quale trasmissione percentuale ci si aspetta di ricavare nel rosso e nel blu con le fibre scelte per il prototipo. Certamente una maggiore apertura numerica garantisce la possibilità d'acquisire più segnale luminoso, discriminando però meno fra il segnale utile trasmesso dalla guida d'onda ed il rumore dato da eventuale scattering.

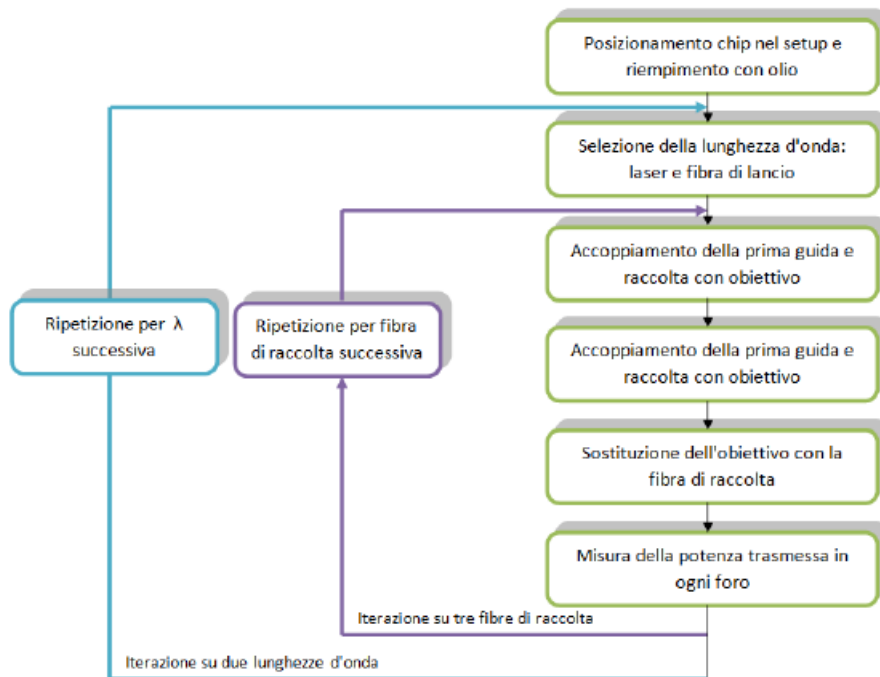


Figura 5.5: *algoritmo misura fibre*

La procedura da seguire per il confronto fra le due fibre è avvenuta eseguendo delle misure di prova sul dispositivo. Dopo aver posizionato il chip sul traslatore ed inserito dell'olio nel foro si testa la fibra di lancio in base alla lunghezza d'onda di interesse e si accoppia la prima guida del dispositivo raccogliendo il segnale con un obiettivo. In seguito si sostituisce l'obiettivo con la fibra di raccolta da testare e si misura la potenza trasmessa in ogni guida gestendo le posizioni con i traslatori micrometrici. L'algoritmo di misura è riportato in figura 5.5 .

Poiché il compito del dispositivo sarà quello di discriminare le potenze ottenute con i due campioni di olio, con entrambe le lunghezze d'onda, da tabella 5.2 si vede come la fibra ad alta apertura numerica fornisca nettamente una maggior raccolta di segnale ottico.

La scelta delle sorgenti laser da utilizzare come eccitazione nasce dalla valu-

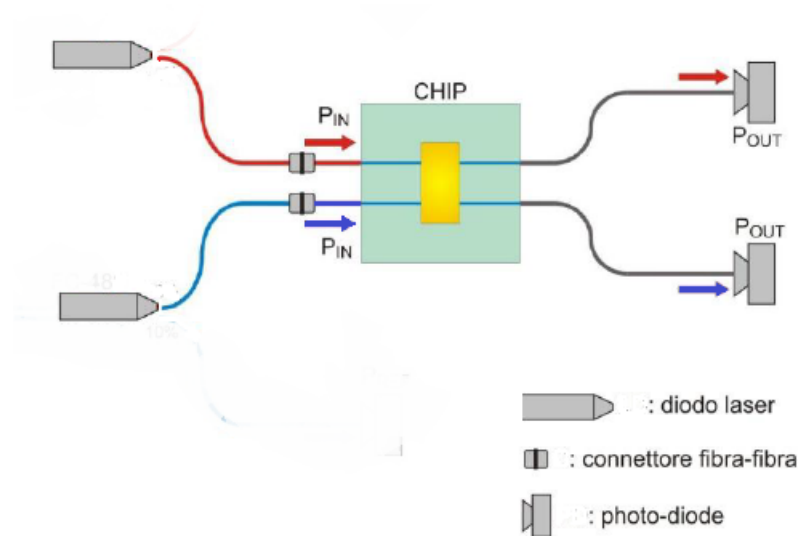


Figura 5.6: Schema dell'apparato sperimentale utilizzato in fase di validazione del dispositivo

Fibra	Tipologia	\varnothing core [μm]	NA	Interv. [nm]
P1-SMF28E-FC-2	telecom standard	8.2	0.14	1260-1625
M403L02	multimodale	105	0.22	400-2400

Tabella 5.1: Caratteristiche delle due fibre ottiche testate per la scelta della raccolta del segnale. La voce intervallo, indica per quale finestra spettrale -in lunghezza d'onda- la fibra supporta configurazioni monomodali

tazione delle seguenti esigenze:

- *lunghezza d'onda*: deve corrispondere alla finestra spettrale individuata per eseguire le misure ed ottenere i segnali desiderati. Facendo riferimento allo spettro di trasmittività (fig 4.1), una prima si assesta nella regione del blu (400-490 nm) dove si discriminano i livelli d'usura dell'olio. Mentre una seconda è situata nella regione del rosso (650-750) dove l'indagine è effettuata come controllo sull'affidabilità della misura stessa;
- *potenza in uscita*: deve essere sufficiente per massimizzare il rapporto segnale rumore garantendo quindi il riconoscimento e la discriminazione dei vari livelli d'usura selezionati per il test;

Usura olio [ore]	P1-SMF28E-FC-2 [μW]	M403L02 [μW]
0	9.5	500
1800	8.7	380
2520	5.7	300

Tabella 5.2: Misure di trasmittività, per la scelta delle fibre ottiche in raccolta. Misure effettuate sul chip con lser blu 473 nm. I valori numerici riportati fanno riferimento alla potenza ottica trasmessa in ricezione dalla particolare fibra.

- *compattezza dello stadio lancio/ricezione*: le sorgenti ed i rispettivi apparati di rilevamento devono essere compatti, facilmente integrabili in un unico packaging dedicato.

La scelta è caduta su due laser a diodi modelli dell'azienda Thorlabs, completi di modulo per l'acquisizione del segnale in ricezione tramite fotodiode. Per quanto riguarda il rosso si è deciso di scegliere un laser a 685 nm (modello LP685-SF15 a diodo con struttura a quantum well multipla *AlGaInP* a singola quantum well) con potenza massima di 15 mW. Mentre la scelta del blu ci si è orientati all'inizio su una sorgente che avesse lunghezza d'onda di 405: LP405-SF10 (a singola quantum well *InGaAs*) anch'esso con potenza massima di uscita di 15 mW.

Il fissaggio delle fibre al chip di vetro è realizzato mediante l'incollaggio con una colla UV (Nordland 63) che se esposta ad una luce di lunghezza d'onda appropriata (350-380 nm) polimerizza molto rapidamente. Tuttavia dopo la fase di fissaggio delle ferrule si sono riscontrati dei problemi con la sorgente laser blu a 405 nm. Probabilmente la colla non polimerizza completamente dopo l'irraggiamento UV, essendo la lunghezza d'onda del laser a 405 nm molto vicina alla regione d'assorbimento della colla. All'accensione della sorgente ha luogo una polimerizzazione non omogenea che genera una perdita di segnale all'uscita della fibra SM400.

Per questo motivo, si è scelto di sostituire la sorgente laser con un'altra che avesse una lunghezza d'emissione più lontana dalla regione dell'UV. Questa specifica ci ha portati a selezionare un laser Thorlabs LP450-SF15 con poten-

za massima di 15 mW. La sostituzione non ha portato con se' la necessit  di ulteriori modifiche da parte del dispositivo, se non la modifica del controllo elettronico del laser che a causa del modello   passato da un sistema in corrente ad uno in tensione.

5.2.2 Elettronica e software

La parte elettronica e software necessaria per l'acquisizione ed il trattamento del segnale   stata progettata e sviluppata in collaborazione con l'azienda National System. Il segnale ottico viene prima trasformato in segnale elettrico e poi elaborato seguendo questi passaggi di condizionamento del segnale:

- acquisizione del segnale ottico ed elaborazione del segnale elettrico tramite fotodiodi;
- condizionamento del segnale elettrico tramite un circuito elettronico (possibilit  di agire sul guadagno);
- trattamento del segnale elettrico e campionamento con una scheda digitale d'acquisizione dati (National Instruments NI USB6211 con 16 input analogici, 6-bit, 250 kS/s).

Agendo su un trimmer in maniera manuale   possibile agire sia sulla potenza in uscita dei laser (fino a giungere alla soglia di potenza massima di 15mW vedi fig 5.5) sia sui guadagni degli amplificatori operazionali, integrati nel circuito elettronico, tramite dei reostati. Il tutto   funziona grazie ad un alimentatore a 24 V per quanto riguarda il circuito elettronico, mentre la scheda d'acquisizione dati   collegata ed alimentata tramite cavo *USB* ad un computer.

Una volta concluso lo stadio di prelievo, il segnale elettrico giunge ad una scheda d'acquisizione dati ed infine processato dal computer. Per simulare il funzionamento reale e rendere pi  rapide e semplice il processo di misura, il controllo elettronico   interfacciato con un opportuno software che permette la gestione dei laser (accensione spegnimento) e per l'acquisizione del segnale (scelta di

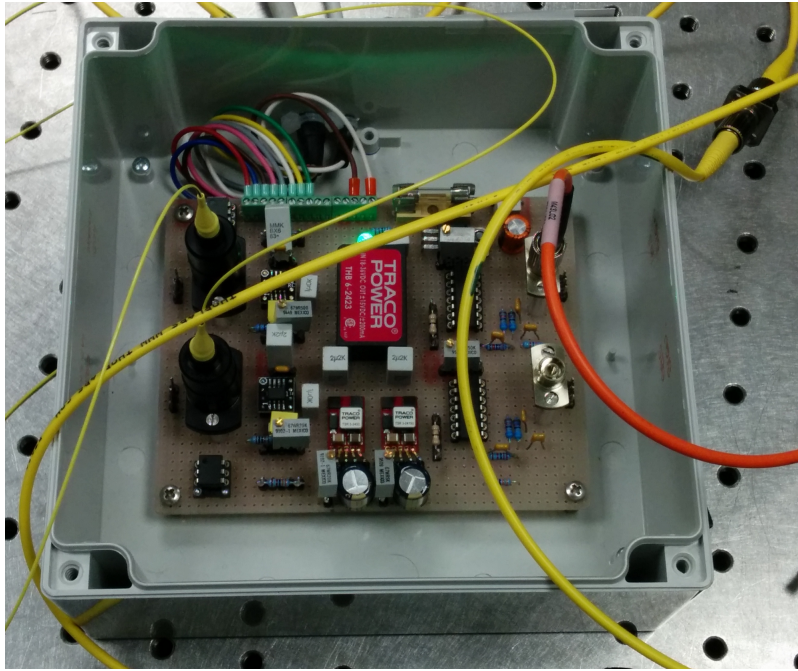


Figura 5.7: immagine del sistema di controllo dell'elettronica

quale fotorivelatore monitorare e relativa azione sul guadagno digitale del segnale). Questo testimonia ulteriormente l'integrabilità e la flessibilità di tutto il sistema d'acquisizione. Da notare come i laser non possano essere attivati simultaneamente in quanto la luce inevitabilmente scatterata da un colore' sarebbe raccolta e diventerebbe parte del segnale raccolto dall'altro fotodiode.

Si possono inoltre memorizzare i dati di intensità registrati dal fotodiode per una determinata finestra temporale in modo tale da poter eseguire in un secondo momento ulteriori analisi statistiche. Le misure rappresentate dal programma portano una scala di intensità puramente arbitraria è quindi necessaria un eventuale taratura se si vuole avere un effettiva correlazione in potenza del segnale ricevuto.

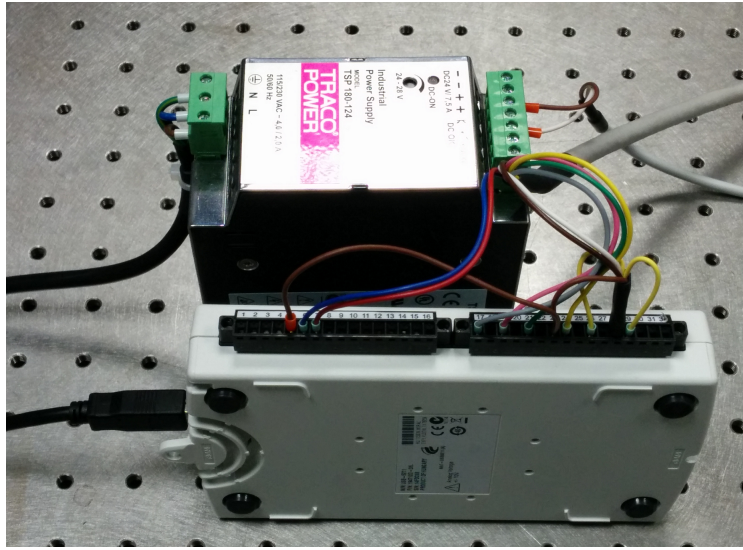


Figura 5.8: Alimentatore e scheda acquisizione

5.3 Realizzazione del prototipo completo

Una volta realizzato il sensore ed il suo alloggiamento, scelto le fibre di lancio e di raccolta, e integrato la parte elettronica di condizionamento del segnale, si infine è proceduto all'assemblaggio completo del dispositivo. E' necessario quindi collegare le fibre alle due coppie di guide sepolte nel chip in *fused silica* in ingresso ed in uscita. Questa operazione è detta *pig-tail* e consiste in due fasi:

- per prima cosa si devono inserire le fibre all'interno di un supporto cilindrico *ferrule* e ivi fissarle;
- successivamente si incollano le ferrule in prossimità delle guide, ottimizzando l'accoppiamento.

La scelta delle ferrule determina in parte anche la scelta delle fibre ottiche utilizzate: attualmente si dispone di ferrule con diametro interno massimo di $125\ \mu\text{m}$, perciò bisogna impiegare delle fibre con tale diametro di cladding. Inoltre poichè hanno una distanza fra il centro dei due alloggiamenti di 125 micron,

si capisce come tale caratteristica si sia dimostrata essere un ulteriore vincolo in fase progettuale. Le guide sono state scritte ad una distanza di 125 micrometri (fig 5.1 a). Una maggiore separazione delle guide, e quindi una realizzazione del *pig-tail* per ogni singola guida d'onda, sarebbe stato troppo complesso dal punto di vista realizzativo ed avrebbe aumentato i punti soggetti ad uno stress meccanico.

Per la vera e propria realizzazione del *pig-tail*, si è accomodata la ferrula su un supporto che permettesse di ruotare di 360° nel piano perpendicolare contenente le guide, e a sua volta poggiato sui traslatori micrometrici. Per raccogliere la radiazione, si utilizza invece un obiettivo ($16 \times - 32$ NA) e si valuta poi il segnale trasmesso dalla sorgente laser fino al fotodiodo con un power meter.

Una volta ottimizzata la trasmissività contemporaneamente di entrambe le fibre di lancio (aggiustando manualmente il traslatore ed il 'rotatore) si utilizza una colla polimerica per fissare la ferrula al chip.

Per quanto riguarda invece la realizzazione del *pig-tail* per le fibre in ricezione, si mette la ferrula con le fibre sempre nel supporto rotante e le fibre vengono poi mandate entrambe a due power meter in modo tale da potere massimizzare contemporaneamente il segnale in ricezione della sorgente blu e del rosso acquisita in raccolta. Infine si incolla anche questa ferrula al chip. La solidificazione della colla avviene tramite l'utilizzo di una lampada UV che permette la progressiva solidificazione del collante.

Terminata la fase di collegamenti ottici si pone con molta cautela il chip all'interno dell'alloggiamento e lo si chiude. Durante tutte queste fasi realizzative, si tiene sempre sotto controllo una potenza di riferimento per controllare il corretto assemblaggio ed evitare eventuali degradamenti del segnale.

5.4 Validazione finale

Per valutare la bontà del nostro operato come ultimo passo si è infine svolte le misure di trasmissione su alcuni campioni d'olio: 0 ore, 1800 ore,

Specification	Value
LD Reverse Voltage (Max)	5 V
PD Reverse Voltage (Max)	30 V
Optical Output Power	10 mW (Typ.) 12 mW (Max)
Operating Temperature	0 to +50 °C
Storage Temperature	0 to +50 °C
Pin Code	5B
Fiber	S405-HP
Connector	FC/PC

Specification	Min	Typ.	Max
Wavelength	395 nm	405 nm	415 nm
Threshold Current*	-	20 mA	30 mA
Slope Efficiency*	0.2	0.25	-
Operating Current @ P _O = 10 mW*	-	50 mA	60 mA
Operating Voltage @ P _O = 10 mW*	-	5.0 V	5.5 V
Monitor Current @ P _O = 10 mW*	0.4 mA	1.4 mA	2.0 mA

*Temperature = 25 °C

(a)

LP450-SF15 Specifications		
LD Reverse Voltage (Max)	2 V	
PD Reverse Voltage (Max)	N/A	
Optical Output Power	15.0 mW (Typ.)	20.0 mW (Max)
Operating Temperature	0 to 50 °C	
Storage Temperature	-10 to 65 °C	
Pin Code	9E	
Fiber	S405-XP	
Connector	FC/PC	

LP450-SF15 Specifications			
	Min	Typ.	Max
Wavelength	440 nm	450 nm	460 nm
Threshold Current*	-	30 mA	60 mA
Slope Efficiency*	0.12 mW/mA	0.25 mW/mA	-
Operating Current @ P _O = 15 mW*	-	85 mA	120mA
Operating Voltage @ P _O = 15 mW*	-	5.5 V	6.5 V

(b)

Figura 5.9: Caratteristiche delle sorgenti laser nel blu (a) e nel rosso(b)

2520 ore, 3090 ore. Per rendere standardizzato il processo di misura, sarebbe necessario stabilire a priori un' eventuale fine vita dell'olio usurato da utilizzare come valore soglia. Infatti differenti tipologie di olio ed a secondo del particolare circuito idraulico in cui è inserito, avranno delle caratteristiche spettrali diverse.

Si premette che nel momento in cui si presenta questo elaborato, non si ha avuto ancora la disponibilità del laser scelto a 450nm per la realizzazione del dispositivo che va ad essere testato in laboratorio. Quindi le prove che vengono qui riportate fanno riferimento alle sorgenti utilizzate in laboratorio e quindi a lunghezze d'onda di 473 nm per il blu e 633 nm . Si vuole inoltre ribadire come questo non vada ad inficiare in alcun modo quanto fino ad ora detto e realizzato. Infatti come si sarà notato dallo spettro d'assorbimento, le indagini possono essere condotte su un ampia finestra spettrale per entrambe le misure e questo in parte rappresenta un punto di forza per questo progetto. Non si è quindi vincolati in maniera stringente ad un unica lunghezza d'onda ma a seconda delle esigenze e dalle problematiche ci si può muovere con questo grado di libertà

Le prove sono state quindi eseguite, utilizzando una siringa per immettere

l'olio nel circuito idraulico realizzato sperimentalmente. Questo consisteva in un tubo in silicone di lancio con un'opportuna riduzione per l'aggancio della siringa ed uno in uscita che defluiva in un contenitore per la raccolta del liquido di scarto. I tubi si innestano direttamente sul packaging d'alluminio tramite delle valvole. Successivamente si sono testati i diversi oli in modo continuo (senza cioè effettuare delle pulizie del circuito con alcun solvente) per poter simulare l'utilizzo a ciclo continuo previsto nell'uso industriale del sensore. L'apparato sperimentale a cui si fa riferimento è sempre schematizzato dalla figura 5.6 .

Nel protocollo di misura adottato per validare le misure si è agito nel seguente modo:

- per prima cosa si sono fatte le misure controllando le sorgenti ed il segnale in raccolta (entrambe in potenza);
- successivamente per correlare la potenza ottica raccolta si è confrontato il segnale raccolto con il risultato atteso valutando tramite previsione della legge di Lambert-Beer.

Le misure avvengono, potendo agire sulla potenza ottica del segnale lanciato ed andando a raccogliere il segnale in fibra su due power meter che forniscono a loro volta la misura della potenza ottica che ricevono.

Per confrontare i valori misurati con quelli attesi, si è partiti dai dati forniti dallo spettrofotometro che riporta il coefficiente d'assorbimento della sostanza sotto indagine in funzione della specifica lunghezza d'onda. Sapendo la lunghezza del percorso ottico (si sono utilizzate cuvette in plastica di lunghezza di 2 mm) e ricordando l'equazione 2.1, si risale al coefficiente d'assorbimento e successivamente alla trasmittività attesa (tabelle: 5.2, 5.3, 5.4 e 5.5).

Nelle tabelle 5.3 si riportano i dati ottenuti dalle misure effettuate in laboratorio. Si è deciso di testare un chip non trattato ed uno no con la protezione oleofobica (si veda cap. 4.2.3). Nel valutare i dati di trasmissione del segnale, bisogna tenere conto delle perdite inevitabili del segnale dovute al percorso ottico. Occorre dunque rinormalizzare i valori di potenza ottenuti, sulla mi-

sura effettuata da un campione nuovo, da utilizzare come riferimento. Si può notare dal confronto fra i grafici (5.11, 5.12) come l'andamento qualitativo sia in buon accordo con quanto previsto dallo spettro d'assorbimento, riscontrando un'effettiva diminuzione della trasmittività all'aumentare delle degradazione dell'olio.

Usura olio [ore]	Potenza [μW]	T [u.a.]	T relativa [u.a.]
0	140	0.6856	0.6856
1800	140	0.6665	0.6856
2520	142	0.6781	0.6954
3090	142	0.6522	0.6954

Tabella 5.3: Misure di trasmittività (T) sul chip non trattato con Fluorolink S10 con laser nel rosso.

Usura olio [ore]	Potenza [μW]	T [u.a.]	T relativa [u.a.]
0	240	0.67628	0.6762
1800	235	0.5798	0.6621
2520	220	0.51	0.6199
3090	205	0.38	0.5776

Tabella 5.4: Misure di trasmittività (T) sul chip non trattato con Fluorolink S10 con laser nel blu.

Usura olio [ore]	Potenza [μW]	T [u.a.]	T relativa [u.a.]
0	170	0.6856	0.6856
1800	168	0.6665	0.6775
2520	169	0.6781	0.6815
3090	172	0.6522	0.6936

Tabella 5.5: Misure di trasmittività (T) sul chip trattato con Fluorolink S10 con laser nel rosso.

Dal grafico 5.12 si osserva come il segnale nel blu (473 nm) trasmesso, diminuisca in intensità all'aumentare del grado d'usura (il maggiore utilizzo in

Potenza segnale trasmesso:

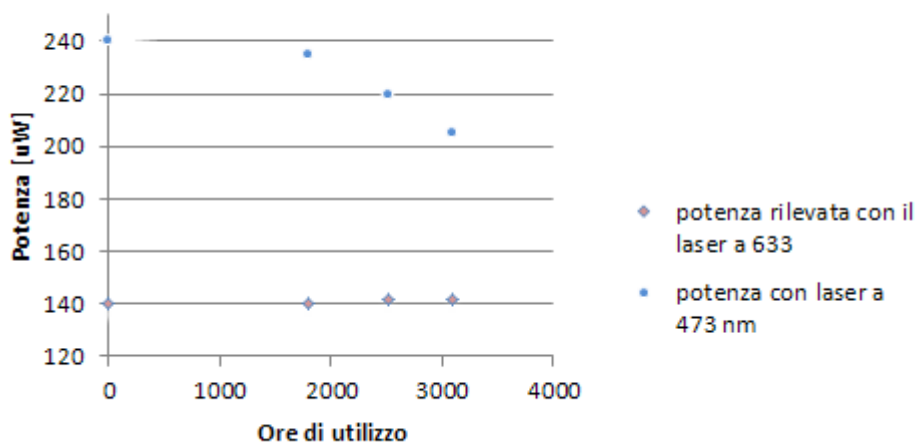


Figura 5.10: Grafico della misura in potenza del chip non trattato con soluzione oleofobica a 475 nm ed a 633 nm eseguite sul dispositivo ultimato.

T olio, chip superficie oleofobica

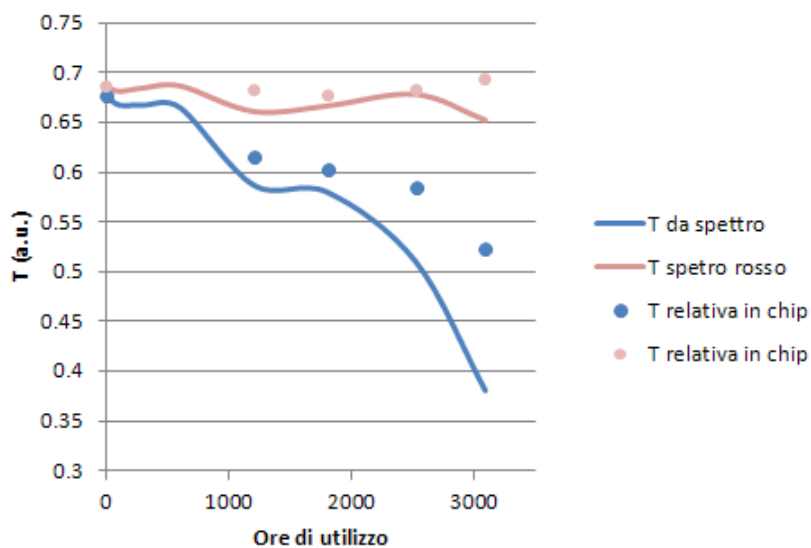


Figura 5.11: Grafici della trasmittività valutati sul chip trattato con soluzione oleofobica

Usura olio [ore]	Potenza [μW]	T [u.a.]	T relativa [u.a.]
0	110	0.6676	0.6762
1800	98	0.5798	0.6025
2520	95	0.5104	0.5840
3090	85	0.3807	0.5225

Tabella 5.6: *Misure di trasmittività sul chip trattato con Fluorolink S10 con laser nel blu. La sorgente di lancio è con in uscita una potenza di per la sorgente nel rosso e di per quella nel blu*

ore) dell'olio. Per quanto riguarda invece il segnale nel rosso (633 nm) rimane pressochè costante in funzione del grado d'usura. E' quindi giustificata la scelta di usare la regione spettrale del blu come un effettivo controllo dello stato di degradazione dell'olio, mentre la regione del rosso rappresenta un controllo sulla stabilità della misura stessa. Inoltre osservando il grafico 5.11 si riscontra come l'eventuale applicazione del film oleofobico non infici comportamento qualitativo del segnale trasmesso.

Si ricorda come il lavoro qui presentato, non voglia essere un analisi precisa ma sia un controllo preventivo e di monitoraggio prima di eventualmente eseguire indagini più approfondite ma al tempo stesso più invasive e che comportano procedure più elaborate. Si può quindi ritenere che il dispositivo realizzato sia un valido strumento sensoristico in tempo reale, integrabile nelle realtà industriale ed in grado di riportare un'affidabile interpretazione del grado d'usura dell'olio lubrificante.

T olio, chip superficie normale

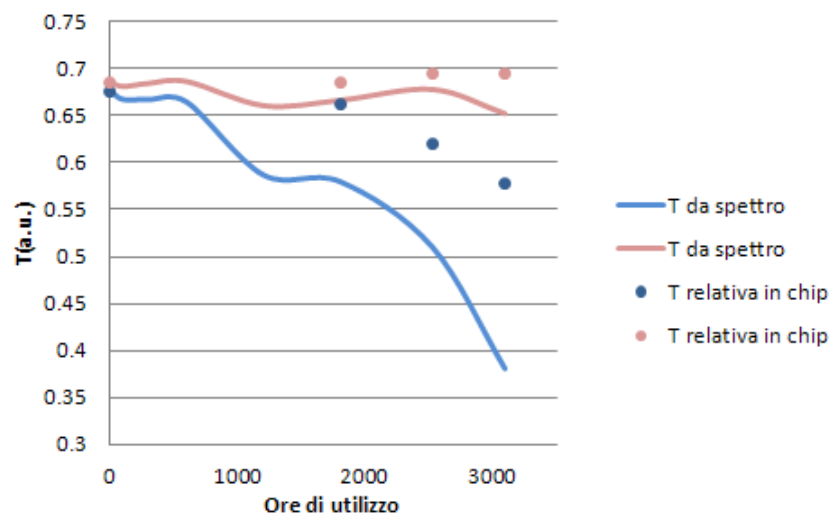


Figura 5.12: Grafico della trasmittività chip non trattato con soluzione oleofobica

Conclusioni e prospettive

In questo lavoro si è fabbricato e dimostrato il funzionamento di un chip optofluidico per l'analisi in tempo reale dello stato di degradazione di un olio lubrificante. Il risultato è un dispositivo compatto ed integrabile in un contesto industriale

Il chip in *fused silica* è stato interamente realizzato tramite fabbricazione con laser a femtosecondi dimostrando ulteriormente la flessibilità e l'efficacia di questa tecnologia. Il lavoro dimostra come in linea di principio la realizzazione di questo chip sia adattabile a qualsiasi tipo di fluido e si possa ricavare informazioni importanti sfruttando le tecnologie ottiche e in questo caso specifico fare della diagnostica proattiva. Il sensore qui realizzato è certamente stato focalizzato su una problematica specifica, quasi fosse un lavoro sartoriale. Rimane comunque l'estremo eclettismo di questa lavorazione. Un ulteriore spinta oltre che dal campo industriale può venire per l'analisi di processi di fermentazione e più in generale per quanto riguarda il settore alimentare. Non vengono certo come ultima le applicazioni scientifiche, soprattutto nel campo della già citata biofotonica.

Restando nelle applicazioni optofluidiche inerente all'analisi di oli si potrebbe aumentare la versatilità del dispositivo aggiungendo ulteriori funzionalità sempre inerenti al controllo della qualità dei liquidi. In particolare la stima in tempo reale della viscosità - che come visto nella sezione 2.2- risulta essere un ottimo indicatore per la qualità dell'olio. In letteratura sono già presenti viscosimetri integrabili nei *lab on chip* [13] ma non basati su misure ottiche.

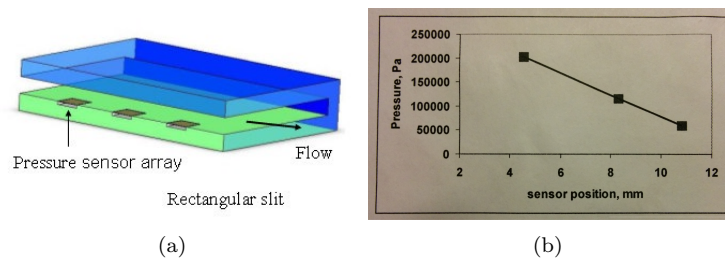


Figura 5.13: a) *Schema del viscosimetro realizzato dall'azienda RheoSense e b)andamento lineare ricostruito dai sensori di pressione, dato da un fluido newtoniano: glicerolo.*

In particolare è di interesse il dispositivo sviluppato dall'azienda statunitense Rheosense Inc, realizzato in vetro borosilicato, con degli array di silicio che svolgono la funzione di sensori di viscosita' (fig 5.16). I diversi sensori posizionati lungo il canale centrale misurano la pressione. Un successivo processamento dei dati permette, valutando la differenza di pressione in funzione della posizione di calcolare il coefficiente τ di shear stress. L'integrazione di questo tipo di sensore permetterebbe di evitare la necessaria indagine preliminare per quanto riguarda l'assorbimento del campione che si vuole monitorare. Un semplice controllo quantitativo di tale indicatore permetterebbe di valutare in tempo reale lo stato d'usura del fluido.

“I did the best I could with what I had“

Joe Louis

Ringraziamenti

Per la realizzazione di questo lavoro di tesi, desidero senz'altro ringraziare il dottore Roberto Osellame, che mi ha permesso di svolgere questa esperienza nei laboratori del suo gruppo di ricerca.

Un ringraziamento particolare va Rebeca che mi ha seguito con competenza e simpatia rendendo sempre piacevoli le giornate in laboratorio. Vorrei ricordare i miei compagni di tesi Riccardo e Daniel, per la condivisione di questo bel periodo e tutti i colleghi e le persone presenti in laboratorio, sempre disponibili e pronte alla battuta.

Grazie a Mazzotta per l'aiuto nella stesura di questo elaborato e per le sue efficaci consulenze tecnologiche in questi anni. La mia gratitudine va anche a tutti gli amici conosciuti in questi anni al Politecnico con i quali sono cresciuto e mi sono spesso divertito. Non nominerò nessuno per non far torti ma chiunque sia stato vicino a me in questo periodo si senta partecipe della mia riconoscenza.

Ringrazio la mia famiglia per la pazienza ed il supporto continuo.

Infine un grazie speciale alla famiglia di mio zio Tino e a tutte le persone che gravitano attorno ad essa, per tutto quello che amorevolmente mi ha dato.

Bibliografia

- [1] Amiyo Basu, Axel Berndorfer, Carlos Buelna, James Campbell, Keith Ismail, Yingjie Lin, Lorenzo Rodriguez, and Simon S Wang. Smart sensing of oil degradation and oil level measurements in gasoline engines. *SAE Technical Paper*, pages 200–01, 2000.
- [2] Arianna Bernasconi. Sensori optofluidici integrati fabbricati mediante laser a femtosecondi. Master’s thesis, Politecnico Di Milano, 12 2012.
- [3] VR Bhardwaj, E Simova, PP Rajeev, C Hnatovsky, RS Taylor, DM Rayner, and PB Corkum. Optically produced arrays of planar nanostructures inside fused silica. *Physical review letters*, 96(5):057404, 2006.
- [4] F Bragheri, P Minzioni, R Martinez Vazquez, N Bellini, P Paiè, C Mondello, R Ramponi, I Cristiani, and R Osellame. Optofluidic integrated cell sorter fabricated by femtosecond lasers. *Lab on a Chip*, 12(19):3779–3784, 2012.
- [5] JW Chan, Thomas Huser, S Risbud, and DM Krol. Structural changes in fused silica after exposure to focused femtosecond laser pulses. *Optics letters*, 26(21):1726–1728, 2001.
- [6] S-H Cho, H Kumagai, and K Midorikawa. In situ observation of dynamics of plasma self-channeling and bulk modification in silica glasses induced by a high-intensity femtosecond laser. *Applied Physics A*, 76(5):755–761, 2003.

- [7] G Della Valle, R Osellame, and P Laporta. Micromachining of photonic devices by femtosecond laser pulses. *Journal of Optics A: Pure and Applied Optics*, 11(1):013001, 2009.
- [8] Shane Eaton, Haibin Zhang, Peter Herman, Fumiyo Yoshino, Lawrence Shah, James Bovatsek, and Alan Arai. Heat accumulation effects in femtosecond laser-written waveguides with variable repetition rate. *Optics Express*, 13(12):4708–4716, 2005.
- [9] Catalin Florea and Kim A Winick. Fabrication and characterization of photonic devices directly written in glass using femtosecond laser pulses. *Lightwave Technology, Journal of*, 21(1):246–253, 2003.
- [10] Rafael R Gattass and Eric Mazur. Femtosecond laser micromachining in transparent materials. *Nature photonics*, 2(4):219–225, 2008.
- [11] S Gebarin and J Fitch. Determining proper oil and filter change intervals: can onboard automotive sensors help. *Practicing Oil Analysis Magazine*, pages 17–23, 2004.
- [12] EN Glezer, M Milosavljevic, L Huang, RJ Finlay, T-H Her, J Paul Callan, and Eric Mazur. Three-dimensional optical storage inside transparent materials. *Optics Letters*, 21(24):2023–2025, 1996.
- [13] Pierre Guillot, Pascal Panizza, Jean-Baptiste Salmon, Mathieu Joanicot, Annie Colin, Charles-Henri Bruneau, and Thierry Colin. Viscosimeter on a microfluidic chip. *Langmuir*, 22(14):6438–6445, 2006.
- [14] F He, J Lin, and Y Cheng. Fabrication of hollow optical waveguides in fused silica by three-dimensional femtosecond laser micromachining. *Applied Physics B*, 105(2):379–384, 2011.
- [15] Weijiu Huang, Yuanqiang Tan, Boshui Chen, Junxiu Dong, and Xueye Wang. The binding of antiwear additives to iron surfaces: quan-

- tum chemical calculations and tribological tests. *Tribology international*, 36(3):163–168, 2003.
- [16] Yoshikazu Kikuchi, Hajime Sudo, and Nobu Kuzuu. Thermal expansion of vitreous silica: Correspondence between dilatation curve and phase transitions in crystalline silica. *Journal of applied physics*, 82(8):4121–4123, 1997.
- [17] Moosung Kim, David J Hwang, Hojeong Jeon, Kuniaki Hiromatsu, and Costas P Grigoropoulos. Single cell detection using a glass-based optofluidic device fabricated by femtosecond laser pulses. *Lab on a Chip*, 9(2):311–318, 2009.
- [18] Satoshi Kiyama, Shigeki Matsuo, Shuichi Hashimoto, and Yasushi Morihira. Examination of etching agent and etching mechanism on femtosecond laser microfabrication of channels inside vitreous silica substrates. *The Journal of Physical Chemistry C*, 113(27):11560–11566, 2009.
- [19] AG Mignani, L Ciaccheri, AA Mencaglia, N Díaz-Herrera, C Attilio, A Ciamato, S Francalanci, A Paccagnini, PB García-Allende, H Ottevaere, et al. Measuring quality indicators of liquids by means of optical fiber absorption spectroscopy in a wide spectral range. In *Sensors, 2008 IEEE*, pages 462–465. IEEE, 2008.
- [20] Anna Grazia Mignani, Leonardo Ciaccheri, Natalia Díaz-Herrera, Andrea Azelio Mencaglia, Heidi Ottevaere, Hugo Thienpont, Stefano Francalanci, Alessandro Paccagnini, and Francesco S Pavone. Optical fiber spectroscopy for measuring quality indicators of lubricant oils. *Measurement Science and Technology*, 20(3):034011, 2009.
- [21] Roberto Osellame, Hugo JWM Hoekstra, Giulio Cerullo, and Markus Pollnau. Femtosecond laser microstructuring: an enabling tool for optofluidic lab-on-chips. *Laser & Photonics Reviews*, 5(3):442–463, 2011.

- [22] Roberto Osellame, Valeria Maselli, Rebeca Martinez Vazquez, Roberta Ramponi, and Giulio Cerullo. Integration of optical waveguides and microfluidic channels both fabricated by femtosecond laser irradiation. *Applied physics letters*, 90(23):231118, 2007.
- [23] Roberto Osellame, Stefano Taccheo, Marco Marangoni, Roberta Ramponi, Paolo Laporta, Dario Polli, Sandro De Silvestri, and Giulio Cerullo. Femtosecond writing of active optical waveguides with astigmatically shaped beams. *JOSA B*, 20(7):1559–1567, 2003.
- [24] Chris B Schaffer, André Brodeur, José F García, and Eric Mazur. Micromachining bulk glass by use of femtosecond laser pulses with nanojoule energy. *Optics letters*, 26(2):93–95, 2001.
- [25] Yasuhiko Shimotsuma, Peter G Kazansky, Jiarong Qiu, and Kazuoki Hirao. Self-organized nanogratings in glass irradiated by ultrashort light pulses. *Physical review letters*, 91(24):247405, 2003.
- [26] Alexander M Streltsov and Nicholas F Borrelli. Study of femtosecond-laser-written waveguides in glasses. *JOSA B*, 19(10):2496–2504, 2002.
- [27] Kenya Suzuki, Vikas Sharma, James G Fujimoto, Erich P Ippen, and Yusuke Nasu. Characterization of symmetric [3 x 3] directional couplers fabricated by direct writing with a femtosecond laser oscillator. *Optics express*, 14(6):2335–2343, 2006.
- [28] Drew Troyer and Jim C Fitch. *Oil analysis basics*. Noria corporation, 2001.
- [29] Krishna Chaitanya Vishnubhatla, Nicola Bellini, Roberta Ramponi, Giulio Cerullo, and Roberto Osellame. Shape control of microchannels fabricated in fused silica by femtosecond laser irradiation and chemical etching. *Optics express*, 17(10):8685–8695, 2009.
- [30] Matthias Will, Jonas Burghoff, Stefan Nolte, et al. Fabrication of three-dimensional photonics devices using femtosecond laser pulses. In *High-*

Power Lasers and Applications, pages 147–154. International Society for Optics and Photonics, 2003.