

POLITECNICO DI TORINO

CORSO DI LAUREA (SPECIALISTICA) IN INGEGNERIA BIOMEDICA



Tesi di Laurea (Specialistica)

Progettazione e metodi di fabbricazione di sensori piezoelettrici miniaturizzati per uso biomedicale

Relatore

Prof. Giorgio De Pasquale

Candidato

Martina Meggetto

A.A. 2019/2020

*Ai miei genitori,
Stefania e Massimo*

Indice

Abstract	13
Introduzione	14
1. Materiali piezoelettrici	16
1.1. Effetto piezoelettrico	16
1.1.1. Piroelettricità	18
1.1.2. Ferroelettricità	18
1.2. Ceramiche piezoelettriche	19
1.2.1. Struttura Perovskitica	19
1.3. Nitruro di Alluminio (AlN)	21
1.3.1. Annealing	27
1.4. Polivinilidenfluoruro (PVDF)	28
1.4.1. Comportamento strutturale	29
2. Film sottili e tecniche di deposizione	33
2.1. Introduzione film sottili	33
2.2. PVD deposizione fisica da vapore	34
2.3. PVD mediante Sputtering	38
2.3.1. Sputtering reattivo	39
3. MEMS	41
3.1. Introduzione MEMS	41
3.2. Tecniche di realizzazione	42
3.2.1. Bulk Micromachining	42
3.2.2. Surface Micromachining	47
3.2.3. LIGA	48

3.3. BioMEMS	49
3.3.1. Casi applicativi	51
3.4. Sensori piezoelettrici Biomedicali	58
3.5. Stampa 3D	64
3.5.1. Binder Jetting	65
4. Materiali e metodi	66
4.1. Introduzione	66
4.2. Preparazione dei campioni	67
4.3. RTA	71
4.4. Caratterizzazione film sottile	71
4.4.1. Profilometro	71
4.4.2. Diffrazione a raggi X (XRD)	74
4.5. Risultati e discussione	75
4.5.1. Annealing	76
4.6. Conclusione	80
5. Progettazione meccanica	81
5.1. Ansys	81
5.2. Metodo degli elementi finiti (FEM)	83
5.3. Risultati e discussione	84
5.3.1. Modello 1	84
5.3.1.1. Prove con spessore del piezoelettrico pari a 0,005mm	98
5.3.1.2. Prove con spessore del piezoelettrico pari a 0,01mm	99
5.3.1.3. Grafico di confronto	100
5.3.1.4. Prove con spessore del piezoelettrico pari a 5 μ m	102
5.3.1.5. Prove con spessore del piezoelettrico pari a 2,5 μ m	102
5.3.1.6. Prove con spessore del piezoelettrico pari a 1,67 μ m	103

5.3.1.7.	Prove con spessore del piezoelettrico pari a 1,43 μ m	104
5.3.1.8.	Grafico di confronto	105
5.3.2.	Modello 2	106
5.3.2.1.	Dimensionamento della trave	106
5.3.2.2.	Prove con forza dinamica	114
5.3.3.	Modello 3	114
5.3.3.1.	Dimensionamento della trave	123
5.3.3.2.	Frequenza di risonanza della struttura	132
5.3.4.	Modello 4	135
5.3.5.	Scelta del modello finale	137
5.3.5.1.	Grafico di confronto	148
5.3.6.	Modello 5	149
6.	Conclusioni	154
7.	Applicazione futura	156
	Bibliografia	158
	Ringraziamenti	

Elenco delle figure e delle tabelle

Figura	Pag.
1.1.1. <i>Dipoli elettrici nei domini di Weiss: (1) ceramico non polarizzato, (2) durante la polarizzazione, (3) dopo la polarizzazione</i>	17
1.2.1.1. <i>Cella elementare perovskitica.</i>	20
1.2.1.2. <i>Struttura cristallina PZT</i>	20
1.3.1. <i>Aspetto del Nitruro di Alluminio</i>	21
1.3.2. <i>Siti interstiziali</i>	23
1.3.3. <i>Pattern XRD di un film sottile di AlN su un substrato a differenti temperature (a) 60°C, (b) 160°C, (c) 250°C, (d) 340°C, (e) 430°C, e (f) 520°C</i>	25
1.4.1. <i>Formula chimica del PVDF</i>	29
1.4.1.1. <i>Principali fasi polimorfiche cristalline del PVDF</i>	31
1.4.1.2. <i>Transizione di fase del PVDF</i>	32
2.2.1. <i>Passaggi fondamentali della PVD</i>	35
2.2.2. <i>Schema deposizione ad evaporazione termica</i>	36
2.2.3. <i>Schema deposizione tramite cannone elettronico</i>	36
2.2.4. <i>Schema deposizione ad impulsi laser</i>	37
2.3.1. <i>Rappresentazione del fenomeno dello sputtering</i>	38
3.2.1.1. <i>Profili di incisione nel caso di attacco isotropo (a) e anisotropo (b), (c).</i>	43
3.2.1.2. <i>Anisotropic wet etching</i>	45
3.2.3.1. <i>Tecnica LIGA</i>	49
3.3.1.1. <i>Saggio immunologico a microsomaico</i>	52
3.3.1.2. <i>Percorso delle cellule all'interno del saggio immunologico</i>	52
3.3.1.3. <i>DNA Labchip di Agilent</i>	54

3.3.1.4. <i>Meccanismo di estrazione del DNA per la rilevazione di RFLP</i>	54
3.3.1.5. <i>Smart Insulin Patch</i>	56
3.3.1.6. <i>Sistema di amplificazione del segnale</i>	56
3.3.1.7. <i>Dispositivo per la detezione delle cellule del carcinoma mammario realizzato tramite fotolitografia</i>	57
3.4.1. (a) <i>Diagramma schematico di assemblaggio dei fagi M13, (b) Misure relative al template finale per la corrente di cortocircuito e (c) tensione a circuito aperto</i>	59
3.4.2. (a) <i>Processo di stampaggio 3D assistito con evaporazione del solvente, (b) Sensore durante il test di pressione con il dito, (c) Tensione in uscita dal sensore dopo 5 tocchi consecutivi con il dito</i>	61
3.4.3. <i>Dispositivo a forma di diapason</i>	63
4.2.1. <i>Pro Line PVD 75</i>	68
4.2.2. <i>Campioni di substrato</i>	69
4.3.1. <i>SSI Solaris 100 RTA System</i>	71
4.4.1.1. <i>SSI Profilometro</i>	72
4.4.1.2. <i>Distribuzione di spessore del film</i>	73
4.3.2.1. <i>Impianto XRD e pattern di diffrazione</i>	74
4.5.1. a) <i>Prova1: 25% N2, 150W,90 min; b) Prova2: 75% N2, 150W,100 min; c) Prova3: 50% N2, 150W,100 min; d) Prova4: 50% N2, 180W,100 min</i>	76
4.5.1.1. <i>Risultati: in rosso i campioni dopo RTA, in verde i campioni prima RTA</i>	77
4.5.1.2. <i>Campioni di Alluminio puro (1) a sinistra prima del trattamento termico (2) a destra dopo il trattamento termico</i>	78
4.4.5.2. <i>Spettri XRD: la linea rossa rappresenta il campione prima del trattamento termico, viola AlN-75% 100-150-800-BB, verde AlN-75%-100-150-700-BB e blu AlN-75%-100-150-900-BB.</i>	79
5.1.1. <i>Fase di Preprocessing: definizione della mesh e impostazione dei carichi e dei vincoli</i>	82

5.1.2. <i>Fase di Postprocessing: visualizzazione dei risultati</i>	83
5.3.1.1. <i>Definizione dell'area</i>	86
5.3.1.2. <i>Definizione della mesh</i>	87
5.3.1.3. <i>Carichi e vincoli</i>	87
5.3.1.4. <i>Deformata</i>	88
5.3.1.5. <i>Tensione di Von Mises</i>	89
5.3.1.6. <i>Tensione lungo x</i>	89
5.3.1.7. <i>Tensione lungo y</i>	90
5.3.1.8. <i>Relazione tra forza applicata e tensione di Von Mises</i>	91
5.3.1.9. <i>Elettrodi</i>	93
5.3.1.10. <i>Voltaggio misurato agli elettrodi posti sulla superficie.</i>	93
5.3.1.11. <i>Elemento costituito dalla base di Silicio e dallo strato di materiale piezoelettrico</i>	95
5.3.1.12. <i>Struttura vincolata e con elettrodi in superficie</i>	96
5.3.1.13. <i>Distribuzione del voltaggio lungo il modello</i>	97
5.3.1.3.1. <i>Grafico di confront</i>	101
5.3.1.4.1. <i>Tensione misurata agli elettrodi con uno spessore del piezoelettrico pari a 5um</i>	102
5.3.1.5.1. <i>Tensione misurata agli elettrodi con uno spessore del piezoelettrico pari a 2,5um</i>	103
5.3.1.6.1. <i>Tensione misurata agli elettrodi con uno spessore del piezoelettrico pari a 1,67um</i>	104
5.3.1.7.1. <i>Tensione misurata agli elettrodi con uno spessore del piezoelettrico pari a 1,43um</i>	105
5.3.1.8.1. <i>Grafico di confronto</i>	105
5.3.2.1.1. <i>Importazione in Ansys del modello 3D</i>	109
5.3.2.1.2. <i>Mesh</i>	110
5.3.2.1.3. <i>Applicazione dei vincoli e del carico</i>	110
5.3.2.1.4. <i>Tensione di Von Mises per la prima prova</i>	111
5.3.2.1.5. <i>Tensione di Von Mises per la seconda prova</i>	112
5.3.2.1.6. <i>Tensione di Von Mises per la terza prova</i>	113

5.3.2.1.7. <i>Tensione di Von Mises per la quarta prova</i>	114
5.3.3.1. <i>Modello 3</i>	117
5.3.3.2. <i>Tensione di Von Mises</i>	119
5.3.3.3. <i>Modello con base di Zirconia e film sottile di PVDF</i>	120
5.3.3.4. <i>Tensione di Von Mises al variare della frequenza per tre valori di massa differenti, $m_1=3,648*10^{-4}$ Kg, $m_2=5,472*10^{-4}$ Kg e $m_3=8,208*10^{-4}$ Kg</i>	122
5.3.3.5. <i>Volt misurato agli elettrodi posti in superficie al materiale piezoelettrico al variare della frequenza per tre valori di massa differenti, $m_1=3,648*10^{-4}$ Kg, $m_2=5,472*10^{-4}$ Kg e $m_3=8,208*10^{-4}$ Kg</i>	123
5.3.3.1.1. <i>Modello con $l=15\text{mm}$, $h=1\text{mm}$ e $b=4\text{mm}$</i>	124
5.3.3.1.2. <i>Tensione di Von Mises</i>	125
5.3.3.1.3. <i>Tensione di Von Mises al variare della frequenza per tre valori di massa differenti, $m_1=3,648*10^{-4}$ Kg, $m_2=5,472*10^{-4}$ Kg e $m_3=8,208*10^{-4}$ Kg</i>	126
5.3.3.1.4. <i>Volt misurato agli elettrodi posti in superficie al materiale piezoelettrico al variare della frequenza per tre valori di massa differenti, $m_1=3,648*10^{-4}$ Kg, $m_2=5,472*10^{-4}$ Kg e $m_3=8,208*10^{-4}$ Kg</i>	127
5.3.3.1.5. <i>Modello con $l=15\text{ mm}$, $b=4\text{ mm}$ e $h= 0,25\text{ mm}$</i>	128
5.3.3.1.6. <i>Tensione di Von Mises</i>	129
5.3.3.1.7. <i>Tensione di Von Mises al variare della frequenza per tre valori di massa differenti, $m_1=3,648*10^{-4}$ Kg, $m_2=5,472*10^{-4}$ Kg e $m_3=8,208*10^{-4}$ Kg</i>	130
5.3.3.1.8. <i>Volt misurato agli elettrodi posti in superficie al materiale piezoelettrico al variare della frequenza per tre valori di massa differenti, $m_1=3,648*10^{-4}$ Kg, $m_2=5,472*10^{-4}$ Kg e $m_3=8,208*10^{-4}$ Kg</i>	131
5.3.3.1.9. <i>Volt misurato agli elettrodi posti in superficie al materiale piezoelettrico al variare della frequenza per le tre sezioni della trave, sezione 1 ($L=15\text{ mm}$,$H=0,5\text{ mm}$, $B=4\text{mm}$), sezione 2 ($L=15\text{ mm}$,$H=1$</i>	

<i>mm, B=4mm), sezione 3 (L=15 mm,H=0,25 mm, B=4mm).</i>	132
5.3.3.2.1. <i>Tensione di Von Mises</i>	134
5.3.3.2.2. <i>Voltaggio misurato agli elettrodi posti in superficie del piezoelettrico</i>	134
5.3.4.1. <i>Tensione di Von Mises</i>	136
5.3.4.2. <i>Volt misurato agli elettrodi posti in superficie</i>	137
5.3.5.1. <i>Trave di dimensioni l=18mm, b=4mm, h=0,25mm.</i>	139
5.3.5.2. <i>Tensione di Von Mises della trave in condizioni di risonanza</i>	140
5.3.5.3. <i>Tensione generata agli elettrodi posti in superficie</i>	141
5.3.5.4. <i>Trave di dimensioni l=12mm, b=4mm, h=0,25mm.</i>	142
5.3.5.5. <i>Tensione di Von Mises della trave in condizioni di risonanza</i>	142
5.3.5.6. <i>Tensione generata agli elettrodi posti in superficie</i>	143
5.3.5.7. <i>Tensione di Von Mises al variare della frequenza, in evidenza la frequenza di risonanza della struttura.</i>	144
5.3.5.8. <i>Voltaggio misurato agli elettrodi posti in superficie del piezoelettrico.</i>	145
5.3.5.9. <i>Tensione di Von Mises al variare della frequenza, in evidenza la frequenza di risonanza della struttura.</i>	146
5.3.5.10. <i>Voltaggio misurato agli elettrodi posti in superficie del piezoelettrico.</i>	146
5.3.5.11. <i>Tensione di Von Mises al variare della frequenza, in evidenza la frequenza di risonanza della struttura.</i>	147
5.3.5.12. <i>Voltaggio misurato agli elettrodi posti in superficie del piezoelettrico.</i>	148
5.3.5.1.1. <i>Grafico di confronto per le tre varianti (Variante 1: l=15mm, Variante 2: l=18mm, Variante 3: l=12mm) relativo al voltaggio generato agli elettrodi posti in superficie allo strato di PVDF, evidenziate le tre frequenze di risonanza per i tre casi.</i>	148
5.3.6.1. <i>Trave di dimensioni l=30mm, b=4mm, h=1mm.</i>	150
5.3.6.2. <i>Tensione di Von Mises al variare della frequenza, in evidenza la frequenza di</i>	

<i>risonanza della struttura.</i>	152
5.3.6.3. <i>Voltaggio misurato agli elettrodi posti in superficie del piezoelettrico.</i>	152
5.3.6.4. <i>Modello della trave su Solidworks, (a) Vista superiore (b) Vista frontale.</i>	153
Tabella	Pag.
4.2.1. <i>Parametri pre-sputtering</i>	69
4.2.2. <i>Parametri prove svolte</i>	70
4.4.1.1. <i>Parametri della scansione</i>	73
4.5.1. <i>Risultati profilometro</i>	75
4.5.1.1. <i>Risultati Annealing</i>	77
4.5.1.2. <i>Risultati Annealing dei campioni di alluminio</i>	78
5.3.1.4.1. <i>Tensione media misurata agli elettrodi</i>	102
5.3.1.5.1. <i>Tensione media misurata agli elettrodi</i>	102
5.3.1.6.1. <i>Tensione media misurata agli elettrodi</i>	103
5.3.1.7.1. <i>Tensione media misurata agli elettrodi</i>	104
5.3.2.1.1. <i>Calcolo della sezione della trave</i>	108
5.3.2.2.1. <i>Risultati</i>	116
5.3.3.1. <i>Risultati tensione di Von Mises</i>	122
5.3.3.2. <i>Risultati tensione</i>	123
5.3.3.1.1. <i>Risultati tensione di Von Mises</i>	125
5.3.3.1.2. <i>Risultati tensione</i>	126
5.3.3.1.3. <i>Risultati tensione di Von Mises</i>	129
5.3.3.1.4. <i>Risultati tensione</i>	130
5.3.3.2.1. <i>Frequenze di risonanze per le tre sezioni della trave al variare della massa</i>	133
5.3.4.1. <i>Frequenza di risonanza della trave con sezione $b=4\text{mm}$, $h=0,1\text{mm}$</i>	135

5.3.5.1.	<i>Frequenza di risonanza della trave di lunghezza $l=18\text{mm}$</i>	138
5.3.5.2.	<i>Frequenza di risonanza della trave di lunghezza $l=12\text{mm}$</i>	141
5.3.5.3.	<i>Tensione di Von Mises e Volt misurati a frequenze diverse per la trave con lunghezza $l=15\text{mm}$. Frequenza di risonanza evidenziata in arancione, $f=169\text{Hz}$</i>	144
5.3.5.4.	<i>Tensione di Von Mises e Volt misurati a frequenze diverse per la trave con lunghezza $l=18\text{mm}$. Frequenza di risonanza evidenziata in arancione, $f=128\text{Hz}$</i>	145
5.3.5.5.	<i>Tensione di Von Mises e Volt misurati a frequenze diverse per la trave con lunghezza $l=12\text{mm}$. Frequenza di risonanza evidenziata in arancione, $f=236\text{Hz}$</i>	147
5.3.6.1.	<i>Frequenza di risonanza della trave con sezione $b=4\text{mm}$, $h=1\text{mm}$.</i>	150
5.3.6.2.	<i>Tensione di Von Mises e Volt misurati a frequenze diverse per la trave con lunghezza $l=30\text{mm}$. Frequenza di risonanza evidenziata in arancione, $f=478\text{Hz}$</i>	151

Abstract

I microsistemi elettromeccanici (*Micro Electro Mechanical System, MEMS*) sono dispositivi complessi di dimensioni ridotte, che negli ultimi 20 anni hanno subito un notevole sviluppo. Le applicazioni sono numerose e in continua evoluzione, in particolare in ambito Biomedico e in Energy Harvesting. L'argomento di questa tesi ha come scopo lo sviluppo di un MEMS piezoelettrico, di modellare e simulare le condizioni ottimali al fine di validare un modello a elementi finiti applicabile a una trave piezoelettrica, utilizzata come sensore, tramite il software Ansys.

Il compito del sensore consiste nel generare una grandezza elettrica, dell'ordine dei millivolt, quando la struttura è messa in vibrazione.

L'obiettivo finale è quello di realizzare la struttura per applicazioni in ambito biomedico, ad esempio per l'incremento dell'autonomia di un pacemaker.

Dopo una prima parte introduttiva, nel quale si affrontano alcuni processi di deposizione di materiali piezoelettrici per MEMS, si affronta la progettazione agli elementi finiti di un sistema accoppiato elettro-meccanico per successiva prototipazione. Si presenta una variante progettuale innovativa, in scala ingrandita, basata su materiale ceramico (Zirconia) e un processo additivo noto come 'binder jetting'. Si avviano infine le attività di prototipazione in partnership con aziende specializzate.

Introduzione

L'oggetto di lavoro di questa tesi consiste nella realizzazione di un sensore tramite la deposizione di un film sottile di materiale piezoelettrico, il nitrato di alluminio (AlN), con la tecnica di sputtering reattivo, su un substrato in silicio monocristallino e la successiva caratterizzazione, sia elettrica che strutturale. Tali misure consistono in una prima verifica del fenomeno della piezoelettricità nel materiale depositato e la sua entità.

Nel primo capitolo viene descritto il fenomeno piezoelettrico, quali sono le proprietà e come funziona. Successivamente viene fatta una panoramica sui materiali che possiedono questa caratteristica, in particolare vengono approfondite le ceramiche piezoelettriche; per poi arrivare a parlare del materiale di interesse di questa tesi, AlN, evidenziando le proprietà e caratteristiche che ci hanno portato a sceglierlo.

Nel primo capitolo viene fatta una panoramica anche sul materiale scelto, dopo che i risultati relativi ad AlN non sono stati soddisfacenti, cioè il PVDF, polivinilidene fluoruro.

Nel secondo capitolo sono introdotti i film sottili, segue poi una descrizione delle tecniche di realizzazione, con particolare attenzione alla deposizione fisica da vapore PVD.

Viene approfondita la tecnica dello sputtering, attraverso una panoramica generale su il suo funzionamento, per poi dedicarsi con maggiore attenzione alla tecnica di sputtering reattivo, di interesse per questa tesi.

Nel terzo capitolo vengono introdotti i MEMS con una descrizione delle varie tecniche di realizzazione. Segue, poi, l'approfondimento relativo ai BioMEMS con i casi applicativi di maggiore interesse, per concludere con i sensori piezoelettrici in ambito biomedicale.

Il quarto capitolo rappresenta la parte più sperimentale. Viene fatta un'introduzione sui materiali e macchinari utilizzati, e le varie tecniche prescelte per la caratterizzazione del film ottenuto, tra cui

profilometro, diffrazione a raggi X. Il capitolo termina con la descrizione dei vari passaggi per la realizzazione del film sottile di AlN.

A questo punto della tesi, è stato necessario cambiare il progetto, in quanto i tempi di realizzazione non erano compatibili con la durata della tesi; il nuovo sensore sarà caratterizzato da una base ceramica di Zirconia con uno strato in superficie di un polimero preformato, il PVDF.

Nel quinto capitolo viene introdotta la parte relativa alla progettazione meccanica del sensore, avvenuta tramite il software Ansys.

Per questa ragione, viene fatta una panoramica generale su cos'è Ansys e il metodo agli elementi finiti, e, in seguito, troviamo la parte sperimentale, relativa ai vari modelli che sono stati sviluppati per raggiungere il modello finale con i relativi risultati.

Gli ultimi capitoli espongono la discussione sui risultati e l'applicazione futura per il sensore progettato.

Capitolo 1

1. Materiali Piezoelettrici

1.1. Effetto piezoelettrico

La piezoelettricità è la proprietà di alcuni materiali di sviluppare cariche elettriche sulla superficie, se sottoposti a forze meccaniche, detto **effetto piezoelettrico diretto**, o di esibire una deformazione meccanica se sottoposti ad un campo elettrico, **effetto piezoelettrico inverso**.

Questa proprietà permette diverse applicazioni raggruppabili nelle seguenti classi:

- sensori, che sfruttano l'effetto diretto;
- attuatori, che sfruttano l'effetto indiretto;
- oscillatori, sfruttano sia l'effetto diretto che quello indiretto;
- convertitori di energia, in grado di ottenere energia elettrica da energia meccanica.

I materiali che principalmente possono presentare proprietà piezoelettriche sono cristallini o ceramici.

Perché un cristallo esibisca l'effetto piezoelettrico è necessario che la sua struttura non abbia un centro di simmetria. Applicando uno stress, di trazione o di compressione, ai cristalli si causa la separazione tra le cariche positive e negative in ogni cella elementare, e si ottiene una polarizzazione sulle superfici esterne del cristallo.

L'effetto è lineare, ovvero la polarizzazione indotta varia in modo proporzionale con lo stress applicato, e dipende dalla direzione; questo implica che stress di compressione e di trazione generano campi elettrici di opposta polarità.

Il materiale, come detto in precedenza, può subire l'effetto inverso. Se viene sottoposto a un campo elettrico subirà una deformazione elastica che provoca un incremento o una riduzione della sua lunghezza, in accordo con la polarità del campo applicato.

I ceramici piezoelettrici sono costituiti da micro-domini, *domini di Weiss*, zone di piccole dimensioni, nelle quali i momenti di dipolo elettrici sono orientati allo stesso modo a causa delle mutue interazioni di tipo elettrico fra gli ioni del reticolo, che tendono ad allinearsi secondo precise direzioni.

Di norma, all'interno delle strutture ceramiche la polarità totale risultante è nulla perché i micro domini orientati casualmente si annullano tra loro; per ottenere proprietà piezoelettriche è necessario applicare un forte campo elettrico esterno a temperatura superiore alla temperatura di Curie, tipica per ogni struttura.

In questo processo i dipoli si allineano lungo direzioni preferenziali dando origine a una polarità netta risultante non nulla. Quando viene rimosso il campo elettrico esterno, dopo aver abbassato la temperatura, il momento di dipolo resta pressoché invariato, come si evince dalla fig. 1.1.1.

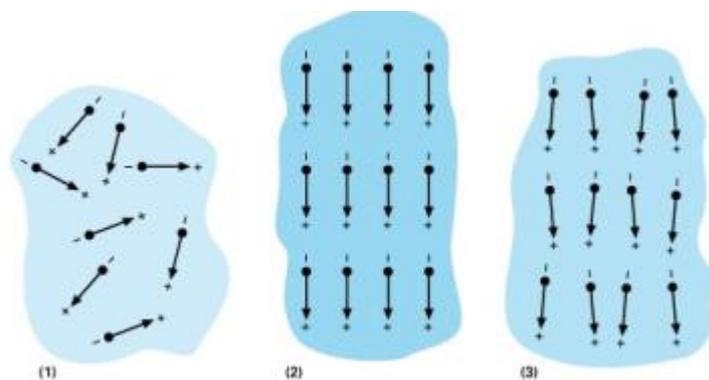


Figura 1.1.1 Dipoli elettrici nei domini di Weiss: (1) ceramico non polarizzato, (2) durante la polarizzazione, (3) dopo la polarizzazione.

Questo trattamento di polarizzazione rende il ceramico policristallino assimilabile ad un cristallo piezoelettrico con un momento di dipolo netto in condizioni di non distorsione.

L'effetto piezoelettrico è espresso dalle seguenti relazioni:

$$D_i = d_{ijk} \cdot T_{jk} \quad (\text{effetto diretto})$$

$$S_{jk} = d'_{ijk} \cdot E_i \quad (\text{effetto indiretto})$$

dove D_i è la componente dello spostamento elettrico, E_i la componente del campo elettrico, S_{jk} la componente di deformazione, T_{jk} la componente di stress e d_{ijk} la componente del coefficiente di carica piezoelettrica o di deformazione. d_{ikj} è chiamato coefficiente piezoelettrico e $d_{ijk} = d'_{ijk}$; nominalmente i coefficienti che legano il campo e la deformazione sono gli stessi che legano lo stress applicato e la polarizzazione.

Altre proprietà fortemente legate ai parametri strutturali del materiale, che di conseguenza influenzano la piezoelettricità, sono la *pireoelettricità* e la *ferroelettricità*.

1.1.1. Pireoelettricità

L'effetto pireoelettrico equivale a una variazione dello stato di polarizzazione del materiale (ΔP) sottoposto a una variazione di temperatura ($\Delta\theta$), in assenza di un campo elettrico esterno.

Il coefficiente pireoelettrico p_i è espresso come:

$$\Delta P = p_i \Delta\theta$$

Questo fenomeno riguarda i cristalli che presentano un momento di dipolo elettrico in condizioni di non distorsione. Tutti i cristalli polari non centro simmetrici sono piezoelettrici. Non tutti i piezoelettrici, però, mostrano un momento di dipolo a riposo e, quindi, non sono pireoelettrici.

Nelle applicazioni piezoelettriche la pireoelettricità è un fenomeno di disturbo, ma è possibile attraverso un particolare modo di funzionamento piezoelettrico eliminare l'effetto pireoelettrico.

1.1.2. Ferroelettricità

Con ferroelettricità si indica la proprietà di un materiale con alta costante dielettrica a mantenere una polarizzazione residua anche dopo la rimozione del campo elettrico.

Per essere ferroelettrico un materiale deve avere una polarizzazione spontanea e quindi, nel caso dei cristalli, non deve avere centri di simmetria.

È possibile rendere i materiali ceramici ferroelettrici piezoelettricamente attivi applicando un campo elettrico con forza sufficiente per allineare il vettore polarizzazione di ogni dominio con la direzione cristallografica più simile alla direzione del campo applicato.

1.2. Ceramiche piezoelettriche

I più comuni materiali piezoelettrici sono ceramici. Nei MEMS, *Micro Electro-Mechanical System*¹, questi materiali intelligenti sono inseriti sotto forma di film sottili depositati sul substrato. L'obiettivo di questo elaborato è la realizzazione di un MEMS con proprietà piezoelettriche per applicazioni in ambito biomedicale.

I ceramici piezoelettrici sono materiali inorganici, ottenuti per consolidamento ad alta temperatura di materie prime di sintesi. Richiedono un'accurata progettazione in base all'utilizzo che se ne intende fare. Le proprietà dipendono, infatti, dalla struttura cristallina, dalla microstruttura, dalle proprietà chimico-fisiche e dal processo di fabbricazione.

La principale classificazione si basa sulla struttura cristallina e prende nome dei materiali di riferimento per ogni struttura.

1.2.1. Struttura Perovskitica

Gli ossidi perovskitici hanno come formula generale ABX_3 dove A è un catione a grande raggio ionico, come Ba^{2+} o Pb^{2+} , B è un catione a piccolo raggio ionico e a forte carica, tetra o pentavalente, come Ti^{4+} o Zr^{4+} , e X è un anione come l'ossigeno. I cationi B si trovano ai vertici e al centro di un reticolo nel quale gli anioni X, ossigeno, occupano il centro della faccia. Al centro della struttura cristallina vi sono i cationi A, la geometria è visibile in fig 1.2.1.1.. Esiste una grande abbondanza di strutture perovskitiche sia naturali che sintetiche, in quanto molti cationi hanno dimensioni idonee.

¹ I dispositivi MEMS sono dei microsistemi elettromeccanici costituiti da un insieme di dispositivi di varia natura, elettronici, meccanici ed elettrici, integrati in forma miniaturizzata su uno stesso substrato di materiale semiconduttore.

Al di sotto della temperatura di Curie T_c , la cella unitaria cubica è stabile. Il materiale prima di manifestare un effetto piezoelettrico, ha struttura cristallina formata da una cella elementare cubica. Sotto l'effetto meccanico o per azione di un campo elettrico l'atomo centrale si sposta leggermente dalla sua posizione perdendo la simmetria e creando uno squilibrio nella distribuzione delle cariche. [1]

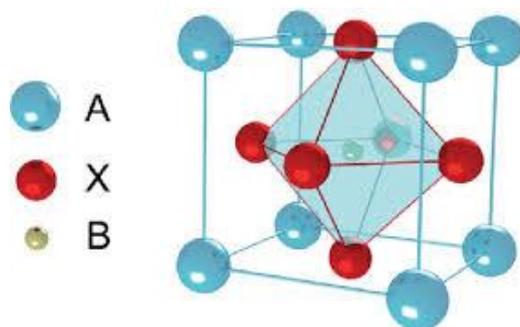


Figura 1.2.1.1 Cella elementare perovskitica

L'esempio più comune di ceramico piezoelettrico con struttura perovskitica è il PZT, di seguito, fig 1.2.1.2., si può osservare la cella elementare.

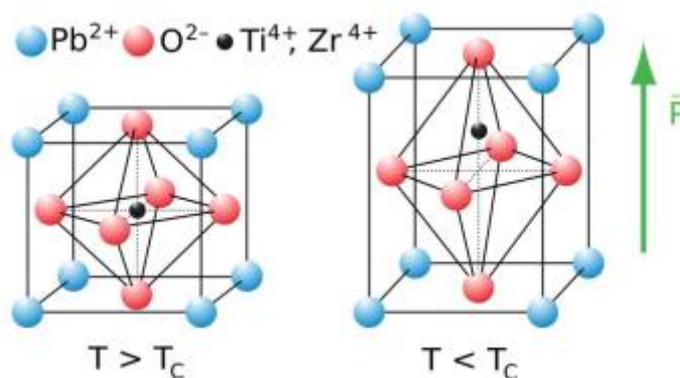


Figura 1.2.1.2 Struttura cristallina PZT

Nella scelta del materiale da utilizzare per il nostro scopo abbiamo seguito diversi parametri, al fine di ottenere un oggetto che potesse soddisfare i nostri criteri.

La condizione necessaria era che fosse biocompatibile, di conseguenza tutte le ceramiche piezoelettriche contenenti piombo, come il PZT, sono state escluse, anche se possedevano buone proprietà piezoelettriche. Selezionate le ceramiche piezoelettriche biocompatibili, si è fatta

un'ulteriore cernita relativa alla lavorazione. L'obiettivo è quello di realizzare una struttura, che presenta proprietà piezoelettriche da sfruttare per la realizzazione di dispositivi biomedicali, tramite sputtering di un film sottile, depositato su un substrato. Questa tecnica è quella che risulta più comoda per questo tipo di realizzazione e realizzabile presso la Trustech S.R.L. Tramite ricerca bibliografica, abbiamo selezionato tre materiali piezoelettrici biocompatibili, che potesse essere lavorati con la tecnica dello sputtering. Questi materiali sono: **AlN**, *nitruro di alluminio*, **ZnO**, *ossido di zinco*, e **MgSiO₃**.

Come ultimo criterio per la scelta, si è considerata la disponibilità, da parte dell'azienda Trustech S.R.L, di target per il processo di sputtering. In conclusione, tenendo conto di questi criteri è stato selezionato il materiale piezoelettrico AlN.

1.3.Nitruro di Alluminio (AlN)

I materiali piezoelettrici depositati come film sottili hanno dei vantaggi, tra cui bassa isteresi, elevata sensibilità, bassi requisiti di potenza e l'abilità di generare un'ampia deflessione meccanica. Tra i più utilizzati c'è il nitruro di alluminio AlN.[2]



Figura 1.3.1 Aspetto del Nitruro di Alluminio

Questo materiale presenta un'elevata velocità acustica, basse perdite acustiche, elevata conduttività termica e alte resistività elettrica.[5]

Il film sottile di AlN può essere prodotto utilizzando diverse tecniche, ma si predilige il DC sputtering o RF sputtering, in quanto ha il vantaggio di avere un basso costo e la possibilità di lavorare a basse temperature, rendendolo perfetto per la fabbricazione di MEMS.

Si predilige la deposizione di un film sottile di AlN con i cristalli orientati secondo l'asse c^2 , più precisamente si cerca di ottenere AlN (002), ma è fortemente influenzato da vari parametri di cui bisogna tenere conto e ottimizzare.

I parametri principali sono:

- tipo di substrato
- temperatura del substrato
- deposition rate
- pressione
- potenza
- spessore del film
- rapporto gas azoto e argon³

Struttura cristallina

La cella elementare del AlN ha la struttura della wurtzite.

Queste strutture possiedono una simmetria e cella unitaria esagonale, con impaccamento hcp; gli anioni sono in contatto, per questo motivo il rapporto c/a è circa 1.600, in quanto l'asse a è più corto e c è uguale a due volte l'altezza di un tetraedro formato da quattro atomi.

I siti interstiziali per i cationi dipendono da quanti anioni sono presenti, nella wurtzite troviamo due anioni quindi i siti per i cationi sono: due siti T_+ , due siti T_- e due O .

² Un reticolo cristallino 3D viene descritto da 3 vettori elementari, a, b, c che definiscono la cella elementare.

Le direzioni rappresentate dai tre vettori sono chiamate assi cristallografici e gli angoli fra gli assi sono λ, β, γ .

³ Questo parametro viene tenuto in considerazione perché la tecnica utilizzata è la PVD, deposizione fisica da vapore.

La deposizione del film sottile avviene in una camera in sottovuoto, il materiale che evapora entra in contatto con l'ambiente gassoso della camera e genera delle reazioni chimiche che formano il materiale che sarà depositato sul substrato.

Vd. Capitolo 2

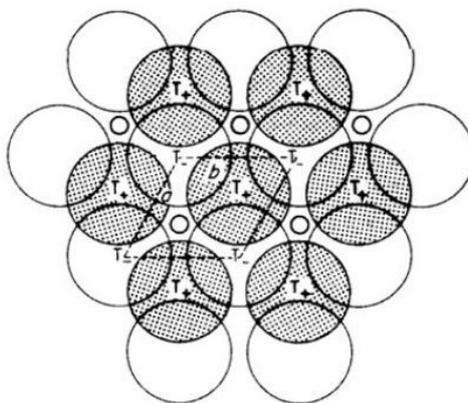


Figura 1.3.2 Siti interstiziali

Parametri di reticolo AlN: lunghezza a-axis: 3.110 a 3.113 Å, lunghezza c-axis: 4.978 a 4.982 Å.

Rapporto c-axis/a-axis 1.600 e 1.602.

Proprietà

Structural Properties	Density (g/cm ³)	3.257
	Elastic modulus (GPa)	330
	Elastic constant C ₁₁ (GPa)	410 ± 10
	Elastic constant C ₁₂ (GPa)	149 ± 1
	Elastic constant C ₁₃ (GPa)	99 ± 4
	Poisson's ratio	0.22
	Crystal structure	Wurtzite
	Lattice constant (Å)	a = 3.112 c = 4.982
	Hardness (Kg/mm ²)	1100
	Water absorption	None
Optical Properties	Density of states in conduction band (cm ⁻³)	4.1 × 10 ¹⁸
	Effective hole mass	m _{htz} = 3.53 m ₀ m _{htx} = 10.42 m ₀
	Density of states in valence band (cm ⁻³)	4.8 × 10 ²⁰
	Optical phonon energy (meV)	113
	Refractive index (visible to IR)	-2.15
Electrical Properties	Breakdown field (V/cm)	1.2-1.8 × 10 ⁶
	Mobility of electrons/holes (cm ² /V·s)	135/14
	Dielectric constant (static/high frequency)	8.5-9.14/4.6-4.84
	Energy band gap (eV)	6.13-6.23
	Resistivity (Ohm-cm)	10 ¹⁵
Thermal Properties	Thermal conductivity (W/m·°K)	140-180
	Coefficient of thermal expansion (×10 ⁻⁶ /°C)	4.2-5.3
	Debye temperature (°K)	1150
	Melting Point (°C)	2200
Piezoelectric Properties	Piezoelectric coefficient e ₁₅ (C/m ²)	-0.33--0.48
	Piezoelectric coefficient e ₃₁ (C/m ²)	-0.38--0.82
	Piezoelectric coefficient e ₃₃ (C/m ²)	1.26-2.1
	Relative permittivity coefficient ε ₁₁	9
	Relative permittivity coefficient ε ₂₂	9
Relative permittivity coefficient ε ₃₃	11	

Substrato[4]

Dal punto di vista della scelta del substrato sono state fatte diverse prove su differenti substrati, ma la scelta migliore rimane il Silicio (100) in quanto il disallineamento del reticolo tra Si e AlN è del 42.7%. Il disallineamento del reticolo sta ad indicare quando due materiali con differenti costanti reticolari sono uniti dalla deposizione di un materiale sopra l'altro; di norma lo sfasamento del reticolo impedisce la crescita del film senza difetti, per questo motivo si predilige utilizzare due materiali che abbiano il disallineamento del reticolo più piccolo possibile. Per il nostro materiale, AlN, il silicio possiede la struttura migliore su cui far crescere il film.

Bisogna tenere in conto che se la rugosità superficiale del substrato è <4nm rms allora il tipo di film sottile che vogliamo, cioè l'orientazione cristallina sull'asse c, può crescere su tutti i substrati, con questa caratteristica, indifferentemente dal disallineamento del reticolo tra il substrato e il materiale depositato.

Un altro fattore importante è la dimensione dei grani. L'aggregazione dei grani cristallini, piccoli cristalli, forma il materiale policristallino, le cui proprietà saranno influenzate dalla dimensione e dall'orientazione dei grani. La dimensione influenza la crescita del film sottile sul substrato, considerando due substrati con uguale rugosità, ma con dimensione dei grani differente, si osserva che il substrato con i grani di dimensione micrometrica favorisce la crescita del film nell'orientazione desiderata.

È importante tenere sotto controllo la temperatura del substrato durante la deposizione del layer, che influenza la struttura cristallina di AlN. Di fatti la temperatura determina la presenza o meno di picchi, sullo spettro di diffrazione, relativi a una struttura cristallina specifica.

Si osserva che la presenza del picco di AlN(002) è strettamente legato alla temperatura di deposizione del substrato, è possibile lavorando nelle stesse condizioni, ma variando la temperatura avere o meno il picco corrispondente.

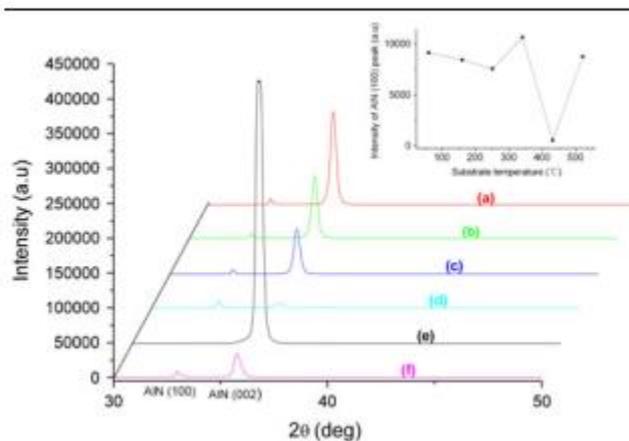


Figura 1.3.3 Pattern XRD di un film sottile di AlN su un substrato a differenti temperature (a) 60°C, (b) 160°C, (c) 250°C, (d) 340°C, (e) 430°C, e (f) 520°C

Un altro fattore di cui tenere conto è lo spessore del film di AlN, la qualità del cristallo aumenta con l'aumentare dello spessore.

Inoltre questo influenza anche le proprietà piezoelettriche del materiale, all'aumentare dello spessore aumentano anche le costanti piezoelettriche.

Lo spessore ottimale è 1 μ m, in quanto oltre questo valore l'orientazione dei cristalli non viene più influenzata e le proprietà piezoelettriche vengono mantenute, considerando condizioni ideali.

Pressione e Potenza di lavoro[2],[4]

Questi due parametri sono molto importanti perché influenzano la struttura cristallina del prodotto finale.

Per quanto riguarda la pressione del gas durante il processo di deposizione si sa che è strettamente legata all'energia cinetica delle molecole che si trovano all'interno della camera.

Dato che noi vogliamo avere un'energia cinetica elevata è importante che la pressione sia bassa, vogliamo un'alta energia perché le collisioni tra le particelle di Al evaporato all'interno della camera e gli ioni di gas iniettato sono facilitate a formare AlN, ma è importante che sia bassa anche perché valori superiori a 6mTorr provoca una variazione del reticolo cristallino del film finale. Il valore ottimale è compreso tra 2 e 3 mTorr.

La potenza di lavoro, anche essa, è legata all'energia cinetica, sono direttamente proporzionali quindi è preferibile lavorare a potenze elevate. Il range ottimale è tra 100W e 5.5kW.

Il problema sorge se si raggiungono potenze troppo elevate, superiori a 2kW, in quanto può causare degli effetti negativi sulla qualità del film di AlN. Per questo si sono stabiliti dei valori entro i quali il processo è ottimizzato. Per RF sputtering 300-500 W e per DC sputtering 1000-1800 W, di norma.

Deposition rate [5]

Il deposition rate è influenzato da diversi fattori, ma in particolare dalla temperatura.

Questo perché il DR è influenzato dalla collisione delle particelle di AlN con gli ioni dei gas presenti nella camera, maggiore è lo scattering delle particelle, quindi più è caotico il loro moto, maggiore è la probabilità di interazione e il cambiamento della direzione del moto degli atomi di AlN che non andranno più a depositarsi sul substrato.

Inizialmente il DR aumenta perché con l'aumentare della temperatura diminuisce la densità dei gas e ioni presenti nella camera, dovuto alla loro combinazione per formare AlN, e quindi la probabilità di scattering diminuisce e un maggior numero di atomi si depositano sul substrato. Successivamente avviene una rievaporazione, dovuta alla temperatura elevata che provoca la continua evaporazione del target di Al e quindi le particelle presenti nell'ambiente aumentano in densità, le probabilità di scattering dovuto all'interazione tra le particelle di AlN con i nuovi atomi presenti è maggiore e ci sarà una diminuzione del DR, ma con l'aumentare della T avverrà una nuova diminuzione della densità delle particelle, perché la formazione di AlN sarà maggiormente favorita, e quindi ci sarà un nuovo aumento di DR, inferiore al precedente dato che le particelle di Al e gli ioni di gas sono comunque inferiori rispetto all'inizio e quindi la quantità di AlN formata e depositata è inferiore.

Si predilige mantenere un valore di deposition rate compreso tra 15 e 35 nm/min.

Un altro fattore che influenza fortemente il DR è, quindi, la presenza di gas quali azoto e argon.

È importante mantenere un rapporto di circa 2 a 1.

Concentrazione di N₂[3]

La concentrazione di azoto influenza la struttura cristallina del film di AlN quindi è un fattore di cui bisogna tenere conto, le particelle di Al evaporate dal target si combinano con gli ioni di azoto iniettati nella camera.

Con alte concentrazioni di azoto si ottengono delle strutture cristalline ordinate, al diminuire della concentrazione le strutture policristalline perdono la loro organizzazione.

[N₂] < 25% → AlN (100)

[N₂] < 75% → AlN (100) (101) (002)

[N₂] 100 % → AlN (002)

Si predilige una struttura con orientazione (002) ma elevate concentrazioni di N₂ portano a elevati stress di compressione. È quindi importante mantenere una concentrazione di azoto non superiore al 75% (rapporto N₂/Ar).

1.3.1. Annealing

L'annealing è un trattamento termico che agevola una riorganizzazione cristallografica, il riscaldamento del wafer consente agli atomi di andare ad occupare le posizioni corrette all'interno del reticolo cristallino; determina una variazione della cristallinità e delle proprietà elettriche.

Questa operazione può aumentare le proprietà elettriche e può migliorare le caratteristiche del film di AlN in modo da aumentare le prestazioni finali. [6]

In particolar modo permette di ottenere la struttura cristallina desiderata, AlN(002), anche a partire da un'altra struttura cristallina, se operata a una giusta temperatura e condizioni.

Esperimenti di ricottura fino a T=700°C permettono di osservare che la microstruttura rimane stabile in atmosfere reattive con ossigeno puro o azoto puro. A temperature più elevate i film di AlN tendono ad ossidarsi.

È quindi preferibile mantenere temperature comprese tra 400-700°C perché al di sopra si generano modifiche e rotture della struttura cristallina. Sono state effettuate diverse prove a temperatura differente, compresa tra 400 e 700°C, per tempi che variano tra 30 min e 1h, in bibliografia. [7]

1.4. Polivinilidenfluoruro (PVDF)

Nella seconda parte di questa tesi, il materiale piezoelettrico che viene preso in considerazione è il PVDF, polivinilidenfluoruro.

Il PVDF è un polimero termoplastico parzialmente fluorurato ad elevate prestazioni.

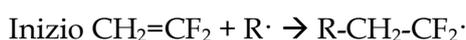
Questo materiale è stato scelto per le sue proprietà, in particolare perché presenta un elevato effetto piezoelettrico.

Inoltre il PVDF è flessibile, trasparente, buona resistenza alla deformazione meccanica, elevata resistenza chimica grazie alla presenza di legami C-F, stabile se sottoposto a radiazioni gamma, questa proprietà è molto utile in ambito biomedico, in quanto gli strumenti spesso vengono sterilizzati attraverso l'utilizzo di queste radiazioni, presenta una stabilità chimica, è biocompatibile e presenta un'elevata durabilità all'interno del corpo umano. [8]

Sintesi

Il PVDF viene ottenuto tramite una polimerizzazione radicalica. I radicali sono presenti sul gruppo C-F e viene propagata tramite questi radicali fino a terminazione. I radicali sono sul gruppo C-F perché più stabili rispetto a quelli siti sul gruppo C-H.

Reazione di polimerizzazione:



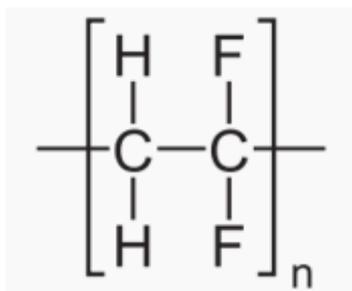


Figura 1.4.1 Formula chimica del PVDF

1.4.1. Comportamento strutturale

Il PVDF è un polimero semicristallino caratterizzato da 5 fasi polimorfe, la fase α , fase β , fase δ , fase ϵ e fase γ .

La conformazione cristallina determina caratteristiche diverse per ogni fase. La divisione principale è tra fase polare e non polare; le fasi α e ϵ sono non polari, le fasi β , δ , γ sono polari, questa caratteristica è influenzata anche dai parametri di processo con cui si ottiene il PVDF.

La fase α è la più comune in quanto è la più facile da ottenere, si ottiene dalla cristallizzazione del PVDF fuso. Ha una struttura monoclinica, una cella unitaria contenente due catene in conformazione alternata TG $\overline{T}G'$. I dipoli sono disposti in modo antiparallelo questo determina un momento di dipolo netto nullo.

Dalla fase α posso ottenere le altre conformazioni applicando stress meccanici, campi elettrici o trattamenti termici (annealing).

La fase δ si può ottenere da quella α attraverso un poling elettrico a 100-150 MV/m. Questa fase possiede la stessa conformazione alternata della fase α , ma i dipoli sono paralleli conferendogli delle caratteristiche ferroelettriche.

La fase β si ottiene invece dalla fase δ applicando un campo elettrico molto elevato (500 MV/m) in modo da spostare gli atomi al fine da ottenere la conformazione all-trans (transplanare) TTTT. I dipoli sono allineati nella stessa direzione normale agli assi, questo determina una polarizzazione

spontanea elevata, buone proprietà piezoelettriche e ferroelettriche. Per questo motivo la fase β è quella maggiormente utilizzata, per applicazioni piezoelettriche.

È possibile ottenere la fase β anche dalla fase α , ma attraverso dei processi più aggressivi, processi termici ad elevata pressione o poling elettrici.

La fase γ si ottiene lavorando ad elevate temperature un PVDF ad alto peso molecolare. Anche questa fase presenta una cella unitaria ortorombica, come la fase β , ma la conformazione è differente, in questo caso presenta un'alternanza di trans-gauche T3GT3G'. [9]

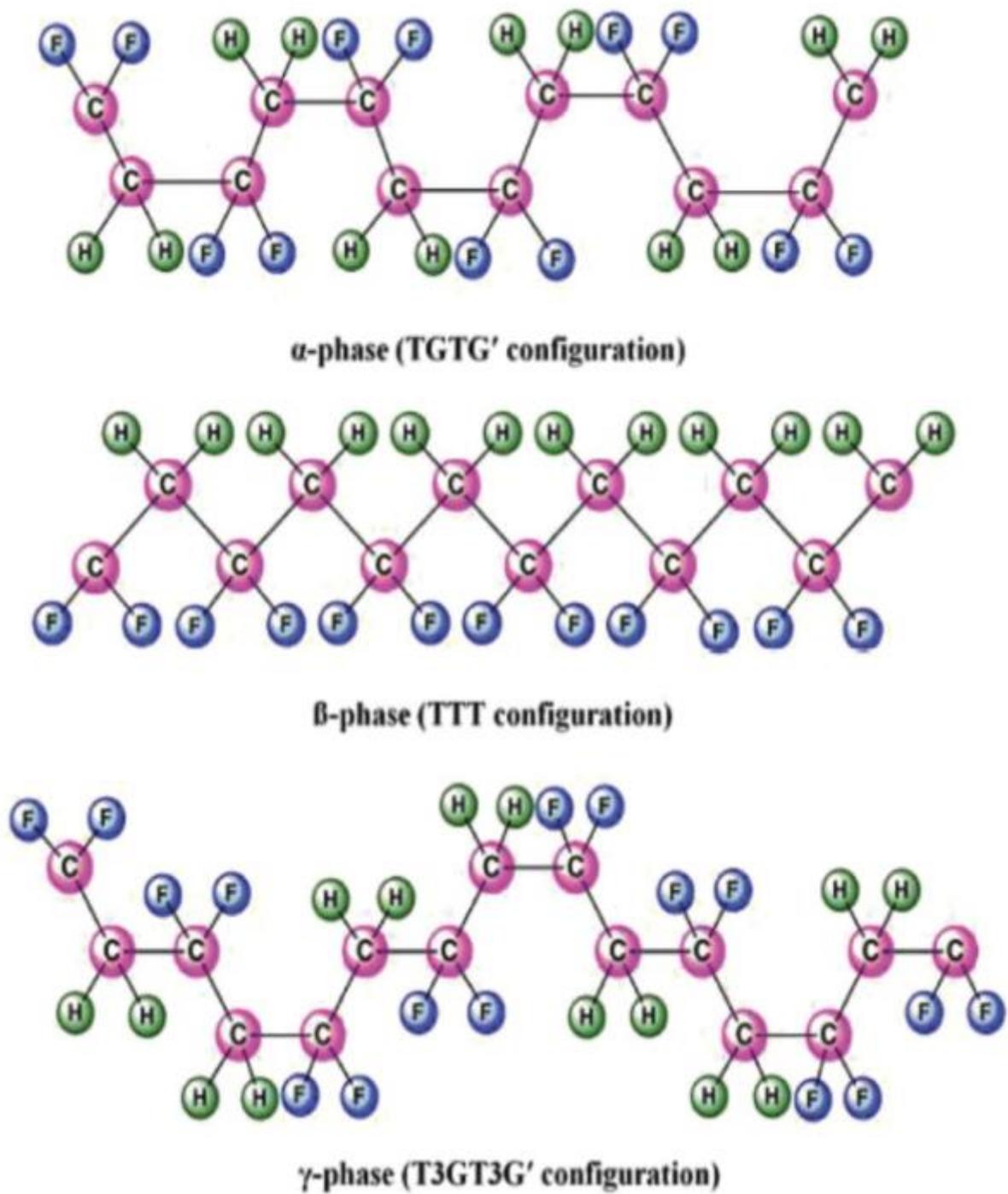


Figura 1.4.1.1. Principali fasi polimorfiche cristalline del PVDF

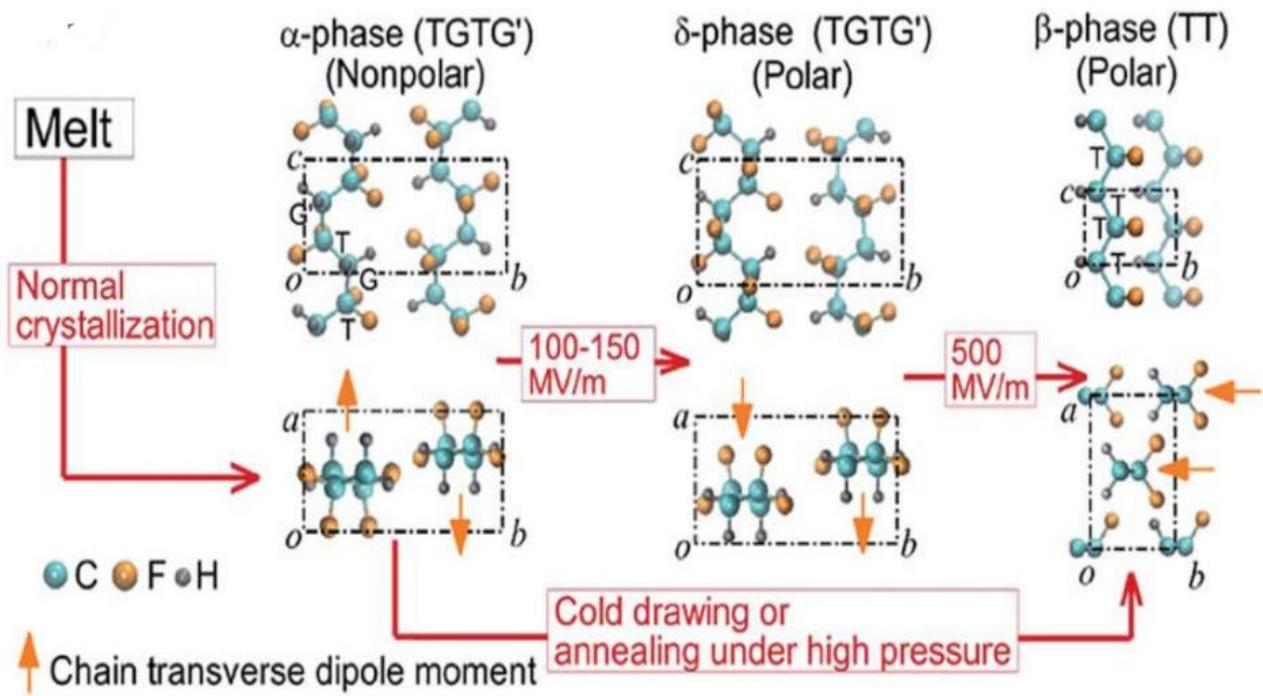


Figura 1.4.1.2. Transizione di fase del PVDF

Capitolo 2

2. Film sottili e tecniche di deposizione

2.1. Introduzione film sottili

Si definisce Film Sottile uno strato di materiale, che può essere conduttivo o isolante, di spessore compreso tra le decine di nanometri fino a qualche micrometro, e di superficie che può variare da pochi μm^2 ad alcuni cm^2 .

Essi vengono ottenuti tramite deposizione su una superficie di un materiale detto substrato. Si possono ottenere film densi o meno densi, di purezza variabile e di spessore diverso, a seconda della tecnica di deposizione utilizzata.

L'utilizzo dei film sottili ha come obiettivo quello di ottenere dei materiali con proprietà elettriche, chimiche e meccaniche desiderate per le applicazioni richieste, quindi permettono di utilizzare materiali più adatti dal punto di vista applicativo rispetto alla loro forma massiva.

I campi applicativi di questa tecnologia sono molto vasti e spaziano in più ambiti, film metallici, film ottici, isolanti elettrici, sono solo alcuni esempi delle possibili applicazioni di un film sottile.

La deposizione di film sottili si basa su alcune tecniche, che con il passare del tempo sono andate a migliorarsi, permettendo di ottenere processi con rendimenti elevati. I processi si classificano in base allo stato fisico della materia sorgente che viene depositata sulla superficie del substrato; si distinguono in tre categorie:

- Deposizione di film da fase liquida;
- Deposizione di film da fase solida;
- Deposizione di film da fase gassosa.

Di interesse di questa tesi è la deposizione di film sottili da fase gassosa, esiste una distinzione: **deposizione chimica da fase vapore (CVD) e deposizione fisica da fase vapore (PVD).**

Di seguito andremo ad approfondire la deposizione fisica da fase vapore.

2.2. Deposizione fisica da fase vapore PVD

La deposizione fisica da vapore consiste in un processo di deposizione atomica nel quale il materiale viene fatto evaporare da una sorgente solida o liquida in forma di atomi o molecole e trasportato in forma di vapore, all'interno di un ambiente sottovuoto o costituito da un *plasma*, fino al substrato dove condensa e si deposita.

Con questa tecnica si possono ottenere film singoli o multi-layer da pochi nanometri fino a qualche micron con una velocità di deposizione che varia da 1 a 10nm/s. Consente la creazione di film caratterizzati da una buona purezza e struttura cristallina e si può applicare sia a materiali metallici che a materiali dielettrici.

Sono dette tecniche di deposizione atomica, dato che è presente una crescita atomo per atomo del layer, o tecniche di deposizione a vuoto, poiché il processo avviene in una camera a vuoto.

Il processo di deposizione avviene in una camera a vuoto perché aumenta il libero cammino medio collisionale degli atomi e degli ioni ad alta energia e aiuta a riportare la contaminazione gassosa entro limiti accettabili.

Il cammino libero medio delle particelle rappresenta la distanza media percorsa da una particella, in fase gassosa, tra due urti successivi.

$$\lambda = \frac{kT}{1,41 p \sigma} \quad [m]$$

dove

p = pressione [N m⁻²]

k = costante di Boltzmann (=1.38 10⁻²³ J K⁻¹)

T = temperatura [K]

σ = sezione d'urto [m²]

Il processo si basa su tre passaggi fondamentali:

1. Evaporazione: il materiale viene fatto evaporare dal target;
2. Trasporto: il materiale evaporato viene trasportato verso il substrato;
3. Condensazione: il materiale nuclea e cresce sul substrato formando il rivestimento.

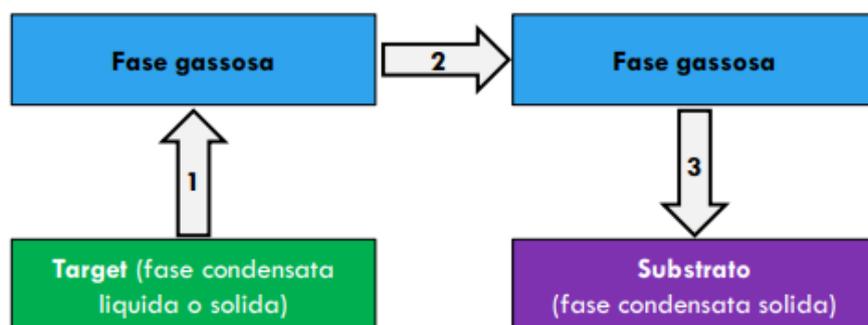


Figura 2.2.1 Passaggi fondamentali della PVD.

A seconda del metodo utilizzato per causare l'evaporazione del materiale che andrà a costruire il film, si possono distinguere diversi sistemi.

Processi termici

- Evaporazione termica: questa tecnica sfrutta l'effetto Joule; consiste in un crogiolo metallico ad elevata temperatura di fusione in cui viene inserito il materiale, e viene soggetto ad una corrente di notevole intensità. Il materiale sublima grazie al calore prodotto per effetto Joule e sotto forma di vapore raggiunge il substrato. La distanza tra sorgente e substrato può essere elevata, in quanto le particelle subiscono poche collisioni con le molecole di gas residuo, questo permette di avere camere di deposizione grandi che non risentono molto dell'irraggiamento. Il problema principale, però, consiste nel fatto che il crogiolo causa delle contaminazioni del prodotto finale, inoltre non si ha una buona uniformità di spessore.

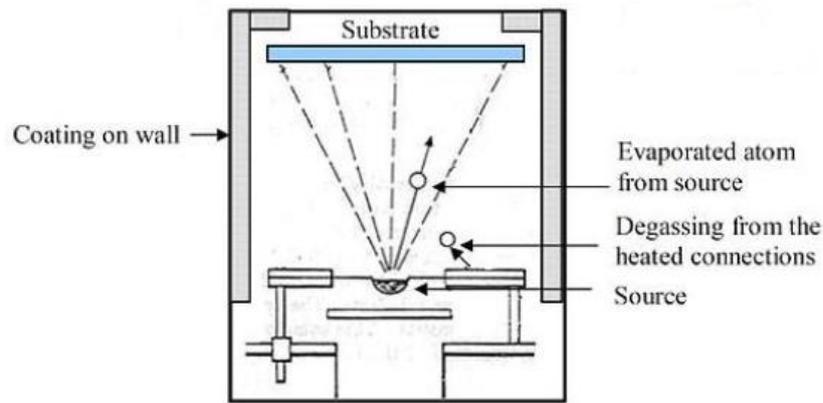


Figura 2.2.2 Schema deposizione ad evaporazione termica.

- Cannone elettronico: si utilizza un fascio di elettroni ad alta energia che vengono accelerati applicando una tensione elevata, questo gli conferisce un'elevata energia cinetica. Vengono focalizzati, tramite un campo magnetico, sulla superficie del materiale contenuto in un crogiolo di grafite. Il fascio di elettroni colpisce il materiale e perde la sua energia; per effetto Joule l'energia cinetica si converte in energia termica che riscalda il materiale facendolo sciogliere o sublimare. Rispetto all'evaporazione termica si hanno meno contaminazioni del film perché il crogiolo raggiunge temperature più basse e non tende a evaporare. Questa tecnica viene anche detta *E-Beam Physical Vapour Deposition (EBPVD)*

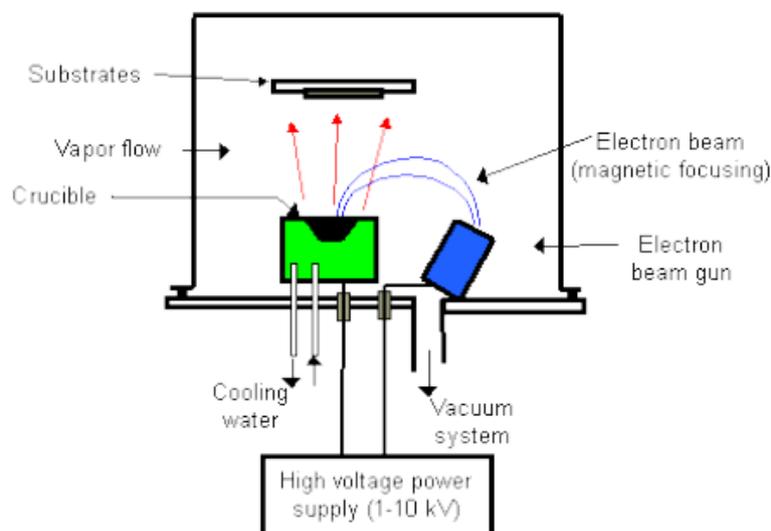


Figura 2.2.3 Schema deposizione tramite cannone elettronico.

- Deposizione ad arco: questa tecnica si basa sull'esposizione di un elettrodo, costituito dal materiale da depositare, all'effetto di un arco elettrico; tale arco fonde il materiale, che sublima. Il materiale evaporato è quasi totalmente ionizzato e forma un plasma ad elevata energia, il substrato è sottoposto ad una tensione in modo da attrarre più facilmente gli ioni. L'arco può essere continuo o pulsato.
- Deposizione ad impulsi laser: un laser ad alta potenza colpisce il target, l'energia viene prima convertita in eccitazione elettronica e successivamente in energia termica dando luogo all'esfoliazione del target e l'emissione di particelle sotto forma di pennacchio che investe il substrato. È possibile utilizzare target di qualunque materiale, ottenendo elevate velocità di deposizione con temperature più basse del substrato.[10]

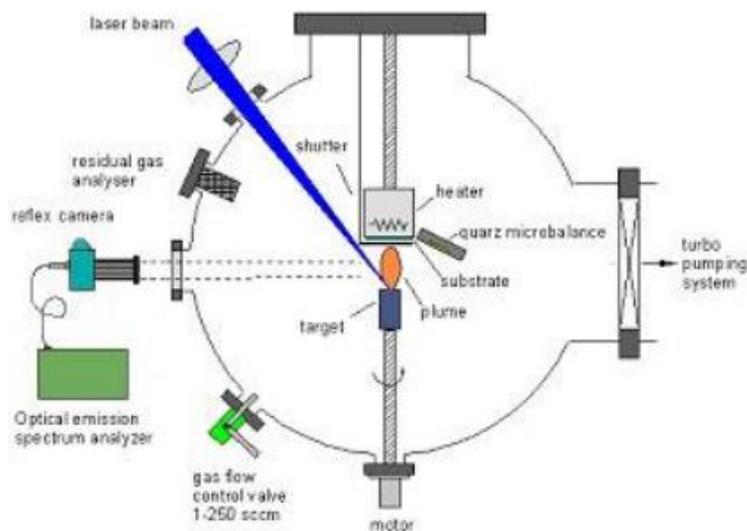


Figura 2.2.4 Schema deposizione ad impulsi laser.

Sputtering

In questa tecnica il materiale viene vaporizzato non termicamente, ma per mezzo di un plasma.

Essendo la tecnica oggetto di questo lavoro di tesi verrà analizzata più nel dettaglio di seguito.

2.3. PVD mediante sputtering

La tecnica dello sputtering viene utilizzata per depositare film sottili di materiali, di diversa natura, su un substrato attraverso la rimozione fisica di atomi da una superficie per mezzo di un bombardamento energetico di particelle. Vengono emesse delle particelle, dette **adatom**, del materiale che deve essere depositato, da una sorgente detta **target** per effetto del bombardamento da parte di particelle energetiche proveniente da un **plasma**. Il plasma si ottiene attraverso una scarica tra due elettrodi, anodo e catodo, la quale provoca la ionizzazione di un gas, tipicamente Argon ad elevata purezza e bassa pressione.

Gli ioni del gas devono possedere un'energia sufficiente da riuscire a scalzare gli atomi dal target; l'emissione di adatom non deriva da un singolo urto, ma è una conseguenza di collisioni in cascata. La collisione degli ioni con il target comporta uno scambio di momento con gli atomi della superficie, i quali scambiano il momento con gli atomi più in profondità secondo un effetto a catena che porta all'espulsione di uno o più adatom.

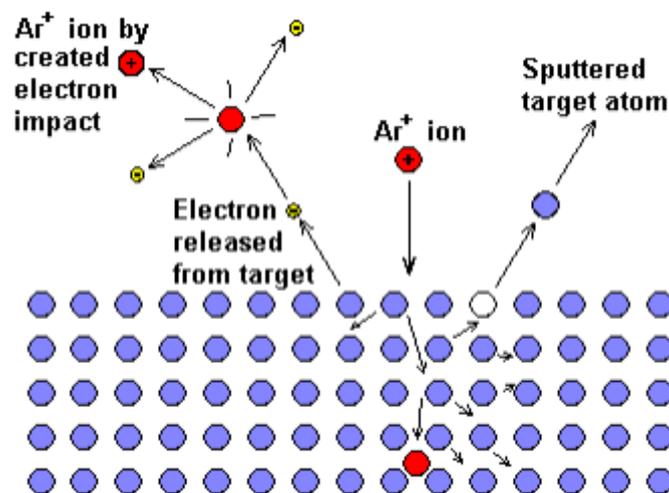


Figura 2.3.1. Rappresentazione del fenomeno dello sputtering.

Dalla figura 2.3.1. è possibile evidenziare che alcuni ioni non possiedono sufficiente energia, con la conseguenza che potrebbero essere riflessi o assorbiti dal target. Si osserva anche l'emissione di elettroni secondari che sono fondamentali nella deposizione del film. Inoltre, l'emissione delle

particelle del target non avviene nel punto preciso di collisione dello ione, ma, in seguito al trasferimento del momento, avviene in una zona adiacente al punto di impatto.

Un parametro fondamentale di cui tenere conto è l'*efficienza di sputtering* (o *resa di sputtering*), la quale è definita dalla seguente formula:

$$SY = \frac{n^{\circ} \text{ particelle emesse dal target}}{\text{ione incidente}}$$

Il suo valore dipende da diversi fattori, tra cui: il materiale costituente il target, la natura del gas di processo e la traiettoria ed energia degli ioni.

Secondo una considerazione geometrica si intuisce come l'angolo di incidenza influenzi la resa del processo. Con un'incidenza non perpendicolare è più facile che le collisioni conferiscano agli atomi una componente di velocità diretta verso l'esterno del target. La resa maggiore si ha inoltre quando gli ioni incidenti sono caratterizzati da una massa paragonabile a quella degli atomi del materiale, in quanto si avrà un più efficiente scambio di energia, si avrà un urto elastico dove l'energia cinetica e la quantità di moto si conservano.

Fino a questo momento si è parlato della tecnica di sputtering in generale, però si possono distinguere diverse tecniche a seconda del tipo di alimentazione con cui viene generata la scarica che ionizza il gas e dal tipo di film che si intende realizzare. In questo caso andremo ad analizzare la tecnica di sputtering reattivo, che è quella di interesse per questa tesi.

2.3.1. *Sputtering reattivo*

In questa tecnica oltre al gas inerte viene aggiunto nella camera un gas reattivo, che va a reagire con gli atomi del target dispersi nella camera per formare dei composti; infatti questa tecnica viene utilizzata per la deposizione di un film di materiale composito.

Il gas reattivo può essere di varia natura, a seconda del film che si desidera; si immette ad esempio ossigeno per depositare ossidi, azoto per depositare nitruri, zolfo per depositare solfuri.

Nel lavoro di questa tesi si è immesso azoto in quanto si voleva ottenere nitruro di alluminio.

Il termine reattivo deriva dal fatto che non si ha più un bombardamento del target da parte di questo nuovo gas immesso, ma avviene una vera e propria reazione chimica tra target e gas reattivo per formare dei composti, si parla infatti di deposizione chimico-fisica.[11]

Capitolo 3

3.MEMS

3.1.Introduzione ai MEMS

I **dispositivi MEMS** (*Micro Electro-Mechanical System*) sono dei microsistemi elettromeccanici costituiti da un insieme di dispositivi di varia natura, elettronici, meccanici ed elettrici, integrati in forma miniaturizzata su uno stesso substrato di materiale semiconduttore.

Si ottengono così dei dispositivi intelligenti che sono in grado di coniugare le proprietà elettriche degli integrati con le proprietà opto-meccaniche del substrato semiconduttore.

Queste nuove tecnologie hanno portato numerosi vantaggi tra cui il minor assorbimento di energia, il minor peso e dimensioni molto ridotte, una migliore prestazione, minor costo e maggiore affidabilità.

I dispositivi MEMS possono essere prodotti attraverso metodi differenti, le tecniche principali impiegate sono:

- **bulk micromachining** nella quale una struttura micromeccanica in 3D viene realizzata direttamente su un wafer di materiale semiconduttore mediante la rimozione selettiva del substrato;
- **surface micromachining** basata sulla deposizione di layer di substrato e definizione della struttura tramite tecniche fotolitografiche, tecnica di interesse di questa tesi;
- **tecnica LIGA** (Roentgen Litography Galvaic Abformung) che si articola in 3 fasi: 1- litografia, 2- deposizione, 3- molding.

In generale, la fabbricazione dei MEMS si articola in tre processi:

1. *deposizione* che consiste nella deposizione di sottili pellicole di materiale sul substrato e può essere ottenuta tramite reazioni chimiche o per mezzo di reazioni fisiche;
2. *etching* processo dove porzioni prescelte della pellicola o del substrato vengono rimosse allo scopo di ottenere la struttura MEMS desiderata. Esistono due tipi di etching: wet etching e dry etching. Con il primo il materiale viene dissolto immergendolo in una soluzione chimica, mentre con il secondo viene dissolto tramite ioni reattivi o vapore;
3. *litografia* è il principale processo adottato per la definizione dei pattern nella micromachining. Consiste nell'esposizione selettiva ad una sorgente di radiazione di un materiale fotosensibile depositato sul substrato. I confini delle regioni da esporre vengono definiti applicando un mascheramento al substrato prima dell'esposizione.

La tecnologia dei microsistemi può essere adottata in diversi ambiti applicativi. Al momento possono essere raggruppati in quattro grandi categorie:

- sensori e attuatori
- per impieghi in RF
- ottici
- a microfluido e bio-MEMS

3.2. Tecniche di realizzazione

3.2.1. Bulk Micromachining

Con questa tecnica si ottengono le microstrutture attraverso la deposizione e rimozione selettiva di materiale internamente a un bulk (substrato) di un wafer di materiale semiconduttore, generalmente silicio monocristallino. Questo processo è contraddistinto da una tecnica, denominata etching, mediante la quale viene rimosso il materiale in eccesso, necessaria per la realizzazione della struttura desiderata.[12]

Esistono diverse tecniche di etching:

- wet isotropic etching,
- wet anisotropic etching,

- plasma isotropic etching,
- etch stop techniques.

Si analizzano di seguito le tecniche appena elencate.

Wet Isotropic Etching

È un processo chimico basato sulla rimozione di materiale in eccesso, in seguito a una reazione chimica tra le sostanze attaccanti e il materiale stesso.

A seconda della direzione dell'attacco e della velocità di incisione, che risulta essere dipendente dal tipo e dalla concentrazione di impurità droganti presenti nel materiale da asportare, si avranno diversi tipi di attacco e profilo finale, vedi figura 3.2.1.1.:

- attacco isotropo che determina un profilo arrotondato e si ottiene nel caso in cui la velocità di incisione nelle direzioni complanari alla superficie iniziale è uguale alla velocità di incisione nella direzione a essa ortogonale;
- attacco anisotropo che determina un profilo a V o a U e si ottiene nel caso in cui la velocità nella direzione ortogonale alla superficie iniziale d'attacco è maggiore di quella complanare;
- attacco verticale che determina un profilo a pareti verticali e si ottiene in presenza di velocità in direzione complanare nulla.

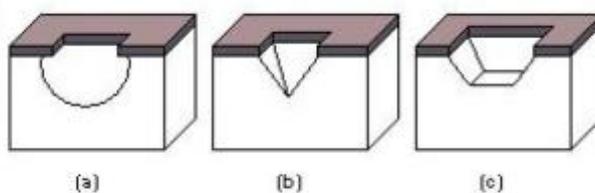


Figura 3.2.1.1. Profili di incisione nel caso di attacco isotropo (a) e anisotropo (b), (c).

Nel caso di attacco isotropo gli agenti attaccanti sono sostanze acide, come acido nitrico (HNO_3) e acido fluoridrico (HF) diluiti in acqua (H_2O) oppure in acido acetico (CH_3COOH).

Il processo di attacco si articola in 3 fasi:

1. trasporto dei reagenti per diffusione alla superficie di attacco,

2. reazione chimica tra agenti attaccanti e materiale,
3. allontanamento per diffusione dei prodotti di reazione della superficie attaccata.

Wet Anisotropic Etching

L'attacco anisotropo si basa sulla possibilità di incidere il materiale con velocità diverse a seconda dell'orientamento dei piani cristallografici esposti all'attacco, grazie all'utilizzo di sostanze alcaline⁴, che reagiscono in maniera diversa a seconda della direzionalità di incisione.

Al piano (111) corrisponde il rate di etching minore.

In questo modo, con i giusti accorgimenti si possono controllare maggiormente le dimensioni laterali dell'incisione e, quindi, varie forme geometriche e contorni perfettamente definiti dai piani cristallografici. Il principale svantaggio di questa tecnica è che è un processo lento, di qualche micrometro al minuto.

La tecnica del wet anisotropic etching dipende fortemente dalla temperatura, tanto che a un suo aumentare diminuiscono le irregolarità superficiali dell'incisione, quindi il processo viene svolto a temperature elevate (80 – 85°C).

Importante è la scelta della sostanza impiegata, essa dipende da vari fattori quali la facilità di manipolazione, la tossicità, la velocità di attacco, la compatibilità con i processi di fabbricazione, la tecnica di arresto dell'attacco, la selettività di incisione dei materiali, e dai materiali utilizzati per realizzare le maschere d'attacco.

I reagenti più utilizzati sono le soluzioni acquose di idrossido di potassio (KOH) con aggiunta di alcool isopropilico oppure etilendiammina con aggiunta di pirocatecolo (EDP).

Una caratteristica comune a tutte le soluzioni anisotrope è la drastica diminuzione della velocità di attacco al silicio, se questo contiene una concentrazione di atomi droganti di boro superiore a 5×10^{19} cm⁻³.

⁴Le sostanze alcaline sono sostanze che disciolte in acqua producono ioni OH⁻.

Questi strati di silicio ad alto drogaggio vengono sfruttati per arrestare il processo di incisione, in modo tale da ottenere la geometria strutturale desiderata.

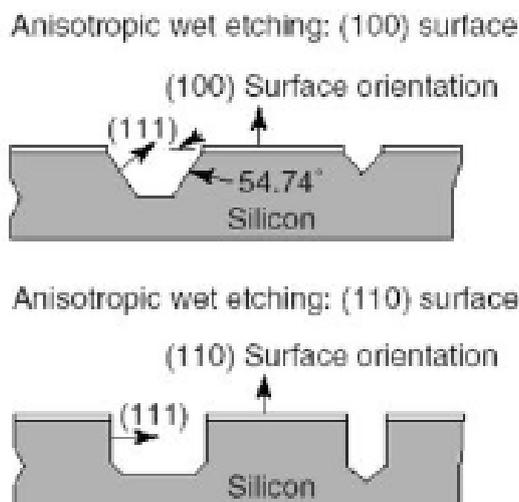


Figura 3.2.1.2 Anisotropic wet etching

Plasma Isotropic Etching

In questa tecnica avviene un'incisione del substrato tramite plasma. Il principio di funzionamento si basa sull'utilizzo di un campo elettrico ad alta frequenza al fine di ottenere delle specie chimicamente reattive a partire da un gas o una miscela inerte.

All'interno di camere a bassa pressione si ottengono, grazie all'utilizzo di un'energia esterna immessa sotto forma di potenza RF, delle reazioni chimiche pilotate. Gli ioni forniscono l'energia necessaria affinché le reazioni possano avvenire a temperature relativamente basse (100°C).

La potenza RF accelera gli elettroni liberi aumentando la loro energia cinetica in modo tale da poter rompere i legami chimici nei gas reagenti tramite urti, formando ioni ed elettroni aggiuntivi. La camera viene alimentata in modo continuo in questo modo avvengono collisioni continue tra molecole producendo ioni e elettroni, mentre le superfici esposte, all'interno della camera, assorbono o neutralizzano queste specie. Dopo un certo numero di cicli RF, una scarica in regime stazionario è raggiunta.

I processi sono bilanciati e quindi possiamo far reagire il gas inerte. La scelta del gas è molto importante, viene fatta in modo tale da garantire che le specie prodotte reagiscano chimicamente con il materiale da rimuovere formando dei prodotti volatili. I gas più frequentemente usati sono i clorofluorocarburi, i composti bromici e l'ossigeno. Principalmente nell'attacco al silicio si usano gas contenenti il fluoro, CF_4 . Con questo tipo di gas le principali specie di attacco sono gli atomi di fluoro e il prodotto volatile è il tetrafluoruro di silicio (SiF_4).

Questo tipo di tecnica è prevalentemente isotropa, ma è possibile ottenere un tipo anisotropo intensificando la reazione chimica di attacco in una direzione preferenziale. Questo risultato è ottenuto mediante bombardamento della superficie del wafer con ioni ad alto contenuto energetico sotto l'influenza di un campo elettromagnetico a radio frequenza. Questo impedisce che specie inibitrici coprano la superficie stessa rafforzando l'attacco nella direzione desiderata.

Etch-Stop Techniques

Il processo di incisione del silicio permette di ottenere strutture di geometria ben precisa, con opportune profondità e spessori. Tra le tecniche troviamo:

- *Doping Selective Etching (DSE)*
- *Bias Dependent Etching (BSE)*

Doping Selective Etching

In questa tecnica sfruttiamo la capacità delle soluzioni di attacco anisotrope di ridurre la propria velocità di attacco all'aumentare della concentrazione di droganti fino a raggiungere una condizione tale da ritenere arrestato il processo. Si definisce la regione del silicio dove il processo deve arrestarsi e si droga opportunamente mediante tecniche di diffusione, impiantazione ionica oppure mediante tecnica epitassiale di uno strato di silicio più drogato su uno meno drogato. La DSE ci permette di ottenere strutture sospese con geometrie laterali arbitrarie, come i cantilever.

I principali svantaggi sono l'elevato drogaggio, che introduce un elevato stress meccanico nella struttura con possibile deformazione e rottura.

Per andare a ridurre lo stress meccanico è possibile introdurre altre specie di atomi droganti, come il Fosforo e il Germanio.

Bias Dependent Etching (BSE)

Questa tecnica è anche detta electrochemical etch-stop. In questo processo il wafer di silicio è immerso in una soluzione attaccante isotropa (acida) o anisotropa (alcalina). Si viene a creare una differenza di potenziale che determina la polarizzazione del silicio.

Se la velocità di ossidazione del silicio è inferiore alla massima velocità di dissoluzione ottenibile, allora si ha l'erosione e quindi l'incisione, altrimenti si ha la completa passivazione della superficie del silicio con annesso arresto del processo chimico. La BSE sfrutta la caratteristica tensione-corrente del sistema, che dipende dal tipo di drogante e dalla concentrazione.

3.2.2. Surface Micromachining

In questo caso si ottiene una struttura meccanica mobile partendo da uno strato di materiale adeguatamente scelto depositato al di sopra di uno strato spaziatore, che verrà rimosso per rendere la struttura libera di muoversi al di sopra della superficie del substrato.

La geometria è ottenuta tramite tecniche planari di fotolitografia e rimozione dei materiali. Questa tecnica richiede l'utilizzo di materiali strutturali, sacrificali e sostanze attaccanti compatibili tra di loro. I materiali strutturali devono avere una tensione di snervamento e rottura elevate, una buona resistenza all'usura e un basso livello di affaticamento. I materiali sacrificali devono garantire una buona adesione alle superfici circostanti e devono presentare un basso stress residuo per impedire la rottura. Gli agenti attaccanti devono avere un buon grado di selettività, in modo tale da rimuovere lo strato sacrificale senza attaccare quello strutturale e neanche il materiale di cui è fatta la superficie di riferimento sopra la quale è costruita la struttura.

Rispetto alla bulk micromachining si ottengono delle microstrutture con dimensioni limitate, per questo sono state sviluppate diverse tecnologie di micro-fabbricazione, che hanno ampliato le possibilità costruttive della surface micromachining. Tra queste troviamo la tecnica LIGA.

3.2.3. LIGA

L'abbreviazione sta per litografia, galvanometria e modellatura, che sono i passaggi fondamentali di questo processo. Può essere suddivisa in tre passi di realizzazione principali: [13]

1. Litografia a raggi X, dove vengono utilizzate sorgenti molto energetiche (fino a 1GeV);
2. Elettrodeposizione;
3. Stampo.

Come nella litografia tradizionale viene utilizzato un resist, normalmente di PMMA, polimetilmetacrilato, questo materiale ha un'alta sensibilità ai raggi X e consente di ottenere un'elevata risoluzione.

Per prima cosa viene depositato il resist per creare uno stampo, detto *mold* ; successivamente si ha l'irraggiamento con i raggi X, mediante un'opportuna maschera che permette di trasferire sul resist il disegno desiderato.

Attraverso un'elettrodeposizione si ottiene una realizzazione in negativo dello stampo che, dopo aver eliminato il PMMA attraverso trattamenti con solventi opportuni, verrà utilizzato per ottenere la struttura desiderata del materiale voluto, che va a sostituire tramite *filling* il PMMA, vedi figura 3.2.3.1.

Con il processo LIGA è possibile produrre strutture molto numerose, con spessori fino al millimetro e con parti laterali quasi verticali e molto lisce.

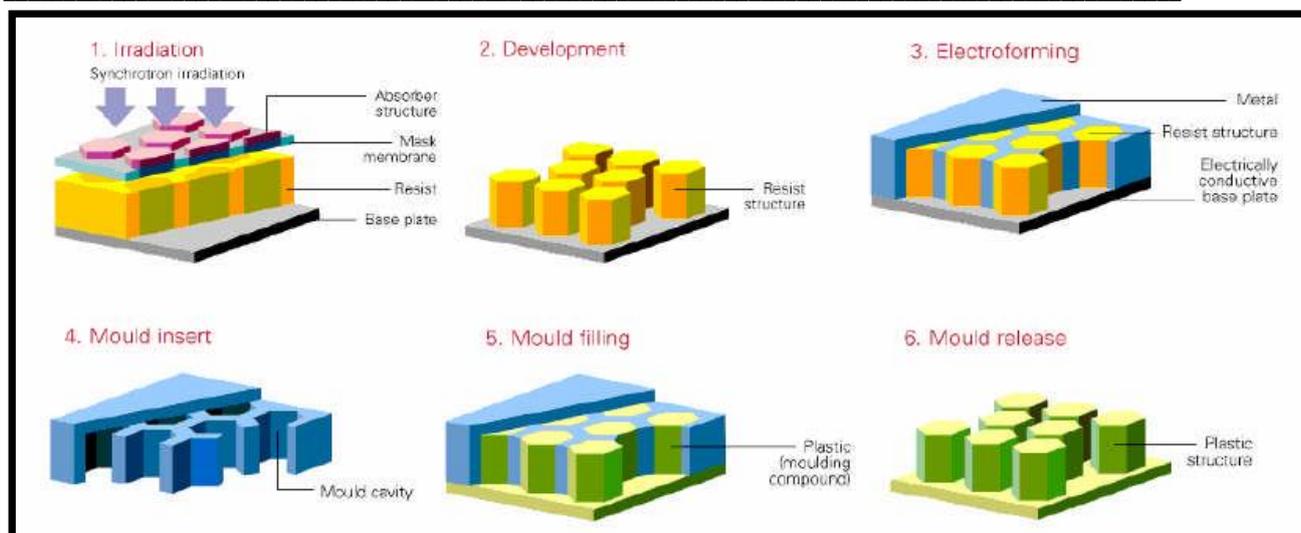


Figura 3.2.3.1. Tecnica LIGA.

3.3. BioMEMS

Tra le diverse tipologie di MEMS quelli che maggiormente ci interessano sono i BioMEMS.

BioMEMS è l'acronimo di sistemi microelettromeccanici biologici, sono dei dispositivi costituiti da parti meccaniche e elettroniche adatte per le applicazioni in ambiente biologico.

Queste strutture integrano sensori micrometrici, attuatori, micro-fluidica, micro-ottica e elementi strutturali con le tecniche computazionali e di comunicazione in modo da sviluppare applicazioni mediche che possano migliorare la salute dell'uomo.

Le principali aree di applicazione dei BioMEMS sono:

- Microsistemi chirurgici, strumenti chirurgici intelligenti micro-invasivi;
- Microsistemi diagnostici;
- Microsistemi terapeutici.

Di seguito vedremo alcuni esempi, tutti sviluppati presso l'Università del Minnesota.[14]

Microsistemi Chirurgici

È stato sviluppato un micromotore per applicazioni chirurgiche di precisione, di dimensioni specifiche al fine di adattarsi alla mano del chirurgo. Il dispositivo è composto da un cilindro in acciaio inossidabile e usa due wafer di silicio e un'asta piezoelettrica. Il suo funzionamento prevede

l'uso di un morsetto elettrostatico posto tra i due wafer di silicio per immobilizzare il micromotore, l'attuatore piezoelettrico, invece, genera sia la forza che lo spostamento. Lo spostamento del morsetto avviene grazie alle proprietà inerziali di una massa che si muove con le espansioni e contrazioni veloci e lente del materiale piezoelettrico. La transizione veloce usa l'inerzia della massa per spostare il morsetto, le transizioni lente muovono la massa tenendo fermo il morsetto. Controllando le transizioni è possibile ottenere un movimento fluido.

I microsistemi chirurgici hanno il vantaggio di permettere una chirurgia intelligente e precisa con tempi brevi di recupero del paziente.

Microsistemi Diagnostici

Per diagnosticare rapidamente una malattia è possibile utilizzare dei micro-sensori bimolecolari di riconoscimento. Questi dispositivi contengono superfici molecolari selettive sulle quali molecole coniugate si fissano producendo una variazione misurabile. È stato sviluppato un rilevatore per variazioni risonanti della massa inerziale in modo da analizzare le malattie comuni e sviluppare farmaci.

Questo dispositivo è costituito da un micro-canale lavorato all'interno di una trave incastrata sospesa, la parte interna è trattata per fissarsi alle sostanze biologiche di interesse. La trave oscilla nel vuoto grazie al pilotaggio elettrostatico, alla frequenza di risonanza f_0 . Man mano che il materiale si accumula nel micro-canale la sua massa aumenta di Δm , di conseguenza la frequenza di risonanza si abbassa di Δf , secondo la relazione:

$$\frac{\Delta f}{f_0} = S_m \Delta m$$

dove S_m è una costante proporzionale dipendente dalle dimensioni della trave.

Questi sistemi permetteranno l'immagazzinamento e l'elaborazione di una grossa quantità di dati in modo tale da prevedere lo sviluppo della malattia.

Microsistemi Terapeutici

I sistemi terapeutici permettono la gestione autonoma della salute e la consegna precisa delle medicine. Le principali tecnologie MEMS sono le micro-pompe, micro valvole e micro capillari.

Questi sistemi potranno permettere ai pazienti che affrontano delle terapie complesse una vita normale in quanto fanno sì che il paziente si autogestisca.

3.3.1. *Casi applicativi*

Esempio 1: Saggio immunologico a micromosaico

Il saggio immunologico sfrutta una caratteristica delle cellule tumorali, che è quella di sovra esprimere dei recettori sulla loro superficie con caratteristiche diverse rispetto alle cellule sane. Questa sovra espressione serve per scopi analitico-diagnostici, per cercare di individuare la presenza di cellule patologiche in un campione da analizzare.

Il concetto è quello di creare un sistema microfluidico MEMS che abbia le capacità, utilizzando anticorpi in grado di riconoscere le proteine sovra espresse dalle cellule tumorali, di legare e fissare in una zona del dispositivo dove poi possano essere individuate e quantificate.

L'oggetto in silicone ha delle cavità, dette loading pad, dove vengono caricate le cellule; poi si ha una zona, Patterned cAb, dove vengono immobilizzati gli anticorpi di cattura. Grazie a delle pompe capillari le cellule vengono aspirate attraverso dei micro-canali, in questo modo, sono obbligate a seguire un percorso definito e ad attraversare la zona con gli anticorpi patternati, se queste cellule sovra esprimono il recettore per quel determinato anticorpo si legano ad esso e si possono quantificare.

Se si osserva tramite un microscopio a fluorescenza si possono vedere come le cellule attraversano il dispositivo, si distinguono tre fasi: *Flowing*, quando le cellule si stanno muovendo, *Binding*, quando la cellula entra nella zona dove sono presenti gli anticorpi e *Immobilised*, quando la cellula si lega all'anticorpo e viene immobilizzata, vedi figura 3.3.1.2.

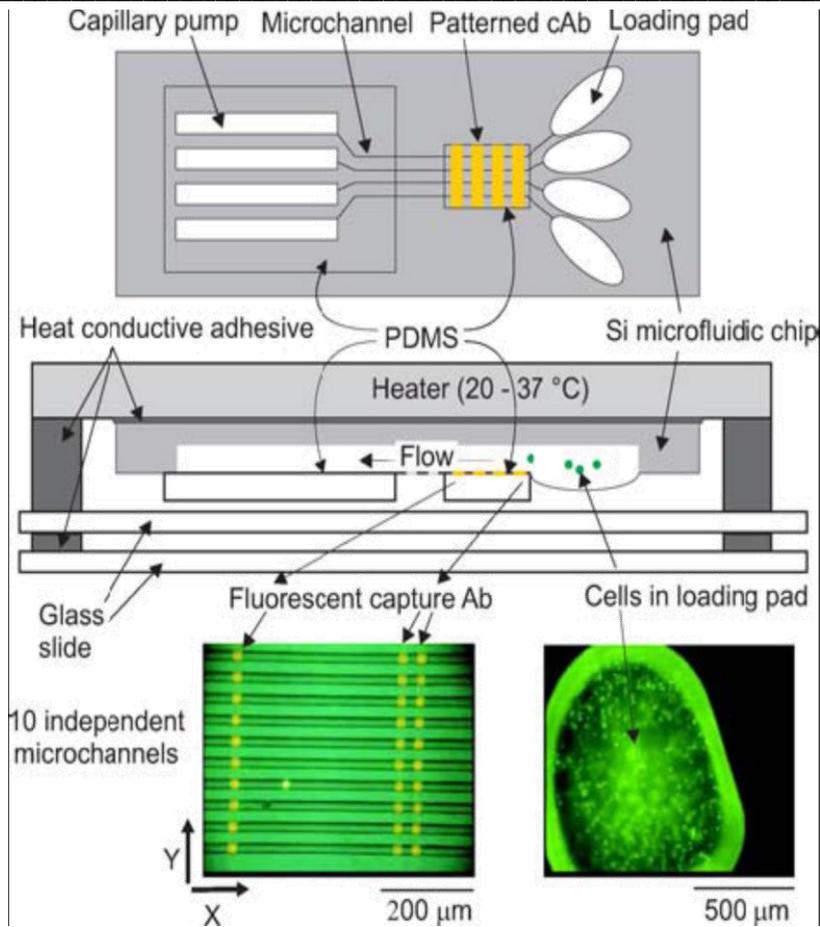


Figura 3.3.1.1 Saggio immunologico a micromosaico.

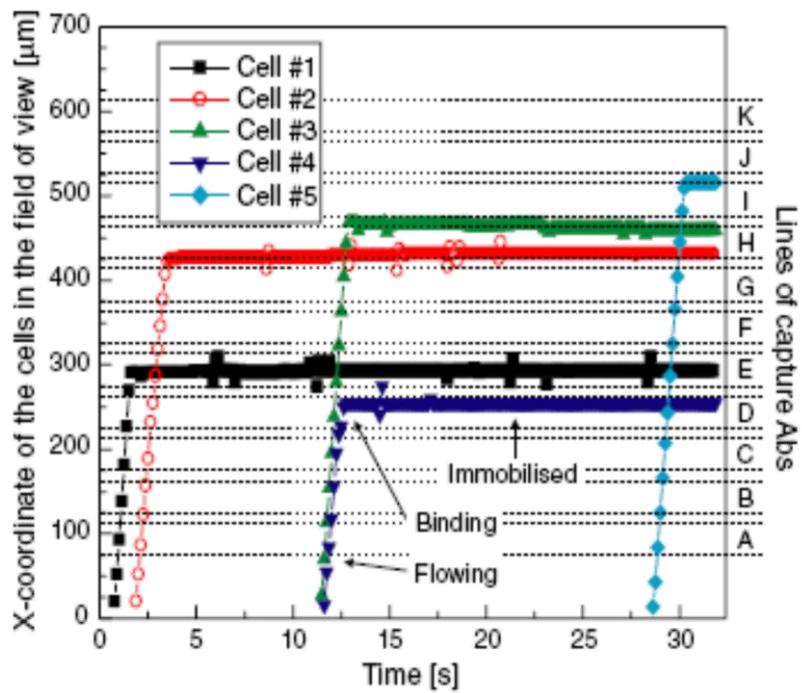


Figura 3.3.1.2 Percorso delle cellule all'interno del saggio immunologico.

Esempio 2: DNA Labchip di Agilent

Il DNA Labchip di Agilent è un dispositivo per l'analisi del DNA, che utilizza la separazione elettroforetica di frammenti di DNA su un chip.[15]

Ogni chip contiene 3 pozzetti per il caricamento del gel, 1 per il marker di peso molecolare e 12 per i campioni.

La tecnica elettroforetica separa il DNA in base al peso molecolare, cioè alla dimensione della catena, applicando un campo elettrico il DNA migra dal polo negativo a quello positivo, in quanto caricato negativamente per la presenza dei gruppi fosfati, e i frammenti di DNA più grossi fanno meno strada attraverso il gel elettroforetico perché il loro cammino è maggiormente impedito dalle loro dimensioni.

Il Labchip di Agilent viene utilizzato in particolare per rilevare la presenza di frammenti di restrizioni. La RFLP, Restriction Fragment Length Polymorphism, è una malattia genetica che porta a delle mutazioni del DNA, in particolare cambia il sito dove l'endonucleasi taglia il DNA.

Il DNA viene estratto da una fonte biologica che si vuole analizzare, una volta estratto viene tagliato dagli enzimi di restrizione, questi frammenti di DNA vengono fatti passare attraverso il gel elettroforetico; a questo punto si fa l'operazione di southern blotting per andare a identificare le molecole. Il DNA viene denaturato e trasferito su delle membrane di cellulosa o nylon, con una sonda radioattiva o fluorescente si va a vedere dove il DNA si ibridizza con l'anticorpo corrispondente. Alla fine, abbiamo un pattern elettroforetico che permette di vedere i frammenti di DNA e se sono presenti delle mutazioni, vedi figura 3.3.1.4.

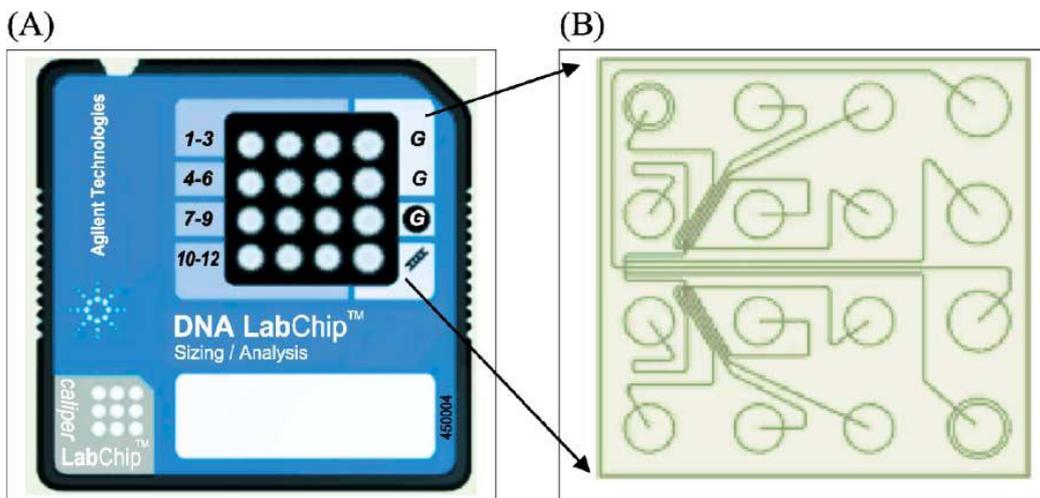


Figura 3.3.1.3 DNA Labchip di Agilent.

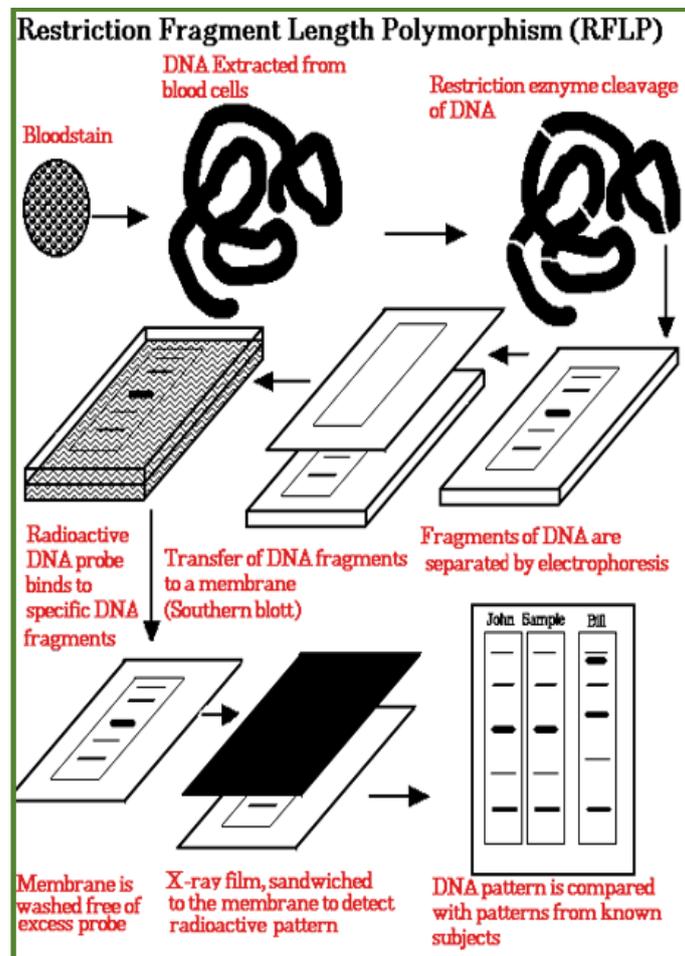


Figura 3.3.1.4 Meccanismo di estrazione del DNA per la rilevazione di RFLP.

Esempio 3: Smart Insuline Patch

Questa tecnologia consiste in un cerotto con degli aghi che penetrano la cute e rilasciano insulina in caso di iperglicemia.[16]

L'idea iniziale era quella di incapsulare con uno specifico materiale le cellule che producono insulina, ossia le cellule β ; molto importante la scelta del materiale perché queste cellule sono delicate e devono vivere all'interno di un ambiente specifico, si è visto che gel di acido ialuronico o di alginato sono dei buoni materiali per incapsulare queste cellule.

Il problema principale era che il sistema non era sensibile alle variazioni di concentrazioni di glucosio perché il segnale era troppo debole e non veniva percepito dalle cellule contenute negli aghi. Per risolvere questo problema si è pensato di creare un sistema che in caso di iperglicemia andasse a produrre ancora più glucosio in modo che venisse percepito dalle cellule β per produrre insulina.

Per fare questo vengono inserite delle capsule di gel che contengono tre enzimi: glucosio ossidasi, α -amilasi e glucoamilasi.

Il glucosio entra dentro il gel, viene ossidato dalla glucosio ossidasi, formando acido gluconico, essendo una reazione di ossidazione la concentrazione di ossigeno diminuisce e il gel si rompe liberando gli altri due enzimi; l' α -amilasi taglia il glucosio, poi interviene la glucoamilasi che da una piccola concentrazione di glucosio ne produce molto, il segnale è così sufficiente a produrre insulina.

Il gel si rompe perché essendo fatto di acido ialuronico modificato con nitro imidazolo, cioè con una parte idrofobica e una idrofilica, in acqua si dispone come micelle. Quando arriva il glucosio, la glucosio ossidasi ossida il glucosio diminuendo la concentrazione di ossigeno, il nitro imidazolo si riduce a amminoimidazolo che è idrofilico, quindi il gel si rompe e rilascia il contenuto.



Figura 3.3.1.5 Smart Insulin Patch.

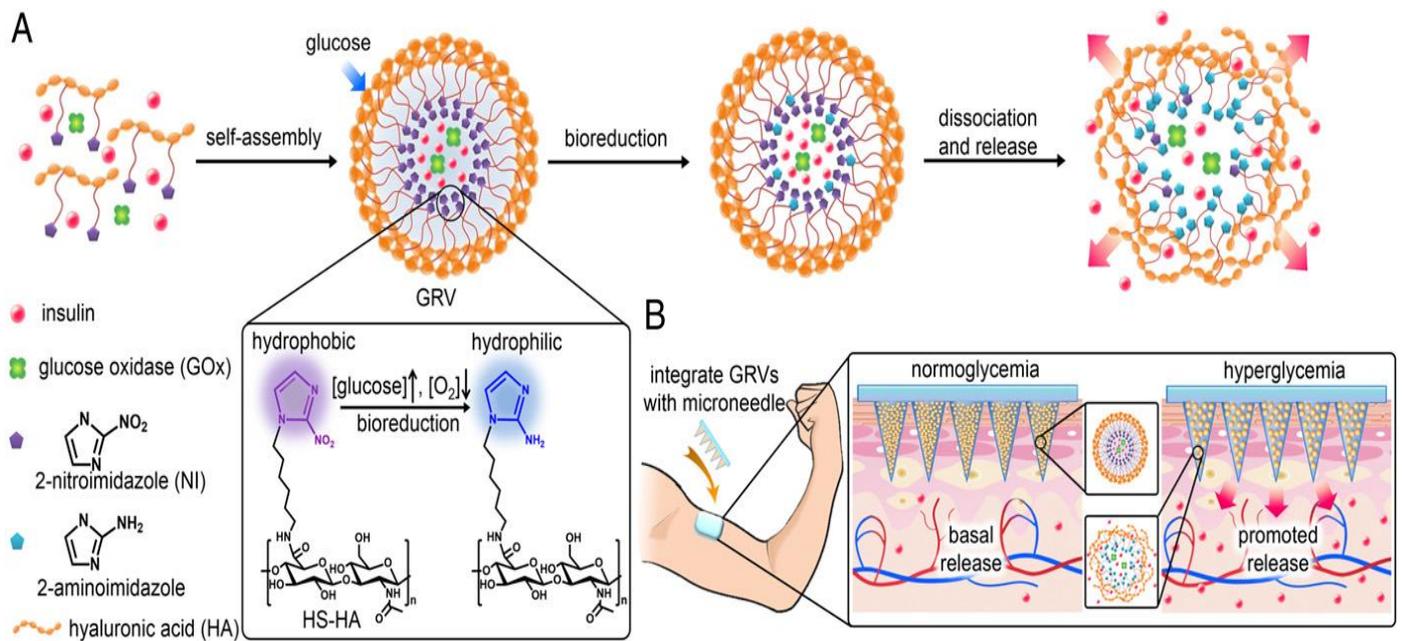


Figura 3.3.1.6 Sistema di amplificazione del segnale.

Esempio 4: Dispositivo per il riconoscimento delle cellule del carcinoma mammario

Questo chip microfluidico sfrutta il riconoscimento mediante anticorpi di proteine sovra espresse dalla membrana cellulare.

La progettazione del dispositivo prevede un processo di fotolitografia.

Dopo aver progettato il design del dispositivo, figura 3.3.1.7., attraverso le tecniche fotolitografiche viene fabbricata la maschera, il chip in silicone viene assemblato insieme alla maschera e all'interno dei canali microfluidici formatosi si inseriscono gli anticorpi patternati, per il riconoscimento delle proteine sovra espresse, si fanno passare le cellule in questi canali e se presentano le proteine si ibridizzano con gli anticorpi.

È molto importante tenere conto sia dell'anticorpo da scegliere che della velocità con cui far passare le cellule nei micro-canali.

Per quanto riguarda l'anticorpo è importante scegliere quello che ha la massima selettività per quella proteina, la velocità di flusso, invece, è importante perché aumentando il flusso diminuisce il numero di cellule immobilizzate.

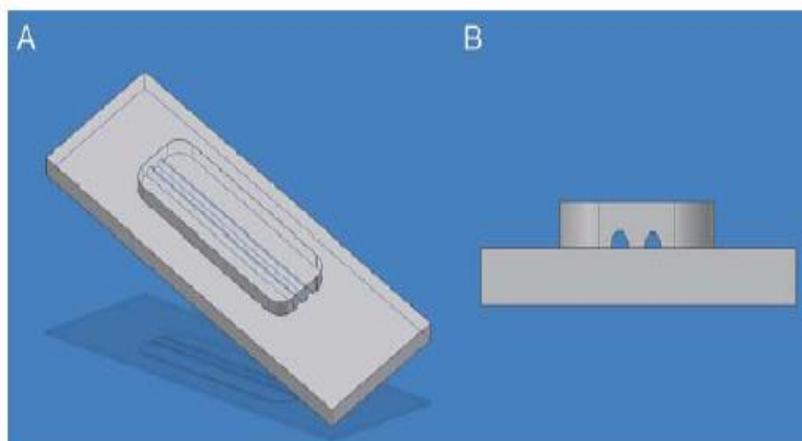


Fig. 2 PDMS chip design. The chip pattern was designed using Autodesk Inventor. The microfluidic chips were fabricated using a PDMS elastomer and curing agent. Negative photolithography techniques were

used to fabricate the mold (Juodkazis et al., 2005). The overall channel length was 2.0 cm long, 500 μm in diameter, and 500 μm deep. Panel A, top view and Panel B, front view

Figura 3.3.1.7 Dispositivo

3.4. Sensori piezoelettrici Biomedicali

Ora entreremo più nello specifico nell'argomento di nostro interesse. Il nostro obiettivo è la realizzazione di un sensore che sfrutti le caratteristiche di un materiale piezoelettrico, di trasformare una sollecitazione meccanica in una grandezza elettrica. In particolare, di trasformare una vibrazione in una tensione elettrica, utilizzabile per aumentare l'autonomia di determinate apparecchiature; inoltre questo nostro sensore deve essere applicabile al corpo umano, quindi è importante utilizzare materiali piezoelettrici che siano biocompatibili.

Di seguito verranno esposti alcuni esempi di interesse per questa Tesi.

Per iniziare vedremo come i materiali piezoelettrici biocompatibili vengono utilizzati per applicazioni nei sistemi biomedici.[17]

Un esempio molto utilizzato sono i **nano generatori**.

Vengono fabbricati i primi nano generatori basati su nanowires di ZnO allineati su un substrato di $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, nel 2006. I nano generatori piezoelettrici si basano sull'effetto piezoelettrico di convertire energia meccanica in energia elettrica, per questo motivo inizialmente venivano usati per raccolta di energia. Successivamente, note le possibilità dei materiali piezoelettrici biocompatibili, grazie alla loro buona piezoelettricità, non tossicità e conseguente biocompatibilità, sono diventati una buona scelta per diverse applicazioni.

In particolare, l'utilizzo di materiali piezoelettrici biocompatibili permette di sfruttare i virus come template per la realizzazione del dispositivo.

Ad esempio, nel 2012 è stato utilizzato un fago M13 auto-assemblato per fabbricare un nano generatore piezoelettrico a base di virus, e il nano generatore ha prodotto una corrente di 6 nA e una tensione di 400 mV.

Un generatore piezoelettrico basato su nano-pilastri di fago M13 è stato sviluppato gonfiando fasi allineate verticalmente in modelli porosi (figura 3.4.1. (a)). La tensione di uscita dei nano generatori basati sui fago M13 è stata potenziata dall'ingegneria con quattro fagi di glutammato (E) caricati negativamente attraverso una tecnologia del DNA ricombinante. Il nano-pilastro 4E basato su nano

generatori piezoelettrici ha generato una tensione di uscita media di 232 mV e una corrente di 11.1 nA, che erano ~ 3 volte superiore rispetto ai nano-pilastrati di fagi selvaggi.

I fagi M13 sono stati utilizzati come modello per guidare la crescita dei nano-cristalli anisotropi BaTiO₃ per la fabbricazione di nano-generatori. Questo template flessibile ha prodotto una tensione di uscita elevata di ~ 6 V e corrente di ~ 300 nA (figure 3.4.1. (b) e (c)).

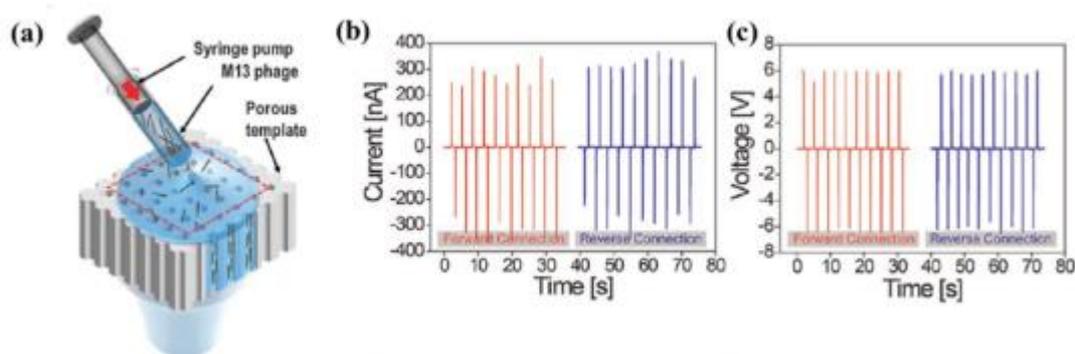


Figura 3.4.1 (a) Diagramma schematico di assemblaggio dei fagi M13, (b) Misure relative al template finale per la corrente di cortocircuito e (c) tensione a circuito aperto

Un altro esempio sono i **sensori**.

I biomateriali piezoelettrici vengono utilizzati nei biosensori.

Diverse nano strutture peptidiche vengono integrate nei biosensori per la rilevazione di fenolo, e la sensibilità è stata significativamente migliorata grazie all'aggiunta di nano-foreste di FF peptidi, considerabili come un array di nano strutture auto assemblanti.

I biosensori con elettrodi con rivestimento nano-forestale FF erano 17 volte più sensibili dei sensori con elettrodi non rivestiti a causa dell'enorme superficie delle nano-foreste. Erano anche più sensibili dell'elettrodo modificato con nanotubi di carbonio, dell'elettrodo modificato con nanotubi di peptide FF e dei sensori composti a base di nanotubi FF/CNT.

I sensori basati su nanostrutture FF sono stati utilizzati per la rilevazione cellulare. È stato sviluppato un sensore amperometrico alla dopamina basato sul polipirrolo FF nanofilo / polipirrolo. Tali sensori hanno raggiunto un elevato valore limite di rilevazione di 3,1 μM, che era

vicino alla concentrazione di dopamina nei sistemi in vivo. Inoltre, è stato ottenuto un valore elevato di 100 μA per la rilevazione amperometrica della dopamina.

In virtù della compatibilità ambientale, della semplicità del processo e del trattamento a bassa temperatura, la tecnologia di stampa 3D ha attirato sempre maggiore attenzione. Recentemente, la tecnologia di stampa 3D è stata utilizzata per fabbricare un sensore basato sul 10% di nanoparticelle di titanato di bario (BaTiO_3) e di nanocompositi in PVDF.

Il sensore ha riportato e prodotto una tensione di 4 V quando veniva premuto, 10 volte in più della tensione di un sensore base. Il miglioramento delle prestazioni del sensore è dovuto al miglioramento delle proprietà piezoelettriche intrinseche del film di PVDF. Le cariche piezoelettriche BaTiO_3 del 10% in peso aggiunto nel PVDF svolgono il ruolo di attivazione meccanica, per l'aumento dei momenti di dipolo.

Su questo argomento, di seguito, si avrà una panoramica più approfondita. [18]

Si sviluppa un sistema di materiali stampabili in 3D con proprietà piezoelettriche intrinseche, per fabbricare in un unico processo di stampa, un unico passaggio, sensori integrabili, senza necessità di trattamenti post realizzazione, tra i quali poling⁵, normalmente utilizzati per migliorare le proprietà piezoelettriche.

Questo nuovo metodo per la realizzazione di sensori integrati è importante per la creazione di un'ampia gamma di strutture intelligenti.

In questo esperimento si studia l'effetto dell'aggiunta di nanoparticelle di titanato di bario, in nucleazione piezoelettrica β - polimorfo, in fluoruro di polivinilidene (PVDF) stampabile in 3D, e la fabbricazione di strato per strato di strutture piezoelettriche autoportanti su una scala da micro a millimetro mediante stampa 3D assistita con evaporazione di solvente a temperatura ambiente.

⁵ È una tecnica che consiste nell'applicazione di un forte campo elettrico nel materiale piezoelettrico per allineare i dipoli e aumentare le loro proprietà.

La formulazione del nanocomposito ottenuta possiede un coefficiente piezoelettrico, d_{31} , di 18 pC N^{-1} , paragonabile a quello dei tipici sensori commerciali a film di PVDF in forma "poled and stretched".

Un sensore a contatto 3D che genera fino a 4V con leggeri sfioramenti delle dita dimostra l'efficacia della tecnica di fabbricazione.

La stampa 3D in un unico passaggio può ottenere nanocompositi piezoelettrici che sono utilizzati per formare dispositivi piezoelettrici leggeri, di forma complessa, flessibili e pronti all'uso. Se combinati con altri materiali stampabili in 3D, possono servire come sensori autonomi o incorporati in applicazioni aerospaziali, biomediche e robotiche.

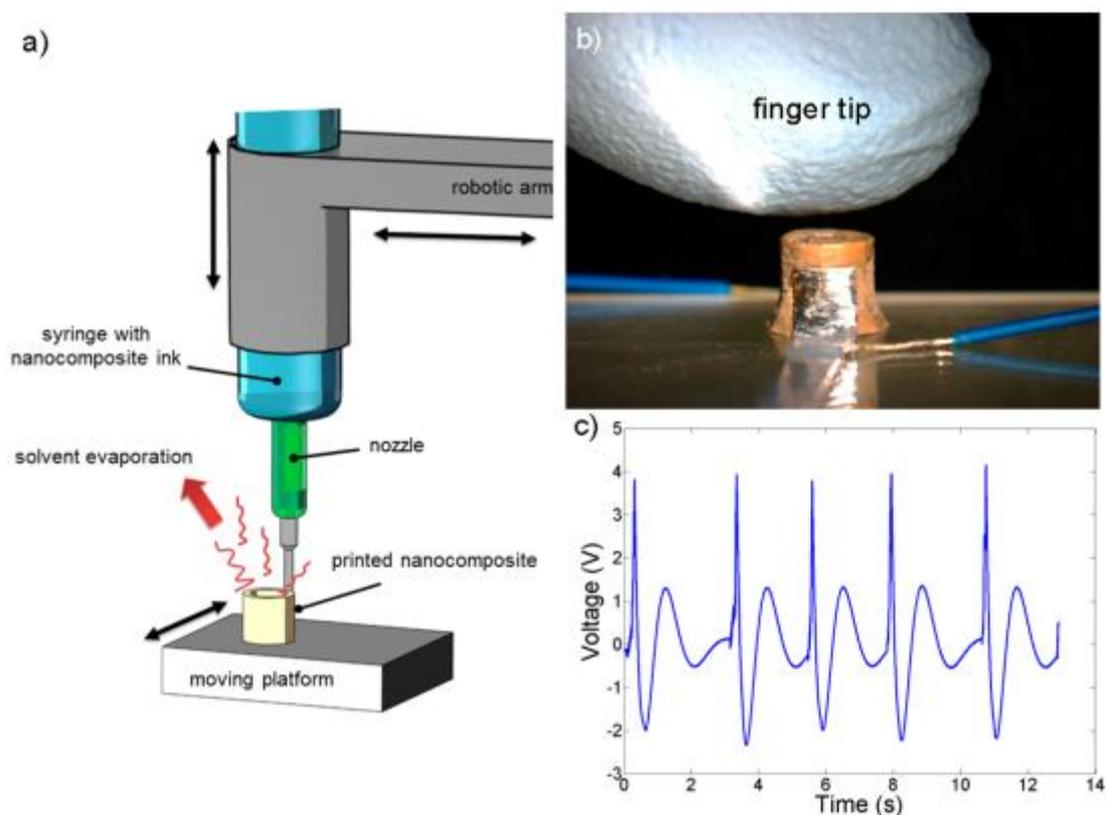


Figura 3.4.2 (a) Processo di stampaggio 3D assistito con evaporazione del solvente, (b) Sensore durante il test di pressione con il dito, (c) Tensione in uscita dal sensore dopo 5 tocchi consecutivi con il dito.

Come ultimo esempio si parlerà di un sensore piezoelettrico altamente sensibile al campo magnetico sottoforma di diapason. [19]

Questo studio riporta la creazione di un sensore di campo magnetico a bassa frequenza altamente sensibile, basato su un multiferroico composito costituito da un niobato di litio bidominio/laminato di metacrilato a forma di diapason.

È stata ottenuta un'efficiente soppressione dei rumori acustici e termici nelle misurazioni dei campi magnetici in corrente alternata. Come componente piezoelettrico si è utilizzato un singolo cristallo al litio niobato tagliato a $y + 128^\circ$; un foglio di metglas (che funge da componente magnetostrittivo) è stato incollato in modo asimmetrico ad ogni dente del diapason. Il sensore ha dimostrato un aumento di 6,7 volte maggiore della sensibilità ai campi magnetici rispetto ad un sensore magnetolettrico a piastra singola (ME): il limite di rilevazione del campo magnetico è stato aumentato da 20 pT a 3 pT ad una frequenza di circa 318 Hz, senza alcuna schermatura aggiuntiva dai rumori esterni. Inoltre, si è osservato che i vantaggi dei sensori ME basati sul niobato di litio bidominio rispetto a quelli basati su PZT o PMN-PT sono una stabilità termica molto più elevata, effetto piezoelettrico anisteretico, grande resistenza allo scorrimento, natura senza piombo e processo di fabbricazione semplice ed economico.

In conclusione, l'utilizzo di un cristallo di niobato di litio bidominio permette la soppressione dei rumori e quindi la diminuzione delle interferenze ed è molto più sensibile alle basse frequenze, permettendo così buone applicazioni in ambito biomedico.

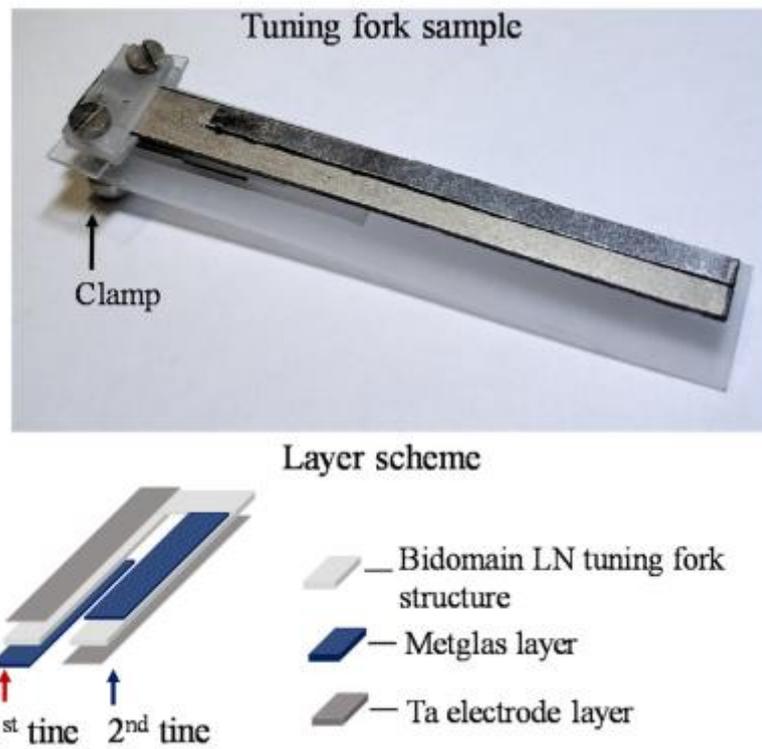


Figura 3.4.3 Dispositivo a forma di diapason

3.5. Stampa 3D

Lo sviluppo di un prodotto tramite la tecnologia di stampa 3D avviene per strati detti layers. La stampante procede alla creazione del primo livello e solo quando è completo procede alla creazione dei livelli successivi, fino a completare il prodotto. A seconda della grandezza del prodotto si possono avere migliaia di layers di materiale sovrapposti[20].

La bontà del prodotto stampato dipende da due fattori:

- Risoluzione;
- Spessore del layer.

La risoluzione è molto importante perché permette di avere un prodotto il più possibile fedele al progetto, di fatti se la risoluzione fosse bassa, si verrebbero a creare delle forme poco definite e il bordo risulterebbe irregolare. Lo spessore è ugualmente importante perché più gli strati sono sottili più la superficie esterna risulterà uniforme. Alla maggior definizione del prodotto però corrisponde un maggior tempo di realizzazione, per questo motivo, a seconda delle esigenze, si sceglierà di impiegare più tempo e avere una risoluzione maggiore o impiegare meno tempo e avere un prodotto meno definito nei suoi particolari.

L'utilizzo della stampa 3D facilita il processo di creazione di prodotti complessi, cioè complessi nelle forme e nelle geometrie. Di fatti nella produzione tradizionale prodotti di questo tipo vengono realizzati in pezzi e poi assemblati, con la stampa 3D questo non è necessario.

Infatti, viene creato un disegno CAD 3D su computer e poi mandato in stampa alla stampante 3D, che attraverso il meccanismo di deposizione layer su layer crea contemporaneamente le parti del prodotto, ottenendo così l'oggetto finale in un'unica volta.

Un altro aspetto importante è la riduzione degli sprechi, tramite la stampa 3D è possibile utilizzare solo la quantità di materiale necessaria alla realizzazione del pezzo. Per questa ragione la stampa 3D viene anche definita *additive manufacturing*, cioè il prodotto è creato depositando o solidificando solo il materiale necessario, riducendo così gli sprechi.

Di seguito verrà esposta una particolare tecnica di additive manufacturing, il *binder jetting*.

3.5.1. *Binder Jetting*

La tecnica di binder jetting permette la realizzazione di parti ceramiche o metalliche con livelli di dettaglio e finitura senza precedenti, offrendo vantaggi fisici e geometrici.

A differenza delle tecniche comuni di additive manufacturing la binder jetting, o nanoparticle jetting, usa, al posto delle polveri, delle sospensioni liquide contenenti nanoparticelle solide di materiali di costruzione e di supporto selezionati. Queste sospensioni sono contenute all'interno di cartucce che vengono inserite nella macchina, con l'utilizzo di ugelli vengono vaporizzate sul vassoio di costruzione, che tramite la sovrapposizione di strati ultrasottili realizza il pezzo molto dettagliato. Il processo avviene a temperature elevate, intorno a 300°C, in modo da far evaporare la parte liquida e permettere la solidificazione dello strato depositato.

Questa tecnica permette di utilizzare solo il quantitativo di materiale necessario riducendo gli sprechi. Dopo la produzione del pezzo la struttura di supporto si disintegra senza danneggiarlo, questo riduce la necessità di una post-lavorazione. Infine è necessario un breve processo di sinterizzazione per ottenere la struttura finale con un elevato livello di dettaglio e accuratezza.[21]

Capitolo 4

4. Materiali e Metodi

4.1. Introduzione

L'obiettivo di questa attività sperimentale è ottenere un film sottile con proprietà piezoelettriche. È stata fatta un'indagine preliminare di deposizione mediante sputtering reattivo di nitruro di alluminio (AlN).

I materiali utilizzati sono:

- Target di Alluminio
- Azoto
- Silicio

Si utilizzano un target di Al e un gas, l'azoto, e si fanno reagire all'interno della macchina. Questa tecnica, cioè lo sputtering reattivo⁶, sfrutta la formazione di ioni liberi di Al e N₂ all'interno della camera a vuoto, e la loro interazione per formare il nitruro di alluminio. All'interno della camera a vuoto avviene la deposizione chimico-fisica del materiale su un substrato.

La deposizione avviene per eccitamento della sorgente del materiale, il target, da parte di ioni energetici sulla sua superficie. Gli ioni del target, così eccitati, vaporizzano e trovano atomi di gas, nel nostro caso azoto, con cui reagiscono, arrivano fino al substrato dove si depositano.

È molto importante la scelta del substrato per ottenere il migliore risultato, in questo caso viene scelto il silicio monocristallino. I wafer di silicio vengono tagliati lungo diversi piani cristallografici.

In letteratura è riportato che il piano più compatibile con AlN è il silicio (100)⁷.

⁶ Vd. Capitolo 2

⁷ Vd. Capitolo 1

La scelta di utilizzare come materiale l'AlN è stata una prova, senza sperimentazioni precedenti a sostegno, si è depositato il materiale amorfo e successivamente, tramite trattamenti termici di annealing, si è cercato di farlo cristallizzare per ottenere il materiale nella sua forma piezoelettrica.

Si sono svolte prove, variando alcuni parametri per vedere come influivano sul risultato.

In particolar modo sono stati variati la percentuale di azoto rispetto all'argon inserito nel macchinario, il tempo di deposizione e la potenza di lavoro. Il modo in cui influenzano la struttura cristallina del prodotto finale è esposto nella parte bibliografica relativa al nitruro di alluminio nel capitolo 1.

La parte pratica di questa attività di tesi è stata caratterizzata dalla realizzazione di un film sottile di Nitruro di Alluminio su un substrato di Silicio e dalla sua successiva caratterizzazione dal punto di vista morfologico e strutturale.

Una parte dell'esperienza ha avuto luogo presso la Trustech s.r.l. di Chivasso (TO), dove è avvenuta la fase di deposizione del materiale e la sua caratterizzazione con il profilometro, un'altra parte presso il Politecnico di Torino, più precisamente, presso il Chilab è stato svolto il post-annealing e presso il dipartimento Scienza Applicata e Tecnologia, DISAT, le misure con il diffrattometro a raggi X.

Si riporta la descrizione dei procedimenti adottati per la deposizione mediante la tecnica di sputtering reattivo.

4.2. Preparazione dei campioni

I campioni sono stati preparati mediante sputtering reattivo con un “Pro line PVD 75” della Kurt J Lesker Company, in figura 4.2.1. [22]



Figura 4.2.1. Pro Line PVD 75

Come substrato si è scelto di utilizzare silicio monocristallino di dimensioni circa 1cmX1cm.

I campioni sono stati fissati con nastro adesivo in kapton, materiale idoneo per trattamenti in vuoto, ad un supporto compatibile con lo sputter.

Preliminarmente, il substrato è stato lavato con acetone e alcol etilico, in modo da rimuovere dalla sua superficie eventuali impurità.

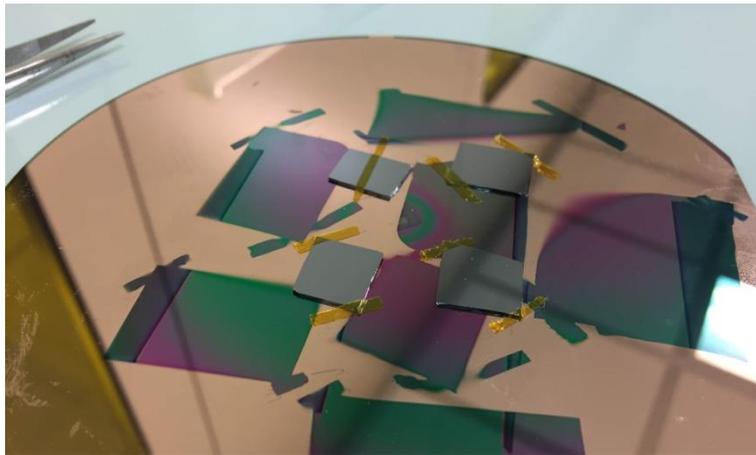


Figura 4.2.2. Campioni di substrato

Per la deposizione reattiva si è utilizzato un target in alluminio e come gas di processo Argon e Azoto. L'Ar è un gas inerte che, sottoposto a un forte campo elettromagnetico, ha la funzione di "bombardare" il target staccando cluster di pochi atomi. N₂ ha la funzione di reagire con questi cluster per formare composti di Al e N₂.

Il processo di deposizione avviene quando si è raggiunto un vuoto di 10⁻⁶ bar, in modo da ripulire la camera da O₂ e impurità. La pressione dei gas di processo è stata fissata a 2mTorr come compromesso tra velocità di deposizione, più è bassa la pressione, maggiore è la velocità di deposizione, e stabilità del plasma, minore è la pressione più è instabile il plasma.

Prima di procedere con la deposizione vera e propria si deve effettuare una pulizia del target, questa fase è conosciuta come fase di pre-sputtering, necessaria per asportare eventuali impurezze sulla superficie del target di alluminio, come lo strato di ossido. La potenza viene portata a 150 W, con un ramp rate pari a 1W/s. Il pre-sputtering si esegue con shutter chiuso e Ar come gas di processo per 10 min. I parametri di processo li troviamo nella tabella 4.2.1.

Pressione	2 mTorr
Potenza	150 W
Tempo	10 min

Tabella 4.2.1. Parametri pre-sputtering

Per la deposizione viene lasciato fluire l'azoto all'interno della camera da vuoto e il target di alluminio viene scoperto.

L'andamento della deposizione viene monitorato con un sensore di quarzo piezoelettrico in grado di contare le particelle che vi si depositano sopra. Questo sensore indica lo spessore raggiunto e il rate di deposizione. Ogni materiale ha bisogno di una taratura specifica, che dipende dalle proprietà fisiche del film depositato, tra cui la densità. In questo caso non era possibile la calibrazione, quindi sono state fatte delle prove per raggiungere uno spessore adatto alle caratterizzazioni.

Per trovare le corrette condizioni di deposizione sono stati fatti variare alcuni parametri. In primo luogo, la percentuale di N_2 , utilizzando 25%, 50% e 75%. Il macchinario funziona impostando un flusso di Argon, di cui una percentuale può essere sostituita con un gas reattivo, Azoto, in modo da mantenere la pressione in camera dei gas costante. In contemporanea sono state svolte le prove cambiando il tempo di deposizione.

Queste prove sono state effettuate mantenendo costante la potenza, $P=150W$, e la pressione di Argon, $p=2mTorr$. Solo una prova è stata effettuata con una potenza di 180W.

Per ogni prova sono stati ottenuti 4 campioni uguali che serviranno in seguito per valutare lo spessore medio ottenuto tramite il profilometro. Nella tabella 4.2.2. troviamo i run (prove) svolti e i vari parametri.

Run	% N_2 /Ar	Minuti	Potenza(W)
1	25	20	150
2	25	90	150
3	25	50	150
4	50	50	150
5	50	100	150
6	50	100	180
7	75	150	150
8	75	100	150

Tabella 4.2.2. Parametri prove svolte

I film così depositati sono stati caratterizzati, e in accordo con la letteratura, risultano amorfi.

L'annealing ha la funzione di dare sufficiente mobilità ed energia agli atomi per passare dalla struttura amorfa (instabile) a cristallina (stabile).

Per questo si è proceduto facendo dei trattamenti termici sui campioni con la tecnica Rapid Thermal Annealing (RTA).

4.3. RTA

Per fare questo si è utilizzato il macchinario “SSI Solaris 100 RTA System” che permette un trattamento termico rapido.



Figura 4.3.1 SSI Solaris 100 RTA System

Il campione veniva inserito all'interno del macchinario, dopo aver fatto una calibrazione, e sottoposto a un'elevata temperatura 700-900°C, per tempi brevi, circa 5 minuti.

Il trattamento termico è stato condotto in atmosfera ricca di Azoto.

4.4. Caratterizzazione film sottile

4.4.1. Profilometro

Lo spessore dei film depositati è stato misurato con un profilometro meccanico di contatto Veeco Dektak 150.

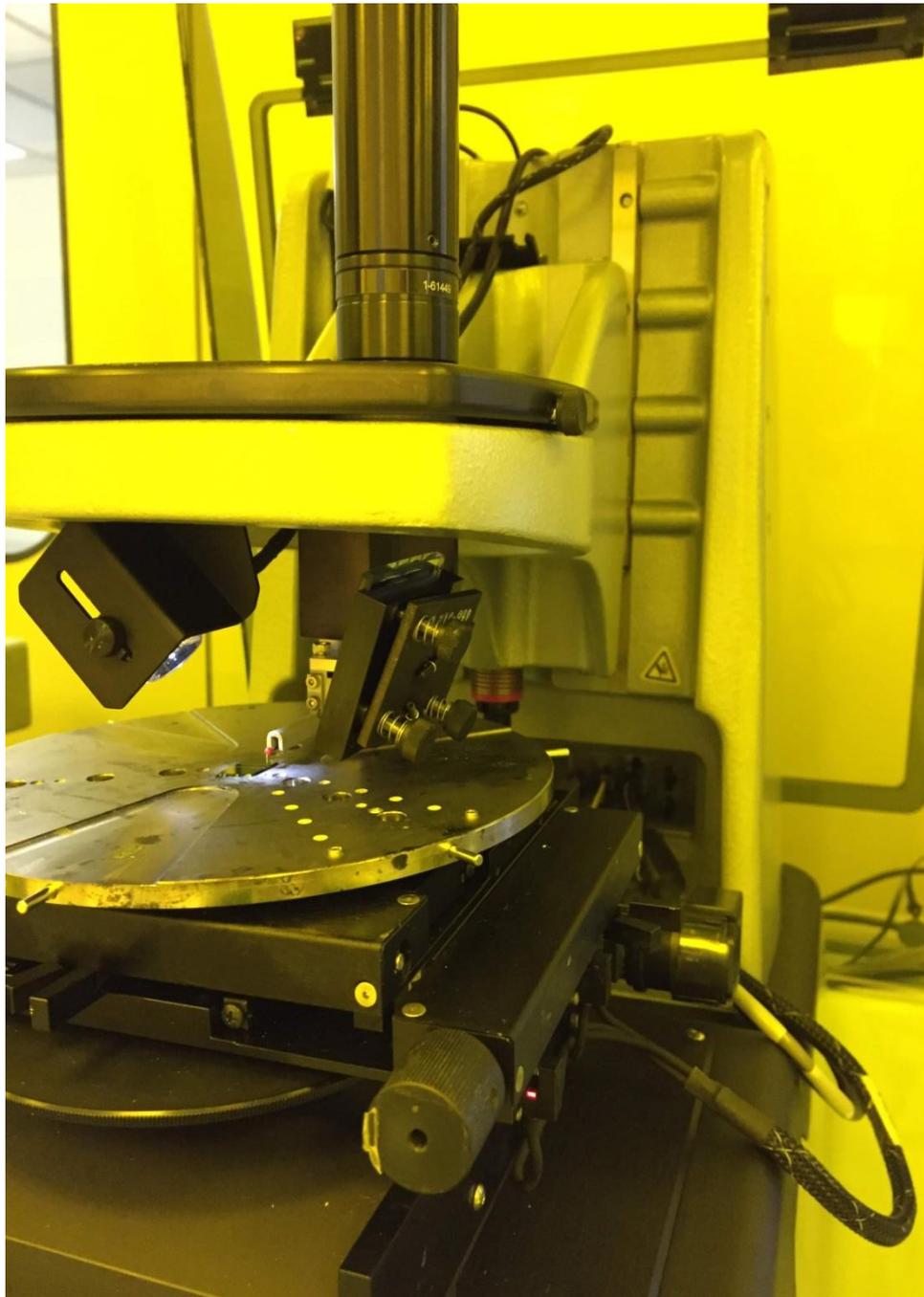


Figura 4.4.1.1 SSI Profilometro

Durante la scansione la posizione in altezza dello stilo genera un segnale analogico, rilevato tramite dei sensori elettromagnetici, il quale viene convertito in un segnale digitale ed inviato ad un monitor, in cui viene visualizzato un grafico rappresentante la variazione di posizione verticale dello stilo in funzione della distanza percorsa in senso orizzontale, vedi figura 4.4.1.2.

Durante la deposizione veniva mascherata una parte del campione con Kapton, in questo modo nella zona sottostante non veniva depositato il materiale. Questo procedimento è necessario per misurare lo spessore del film depositato tramite il profilometro. Di fatti si è creato uno scalino che viene misurato. Per ottenere lo spessore medio del film si effettuano diverse misure, posizionando lo stilo in punti diversi dei campioni. Nella tabella 4.4.1.1. troviamo i parametri della scansione.

Raggio dello stilo [um]	12,5
Lunghezza di campionatura [um]	1000
Durata della scansione [s]	60
Risoluzione [um/sample]	0.056

Tabella 4.4.1.1. Parametri della scansione

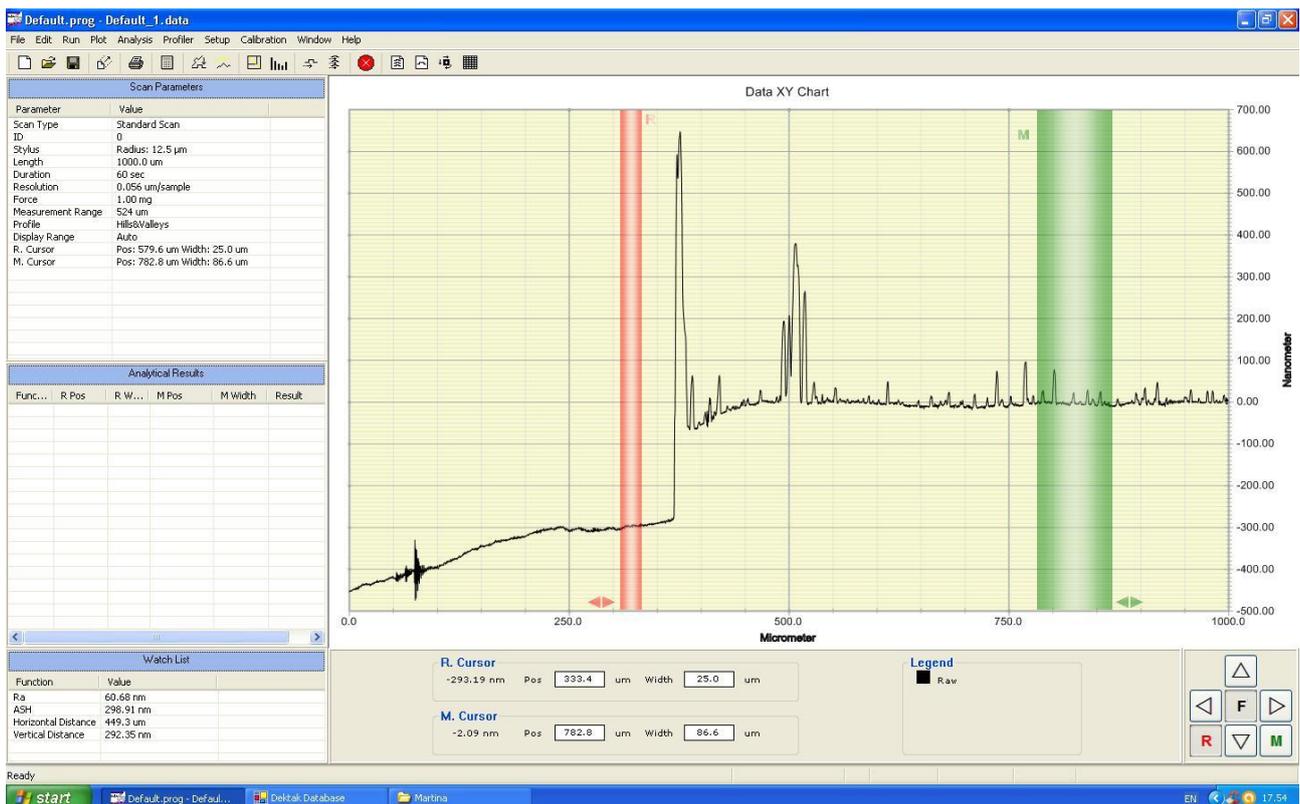


Figura 4.4.1.2 Distribuzione di spessore del film

4.4.2. Diffrazione a raggi X (XRD)

L'analisi cristallografica dei campioni è stata fatta mediante XRD, diffrazione a raggi X. L'XRD è una tecnica di caratterizzazione superficiale, non distruttiva.[23]

Permette di ricavare informazioni sul tipo di struttura cristallina del campione, informazioni sullo strato superficiale, come la formazione di ossidi, transizioni di fase, ricristallizzazione. Fornisce, inoltre, un'analisi della direzione di crescita dei cristalli e un'analisi qualitativa dello stato di compressione o tensione del materiale. In questo caso è stato usato per determinare la struttura cristallina dei materiali depositati.

L'XRD sfrutta una sorgente di raggi x che sono radiazioni elettromagnetiche ad alta energia, aventi una lunghezza d'onda compresa tra 10^{-9} e 10^{-12} m.

La diffrazione è un fenomeno che si verifica quando un impulso ondulatorio attraversa delle fenditure di dimensioni confrontabili con la sua lunghezza d'onda; consiste nella modifica della direzione di propagazione dell'onda incidente sulla fenditura. Le estremità della fenditura agiscono come sorgenti di radiazioni. Essendo un cristallo un sistema periodico e le distanze interatomiche sono confrontabili con la lunghezza d'onda dei raggi x, posso considerare un cristallo come un insieme di fenditure che fungeranno da sorgenti di radiazioni.

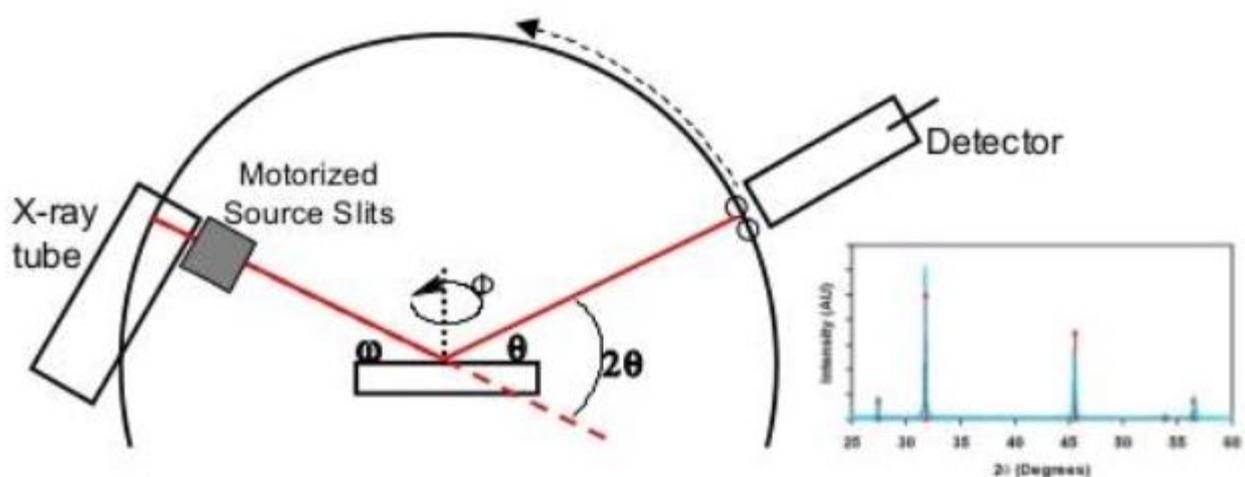


Figura 4.3.2.1 Impianto XRD e pattern di diffrazione

I dati ottenuti da una misura di diffrazione a raggi X sono rappresentati nel pattern di diffrazione o diffrattogramma. Ogni materiale ha un diffrattogramma con dei picchi caratteristici catalogati in librerie.

L'aspetto di un diffrattogramma dipende dalle caratteristiche strutturali superficiali del materiale campione, nel nostro caso permette di valutare se il film depositato è amorfo o cristallino. Il diffrattogramma di un materiale amorfo non presenta picchi, i cristallini, invece, presentano picchi tanto più definiti e alti quanto più i grani sono grandi.

4.5. Risultati e discussione

Non avendo prove precedenti su cui basarsi si sono rese necessarie alcune calibrature dello spessore finale. Lo spessore della prima deposizione, di durata $t=20$ min, è risultato troppo piccolo, è stato quindi aumentato il tempo a 50,90,100,150 minuti, in base agli spessori misurati, per ottenere film confrontabili.

Con il profilometro, è stato poi verificato lo spessore del film, vedi tabella 4.5.1.

Run	%N ₂	Minuti	Potenza(W)	Spessore(nm)	Rate(Å/s)
1	25	20	150	23	0,19
2	25	90	150	235,2	0,44
3	25	50	150	124,45	0,41
4	50	50	150	La prova non ha portato a dei risultati attendibili	
5	50	100	150	173,94	0,29
6	50	100	180	249,34	0,42
7	75	150	150	307,46	0,34
8	75	100	150	194,66	0,32

Tabella 4.5.1. Risultati profilometro

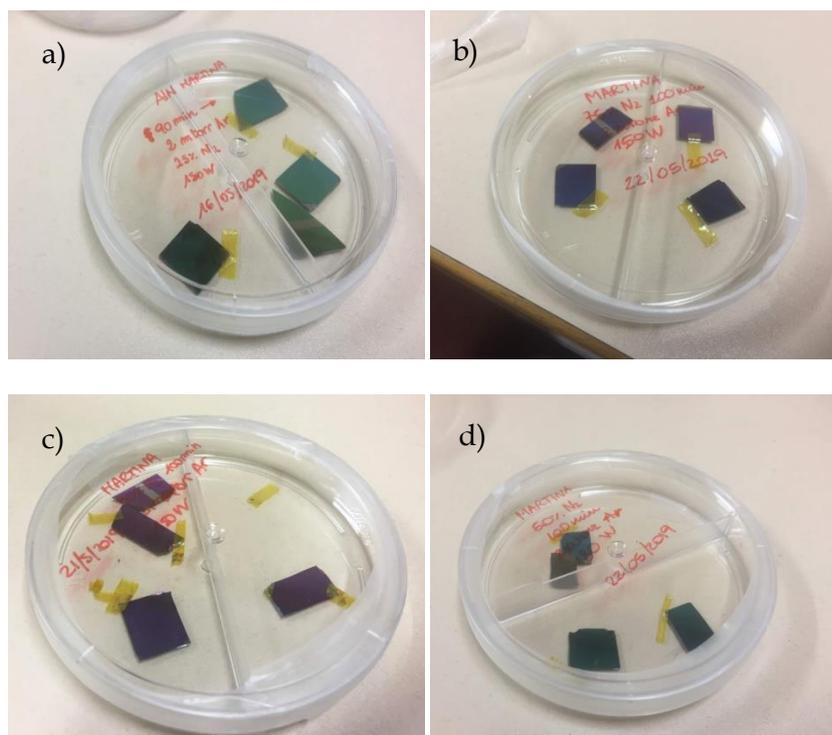


Figura 4.5.1. a) Prova1: 25% N₂, 150W,90 min; b) Prova2: 75% N₂, 150W,100 min; c) Prova3: 50% N₂, 150W,100 min; d) Prova4: 50% N₂, 180W,100 min

Degli otto campioni ottenuti ne abbiamo scelti quattro, quelli riportati in figura 4.5.1., i primi tre sono stati selezionati in modo che avessero uno spessore il più possibile simile, come si evince dalla tabella 4.5.2. il quarto invece è stato scelto più spesso al fine di osservare se i risultati ottenuti fossero differenti.

I campioni 2, 5, 6 e 8 sono stati analizzati con XRD. Gli spettri presentano un picco molto definito intorno ai 34 gradi, chiaramente relativo al monocristallo di silicio usato come substrato. L'assenza di altri picchi significativi indica che il materiale depositato è amorfo, per questo motivo è necessario un trattamento termico.

4.5.1. Annealing

Successivamente, presso il ChiLab a Chivasso sono state svolte le prove di annealing.

Sono state fatte le prove su tre campioni differenti, ottenuti nelle medesime condizioni, a tre temperature diverse.

È stato scelto il campione più ricco di azoto.

Campione: 75% N₂, 150 W, 100 min

Campione	Prova	Tempo di calibrazione (s)	Azoto (slm)	Durata della prova (min)	Temperatura(°C)	Risultato
AIN-75%-100-150-700-BB	1	90	3	5	700	Colore viola ⁽¹⁾
AIN-75%-100-150-800-BB	2	90	3	5	800	Colore viola ⁽²⁾
AIN-75%-100-150-900-BB	3	90	3	5	900	Colore viola ⁽³⁾

Tabella 4.5.1.1. Risultati Annealing

Si può osservare dalla figura 4.5.1.1. che il trattamento termico RTA fa cambiare colore al campione, si passa dal blu al viola, questo significa che ha riorganizzato la sua struttura cristallina.

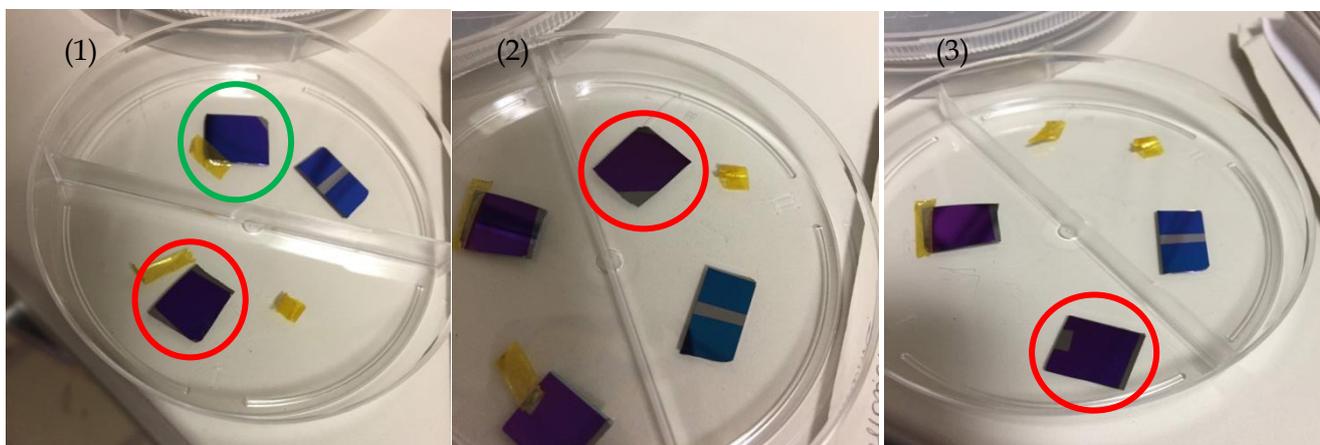


Figura 4.5.1.1. Risultati: in rosso i campioni dopo RTA, in verde i campioni prima RTA

Prima del trattamento termico sui campioni aventi come film sottile il nitruro di alluminio è stato svolto l'RTA su campioni di Alluminio puro.

In questo caso l'alluminio veniva trattato con N₂, per vedere se si formasse il nitruro, ma già ad occhio nudo era possibile osservare che ciò non avveniva, di fatti non variava il suo colore.

Questo, probabilmente, perché l'azoto non riusciva ad entrare nella struttura dell'alluminio e a legarsi per formare il nitrato, in quanto l'alluminio genera in superficie uno strato di ossido che ne impedisce il passaggio.

Campione	Prova	Tempo di calibrazione (s)	Azoto (slm)	Durata della prova (s)	Temperatura (°C)	Risultato
Al-2-60-600	1	90	2	60	600	Invariato
Al-3-60-500	2	90	3	60	500	Invariato
Al-3-300-450	3	90	3	300	450	Invariato

Tabella 4.5.1.2. Risultati Annealing dei campioni di alluminio



Figura 4.5.1.2. Campioni di Alluminio puro (1) a sinistra prima del trattamento termico (2) a destra dopo il trattamento termico

Dopo i trattamenti termici è stato nuovamente analizzato il campione AIN con l'XRD e sono stati ottenuti tre differenti spettri messi in relazione con lo spettro del campione iniziale.

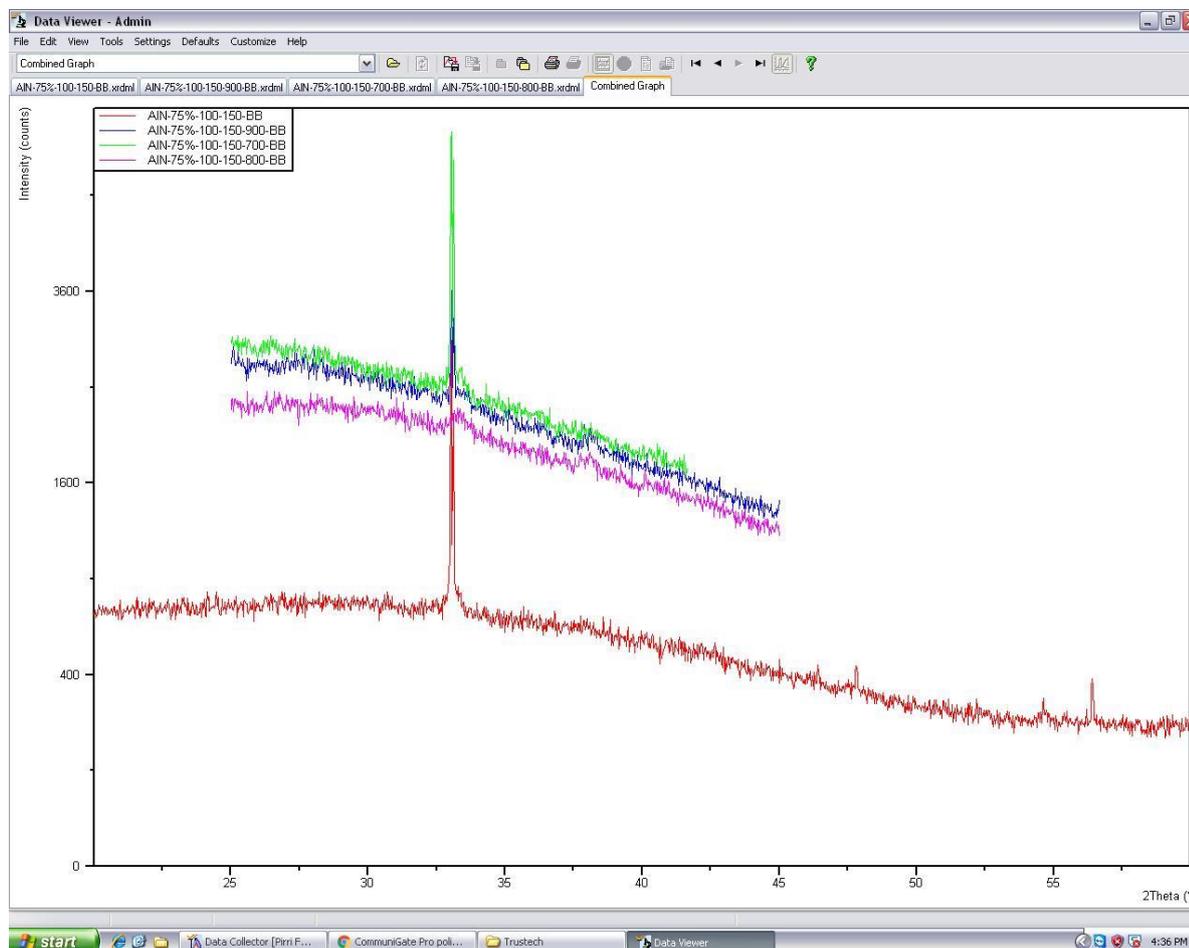


Figura 4.4.5.2 Spettri XRD: la linea rossa rappresenta il campione prima del trattamento termico, viola AIN-75%-100-150-800-BB, verde AIN-75%-100-150-700-BB e blu AIN-75%-100-150-900-BB.

Dal grafico, figura 4.4.5.2. si può osservare che lo spettro del campione che non ha subito trattamenti termici, linea rossa, presenta un picco a circa 34° , che corrisponde al Silicio e non presenta picchi relativi al AIN.

Dopo i trattamenti termici invece si possono osservare due picchi più piccoli ai lati del picco del Silicio. Questi due picchi sono relativi al AIN, ma non nella struttura cristallina da noi voluta, che ne garantisca le proprietà piezoelettriche.

Per questo motivo i campioni ottenuti non sono utilizzabili per il nostro scopo, è necessario ottenere dei nuovi campioni che abbiano le proprietà piezoelettriche da noi richieste.

4.6. Conclusione

Non è stato possibile arrivare alla deposizione di film sottili piezoelettrici in quanto si trattava di un lavoro pionieristico con tempistiche non compatibili con la durata della tesi. Tuttavia, mediante annealing è stato possibile ottenere una forma cristallina di AlN depositata tramite sputtering reattivo priva di proprietà piezoelettriche. In studi futuri si dovranno correggere parametri come %N₂ e deposition rate per arrivare ad un rapporto stechiometrico tra Al e N₂ che incentivi la formazione della forma cristallografica piezoelettrica. Anche le condizioni di annealing andranno riconsiderate in questo senso.

Capitolo 5

5. Progettazione meccanica

5.1. Ansys

Per la creazione della geometria studiata è stato utilizzato il software Ansys. Questo software, fornito nella versione *Academic*, permette una modellazione 3D che garantisce livelli di approssimazione abbastanza buoni per la risoluzione dei problemi strutturali in ambito di questa tesi.

Come primo passo sono stati scelti il tipo di elementi che costituiscono la trave, le specifiche dei materiali che la costituiscono, il modello geometrico e il modello numerico rappresentato dalla mesh.

In particolare, si articola in tre fasi principali:

1. Preprocessor: questa fase è la più complessa, l'errata definizione delle caratteristiche della geometria comporta errori, di diversa serietà, nei risultati.

Durante questa fase viene costruita la geometria, e sottoposta a carichi e vincoli. Viene discretizzata, cioè viene fatta la mesh della struttura, che consiste nella partizione della superficie continua in celle poligonali, quali quadrati o triangoli, vedi figura 5.1.1.

È molto importante la dimensione della mesh, perché determina il peso computazionale che deve svolgere il software per ottenere la soluzione. Più la mesh è fitta più il risultato è prossimo alla soluzione reale, però il peso computazionale diventa troppo elevato, per questo motivo è importante trovare un equilibrio tra le due cose.

2. Solver: in questa fase il software calcola i risultati.
3. Postprocessor: l'ultima fase consiste nella visualizzazione grafica dei risultati, vedi figura 5.1.2.

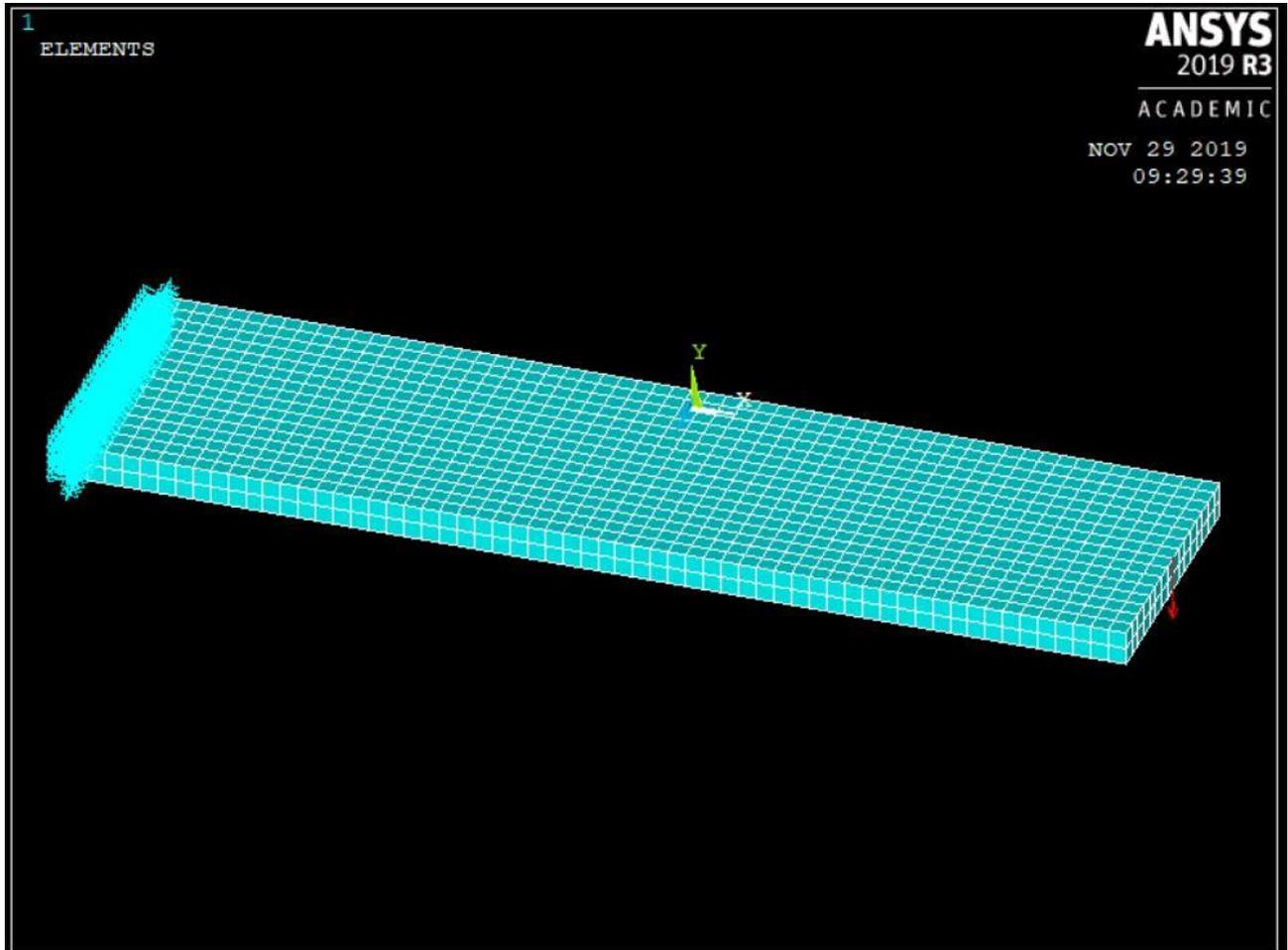


Figura 5.1.1. Fase di Preprocessing: definizione della mesh e impostazione dei carichi e dei vincoli

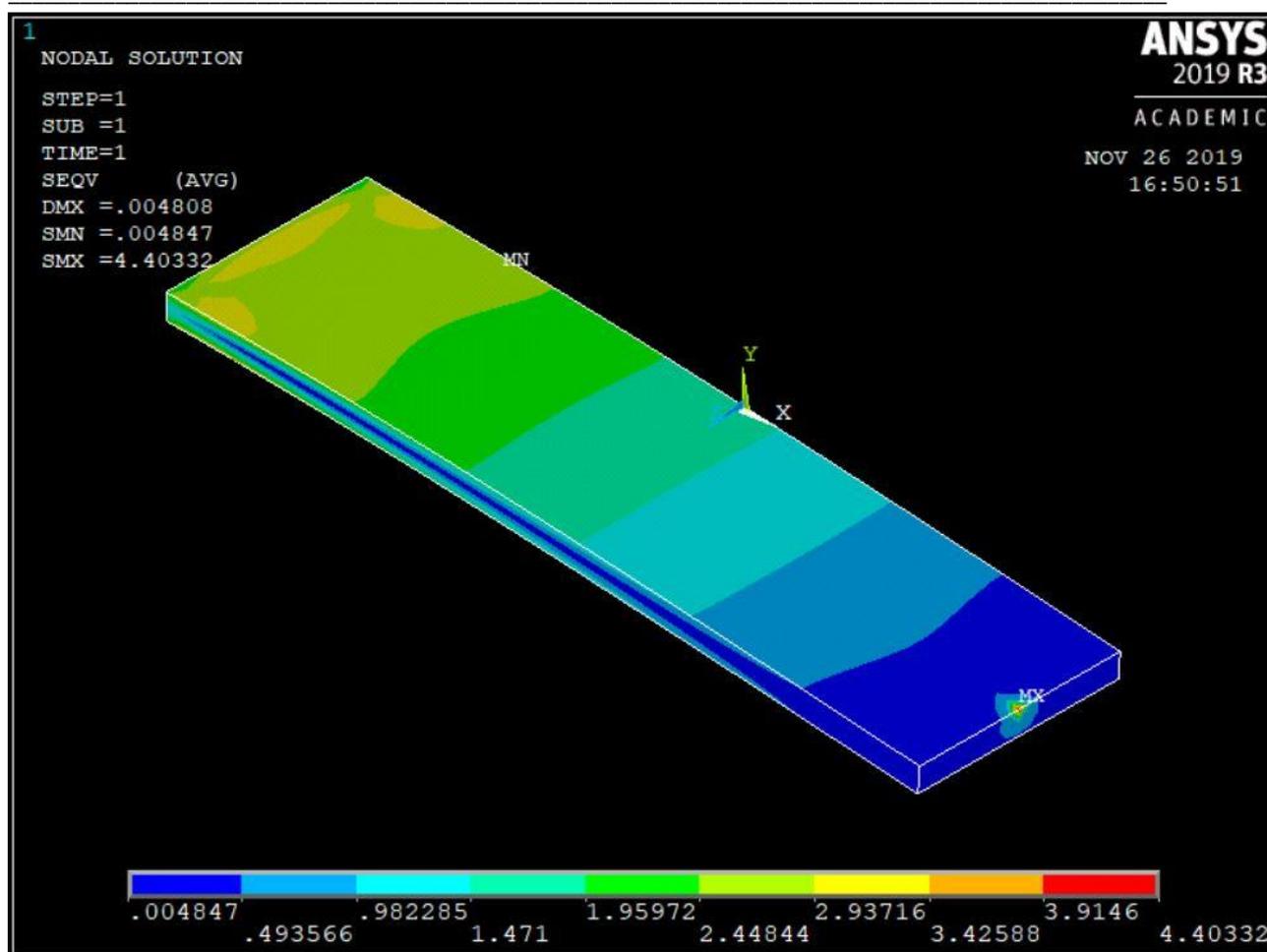


Figura 5.1.2. Fase di Postprocessing; visualizzazione dei risultati

Il software Ansys permette di svolgere un'analisi a elementi finiti (FEM) di una geometria più o meno complessa.

5.2. Metodo degli elementi finiti (FEM)

Il metodo agli elementi finiti viene utilizzato per risolvere in maniera approssimata sistemi complessi, descritti da equazioni differenziali alle derivate parziali, riducendo queste ultime ad un sistema di equazioni algebriche.

Il metodo FEM si applica a corpi costituiti da elementi fisici continui che possono essere suddivisi in un certo numero di elementi di forma definita e dimensioni contenute; ogni elemento finito viene considerato come un campo di integrazione numerica di caratteristiche omogenee.

La discretizzazione della geometria avviene tramite l'utilizzo di una griglia, la mesh, descritta in precedenza. Su ciascun elemento descritto dalla forma elementare della mesh, la soluzione del problema si ottiene come combinazione lineare di funzioni, dette *shape functions*. È importante tenere conto che la soluzione è solo un'approssimazione di quella reale, perciò i valori forniranno errori su tutti i risultati, questi sono considerati trascurabili perché la soluzione è una buona approssimazione di quella reale.

Essendo il metodo degli elementi finiti un'approssimazione della realtà, dovrà basarsi su alcune ipotesi:

- Materiale con comportamento lineare elastico isotropo;
- Spostamenti infinitesimi, rispetto alle dimensioni del corpo, questo perché vogliamo ricavare una relazione tra il campo di spostamento e il campo di deformazioni;
- Nessuna presenza di contatti e instabilità strutturali;
- Smorzamento trascurabile.

5.3. Risultati e discussione

In questa fase si sono realizzati i modelli, con le relative prove e misure, per la realizzazione della struttura finale, oggetto di studio di questa Tesi.

5.3.1. Modello 1

Inizialmente è stato realizzato il modello relativo alla prima parte di questa tesi, un sensore con base di silicio e film sottile di materiale piezoelettrico, Nitruro di Alluminio.

Per realizzare questo modello il lavoro è stato suddiviso in tre fasi, la prima teneva in considerazione solo la base di silicio, per vedere il comportamento a sollecitazione statica, la seconda fase analizzava solo lo strato di piezoelettrico e l'ultima svolgeva l'analisi completa della struttura, base più strato di piezoelettrico.

FASE 1

In questa prima fase si vuole osservare come si comporta un elemento soggetto a una forza statica di compressione, pari a 50N, esercitata su un'estremità avendo vincolato l'altra estremità.

Attraverso il programma Ansys si procede alla simulazione.

L'elemento si modella tramite una forma rettangolare di dimensioni 100nm X 25nm, vedi figura 5.3.1.1.

Il substrato su cui si depositerà il film di materiale piezoelettrico è di Silicio monocristallino, dato che permette una buona crescita del film sottile, con un numero basso di difetti superficiali, come evidenziato nel capitolo1. Relativo al Silicio sono note le proprietà, acquisite da ricerche bibliografiche, in particolare, di nostro interesse, il coefficiente di Poisson e il modulo elastico, $\nu=0.28$ e $E=131$ GPa.[24]

La possibilità di associare le proprietà del materiale all'elemento che si sta analizzando, caratteristica peculiare del software Ansys, rende l'analisi il più possibile fedele alla realtà.

Simulazione

Per prima cosa è stata creata l'area che rappresenterà la struttura da analizzare, successivamente sono state associate le proprietà del materiale e il tipo di elemento. Attraverso il comando *et* è stato scelto un elemento piano a 4 nodi, *plane42*, con spessore unitario, questo perché si vuole rappresentare un elemento 3D in 2D, quindi si deve fissare una dimensione, in questo caso lo spessore. Definito l'elemento, sono state associate le proprietà, quali modulo elastico e coefficiente di Poisson, attraverso il comando *mp*.

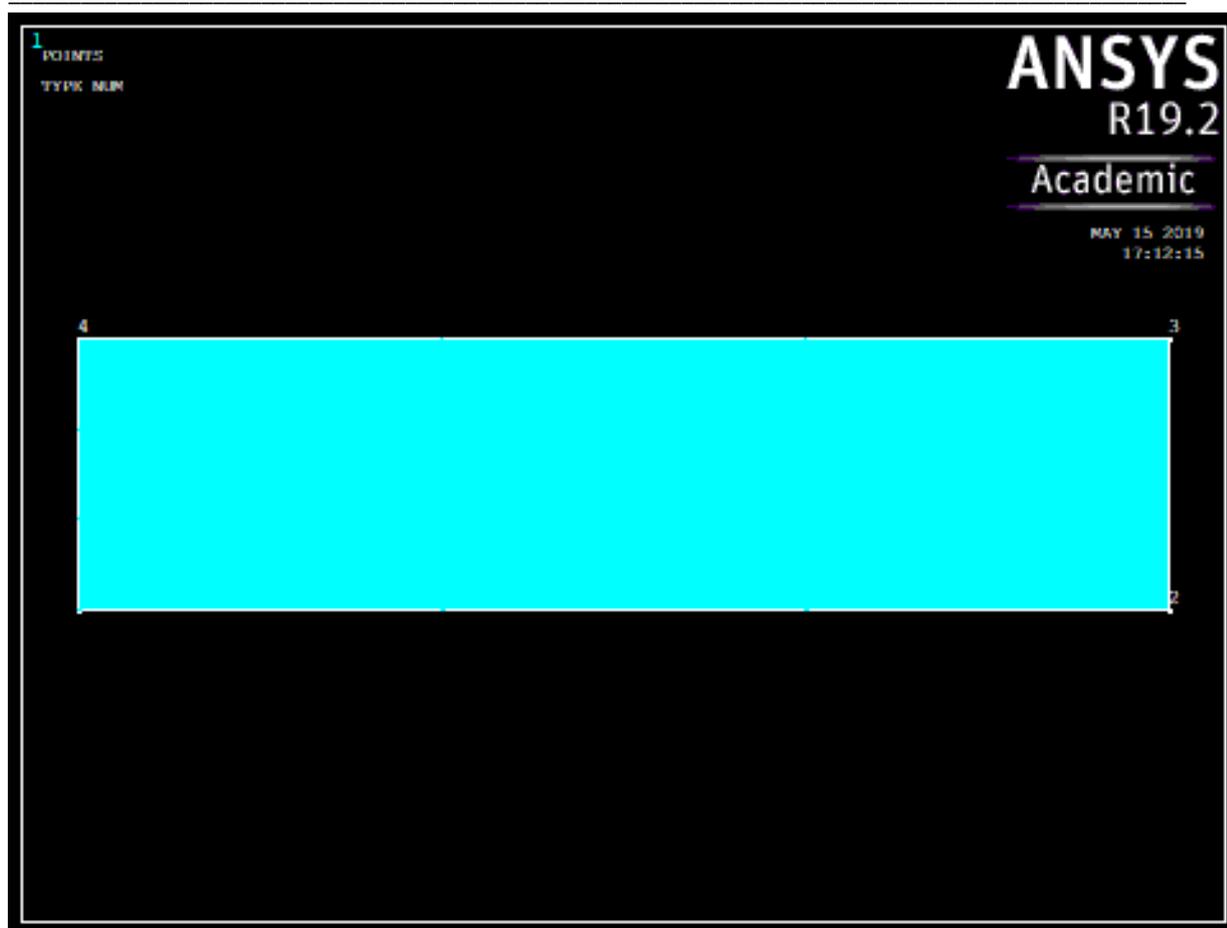


Figura 5.3.1.1. Definizione dell'area

La struttura è stata discretizzata attraverso una mesh di elementi quadrati, che, rispetto agli elementi triangolari, permettono di rappresentare più fedelmente il comportamento a flessione reale. Il comando utilizzato è *amesh* che permette di fare la mesh di tutta l'area creata, vedi figura 5.3.1.2. La mesh permette di osservare le variazioni di sforzo e spostamenti ai nodi, per questa ragione, deve essere sufficientemente fitta in modo da avere una soluzione più prossima alla soluzione analitica.

Dopo aver fatto la mesh sono stati applicati i carichi e i vincoli, essendo questa una trave a sbalzo, è stata vincolata su una estremità e lasciata libera sull'altra estremità dove è stato applicato il carico, vedi figura 5.3.1.3. Per fare questo sono stati selezionati prima i nodi da vincolare attraverso il comando *nsl*, e poi è stato applicato il vincolo con il comando *d,all*. Stesso procedimento per applicare la forza solo che al posto del comando *d,all* si utilizza il comando *f,all*.



Figura 5.3.1.2. Definizione della mesh

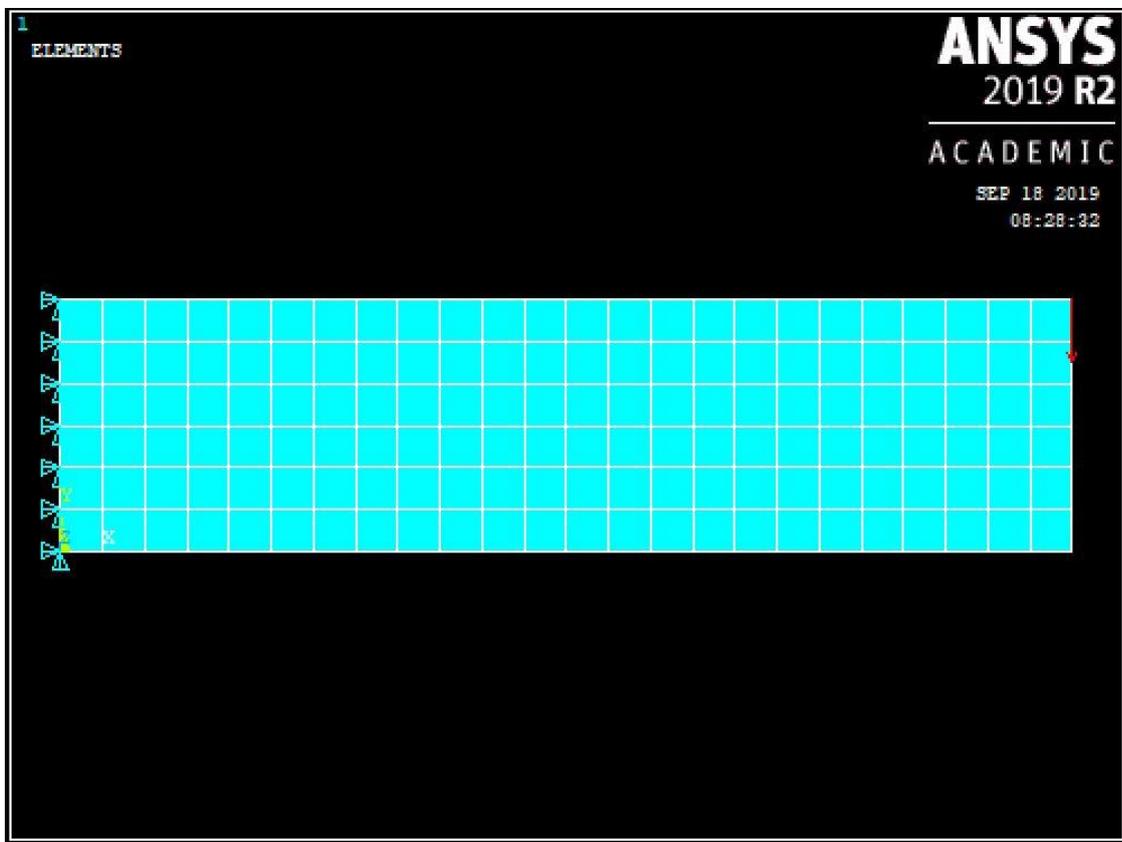


Figura 5.3.1.3. Carichi e vincoli

Finita la fase di preprocessing il software calcola i risultati, tramite il comando `/solu, solve` e qui di seguito è possibile osservarli.

In particolare, sono state analizzate la deformazione della struttura e le varie sollecitazioni, in modo tale da vedere quale parte è la più sollecitata e prevenire così la rottura della struttura.

Risultati

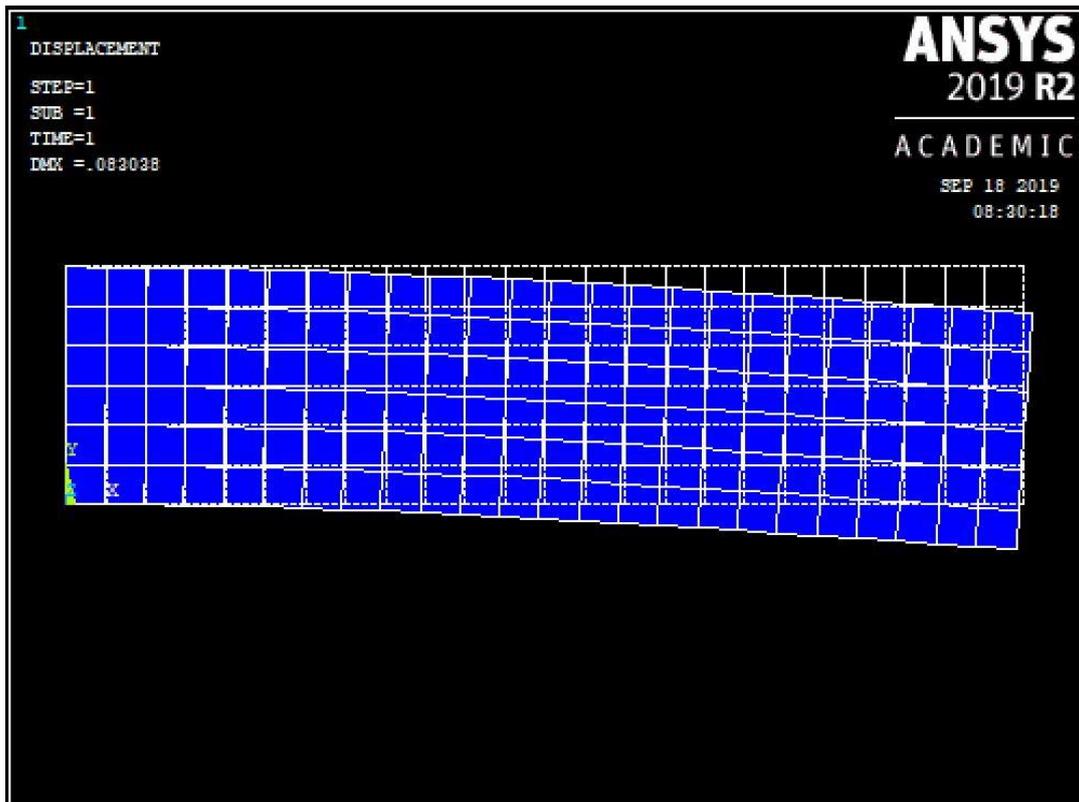


Figura 5.3.1.4. Deformata

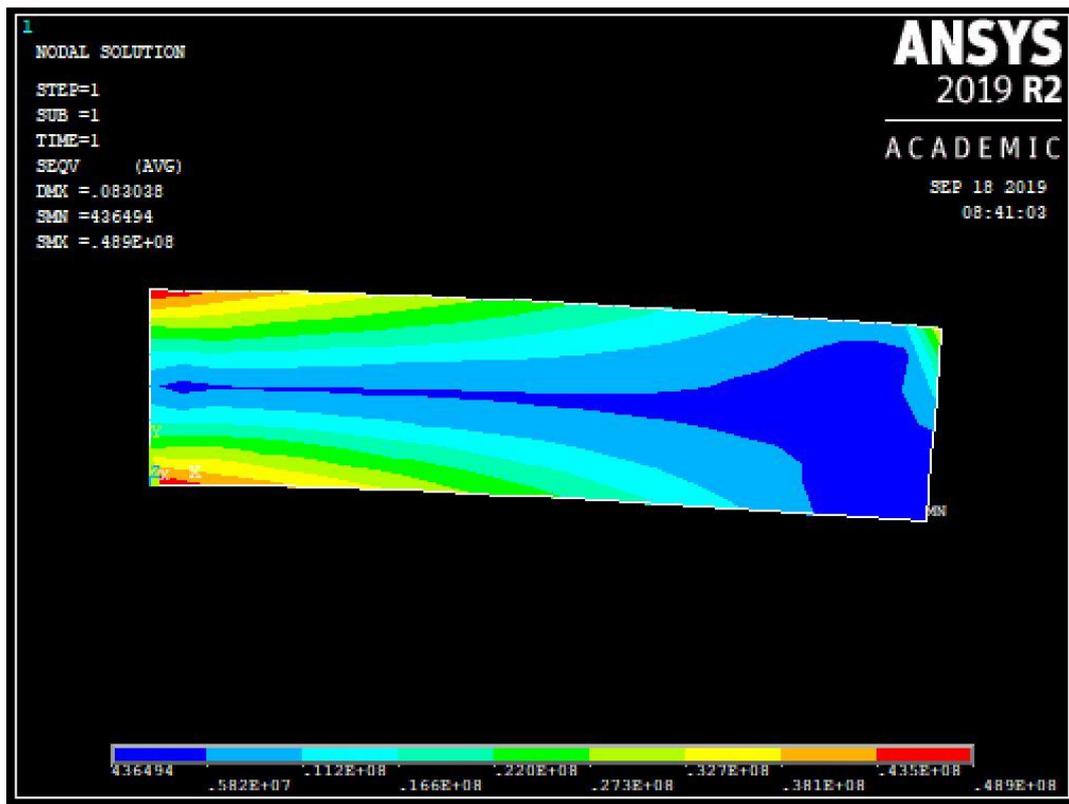


Figura 5.3.1.5. Tensione di Von Mises

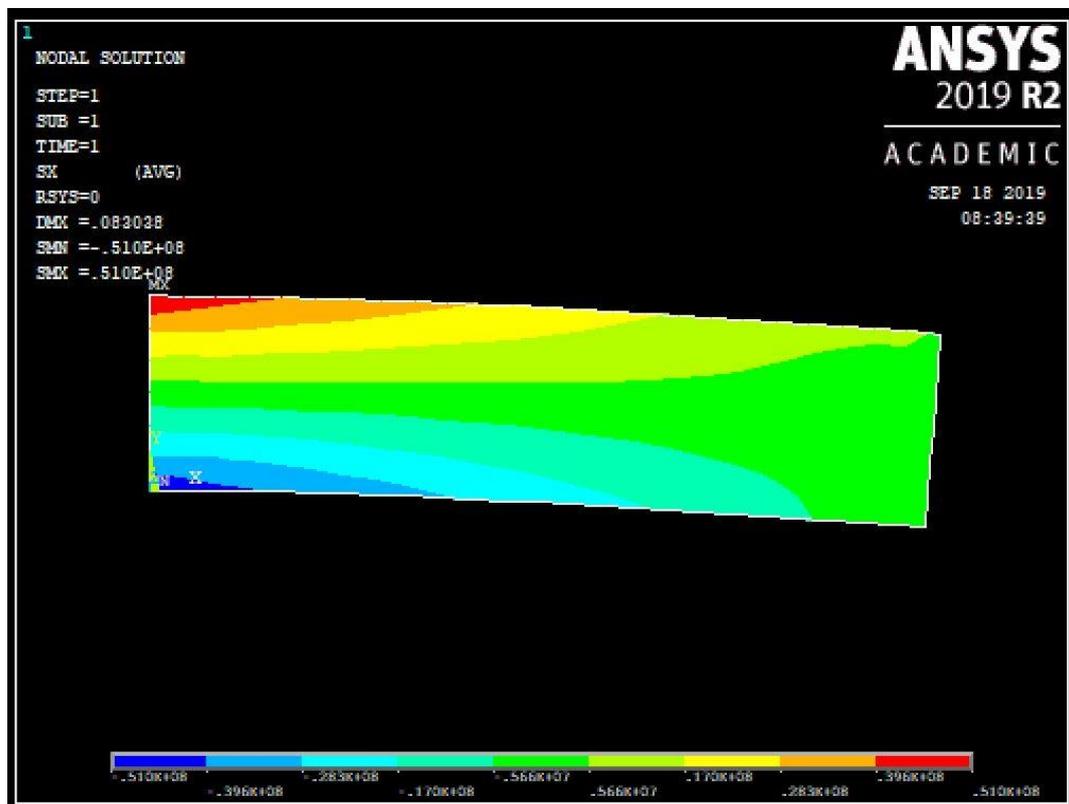


Figura 5.3.1.6. Tensione lungo x

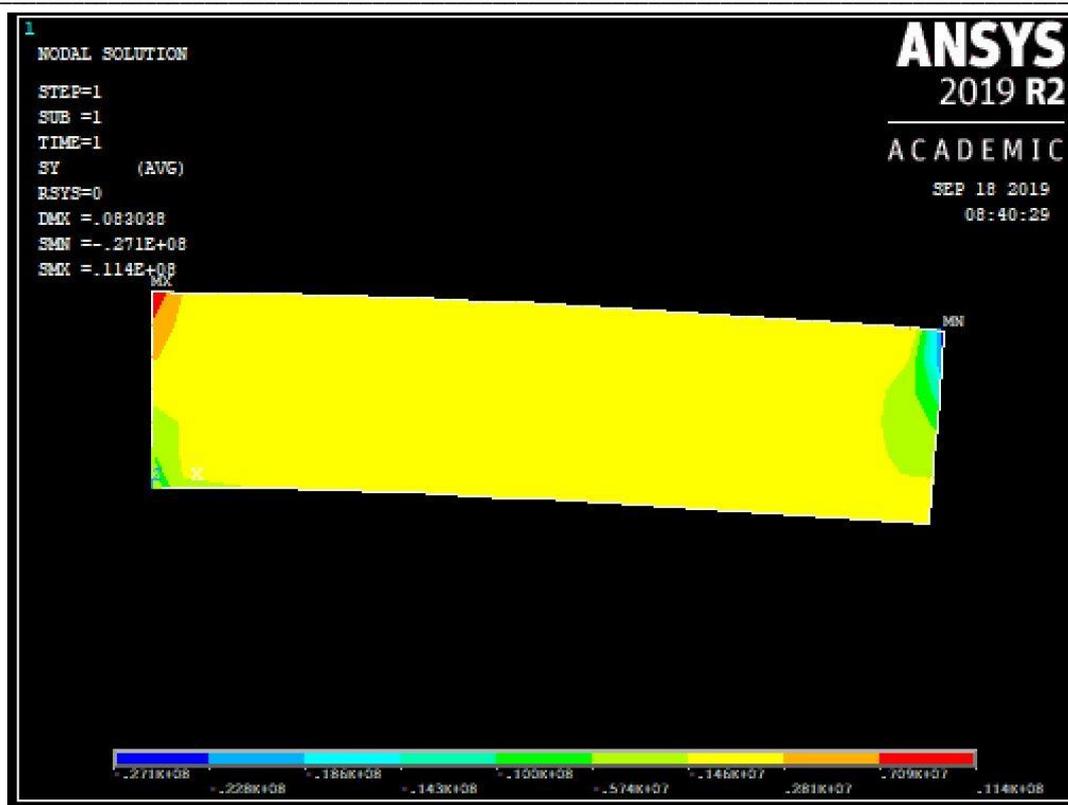


Figura 5.3.1.7. Tensione lungo y

Come si può osservare dai risultati, la parte più sollecitata, rappresentata dal colore rosso, che corrisponde al valore di tensione maggiore, è la zona dell'incastro, come ci si aspetta dalla teoria.

Come ulteriore prova è stata valutata la dipendenza tra la tensione di Von Mises misurata e la forza applicata. Dal grafico, figura 5.3.1.8., è possibile osservare che è presente una dipendenza lineare tra le due grandezze, all'aumentare della forza applicata aumenta la tensione di Von Mises generata.

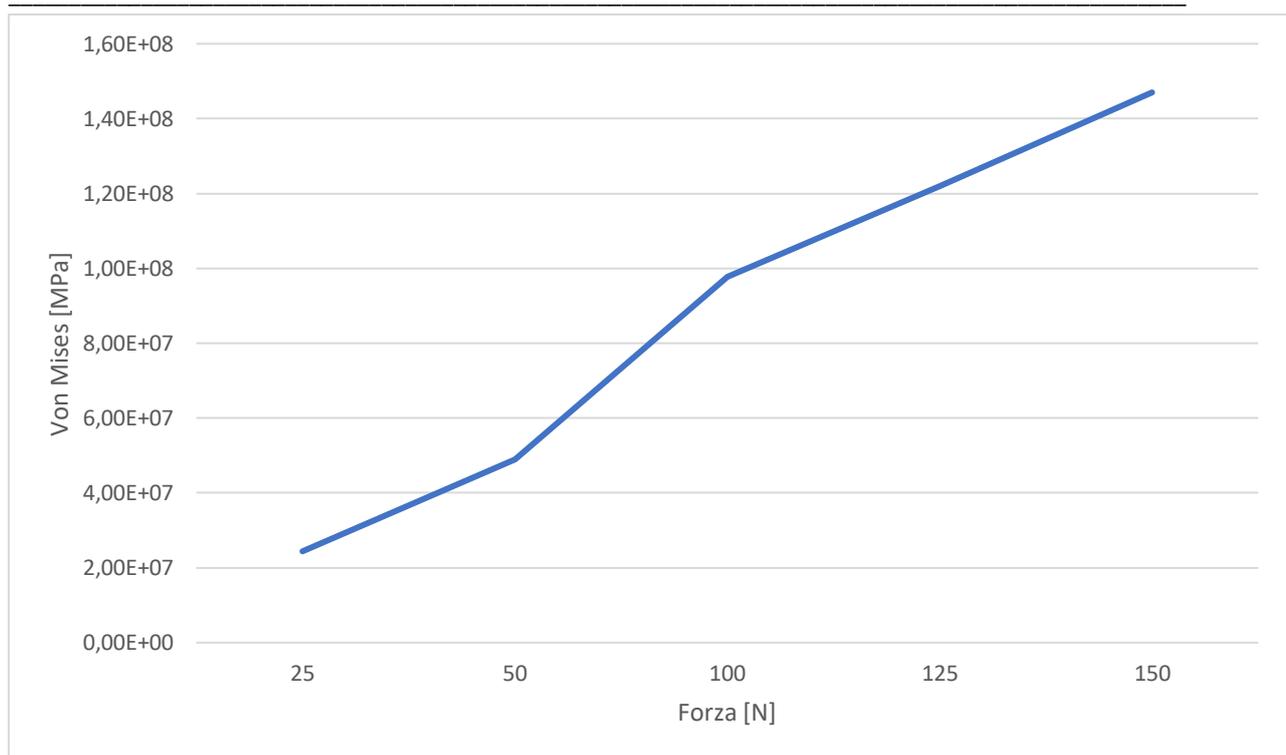


Figura 5.3.1.8. Relazione tra forza applicata e tensione di Von Mises

FASE 2

Si passa al modello che tiene in considerazione lo strato di film sottile depositato di materiale piezoelettrico, il nitrato di alluminio.

È stato scelto un elemento piano a 8 nodi, plane223, avente tra le sue caratteristiche la capacità di rappresentare gli effetti piezoelettrici.

Definite le dimensioni geometriche della struttura, sulla base del modello precedente e, tramite ricerca bibliografica, le proprietà del materiale, quali:[25]

- Modulo di Young $E1=330000$ MPa
- Coefficiente di Poisson $\nu12=0.24$
- Modulo di taglio $G12=131000$ MPa
- Permittività relativa considerando lo stress costante $\epsilon_{t33}=9$ C/m²
- Coefficienti di deformazione piezoelettrica $d31=-2e-12$ C/N
- $d32=4e-12$ C/N
- $d33=5e-12$ C/N

è stato sviluppato il modello.

Simulazione

Definita l'area della struttura è stato assegnato il tipo di elemento e le proprietà del piezoelettrico.

L'assegnazione dell'elemento e delle proprietà avviene tramite la sequenza dei comandi qui di seguito:

```
et,1,PLANE223,1001,,0
```

```
tb,ANEL,1,,,1
```

```
tbda,1,1/E1,-NU12/E1,-NU12/E1
```

```
tbda,7,1/E1,-NU12/E1
```

```
tbda,12,1/E1
```

```
tbda,16,1/G12
```

```
tb,PIEZ,1,,,1
```

```
tbda,2,d31
```

```
tbda,5,d33
```

```
tbda,8,d32
```

```
tb,DPER,1,,,1
```

```
tbdata,1,ept33,ept33
```

La sequenza di questi comandi permette di definire le matrici di deformabilità elastica, deformabilità piezoelettrica e di permittività.

Essendo un materiale piezoelettrico ha la proprietà di convertire una deformazione meccanica in una grandezza elettrica. Per questo motivo è stata applicata alla struttura una deformazione in y , pari a 0,01 μm .

Inoltre, di interesse è la grandezza elettrica, il voltaggio, ottenuta; per osservarla è stato applicato un voltaggio di riferimento, pari a zero, su tutta la superficie inferiore, e sulla superficie superiore, sono stati posizionati un numero finito di elettrodi, in questo caso 10, che permettono di osservare il voltaggio generato in superficie al materiale piezoelettrico, vedi figura 5.3.1.9.

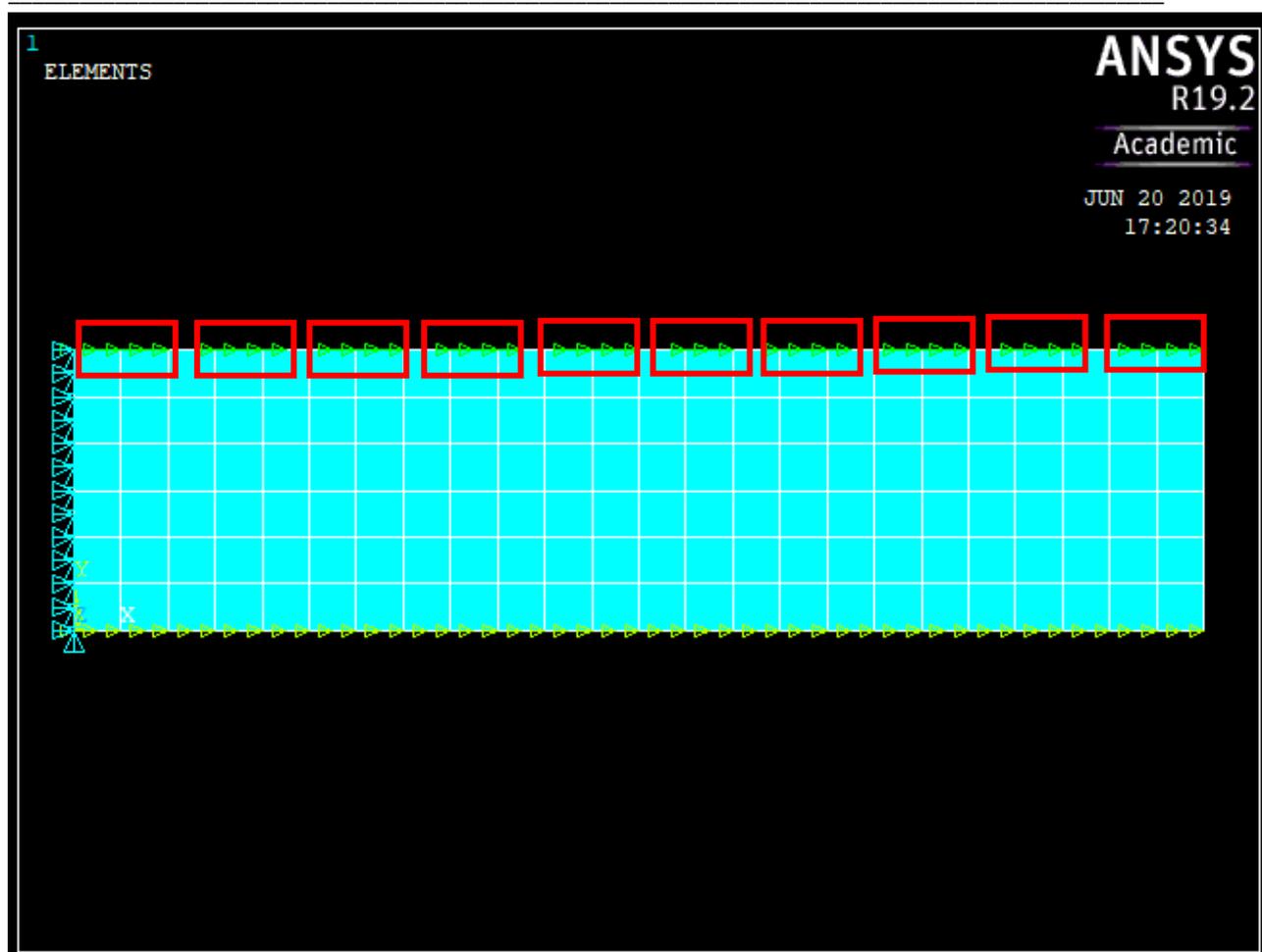


Figura 5.3.1.9. Elettrodi

Attraverso il software Ansys è così possibile vedere il voltaggio generato agli elettrodi in seguito alla deformazione applicata, vedi figura 5.3.1.10.

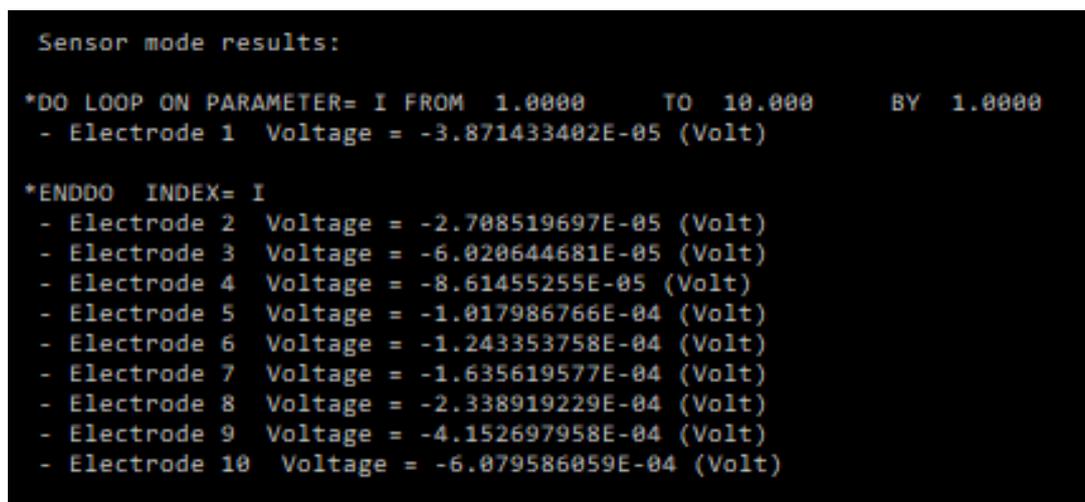


Figura 5.3.1.10. Voltaggio misurato agli elettrodi posti sulla superficie.

Con questa fase è stato verificato che tramite Ansys è possibile misurare la grandezza elettrica generata dal piezoelettrico. A questo punto si passa al modello completo per osservare il comportamento della struttura, data dalla base piezo-ceramica e dallo strato sottile di materiale piezoelettrico depositato.

FASE 3

In questa fase si sono ripetute le azioni svolte in precedenza solo con un modello più complesso, costituito da due domini di materiale differente.

Simulazione

Per prima cosa, sono stati creati i due domini, con dimensioni differenti, si ipotizza lo spessore del piezoelettrico pari $1/4$ dell'altezza della base, e poi sono stati uniti in modo tale da renderli un unico elemento, cioè fare in modo che i movimenti di uno vincolino quelli dell'altro, e viceversa. Il comando utilizzato per incollare i due domini è *aglu,all*. La base ha dimensioni 500×20 μm , vedi figura 5.3.1.11.

Le grandezze vengono mantenute costanti durante la prima prova, poi sono state variate, in particolar modo la deformazione applicata e l'altezza dello strato piezoelettrico, così da osservare qual è la combinazione ottimale dei vari parametri che consente di ottenere i risultati migliori, cioè il valore di voltaggio generato più elevato.

Il modello finale ha dimensioni più piccole rispetto ai due modelli precedenti.

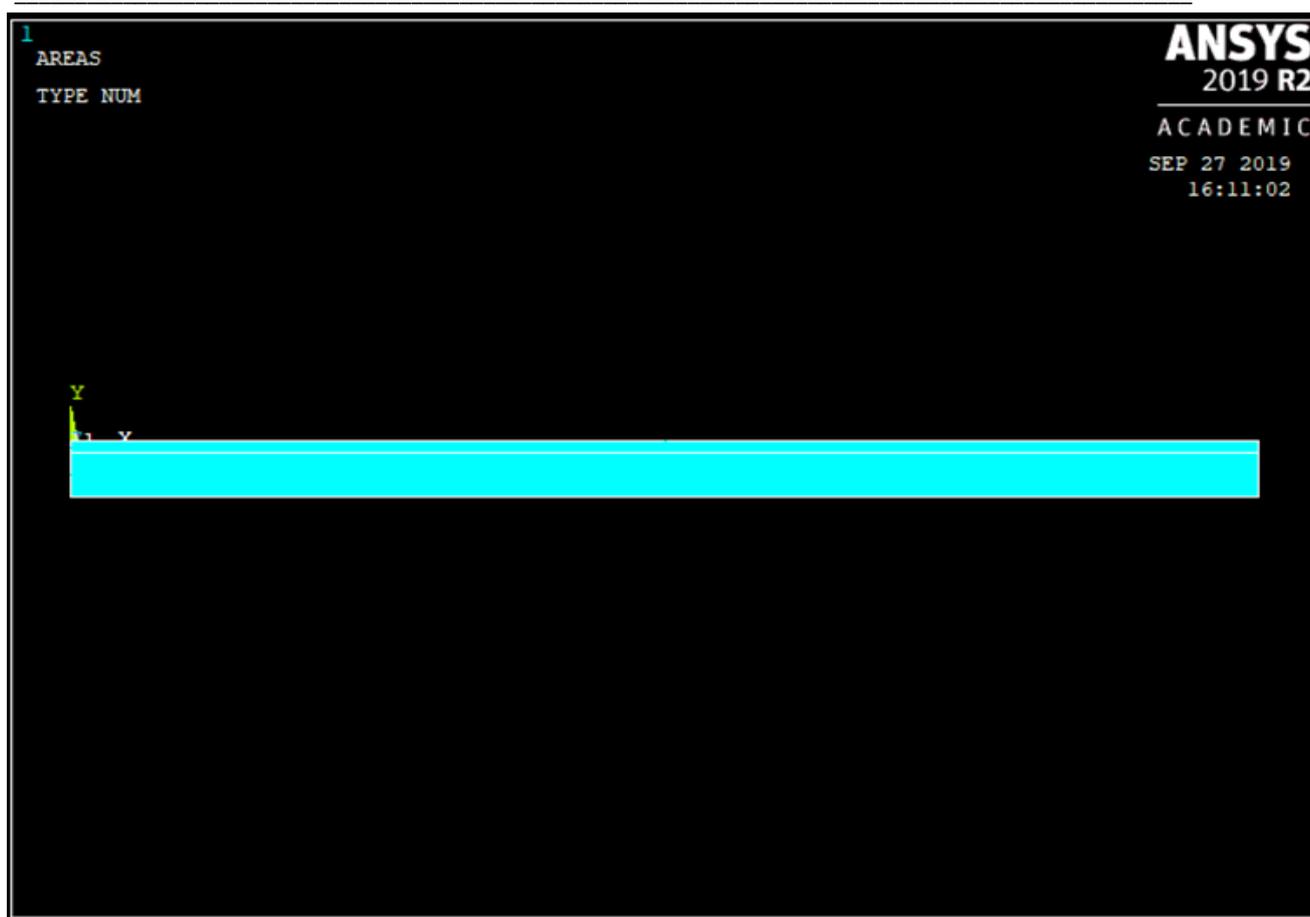


Figura 5.3.1.11. Elemento costituito dalla base di Silicio e dallo strato di materiale piezoelettrico

Successivamente è stata fatta la mesh e sono stati applicati i carichi e i vincoli.

Si vincola la struttura su una estremità e si applica la deformazione sull'estremità libera. Inoltre, essendo la parte superiore costituita da un materiale piezoelettrico, ciò che interessa misurare è il voltaggio generato. Quindi, come nella fase 2, sono stati posizionati sulla superficie superiore un numero finito di elettrodi e sulla superficie inferiore del piezoelettrico è stato posizionato il riferimento, $V=0$, vedi figura 5.3.1.12.

Per fare questo si utilizzano i seguenti comandi:

```
nselect,s,loc,x,L
```

```
*get,ntip,node,0,num,min
```

```
nelec = 10
```

```
*dim,ntop,array,nelec
```

```
l1 = 0
```

```
l2 = L/nelec
```

```
*do,i,1,nelec
```

```
nsel,s,loc,y,H/4
```

```
nsel,r,loc,x,l1,l2
```

```
cp,i,volt,all
```

```
*get,ntop(i),node,0,num,min
```

```
l1 = l2 + H/10
```

```
l2 = l2 + L/nelec
```

```
*enddo
```

```
nsel,s,loc,y,0
```

```
d,all,volt,0
```

```
nsel,s,loc,x,0
```

```
d,all,ux,0,,,uy
```

```
nsel,all
```

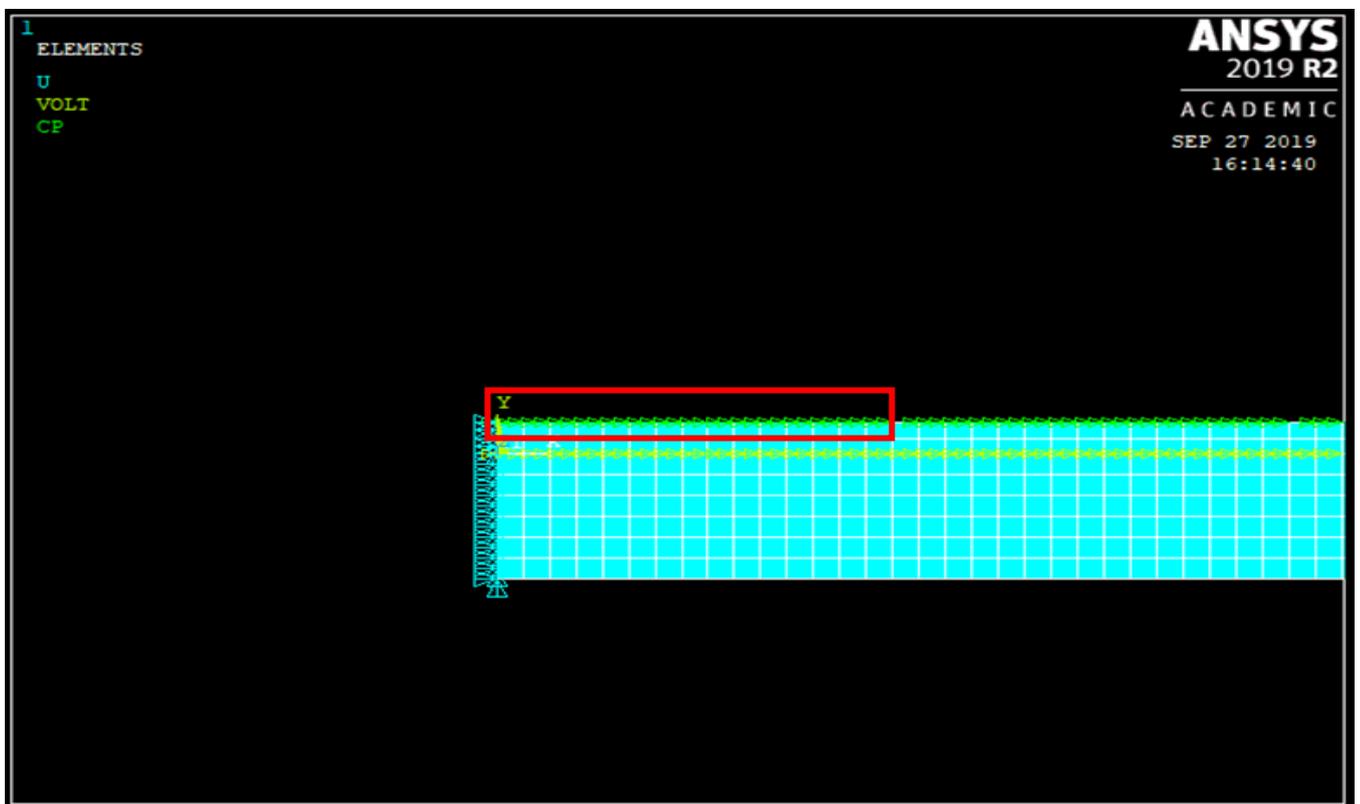


Figura 5.3.1.12. Struttura vincolata e con elettrodi in superficie

Terminata la parte di preprocessing si è passato alla parte di postprocessing e si sono osservati i risultati.

In primo luogo, è stato possibile osservare il voltaggio generato agli elettrodi, avendo applicato una deformazione in y pari a 0,05 mm e la sua distribuzione lungo il modello, vedi figura 5.3.1.13.

```
- Electrode 1 Voltage = -137.886705 (uVolt)
*ENDDO INDEX= I
- Electrode 2 Voltage = -137.887376 (uVolt)
- Electrode 3 Voltage = -137.888047 (uVolt)
- Electrode 4 Voltage = -137.888717 (uVolt)
- Electrode 5 Voltage = -137.889386 (uVolt)
- Electrode 6 Voltage = -137.890053 (uVolt)
- Electrode 7 Voltage = -137.890719 (uVolt)
- Electrode 8 Voltage = -137.891383 (uVolt)
- Electrode 9 Voltage = -137.892047 (uVolt)
- Electrode 10 Voltage = -137.892709 (uVolt)
```

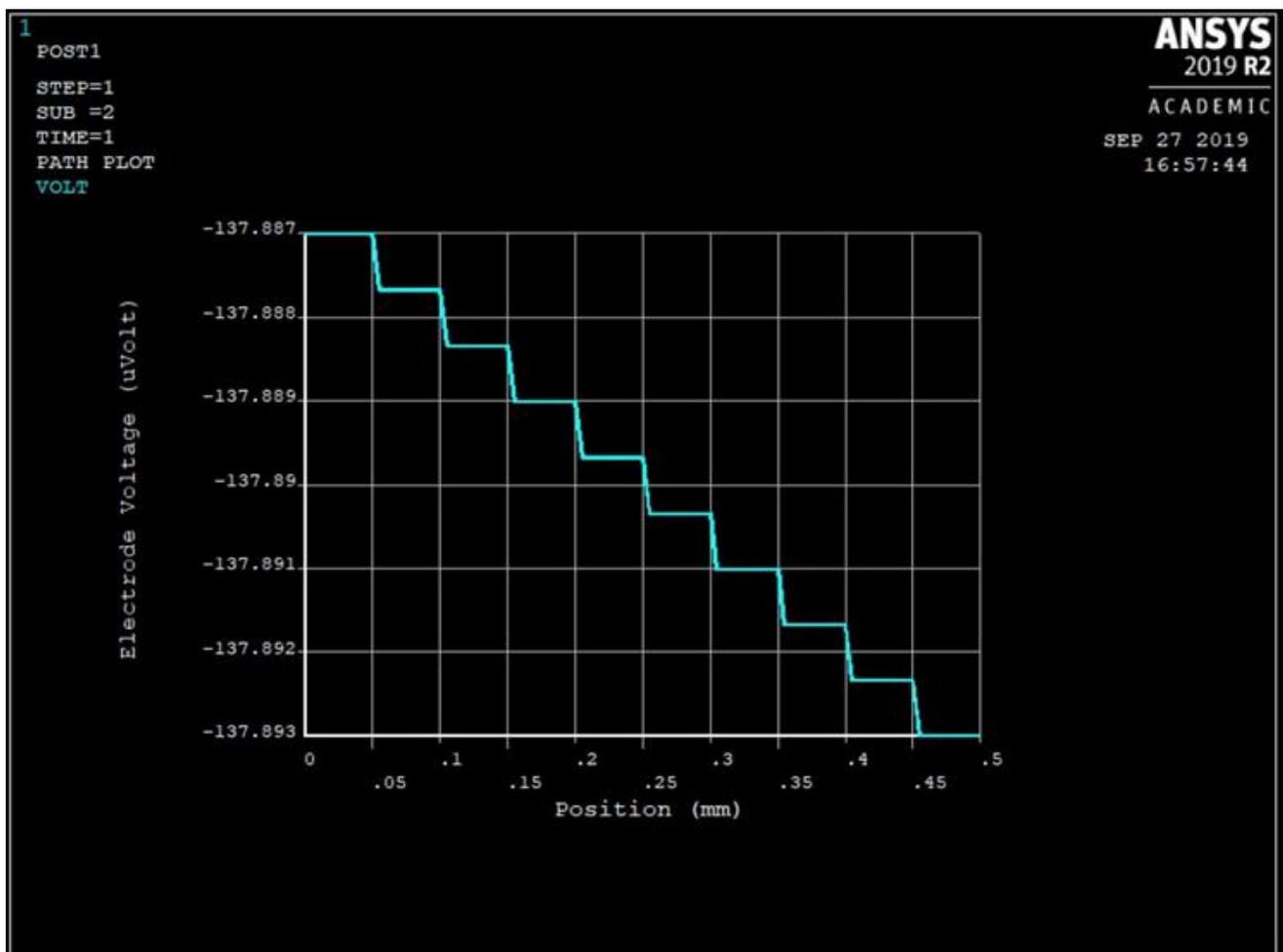


Figura 5.3.1.13. Distribuzione del voltaggio lungo il modello

Sono state variate alcune grandezze per vedere il comportamento del modello, in particolare come varia la grandezza elettrica generata.

5.3.1.1. Prove con spessore del piezoelettrico pari a 0,005 mm

Lo strato di materiale piezoelettrico rimane invariato, pari a 0,005 mm, ciò che varia è la deformazione applicata.

1. $U_y=0,025$ mm

```
- Electrode 1 Voltage = -58.3947813 (uVolt)
*ENDDO INDEX= I
- Electrode 2 Voltage = -58.3951159 (uVolt)
- Electrode 3 Voltage = -58.3954503 (uVolt)
- Electrode 4 Voltage = -58.3957846 (uVolt)
- Electrode 5 Voltage = -58.3961186 (uVolt)
- Electrode 6 Voltage = -58.3964525 (uVolt)
- Electrode 7 Voltage = -58.3967862 (uVolt)
- Electrode 8 Voltage = -58.3971197 (uVolt)
- Electrode 9 Voltage = -58.3974531 (uVolt)
- Electrode 10 Voltage = -58.3977859 (uVolt)
```

2. $U_y=0,075$ mm

```
- Electrode 1 Voltage = -189.909998 (uVolt)
*ENDDO INDEX= I
- Electrode 2 Voltage = -189.911015 (uVolt)
- Electrode 3 Voltage = -189.912029 (uVolt)
- Electrode 4 Voltage = -189.91304 (uVolt)
- Electrode 5 Voltage = -189.914046 (uVolt)
- Electrode 6 Voltage = -189.915048 (uVolt)
- Electrode 7 Voltage = -189.916046 (uVolt)
- Electrode 8 Voltage = -189.91704 (uVolt)
- Electrode 9 Voltage = -189.918031 (uVolt)
- Electrode 10 Voltage = -189.919019 (uVolt)
```

3. $U_y=0,035$ mm

```
- Electrode 1 Voltage = -74.6982108 (uVolt)
*ENDDO INDEX= I
- Electrode 2 Voltage = -74.6986796 (uVolt)
- Electrode 3 Voltage = -74.6991482 (uVolt)
- Electrode 4 Voltage = -74.6996163 (uVolt)
- Electrode 5 Voltage = -74.7000839 (uVolt)
- Electrode 6 Voltage = -74.700551 (uVolt)
- Electrode 7 Voltage = -74.7010177 (uVolt)
- Electrode 8 Voltage = -74.701484 (uVolt)
- Electrode 9 Voltage = -74.7019499 (uVolt)
- Electrode 10 Voltage = -74.7024149 (uVolt)
```

4. $U_y=0,01$ mm

```
- Electrode 1 Voltage = -26.1440729 (uVolt)
*ENDDO INDEX= I
- Electrode 2 Voltage = -26.1442067 (uVolt)
- Electrode 3 Voltage = -26.1443405 (uVolt)
- Electrode 4 Voltage = -26.1444743 (uVolt)
- Electrode 5 Voltage = -26.1446081 (uVolt)
- Electrode 6 Voltage = -26.1447419 (uVolt)
- Electrode 7 Voltage = -26.1448756 (uVolt)
- Electrode 8 Voltage = -26.1450093 (uVolt)
- Electrode 9 Voltage = -26.145143 (uVolt)
- Electrode 10 Voltage = -26.1452766 (uVolt)
```

5.3.1.2. *Prove con spessore del piezoelettrico pari a 0,01 mm*

Successivamente si ripetono le prove però considerando uno spessore del piezoelettrico differente, pari a 0,01 mm.

1. $U_y=0,05$ mm

```
- Electrode 1 Voltage = -14.9398553 (uVolt)
*ENDDO INDEX= I
- Electrode 2 Voltage = -14.9428014 (uVolt)
- Electrode 3 Voltage = -14.9457427 (uVolt)
- Electrode 4 Voltage = -14.9486792 (uVolt)
- Electrode 5 Voltage = -14.9516103 (uVolt)
- Electrode 6 Voltage = -14.954536 (uVolt)
- Electrode 7 Voltage = -14.9574565 (uVolt)
- Electrode 8 Voltage = -14.9603726 (uVolt)
- Electrode 9 Voltage = -14.9632852 (uVolt)
- Electrode 10 Voltage = -14.9661914 (uVolt)
```

2. $U_y= 0,025$ mm

```
- Electrode 1 Voltage = 1.83407278 (uVolt)
*ENDDO INDEX= I
- Electrode 2 Voltage = 1.83260233 (uVolt)
- Electrode 3 Voltage = 1.83113289 (uVolt)
- Electrode 4 Voltage = 1.8296641 (uVolt)
- Electrode 5 Voltage = 1.82819605 (uVolt)
- Electrode 6 Voltage = 1.82672874 (uVolt)
- Electrode 7 Voltage = 1.82526212 (uVolt)
- Electrode 8 Voltage = 1.82379611 (uVolt)
- Electrode 9 Voltage = 1.82233059 (uVolt)
- Electrode 10 Voltage = 1.82086697 (uVolt)
```

3. $U_y=0,075$ mm

```
- Electrode 1 Voltage = -5.23739399 (uVolt)
*ENDDO INDEX= I
- Electrode 2 Voltage = -5.24184332 (uVolt)
- Electrode 3 Voltage = -5.24627897 (uVolt)
- Electrode 4 Voltage = -5.25069882 (uVolt)
- Electrode 5 Voltage = -5.25510089 (uVolt)
- Electrode 6 Voltage = -5.25948491 (uVolt)
- Electrode 7 Voltage = -5.26385207 (uVolt)
- Electrode 8 Voltage = -5.26820466 (uVolt)
- Electrode 9 Voltage = -5.27254594 (uVolt)
- Electrode 10 Voltage = -5.27687206 (uVolt)
```

4. $U_y=0,035$ mm

```
- Electrode 1 Voltage = 2.391050369E-02 (uVolt)
*ENDDO INDEX= I
- Electrode 2 Voltage = 2.185168017E-02 (uVolt)
- Electrode 3 Voltage = 1.979489556E-02 (uVolt)
- Electrode 4 Voltage = 1.773982058E-02 (uVolt)
- Electrode 5 Voltage = 1.568665583E-02 (uVolt)
- Electrode 6 Voltage = 1.363543211E-02 (uVolt)
- Electrode 7 Voltage = 1.158603406E-02 (uVolt)
- Electrode 8 Voltage = 9.538227216E-03 (uVolt)
- Electrode 9 Voltage = 7.491665845E-03 (uVolt)
- Electrode 10 Voltage = 5.448430784E-03 (uVolt)
```

5. $U_y=0,01$ mm

```
- Electrode 1 Voltage = 0.68832966 (uVolt)
*ENDDO INDEX= I
- Electrode 2 Voltage = 0.687740676 (uVolt)
- Electrode 3 Voltage = 0.687151922 (uVolt)
- Electrode 4 Voltage = 0.686563222 (uVolt)
- Electrode 5 Voltage = 0.685974579 (uVolt)
- Electrode 6 Voltage = 0.685385995 (uVolt)
- Electrode 7 Voltage = 0.684797467 (uVolt)
- Electrode 8 Voltage = 0.684208988 (uVolt)
- Electrode 9 Voltage = 0.683620547 (uVolt)
- Electrode 10 Voltage = 0.683032642 (uVolt)
```

5.3.1.3. Grafico di confronto

Per rendere più chiari i risultati è stato utilizzato un grafico di confronto, in modo tale da poter osservare quale spessore garantisce un voltaggio più elevato. Per ottenere il grafico è stata considerata la tensione media generata per ogni spostamento applicato.

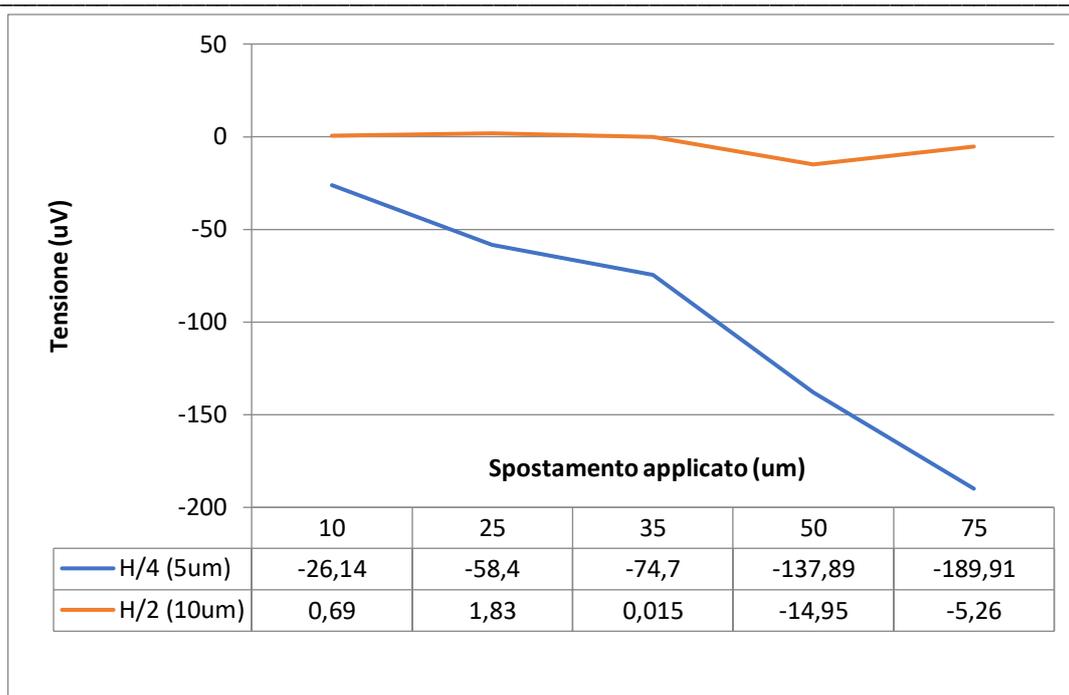


Figura 5.3.1.3.1. Grafico di confronto

Da questo grafico, figura 5.3.1.3.1., si può osservare che più è sottile il film depositato più è elevata la tensione generata, per questo motivo si fanno altre prove con spessori più piccoli, in modo tale da verificare se questa linearità vale anche per spessori più piccoli, per fare questo è stato necessario infittire la mesh, pari a H/16.

Sono state svolte le medesime prove con quattro spessori differenti, di seguito è possibile osservare i risultati.

5.3.1.4. Prove con spessore del piezoelettrico pari a 5 μm

Spostamento applicato [μm]	Tensione media [μV]
10	-4
25	-11
35	-17
50	-21
75	-72

Tabella 5.3.1.4.1. Tensione media misurata agli elettrodi

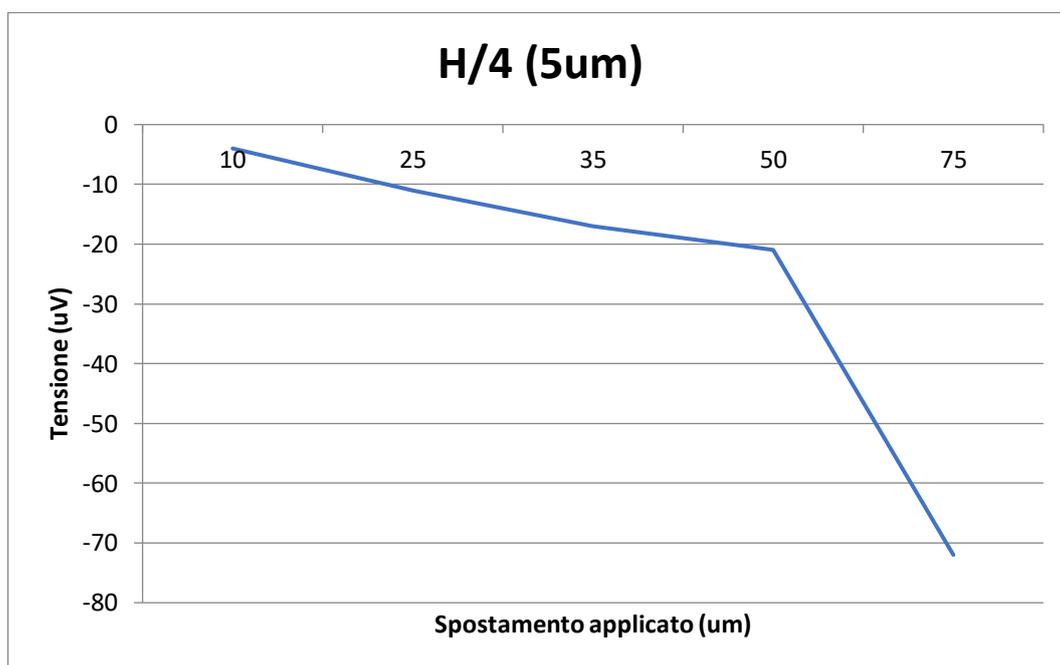


Figura 5.3.1.4.1. Tensione misurata agli elettrodi con uno spessore del piezoelettrico pari a 5 μm

5.3.1.5. Prove con spessore del piezoelettrico pari a 2,5 μm

Spostamento applicato [μm]	Tensione media [μV]
10	-126
25	-314
35	-413
50	-643
75	-958

Tabella 5.3.1.5.1. Tensione media misurata agli elettrodi

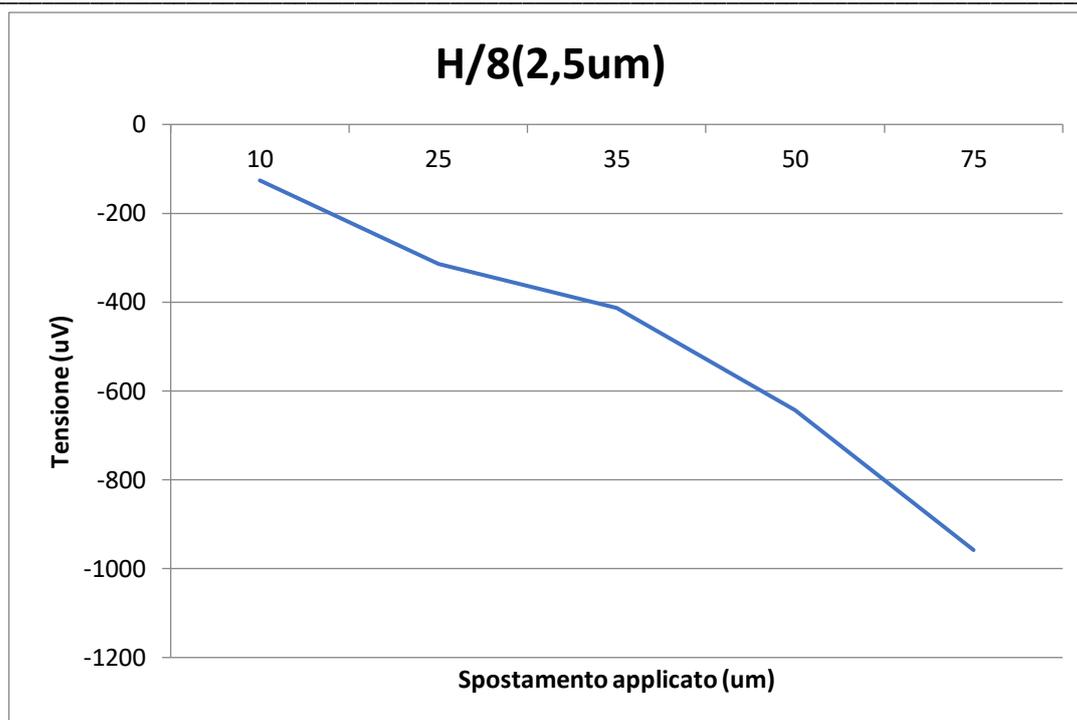


Figura 5.3.1.5.1. Tensione misurata agli elettrodi con uno spessore del piezoelettrico pari a 2,5um

5.3.1.6. Prove con spessore del piezoelettrico pari a 1,67 μm

Spostamento applicato [um]	Tensione media [uV]
10	15
25	18
35	53
50	73
75	101

Tabella 5.3.1.6.1. Tensione media misurata agli elettrodi

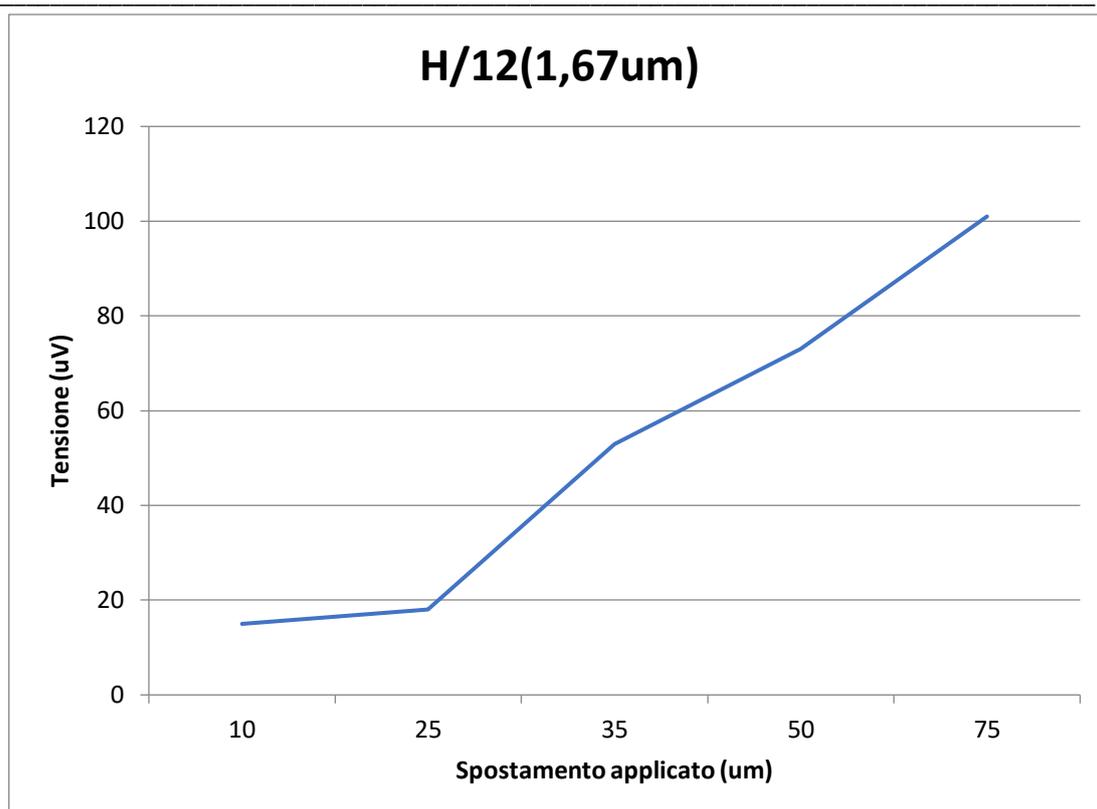


Figura 5.3.1.6.1. Tensione misurata agli elettrodi con uno spessore del piezoelettrico pari a 1,67um

5.3.1.7. Prove con spessore del piezoelettrico pari a 1,43 μm

Spostamento applicato [um]	Tensione media [uV]
10	-48
25	-115
35	-168
50	-251
75	-366

Tabella 5.3.1.7.1. Tensione media misurata agli elettrodi

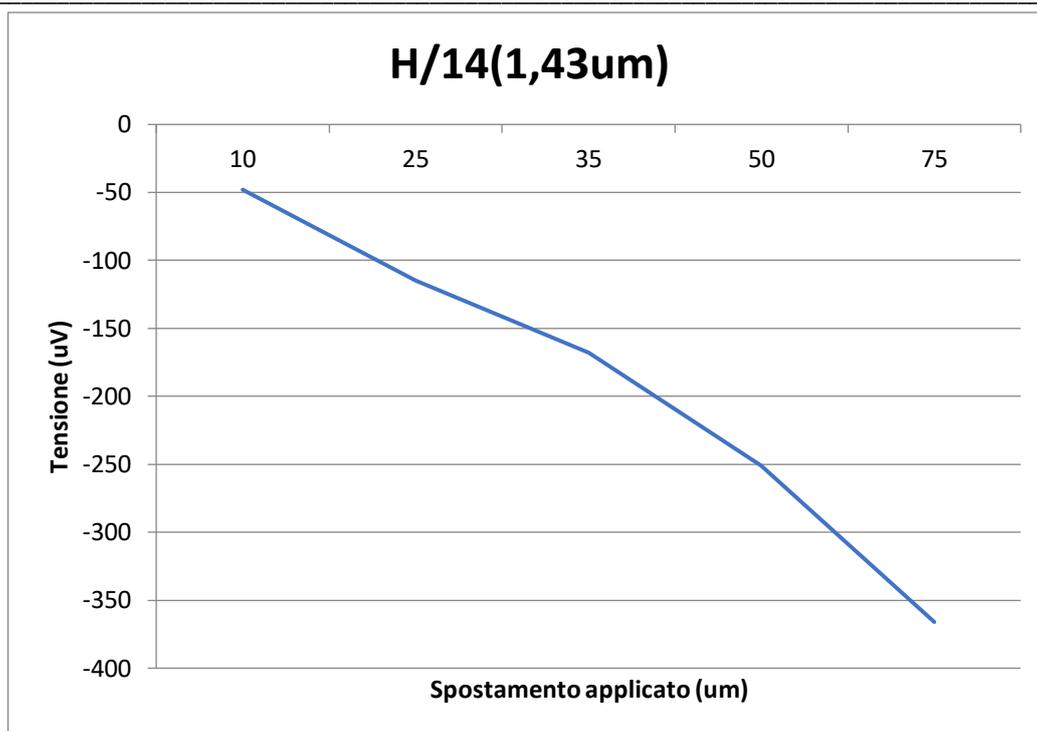


Figura 5.3.1.7.1. Tensione misurata agli elettrodi con uno spessore del piezoelettrico pari a 1,43um

5.3.1.8. Grafico di confronto

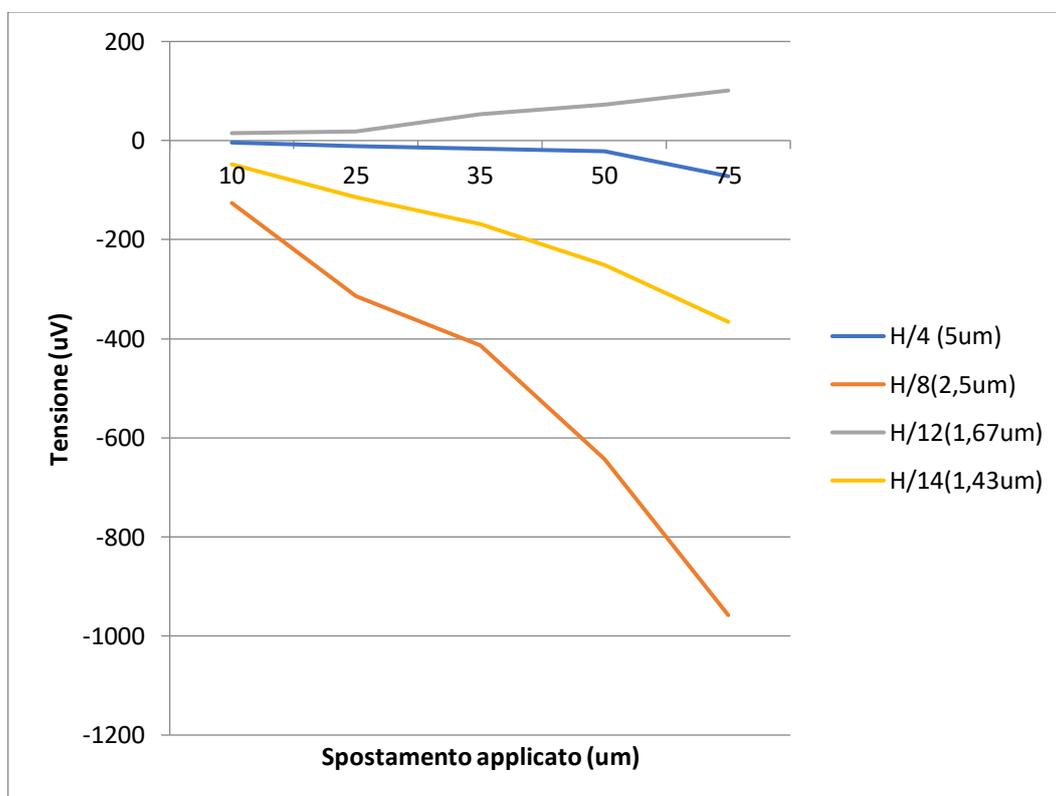


Figura 5.3.1.8.1. Grafico di confronto

Dal grafico di confronto, figura 5.3.1.8.1., è possibile osservare che la linearità, verificata nelle prove precedenti con spessori maggiori, non è mantenuta per spessori oltre $2,5\ \mu\text{m}$, infatti per spessori più piccoli la tensione generata è inferiore. Si può quindi affermare che per queste dimensioni e spostamenti applicati lo spessore ottimale è $2,5\ \mu\text{m}$.

5.3.2. Modello 2

Non è stato possibile arrivare alla deposizione di film sottili piezoelettrici di AlN in quanto si trattava di un lavoro pionieristico con tempistiche non compatibili con la durata della tesi.

Per questo motivo sono stati scelti due nuovi materiali, la Zirconia, una ceramica biocompatibile, per la base del sensore, e un piezo-polimero, il PVDF⁸, per lo strato di film sottile.

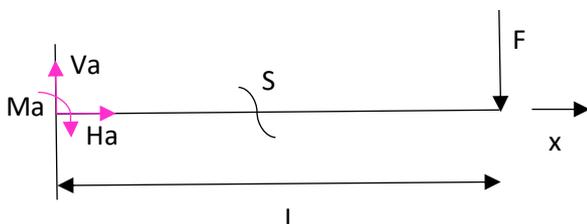
Le proprietà della Zirconia sono:[26]

- Modulo elastico = 200 GPa;
- Coefficiente di Poisson = 0,23;
- Densità = $5,7\ \text{g/cm}^3$.

La prima cosa da fare è stata dimensionare la trave; per fare questo la trave è stata studiata in modo analitico attraverso lo studio di una trave incastrata con carico statico in punta.

5.3.2.1. Dimensionamento della trave

Soluzione analitica



Equazioni di equilibrio

Lungo y: $V_a = F$

⁸ Vd. Capitolo 1

Lungo x: $H_a=0$

Momento intorno ad A: $M_a = -Fl$

Per calcolare le sollecitazioni della struttura bisogna considerare una sezione S e calcolare le sollecitazioni a sinistra della sezione.

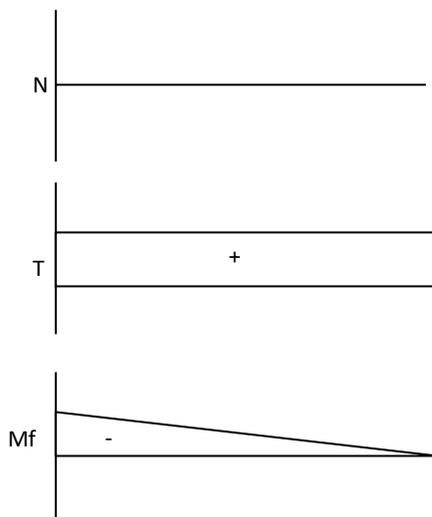
Sollecitazione Normale: $N=H_a=0$

Sollecitazione di Taglio: $T=V_a=F$

Momento flettente: $M_f=V_a x+M_a$

$M_f = F(x-l)$

Rappresentazione grafica delle sollecitazioni



Per dimensionare la trave bisogna considerare il punto di momento flettente massimo e ricavare la sezione, tramite il suo momento di inerzia.

$$J_z = \frac{bh^3}{12} \text{ Momento di inerzia [mm}^4\text{]}$$

$$\sigma_x = \frac{M * y}{J} \text{ Relazione di Navier}$$

Questa relazione esprime come gli sforzi dipendano dal momento flettente applicato, dalla distanza dall'asse neutro e dal momento di inerzia J della sezione.

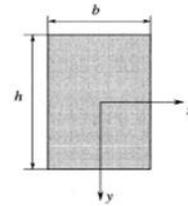
$$\sigma_x = \frac{M \cdot y}{J}$$

Il momento di inerzia vale:

$$J = \frac{1}{12} \cdot b \cdot h^3$$

Mentre y_{\max} vale $h/2$

$$\sigma_x = \frac{M \cdot \frac{h}{2}}{\frac{1}{12} \cdot b \cdot h^3} = \frac{12 \cdot M \cdot h}{2 \cdot b \cdot h^3} = \frac{6 \cdot M}{b \cdot h^2}$$



Per trovare la sezione è stato necessario fare delle ipotesi:

- Rapporto b/h pari a 1/8=0,125;
- Forza massima costante pari a 10N, data da $m \cdot g$;
- Larghezza b massima pari a 4mm;
- Tensione di Von Mises ≤ 690 MPa, resistenza a flessione della Zirconia.

m [Kg]	F [N]	l [mm]	h/b	sigma [MPa]	g
3	29,43	15	0,125	690	9,81
1	9,81	15	0,125		
2	19,62	15	0,125		
2	19,62	10	0,125		
2	19,62	5	0,125		
0,5	4,91	10	0,125		
0,7	6,87	10	0,125		
0,7	6,87	15	0,125		
0,8	7,85	10	0,125		
0,9	8,83	10	0,125		
1	9,81	20	0,125		
Va=T	Ma	Mf	B	h	
29,43	-441,45	441,45	6	0,8	
9,81	-147,15	147,15	4	0,5	
19,62	-294,3	294,3	5	0,7	
19,62	-196,2	196,2	5	0,6	
19,62	-98,1	98,1	4	0,5	
4,91	-49,05	49,05	3	0,4	
6,87	-68,67	68,67	3	0,4	
6,87	-103,005	103,005	4	0,5	
7,85	-78,48	78,48	4	0,4	
8,83	-88,29	88,29	4	0,5	
9,81	-196,2	196,2	5	0,6	

Tabella 5.3.2.1.1. Calcolo della sezione della trave

Le prove evidenziate in rosso sono state escluse perché la forza applicata è troppo elevata.

Svolti i calcoli su Excel, sono stati sviluppati i modelli 3D, tramite il software Solidworks, e, in seguito, importati su Ansys al fine di calcolare la tensione generata sulla struttura, e andare a verificare l'ipotesi relativa alla tensione di Von Mises.

Sono state svolte 4 prove, quelle che hanno ottenuto una dimensione di b pari a 4mm, sulla tabella 5.3.2.1.1. sono evidenziate in verde.

Il modello dopo essere stato importato su Ansys viene discretizzato, attraverso una mesh di elementi quadrati, viene caricato e vincolato, vedi figg. 5.3.2.1.1.,5.3.2.1.2,5.3.2.1.3.

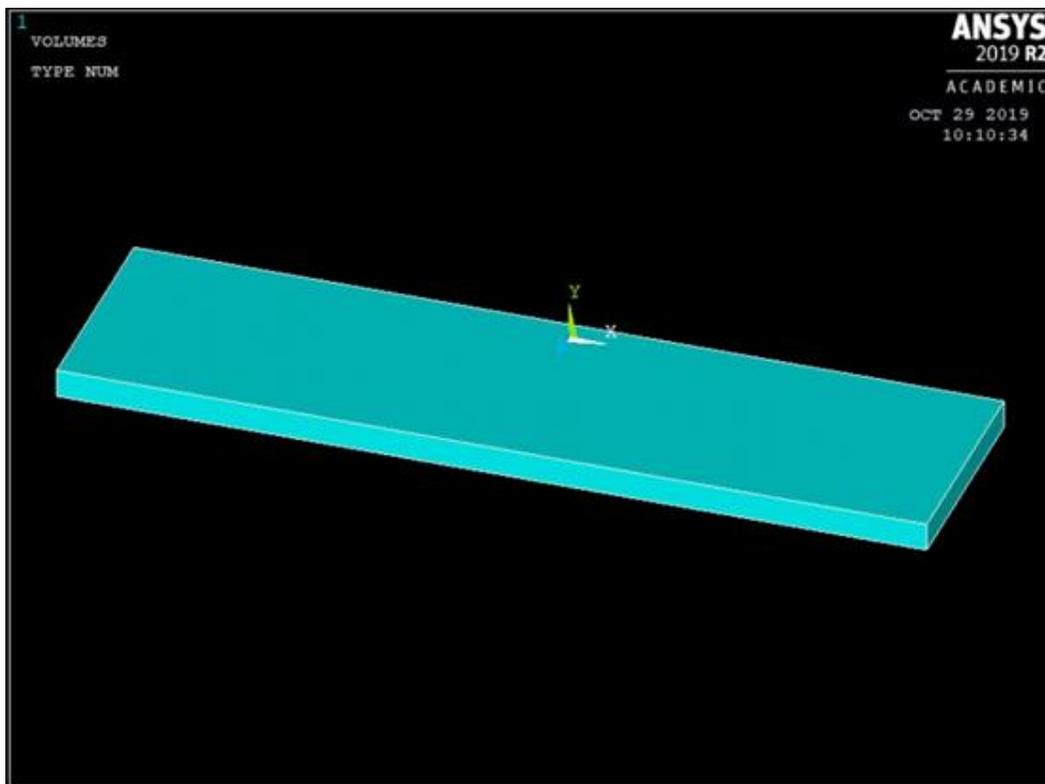


Figura 5.3.2.1.1. Importazione in Ansys del modello 3D

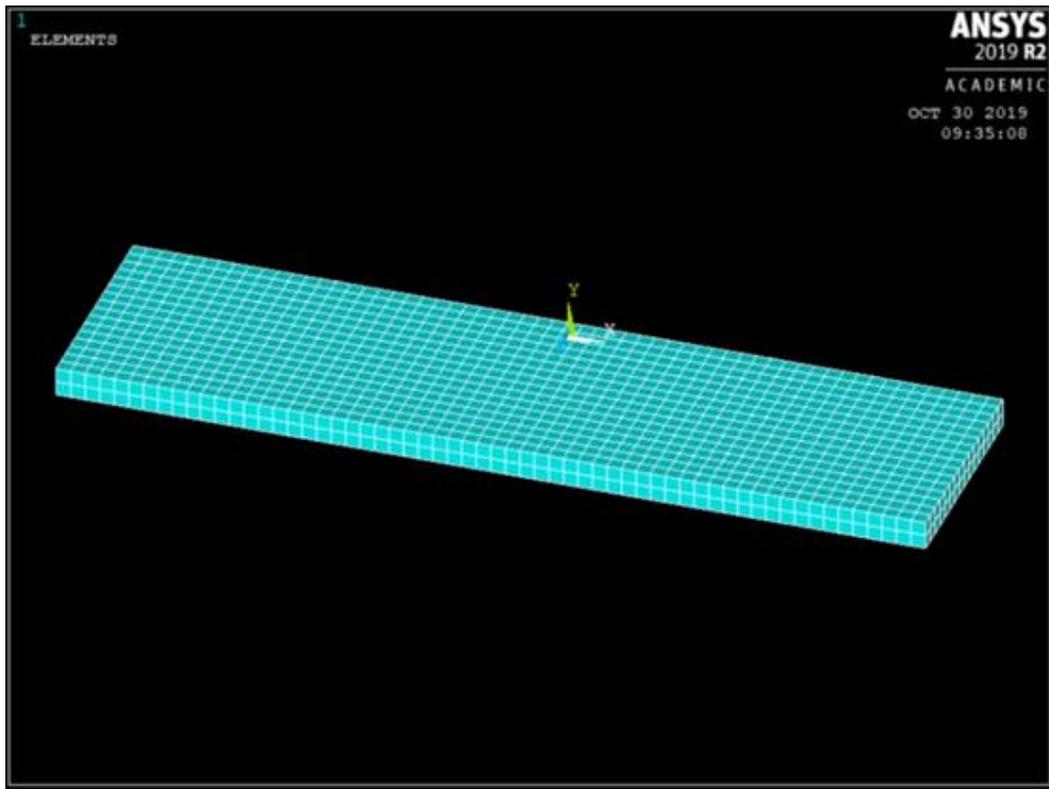


Figura 5.3.2.1.2. Mesh

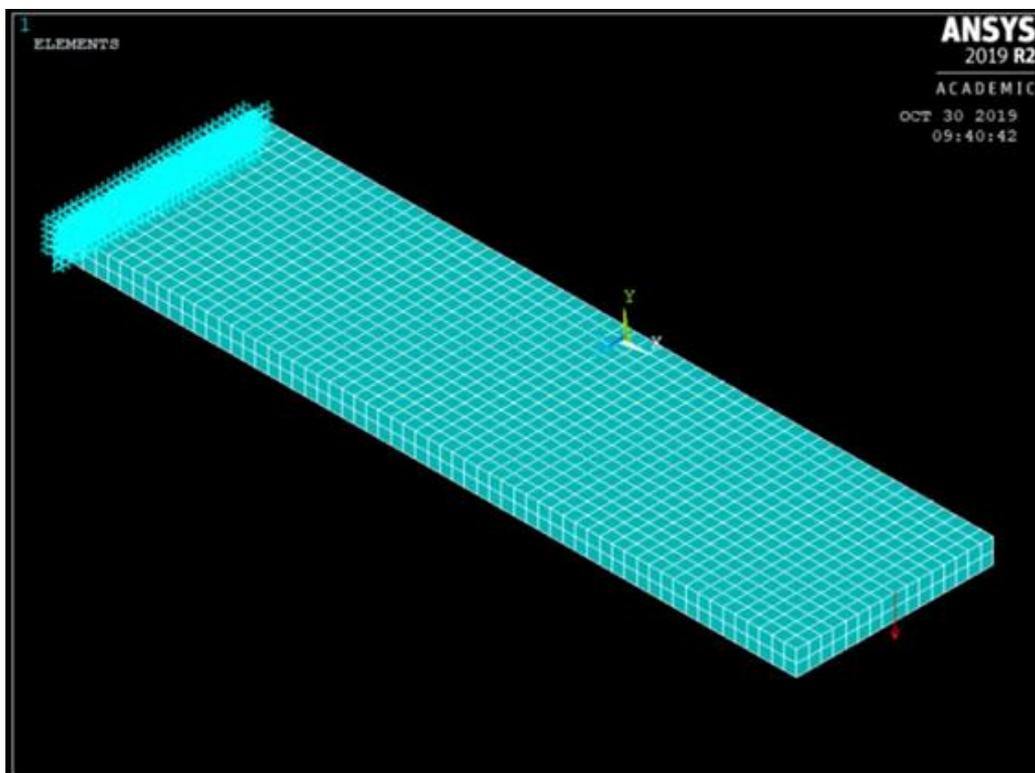


Figura 5.3.2.1.3. Applicazione dei vincoli e del carico

Prova 1

$l=15$ mm

$b=4$ mm

$h=0.5$ mm

$F=9.81$ N

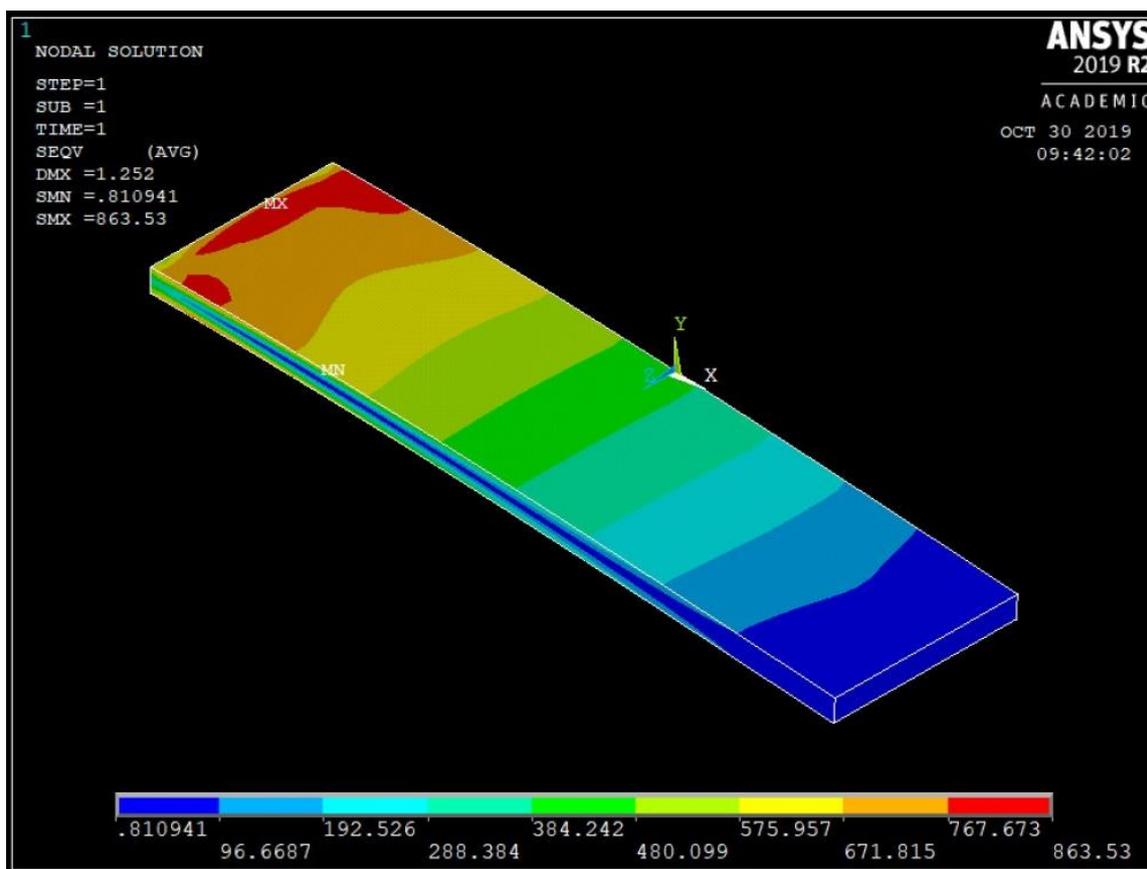


Figura 5.3.2.1.4. Tensione di Von Mises per la prima prova

Si può osservare, figura 5.3.2.1.4., che la tensione di Von Mises è pari a circa 864 MPa, nettamente superiore alla resistenza a flessione della Zirconia, quindi questo modello non è utilizzabile.

Prova 2

$l=15$ mm

$b=4$ mm

$h=0.5$ mm

$F=6.87$ N

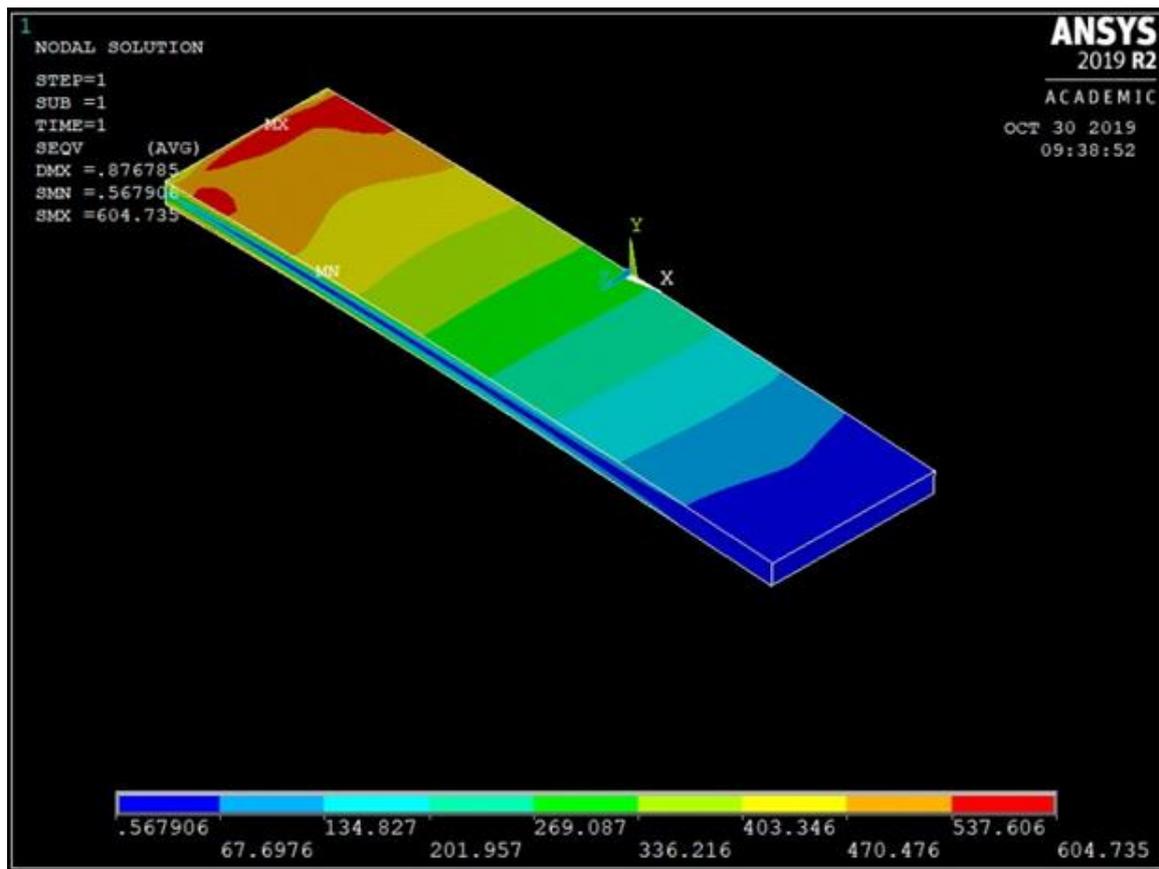


Figura 5.3.2.1.5. Tensione di Von Mises per la seconda prova

Si osserva che la tensione è pari a 604 MPa, inferiore a quella della Zirconia. Questo modello è valido ed utilizzabile.

Sono state svolte altre due prove perché l'obiettivo è quello di trovare la condizione limite, cioè quelle grandezze che permettono di ottenere una tensione di Von Mises prossima a quella di resistenza a flessione della Zirconia.

Prova 3

$l=10$ mm

$b= 4$ mm

$h= 0.4$ mm

$F= 7.85$ N

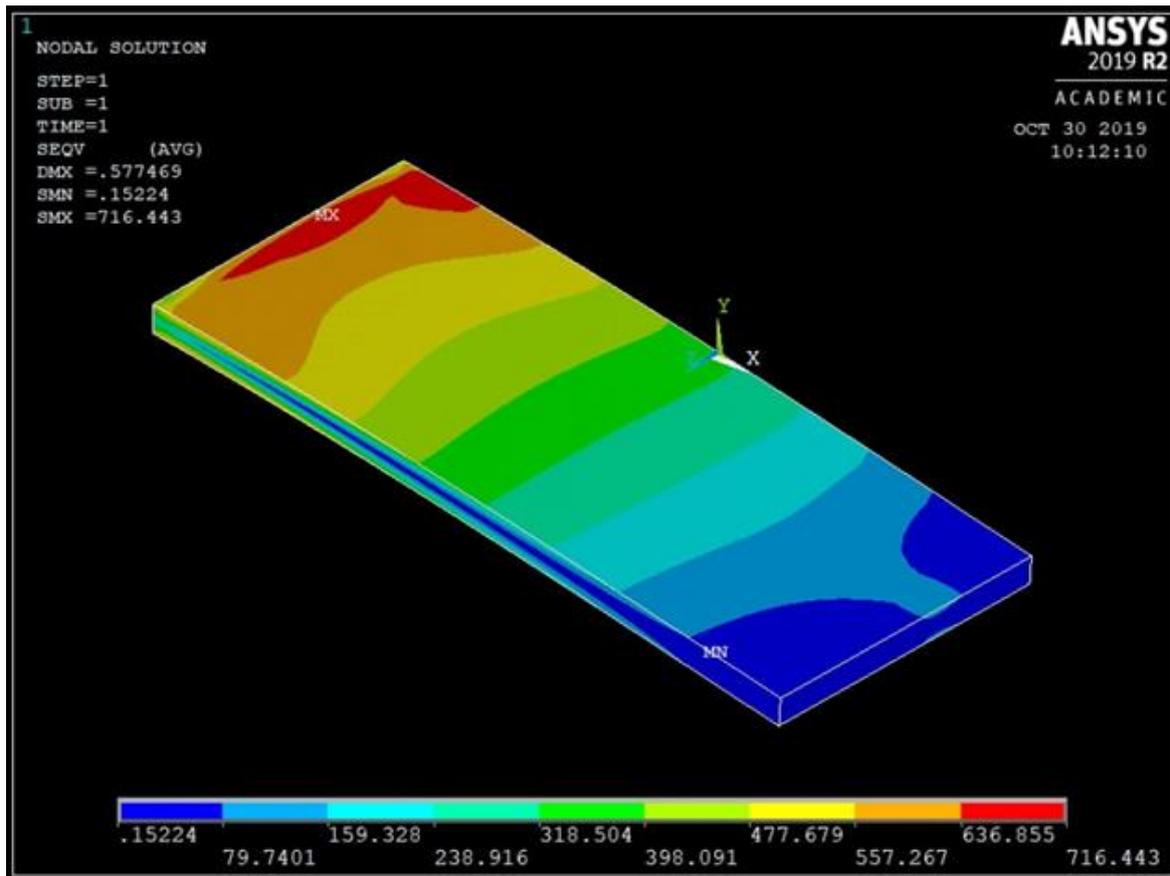


Figura 5.3.2.1.6. Tensione di Von Mises per la terza prova

In questo caso la tensione, pari a 716 MPa, è troppo elevata quindi il modello non è valido.

Prova 4

$l=10$ mm

$b= 4$ mm

$h= 0.5$ mm

$F= 8.83$ N

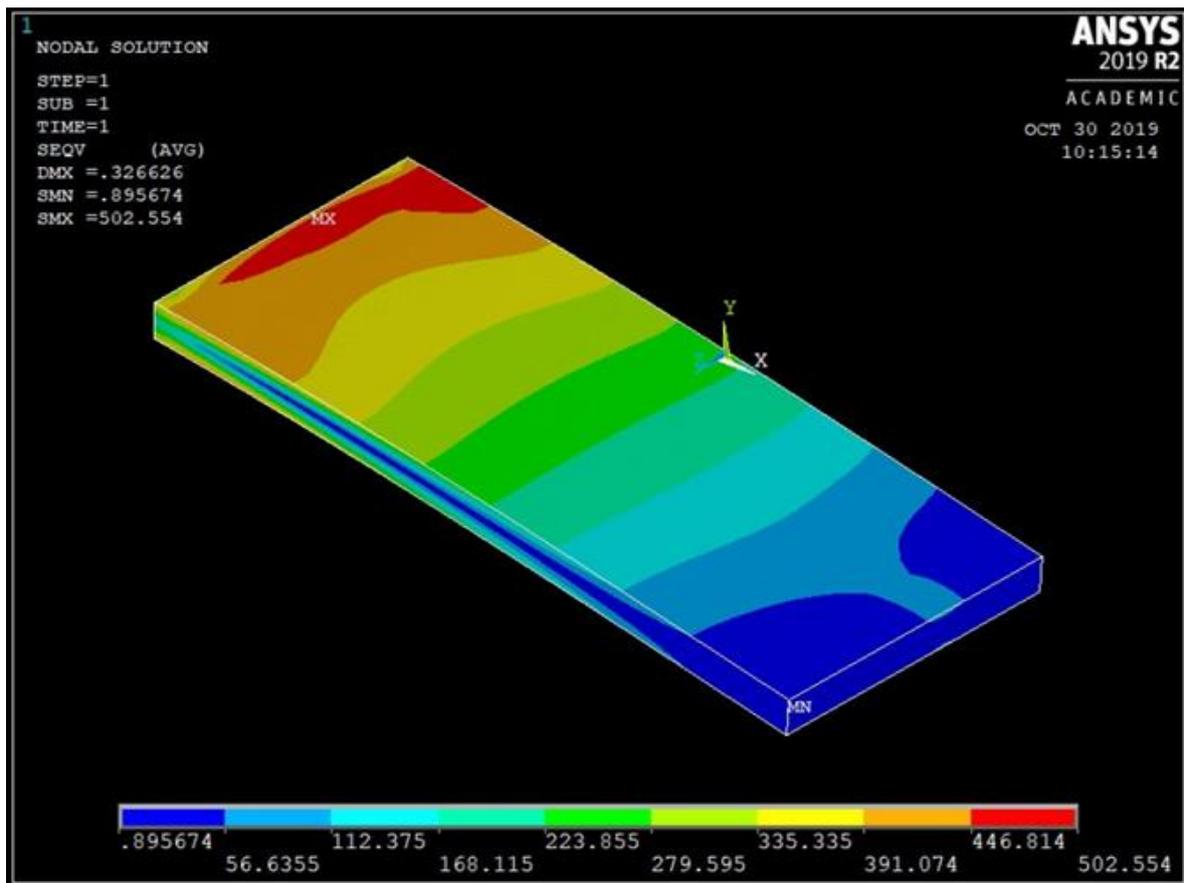


Figura 5.3.2.1.7. Tensione di Von Mises per la quarta prova

La tensione è pari a circa 503 MPa, inferiore a quella della Zirconia, perciò il modello è valido, ma essendo che noi stiamo cercando il caso critico, tra le quattro prove il modello che potrà essere utilizzato è quello relativo alla seconda prova.

5.3.2.2. Prove con forza dinamica

Le prove svolte fino ad ora consideravano una forza statica, ma per il nostro modello è più realistico considerare una forza dinamica in modo tale da mantenere il sensore in oscillazione e avere in uscita una tensione continua.

Per questo motivo di seguito si potranno osservare le prove svolte con forza dinamica.

È stata considerata una forza del tipo $F = F_0 \sin(\omega t)$.

Più nello specifico lo spostamento è del tipo $x = x_0 \sin(\omega t)$, è stato derivato due volte per ottenere l'accelerazione che è stata moltiplicata per la massa per trovare la forza:

$$F = -m(\omega)^2 x_0 \sin(\omega t)$$

con $w=2\pi f$.

Le prove sono state svolte come il modello precedente. È stato importato il modello IGES da Solidworks ad Ansys, come dimensioni sono state considerate quelle del modello precedente, relativo alla seconda prova. A questo punto è stata fatta la mesh, al fine di discretizzare la struttura e semplificare i calcoli, e sono stati impostati il carico e i vincoli.

Le dimensioni della struttura, la massa, e lo spostamento iniziale sono stati ipotizzati:

- $m= 0,01$ Kg;
- $x_0=1$ mm;
- $l= 15$ mm;
- $b=4$ mm;
- $h= 0,5$ mm.

Per quanto riguarda la massa, si può notare che è nettamente inferiore rispetto alle prove precedenti, perché in questo modo è più prossima alla realtà.

Ciò che è stato fatto variare è la frequenza di oscillazione, inizialmente in un range 1-5 Hz, successivamente in un range 100-120 Hz.

Il modello è stato sviluppato come se venisse applicata una forza statica, considerando un valore costante di frequenza, ad ogni prova veniva fatta variare la frequenza e di conseguenza la forza applicata, in modo da renderlo dinamico.

Osservati i risultati, l'obiettivo era che la sollecitazione massima fosse inferiore alla resistenza a flessione della Zirconia pari a 690 MPa.

Utilizzato il primo range di frequenze, le sollecitazioni venivano molto piccole, quindi è stato dedotto che con le dimensioni e i valori decisi, non si arrivava mai a rottura; ma l'obiettivo era proprio trovare la condizione limite.

Con il secondo range di frequenze sono stati ottenuti i seguenti risultati, vedi tabella 5.3.2.2.1. Sono stati usati valori di frequenza con la virgola perché, essendo la forza caratterizzata da un seno, avere numeri interi portava all'annullamento della forza perché multipli di 2π .

f [Hz]	Stress [MPa]
100,25	485
110,25	587
115,25	646
116,25	653
116,75	658
117,75	669
118,25	675
118,75	680
119,25	686
119,75	692
120,25	698



Tabella 5.3.2.2.1. Risultati

Si osserva che la frequenza limite è $f = 119,25$ Hz perché determina una sollecitazione pari a 686MPa, prossima a quella della Zirconia.

5.3.3. Modello 3

Queste condizioni imposte sono poco realistiche, infatti bisogna considerare una massa in punta che abbia delle dimensioni idonee a quelle della trave e che abbia anche un peso influenzato dalla sua densità. Per questo motivo è stata considerata una massa in punta di Zirconia con determinate dimensioni. Le proprietà della Zirconia sono:

- Modulo elastico = 200 GPa;
- Coefficiente di Poisson = 0,23;
- Densità = 5,7 g/cm³.

Definite queste proprietà dalla letteratura, sono state definite le dimensioni della trave:

- L= 15 mm;
- H= 0,5 mm;
- B= 4 mm.

Considerando fisse le dimensioni, sono state fatte delle ipotesi semplificative.

Hp semplificative:

1. Spostamenti piccoli rispetto alla sezione;
2. Piccole rotazioni;
3. Flessione nel piano;

4. Trave snella e quindi trascurabili gli effetti di taglio;
5. Smorzamento trascurabile;
6. Massa concentrata in punta.

Il modello è stato realizzato come i precedenti, considerando una trave a sbalzo vincolata su un'estremità e nell'estremo libero viene applicata una forza. Tutto è stato svolto sul software Ansys. Importato il file IGES da Solidworks ad Ansys è stata fatta la mesh e applicati i carichi e i vincoli, vedi figura 5.3.3.1.

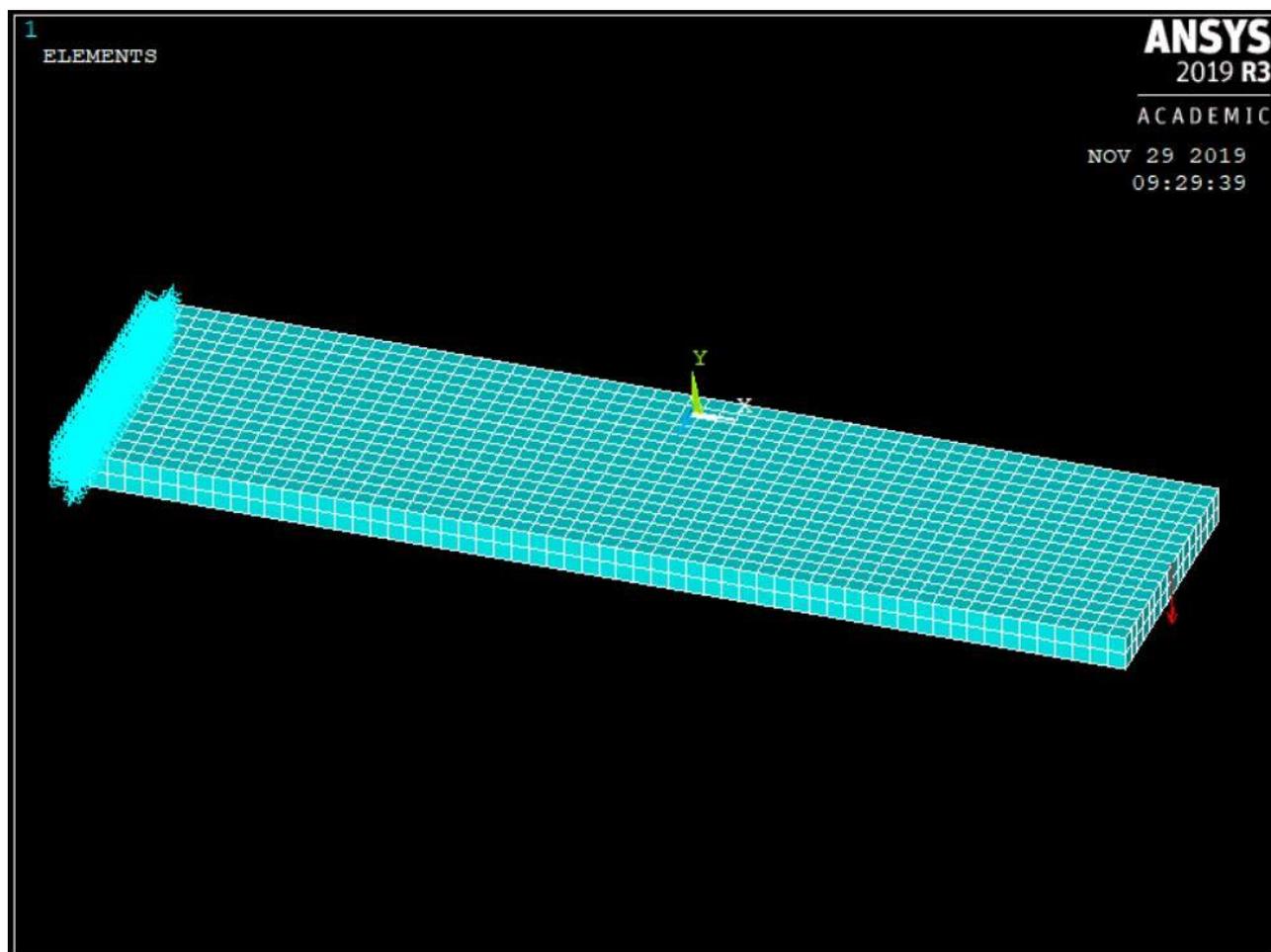


Figura 5.3.3.1. Modello 3

La forza è dinamica, quindi varia al variare della frequenza con cui sollecito la struttura, la forza è stata ottenuta moltiplicando la massa, posizionata in punta, con l'accelerazione.

$$x = x_0 \sin(\omega t) \quad \text{con } \omega = 2\pi f$$

$$F = m \ddot{x}$$

$$F = -m(2\pi f)^2 x_0 \sin(2\pi f t)$$

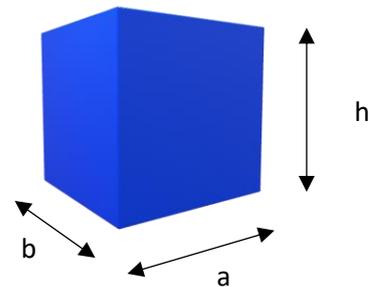
Le prove sono state svolte mantenendo costante le dimensioni della trave e $x_0=1$ mm, spostamento iniziale. Le frequenze vengono fatte variare in un range 50-150 Hz.

Sono stati considerati tre casi con tre masse di dimensioni diverse, in modo tale da avere più prove da poter confrontare.

Il primo caso considera una massa cubica di lato 4mm.

Il secondo caso un parallelepipedo con dimensioni:

- $a= 4$ mm;
- $b= 4$ mm;
- $h= 6$ mm.



Il terzo ed ultimo caso un parallelepipedo con dimensioni:

- $a= 4$ mm;
- $b= 6$ mm;
- $h= 6$ mm.

Caso 1

Essendo la massa un cubo di lato 4 mm, il suo volume sarà pari a $V=64$ mm³.

La densità della Zirconia è $5,7 \cdot 10^{-6}$ Kg/mm³, la massa sarà

$$m_1 = \rho_{zirconia} V = 5,7 * 10^{-6} * 64 = 3,648 * 10^{-4} Kg$$

Le prove sono state svolte su Ansys. Applicata la forza, data dalla massa per l'accelerazione, è stata calcolata la tensione di Von Mises, al fine di verificare che sia inferiore alla resistenza a flessione della Zirconia, pari a 690 MPa.

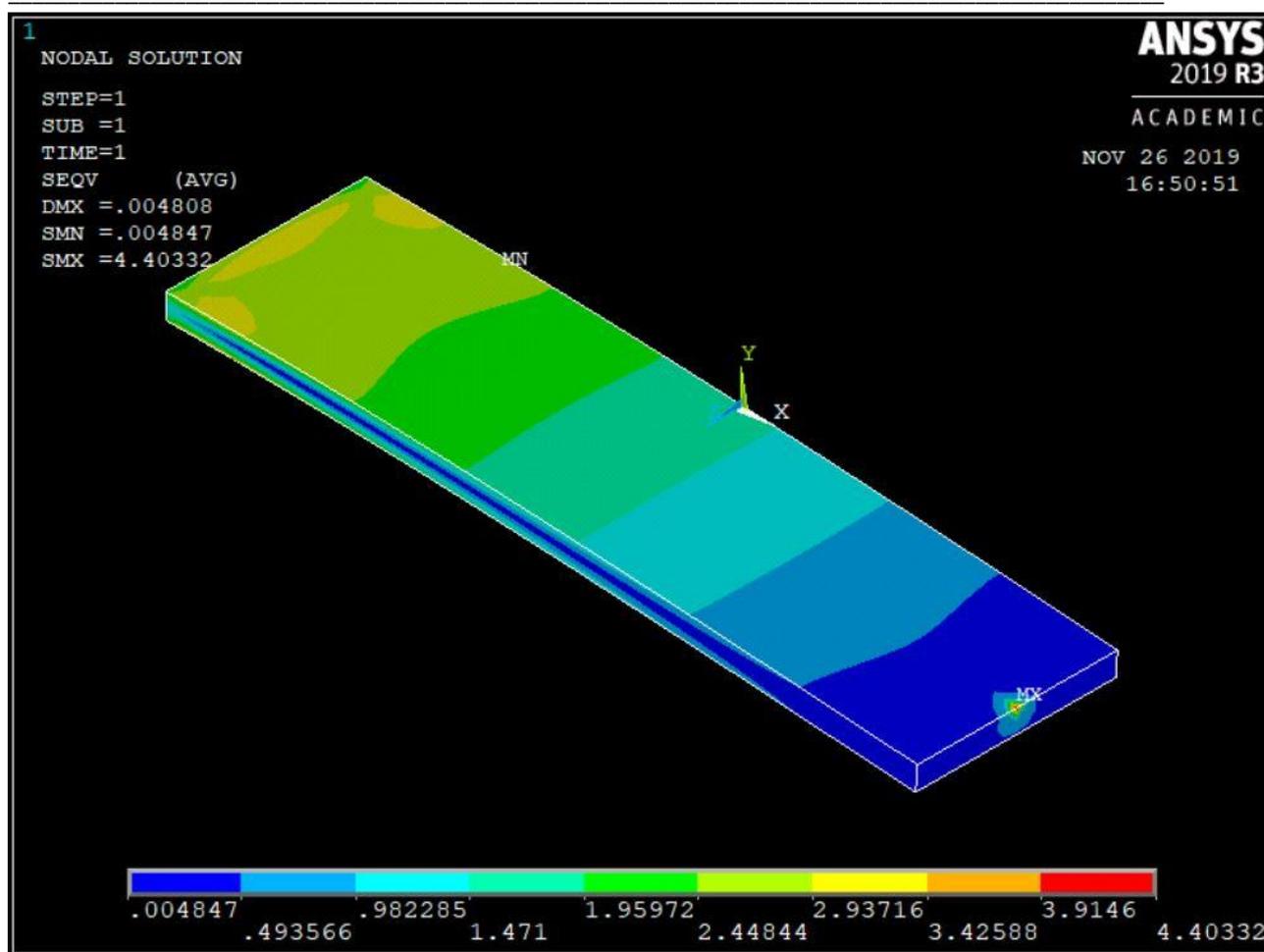


Figura 5.3.3.2. Tensione di Von Mises

Dalla figura 5.3.3.2. si osserva che il valore massimo di tensione è in corrispondenza del punto di applicazione della forza, ma, in realtà, bisogna considerare come valore massimo quello in corrispondenza del vincolo, perché da teoria si sa che la zona più sollecitata di una trave a sbalzo è il vincolo. Su Ansys corrisponde al punto di applicazione della forza perché è un punto notevole.

Questa prova è stata svolta per tutto il range di frequenze 50-150 Hz.

Successivamente, verificato che il materiale sia sollecitato in condizioni da non portarlo a rottura, è stato analizzato un modello 2D su Ansys, che permette di tenere in considerazione lo strato di film piezoelettrico, e calcolare il voltaggio generato in superficie al film sottile.

Il materiale piezoelettrico è PVDF con proprietà, acquisite da ricerche bibliografiche:[27][28]

- Modulo di Young $E1=8300\text{MPa}$
- Coefficiente di Poisson $\nu=0.18$

- Modulo di taglio $G_{12}=3500$ MPa
- Permittività relativa considerando lo stress costante $\epsilon_{p33}=7.4$ C/m²
- Coefficienti di deformazione piezoelettrica $d_{31}=8e-12$ C/N
- $d_{32}=8e-12$ C/N
- $d_{33}=-33e-12$ C/N

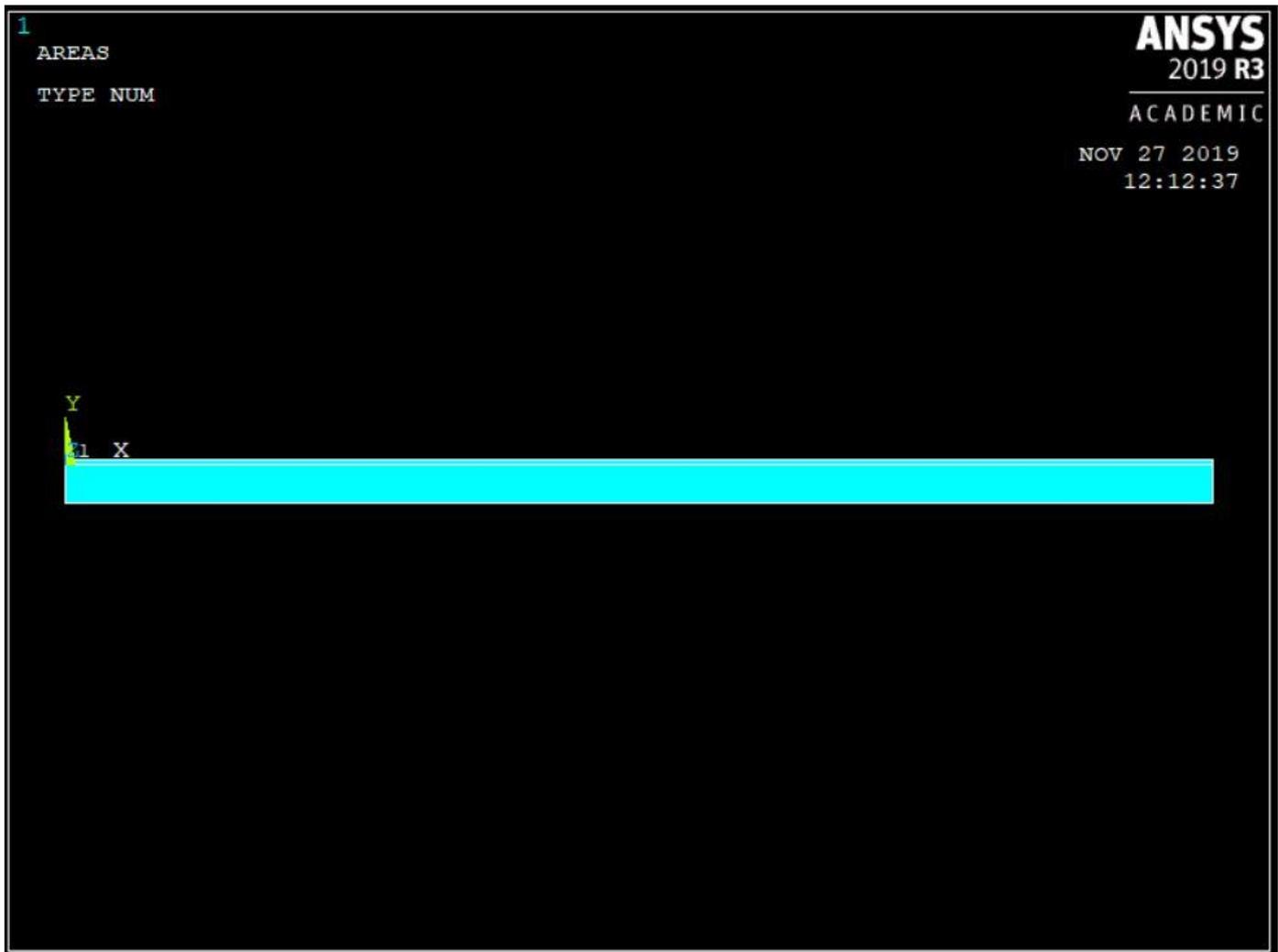


Figura 5.3.3.3. Modello con base di Zirconia e film sottile di PVDF

Da questo modello è stato possibile misurare la tensione generata agli elettrodi posti in superficie, come nei modelli precedenti.

```
*DO LOOP ON PARAMETER= I FROM 1.0000 TO 10.000 BY 1.0000
- Electrode 1 Voltage = -2.12699959 (uVolt)

*ENDDO INDEX= I
- Electrode 2 Voltage = -2.12700506 (uVolt)
- Electrode 3 Voltage = -2.12701053 (uVolt)
- Electrode 4 Voltage = -2.127016 (uVolt)
- Electrode 5 Voltage = -2.12702147 (uVolt)
- Electrode 6 Voltage = -2.12702695 (uVolt)
- Electrode 7 Voltage = -2.12703242 (uVolt)
- Electrode 8 Voltage = -2.12703789 (uVolt)
- Electrode 9 Voltage = -2.12704336 (uVolt)
- Electrode 10 Voltage = -2.12704883 (uVolt)
```

Caso 2

Nel secondo caso la massa in punta è un parallelepipedo con volume $V = 96 \text{ mm}^3$.

Di conseguenza la massa è pari a

$$m_2 = \rho_{zirconia} V = 5,7 * 10^{-6} * 96 = 5,472 * 10^{-4} \text{ Kg}$$

Sono state svolte le stesse prove del caso 1 ma con valori di forza differenti, in quanto la massa applicata è cambiata.

Caso 3

Il terzo caso è caratterizzato da una massa con volume $V = 144 \text{ mm}^3$.

La massa sarà

$$m_3 = \rho_{zirconia} V = 5,7 * 10^{-6} * 144 = 8,208 * 10^{-4} \text{ Kg}$$

Di seguito, vedi tabella 5.3.3.1., è possibile osservare la tensione di Von Mises al variare della frequenza per i tre casi studiati.

	Massa 1 [Kg]	Massa 2 [Kg]	Massa 3 [Kg]	
	3,648	5,472	8,208	*10 ⁽⁻⁴⁾
Frequenze [Hz]	Von Mises [MPa]	Von Mises [MPa]	Von Mises [MPa]	
0	0	0	0	
50,25	3,4	5,2	7,8	
70,25	6,7	10,2	15,2	
80,25	8,9	13,2	19,9	
100,25	13,8	20,7	31	
120,25	19,8	29,7	44,6	
140,25	26,9	40,4	60,6	
150,25	30,9	46,4	69,7	

Tabella 5.3.3.1. Risultati tensione di Von Mises

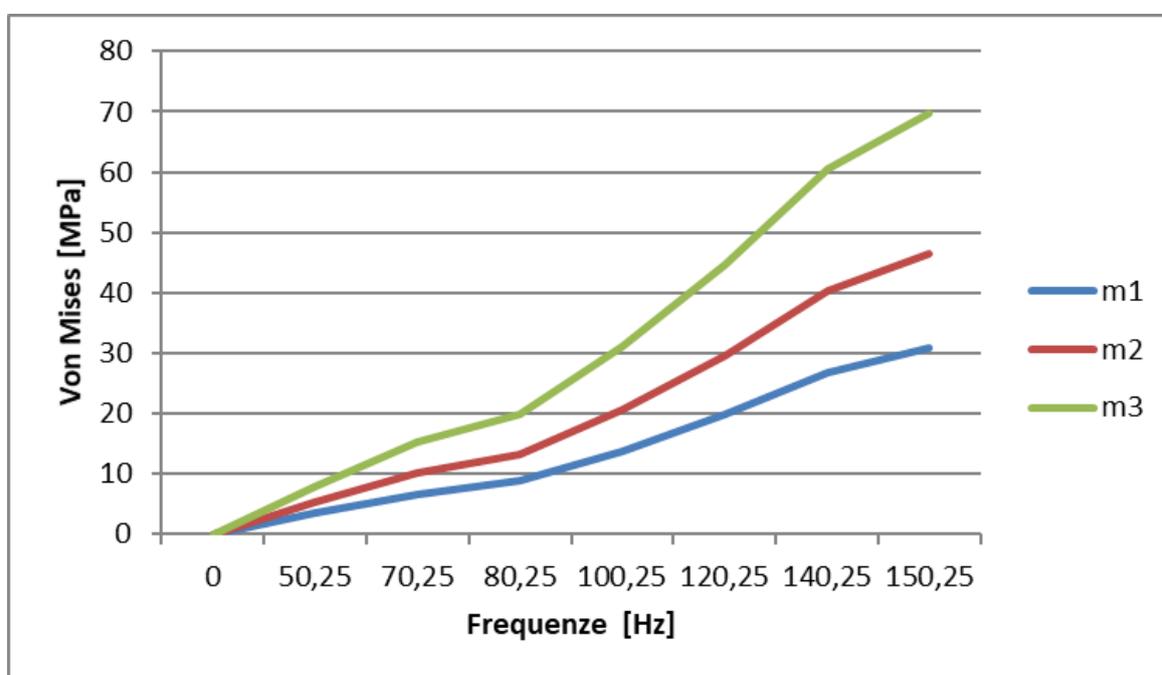


Figura 5.3.3.4. Tensione di Von Mises al variare della frequenza per tre valori di massa differenti,

$$m_1=3,648 \cdot 10^{-4} \text{ Kg}, m_2=5,472 \cdot 10^{-4} \text{ Kg} \text{ e } m_3=8,208 \cdot 10^{-4} \text{ Kg}$$

Nella tabella 5.3.3.2. sono riportati i risultati relativi ai tre casi, riferiti alla tensione media generata agli elettrodi posti in superficie.

Frequenze [Hz]	Volt [uV]	Volt [uV]	Volt [uV]
0	0	0	0
50,25	2,127	3,246	5,927
70,25	4,545	7,164	10,522
80,25	5,389	8,413	12,337
100,25	9,757	12,298	20
120,25	13,505	19,162	33,236
140,25	17,992	25,973	35,529
150,25	21,428	32,154	42,351

Tabella 5.3.3.2. Risultati tensione

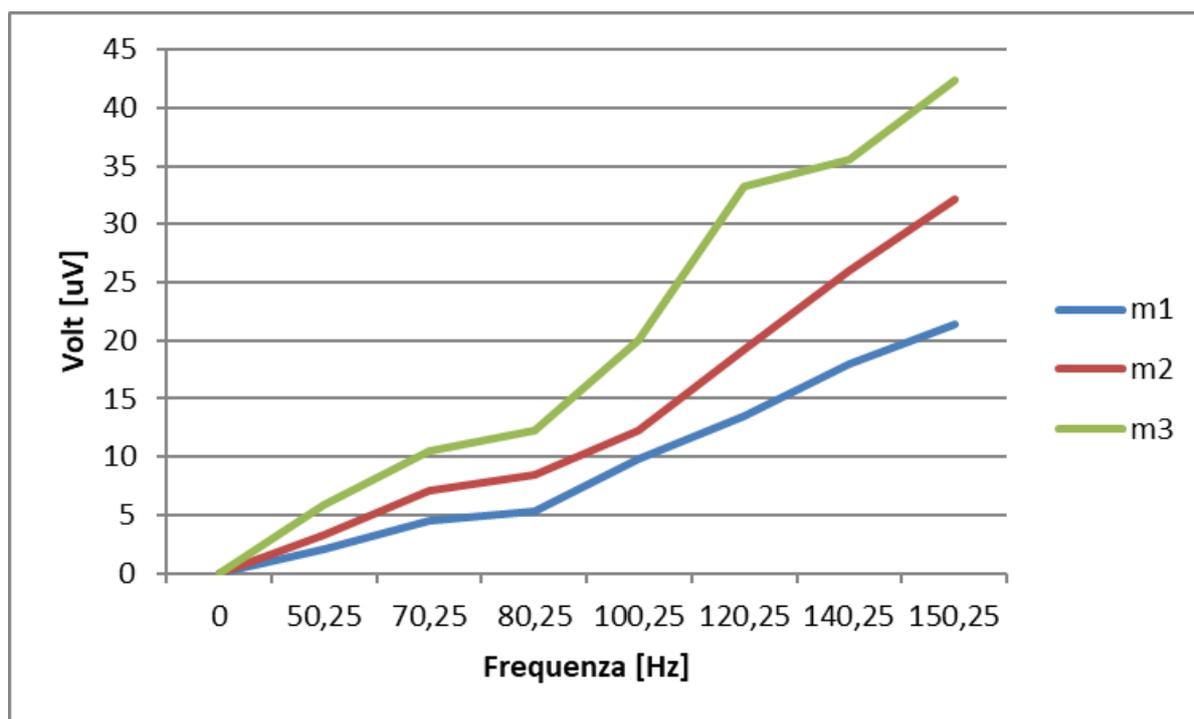


Figura 5.3.3.5. Volt misurato agli elettrodi posti in superficie al materiale piezoelettrico al variare della frequenza per tre valori di massa differenti, $m_1=3,648 \cdot 10^{-4}$ Kg, $m_2=5,472 \cdot 10^{-4}$ Kg e $m_3=8,208 \cdot 10^{-4}$ Kg

5.3.3.1. Dimensionamento della trave

Terminate le prove con queste dimensioni della trave, ne sono state definite di nuove in modo da trovare le dimensioni ottimali per il tipo di lavoro svolto in questa tesi, cioè quelle che garantiscono un voltaggio generato in uscita maggiore.

In questo caso sono state scelte:

- $L = 15 \text{ mm}$;
- $H = 1 \text{ mm}$;
- $B = 4 \text{ mm}$;

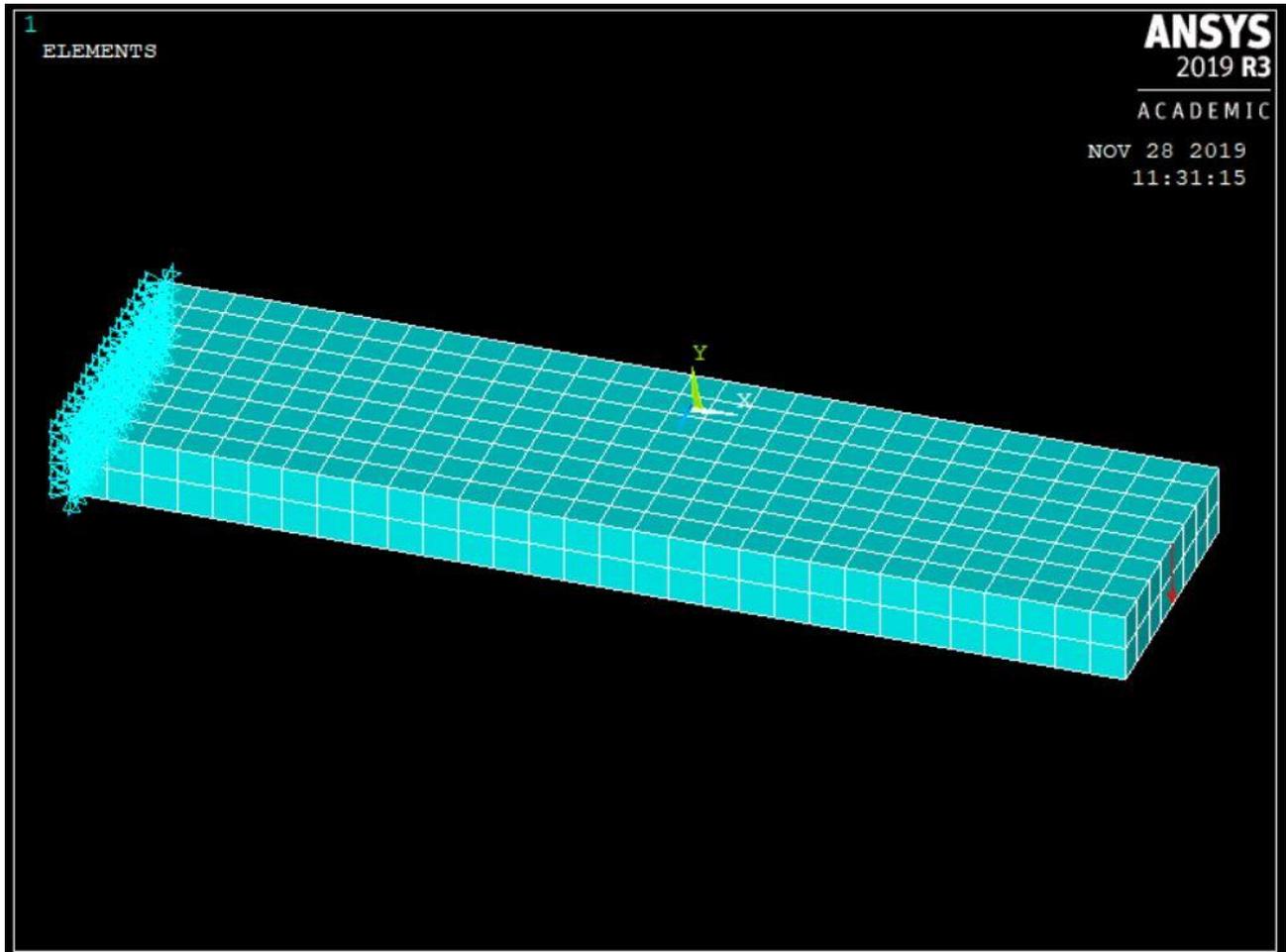


Figura 5.3.3.1.1. Modello con $l=15\text{mm}$, $h=1\text{mm}$ e $b=4\text{mm}$

Definito il modello su Ansys, è stata calcolata la tensione di Von Mises per i tre valori di massa.

Di seguito è possibile osservare i risultati, vedi tabella 5.3.3.1.1.

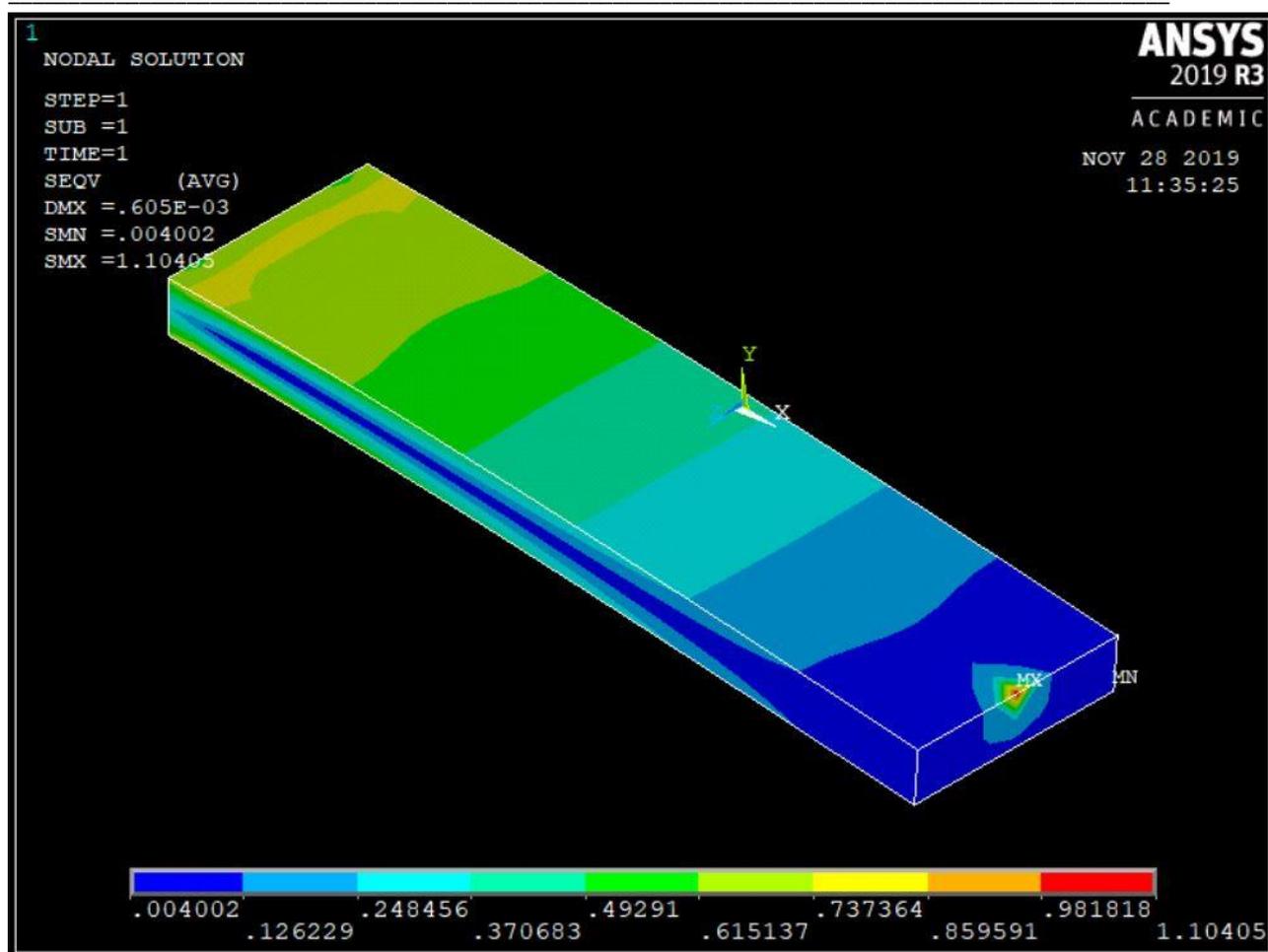


Figura 5.3.3.1.2. Tensione di Von Mises

Anche in questo caso è possibile osservare che la tensione massima è in corrispondenza del punto di applicazione della forza, ma questo non è veritiero per questo motivo sono stati considerati come valori massimi quelli in corrispondenza del vincolo.

	Massa 1 [Kg]	Massa 2 [Kg]	Massa 3 [Kg]	
	3,648	5,472	8,208	*10 ⁽⁻⁴⁾
Frequenze [Hz]	Von Mises [MPa]	Von Mises [MPa]	Von Mises [MPa]	
0	0	0	0	
50,25	0,9	1,2	1,8	
70,25	1,6	2,4	3,5	
80,25	2,0	3,1	4,6	
100,25	3,2	4,8	7,2	
120,25	4,6	6,9	10,3	
140,25	6,2	9,3	14,0	
150,25	7,1	10,7	16,0	

Tabella 5.3.3.1.1. Risultati tensione di Von Mises

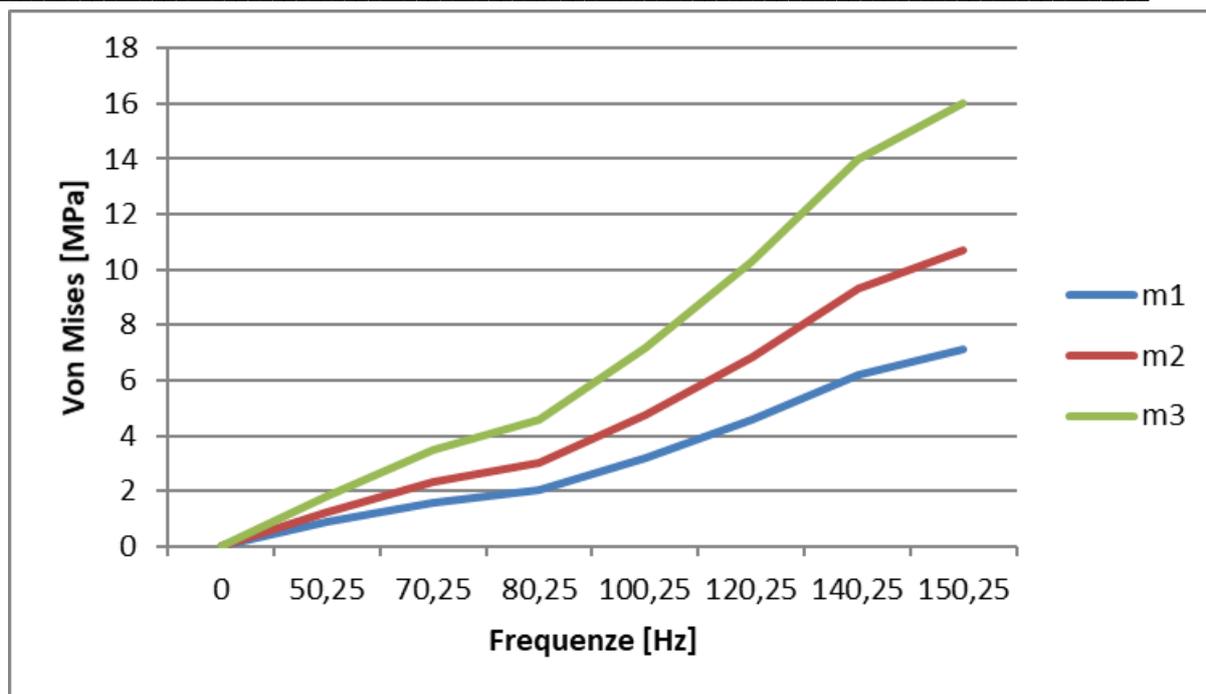


Figura 5.3.3.1.3. Tensione di Von Mises al variare della frequenza per tre valori di massa differenti,

$$m_1=3,648 \cdot 10^{-4} \text{ Kg}, m_2=5,472 \cdot 10^{-4} \text{ Kg} \text{ e } m_3=8,208 \cdot 10^{-4} \text{ Kg}$$

In ugual modo è stata misurata la tensione generata agli elettrodi posti in superficie, vedi tabella

5.3.3.1.2.

Frequenze [Hz]	Volt [uV]	Volt [uV]	Volt [uV]
0	0	0	0
50,25	0,2	0,34	0,47
70,25	0,4	0,61	0,94
80,25	0,53	0,83	1,22
100,25	0,83	1,24	1,93
120,25	1,18	1,85	2,72
140,25	1,62	2,62	3,81
150,25	1,89	2,81	4,18

Tabella 5.3.3.1.2. Risultati tensione

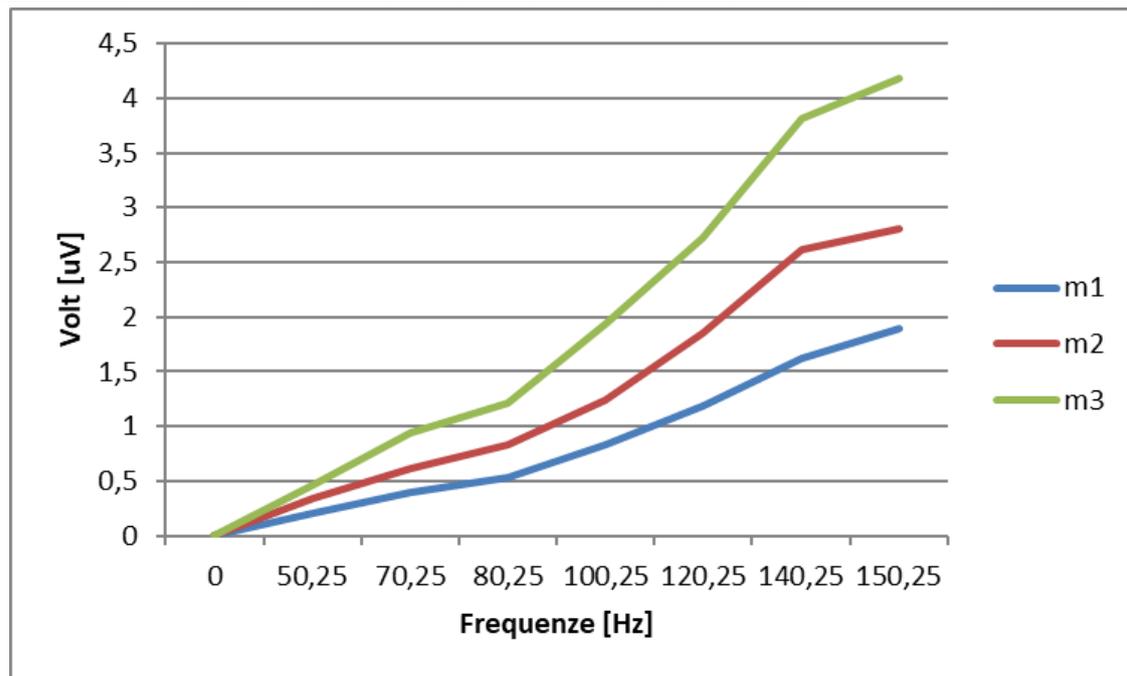


Figura 5.3.3.1.4. Volt misurato agli elettrodi posti in superficie al materiale piezoelettrico al variare della frequenza per tre valori di massa differenti, $m_1=3,648 \cdot 10^{-4}$ Kg, $m_2=5,472 \cdot 10^{-4}$ Kg e $m_3=8,208 \cdot 10^{-4}$ Kg

Le ultime prove sono state svolte con nuove dimensioni della trave:

- L= 15 mm;
- H= 0,25 mm;
- B= 4mm.

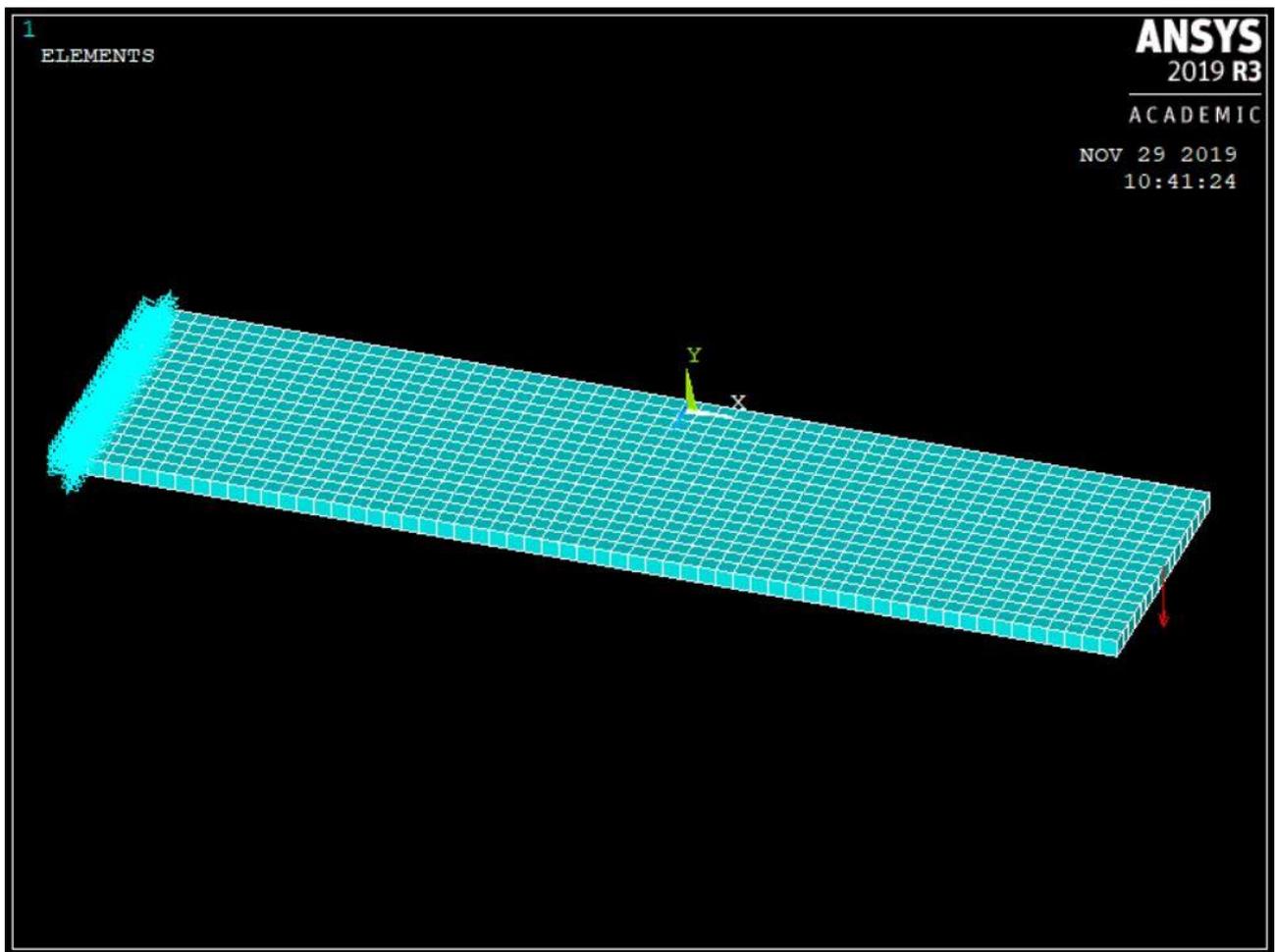


Figura 5.3.3.1.5. Modello con $l=15\text{ mm}$, $b=4\text{ mm}$ e $h=0,25\text{ mm}$

Sono state svolte le stesse prove degli altri modelli con le stesse masse, è stato così misurato lo stato di sollecitazione della struttura e la tensione generata in superficie al film piezoelettrico, vedi tabelle 5.3.3.1.3., 5.3.3.1.4.

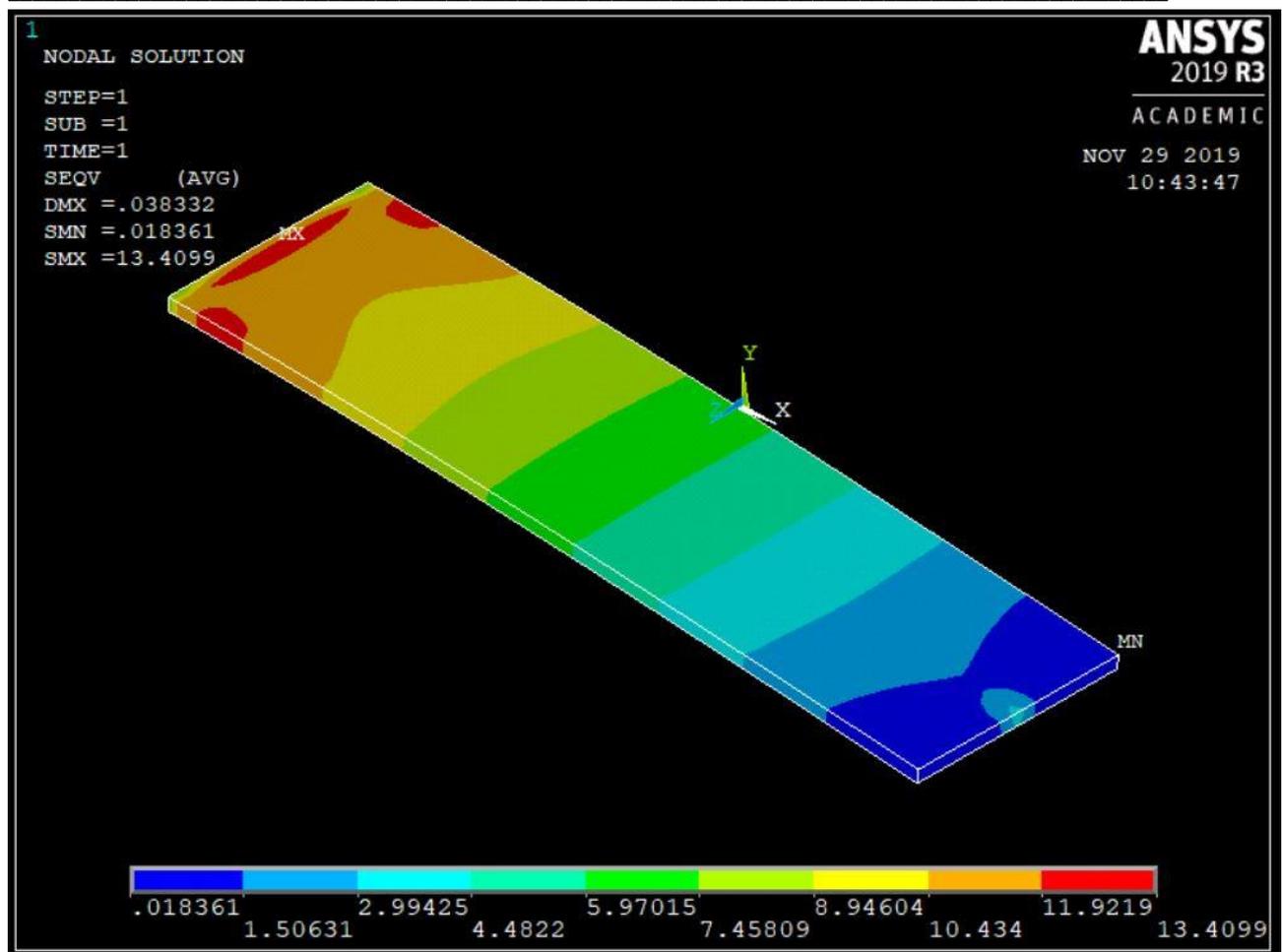


Figura 5.3.3.1.6. Tensione di Von Mises

Con queste dimensioni della trave la zona più sollecitata è l’incastro, come da teoria.

	Massa 1 [Kg]	Massa 2 [Kg]	Massa 3 [Kg]	
	3,648	5,472	8,208	*10 ⁽⁻⁴⁾
Frequenze [Hz]	Von Mises [MPa]	Von Mises [MPa]	Von Mises [MPa]	
0	0	0	0	
50,25	13,4	20,5	30,5	
70,25	26,4	39,9	59,6	
80,25	34,6	51,8	77,9	
100,25	54	80,8	121	
120,25	77,5	116	175	
140,25	105	158	237	
150,25	121	182	273	

Tabella 5.3.3.1.3. Risultati tensione di Von Mises

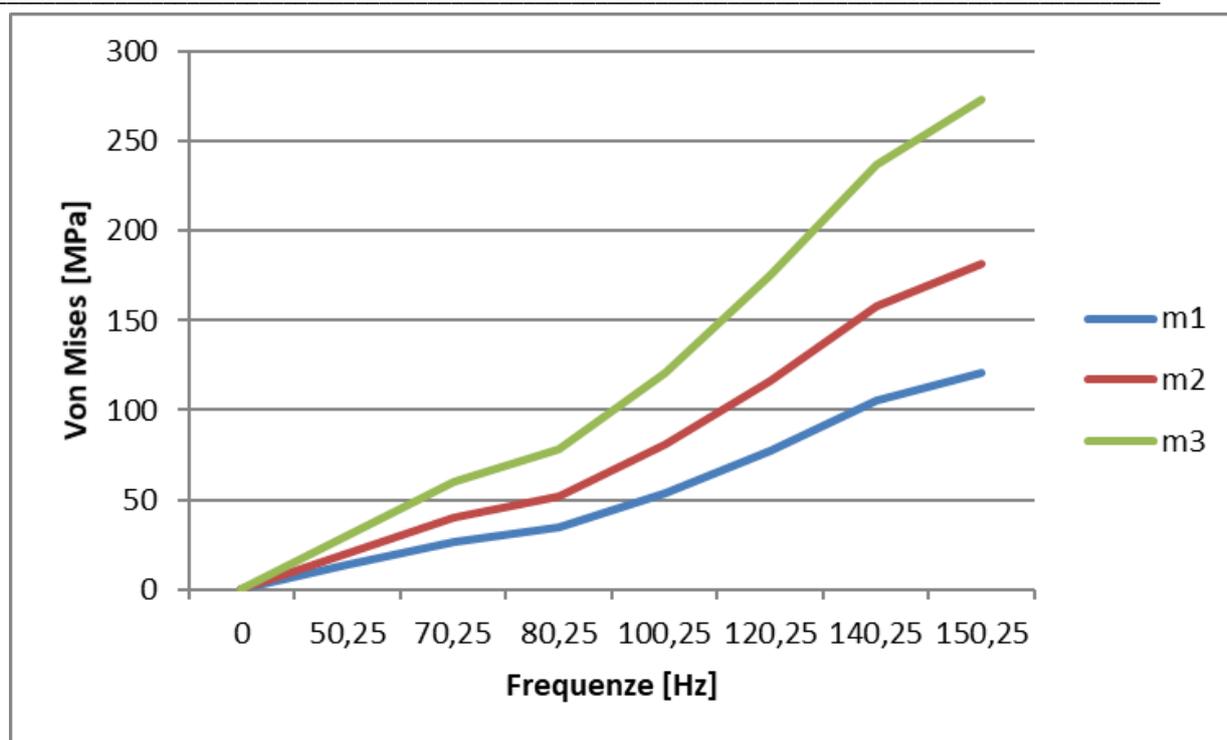


Figura 5.3.3.1.7. Tensione di Von Mises al variare della frequenza per tre valori di massa differenti,

$$m_1=3,648 \cdot 10^{-4} \text{ Kg}, m_2=5,472 \cdot 10^{-4} \text{ Kg} \text{ e } m_3=8,208 \cdot 10^{-4} \text{ Kg}$$

Frequenze [Hz]	Volt [uV]	Volt [uV]	Volt [uV]
0	0	0	0
50,25	48,4	66,7	115,3
70,25	89,4	148,1	231,9
80,25	127,2	168,5	308,8
100,25	190,3	320,1	490
120,25	267,1	357,2	617
140,25	370,1	664	905,4
150,25	387,7	716,6	1019,1

Tabella 5.3.3.1.4. Risultati tensione

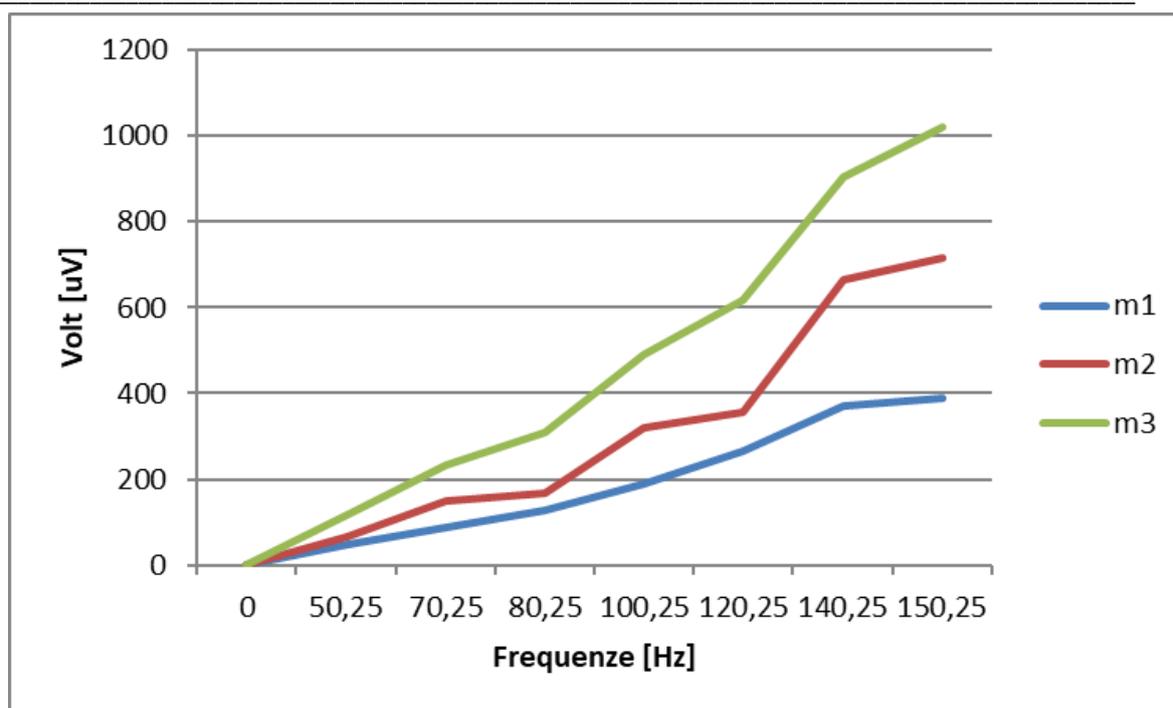


Figura 5.3.3.1.8. Volt misurato agli elettrodi posti in superficie al materiale piezoelettrico al variare della frequenza per tre valori di massa differenti, $m_1=3,648 \cdot 10^{-4}$ Kg, $m_2=5,472 \cdot 10^{-4}$ Kg e $m_3=8,208 \cdot 10^{-4}$ Kg

È possibile osservare che all'aumentare della massa posta all'estremo libero della trave, il voltaggio generato dallo strato di materiale piezoelettrico aumenta.

Visto che in ogni prova svolta la tensione di Von Mises rimane sempre inferiore a quella di rottura della Zirconia, pari a 690 MPa, per scegliere le condizioni ottimali di prova si osservano solo i volt generati.

Di seguito avremo il confronto tra le tre prove, vedi figura 5.3.3.1.9., considerando il caso di massa pari a $m_3=8,208 \cdot 10^{-4}$ Kg, che corrisponde al voltaggio generato maggiore.

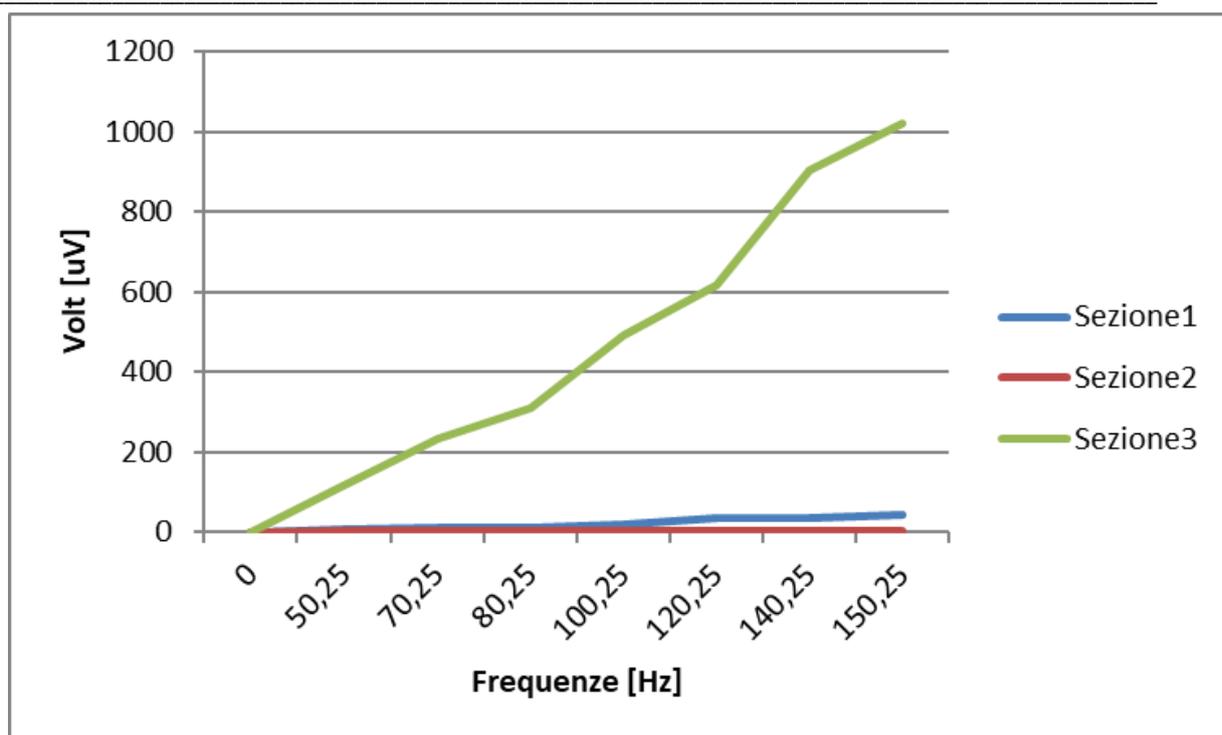


Figura 5.3.3.1.9. Volt misurato agli elettrodi posti in superficie al materiale piezoelettrico al variare della frequenza per le tre sezioni della trave, sezione 1 ($L=15\text{ mm}, H=0,5\text{ mm}, B=4\text{ mm}$), sezione 2 ($L=15\text{ mm}, H=1\text{ mm}, B=4\text{ mm}$), sezione 3 ($L=15\text{ mm}, H=0,25\text{ mm}, B=4\text{ mm}$).

Dal grafico si può osservare che nelle stesse condizioni di forza applicata e di frequenza, la terza sezione genera un voltaggio nettamente superiore.

5.3.3.2. Frequenza di risonanza della struttura

Dopo che sono state scelte le dimensioni finali della struttura, è stata calcolata la frequenza di risonanza.

Far oscillare la struttura alla sua frequenza di risonanza significa ottenere un aumento significativo dell'ampiezza delle oscillazioni che corrisponde a un accumulo di energia nettamente superiore al caso di non risonanza. Questo comporta la deformazione della struttura fino al raggiungimento della rottura.

Per questo motivo è importante conoscere la frequenza di risonanza della struttura, in modo da non lavorare in quelle condizioni.

Per calcolare la frequenza di risonanza si utilizzano le formule seguenti, è stato considerato il caso di trave a sbalzo:

$$\delta = \frac{Fl^3}{3EJ} \text{ freccia massima } (l = 15\text{mm})[\text{mm}]$$

$$J = \frac{bh^3}{12} \text{ Momento di inerzia } [\text{mm}^4]$$

$$F = k\delta \rightarrow k = \frac{F}{\delta} \text{ Rigidezza struttura } [\text{N/mm}]$$

$$\frac{1\text{N}}{\text{mm}} = \frac{1000\text{N}}{\text{m}}$$

$$\omega = \sqrt{\frac{k}{m}} \text{ Pulsazione } [\text{rad s}^{-1}]$$

$$f = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{m}} \text{ Frequenza di risonanza } [\text{Hz}]$$

m1 [Kg]	3,65E-04		Freccia max	[mm]	l[mm]	15	E [MPa]	200000
m2 [Kg]	5,47E-04		δ_1	0,135	F [N]	1	J1 [mm ⁴]	0,042
m3 [Kg]	8,21E-04		δ_2	0,017			J2 [mm ⁴]	0,333
			δ_3	1,080			J3 [mm ⁴]	0,005
Sezione 1	[mm]							
b	4		Rigidezza	[N/mm]			f risonanza	[Hz]
h	0,5		k1	7,407			f11	716
Sezione 2			k2	59,259			f12	585
b	4		k3	0,926			f13	478
h	1						f21	2.027
Sezione 3							f22	1.655
b	4						f23	1.351
h	0,25						f31	253
							f32	207
							f33	169

Tabella 5.3.3.2.1. Frequenze di risonanze per le tre sezioni della trave al variare della massa

Dalla tabella 5.3.3.2.1. si osserva che per la sezione scelta, l=15mm, b=4mm, h=0,25 mm, le frequenze di risonanza sono comprese tra 160 e 300 Hz. Per le prove svolte in precedenza, la combinazione massa applicata e sezione della trave che da i risultati migliori è quella relativa alla massa $m_3=8,208 \cdot 10^{-4}$ Kg, che corrisponde alla frequenza di risonanza pari a $f=169$ Hz.

Per questo motivo è stata svolta un'ulteriore prova su Ansys, considerando la frequenza di risonanza, in modo da vedere come la struttura si comporta in quelle condizioni.

La prova è stata svolta come le precedenti.

Di seguito si possono osservare i risultati.

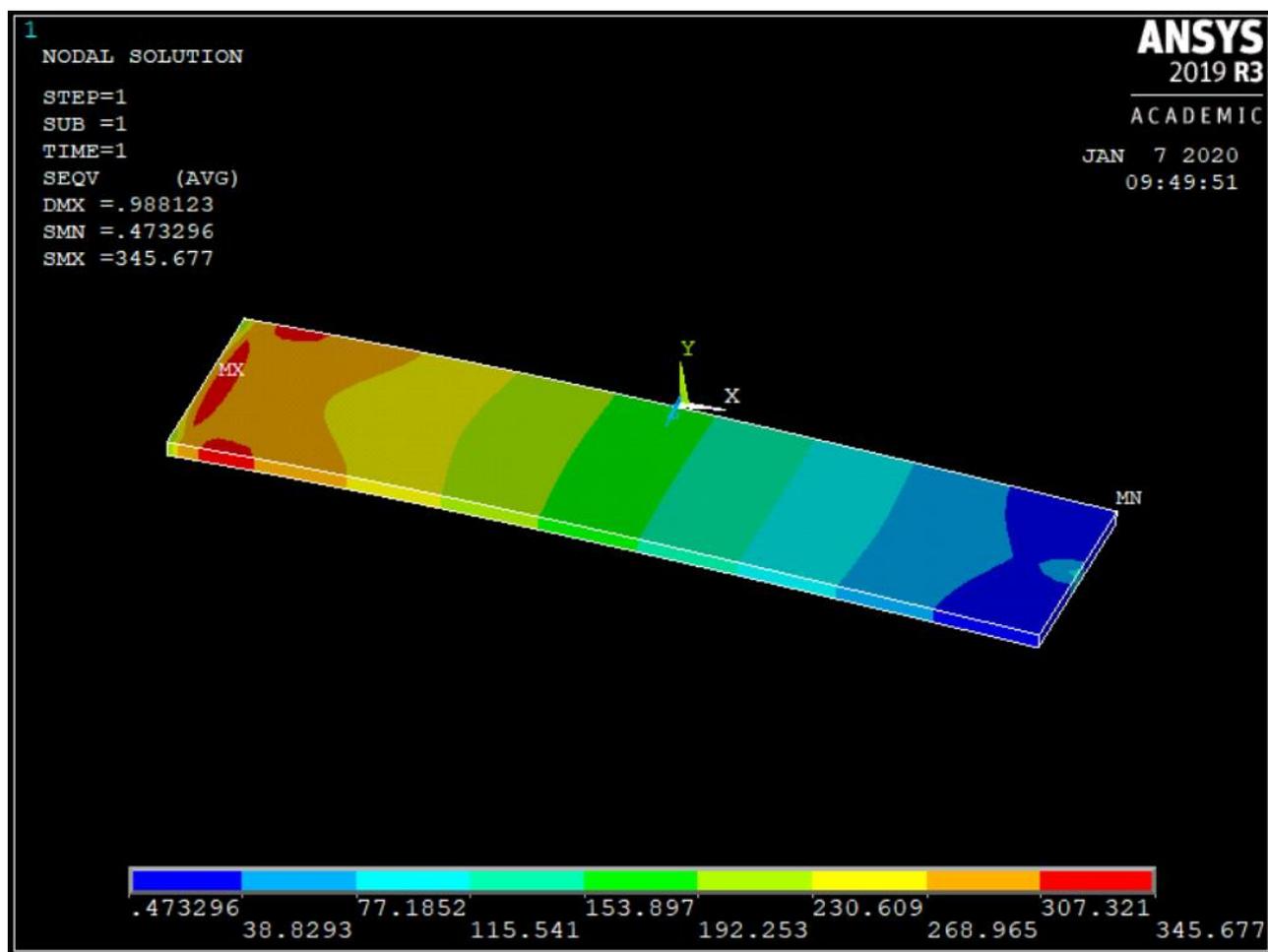


Figura 5.3.3.2.1. Tensione di Von Mises

```
*DO LOOP ON PARAMETER= I FROM 1.0000 TO 10.000 BY 1.0000
- Electrode 1 Voltage = -1285.56738 (uVolt)

*ENDDO INDEX= I
- Electrode 2 Voltage = -1285.56771 (uVolt)
- Electrode 3 Voltage = -1285.56805 (uVolt)
- Electrode 4 Voltage = -1285.56838 (uVolt)
- Electrode 5 Voltage = -1285.56871 (uVolt)
- Electrode 6 Voltage = -1285.56904 (uVolt)
- Electrode 7 Voltage = -1285.56937 (uVolt)
- Electrode 8 Voltage = -1285.5697 (uVolt)
- Electrode 9 Voltage = -1285.57002 (uVolt)
- Electrode 10 Voltage = -1285.57035 (uVolt)
```

Figura 5.3.3.2.2. Voltaggio misurato agli elettrodi posti in superficie del piezoelettrico

Si deduce che anche utilizzando una frequenza maggiore rispetto alle prove precedenti la struttura non raggiunge rottura perché la tensione di Von Mises, pari a 346 MPa, rimane inferiore alla resistenza a flessione della Zirconia, pari a 690 MPa.

Da questo si può affermare che utilizzando la frequenza di risonanza la struttura non raggiungerebbe la rottura, in forma teorica, ma essendo che le condizioni di risonanza comportano un accumulo di energia maggiore, le condizioni di rottura sarebbero comunque raggiunte. Per quanto riguarda la tensione, viene generata una grandezza elettrica in uscita dal piezoelettrico delle dimensioni del millivolt.

5.3.4. Modello 4

La frequenza di risonanza trovata è dell'ordine delle centinaia, essendo che l'obiettivo della tesi è creare un sensore per applicazioni biomediche, è meglio trovare una frequenza di risonanza più bassa, così da poterlo applicare sul corpo umano.

Per fare questo bisogna variare la geometria della struttura.

È stata cambiata la sezione della trave:

- L=15 mm;
- B= 4 mm;
- H=0,10 mm.

Si ottiene, così, una frequenza di risonanza più bassa ($f < 50\text{Hz}$).

m1 [Kg]	3,65E-04		Freccia max	[mm]	l[mm]	15	E [MPa]	200000
m2 [Kg]	5,47E-04		δ_3	16,875	F [N]	1	J3 [mm ⁴]	0,000333
m3 [Kg]	8,21E-04							
Sezione 3			Rigidezza	[N/mm]			f risonanza	[Hz]
b	4		k3	0,059			f31	64
h	0,1						f32	52
							f33	43

Tabella 5.3.4.1. Frequenza di risonanza della trave con sezione $b=4\text{mm}$, $h=0,1\text{mm}$

A questo punto è stato necessario verificare che a questa frequenza la struttura non fosse sollecitata a rottura.

Su Ansys sono state effettuate le misure, di seguito è possibile osservare i risultati.

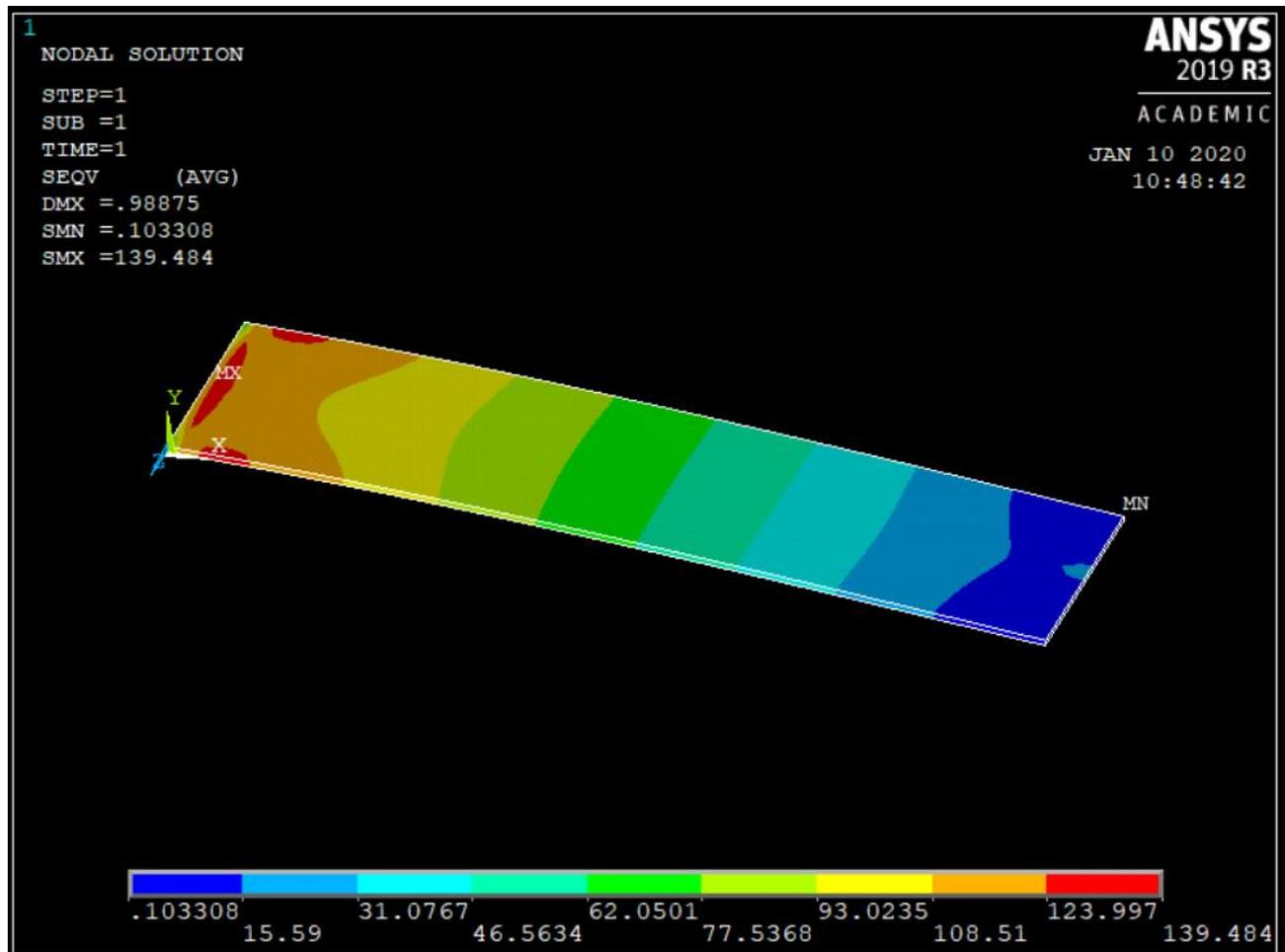


Figura 5.3.4.1. Tensione di Von Mises

Si osserva che la tensione di Von Mises massima è pari a circa 139 MPa, inferiore alla resistenza a flessione delle Zirconia, vedi figura 5.3.4.1. Il modello è utilizzabile.

Per ultima cosa sono stati calcolati i volt che si generano sullo strato piezoelettrico, vedi figura 5.3.4.2.

```

*DO LOOP ON PARAMETER= I FROM 1.0000 TO 10.000 BY 1.0000
- Electrode 1 Voltage = -52.902406 (uVolt)

*ENDDO INDEX= I
- Electrode 2 Voltage = -52.9024838 (uVolt)
- Electrode 3 Voltage = -52.9025616 (uVolt)
- Electrode 4 Voltage = -52.9026393 (uVolt)
- Electrode 5 Voltage = -52.9027168 (uVolt)
- Electrode 6 Voltage = -52.9027942 (uVolt)
- Electrode 7 Voltage = -52.9028714 (uVolt)
- Electrode 8 Voltage = -52.9029485 (uVolt)
- Electrode 9 Voltage = -52.9030255 (uVolt)
- Electrode 10 Voltage = -52.9031025 (uVolt)

```

Figura 5.3.4.2. Volt misurato agli elettrodi posti in superficie

Rispetto alla sezione precedente i volt generati dal piezoelettrico sono inferiori, sono circa la metà.

5.3.5. Scelta del modello finale

A questo punto bisogna scegliere se è meglio considerare una frequenza di risonanza più bassa o un voltaggio generato più alto, in modo da scegliere la sezione della trave.

Essendo entrambe le frequenze di risonanza elevate per possibili applicazioni interne al corpo umano, è stata scelta la sezione che garantiva 1mV generato. In questo modo, si presuppone che il sensore possa aumentare l'autonomia di dispositivi applicabili poi sul corpo umano.

La sezione scelta è $l=15\text{mm}$, $b=4\text{mm}$ e $h=0,25\text{mm}$.

Tenendo fissa la sezione sono state valutate tre varianti di trave, cioè è stata variata la lunghezza considerando:

1. Lunghezza nominale;
2. Lunghezza nominale +20%;
3. Lunghezza nominale -20%.

Il caso di lunghezza nominale (15mm) lo troviamo nella sezione relativa al Modello 3. Di seguito sono stati analizzati gli altri due casi calcolando la loro frequenza di risonanza, e, in conclusione, è stato fatto un confronto tra le tre varianti per osservare le differenze.

Variante 2: lunghezza nominale +20%

Dimensioni della trave:

- $l=18\text{mm}$;
- $h=0,25\text{mm}$;
- $b=4\text{mm}$.

È stata calcolata la frequenza di risonanza della trave considerando, come nel caso precedente, il materiale Zirconia con le proprietà:

- Modulo elastico = 200 GPa;
- Coefficiente di Poisson = 0,23;
- Densità = 5,7 g/cm³.

m1 [Kg]	3,65E-04	Freccia max	[mm]	l[mm]	18	E [MPa]	200000
m2 [Kg]	5,47E-04	δ_3	1,866	F [N]	1	J3 [mm ⁴]	0,005208
m3 [Kg]	8,21E-04						
						f risonanza	[Hz]
Sezione 3			Rigidezza	[N/mm]		f31	193
b	4		k3	0,536		f32	157
h	0,25					f33	128

Tabella 5.3.5.1. Frequenza di risonanza della trave di lunghezza $l=18\text{mm}$

Trovata la frequenza di risonanza è stato verificato che la trave non fosse sollecitata a rottura, per fare questo è stato utilizzato Ansys.

Viene importato il file IGES su Ansys, vedi figura 5.3.5.1.

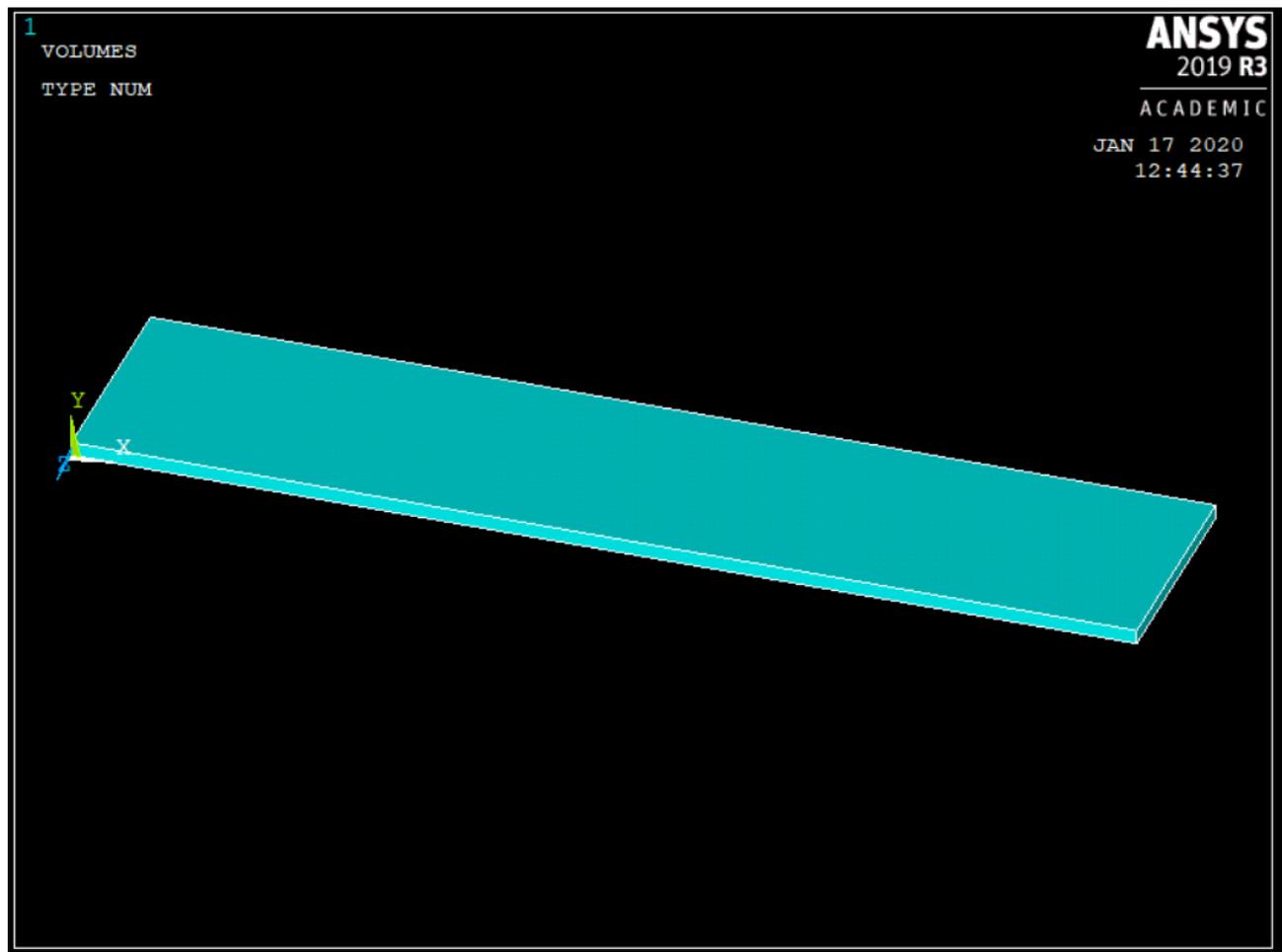


Figura 5.3.5.1. Trave di dimensioni $l=18\text{mm}$, $b=4\text{mm}$, $h=0,25\text{mm}$.

A questo punto è stata fatta la mesh della struttura, vincolata e caricata.

Poi è stata calcolata la tensione di Von Mises ed è stato verificato che fosse inferiore alla resistenza a flessione della Zirconia pari a 690 MPa, vedi figura 5.3.5.2.

È stato considerato il caso con frequenza di risonanza pari a 128 Hz e massa $m_3=8,208 \cdot 10^{-4}$ Kg.

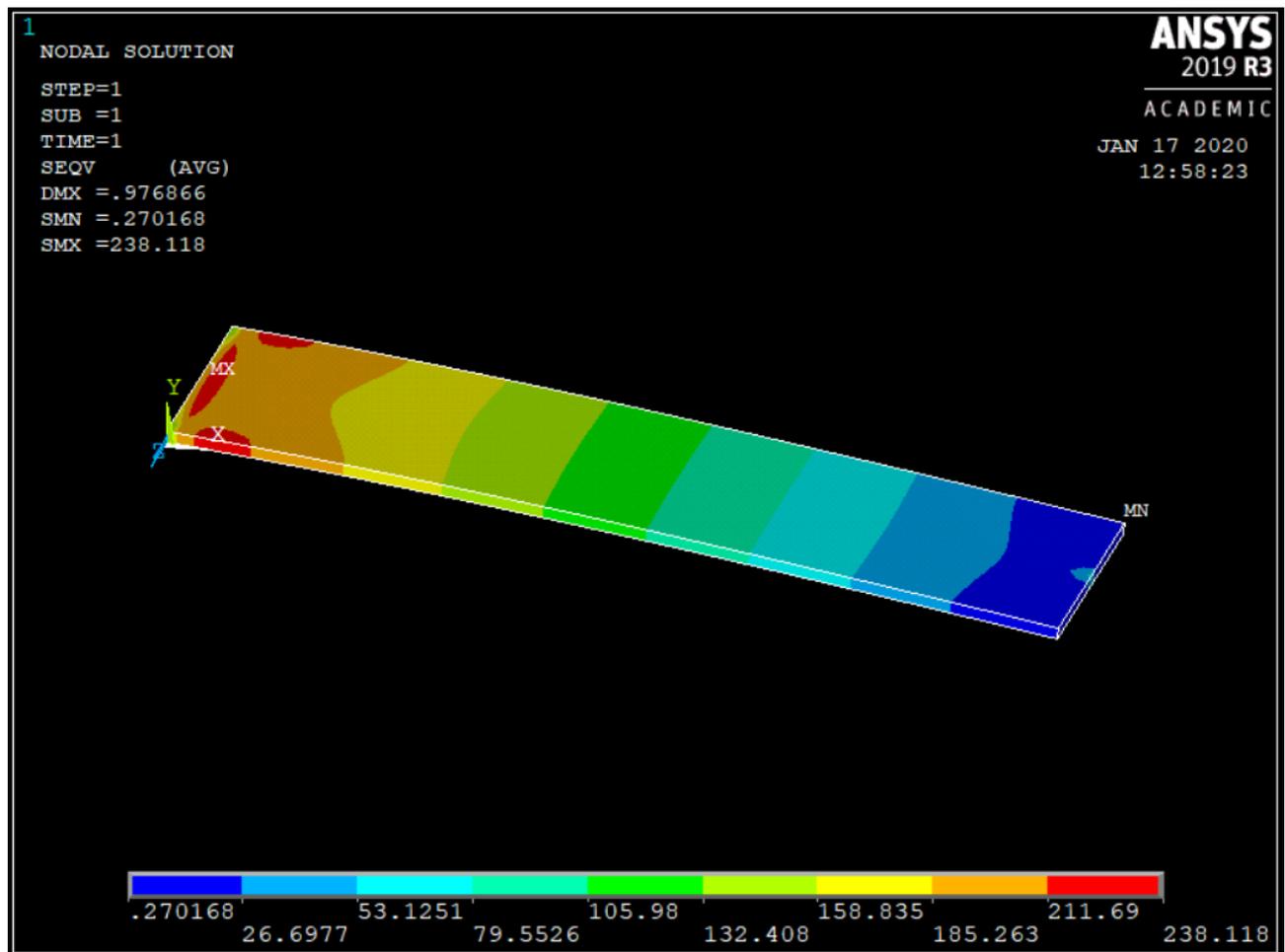


Figura 5.3.5.2. Tensione di Von Mises della trave in condizioni di risonanza

Dalla figura si può osservare che in condizioni di risonanza con queste dimensioni della trave la tensione di Von Mises è pari a circa 238 MPa, inferiore alla resistenza a flessione della Zirconia, quindi questo modello è utilizzabile, in linea teorica.

Ora bisogna verificare quanti volt vengono generati in superficie al piezoelettrico.

Sono state ripetute le prove su Ansys inserendo lo strato di PVDF al fine di misurare i volt generati, vedi figura 5.3.5.3.

```

*DO LOOP ON PARAMETER= I FROM 1.0000 TO 10.000 BY 1.0000
- Electrode 1 Voltage = 314.390217 (uVolt)

*ENDDO INDEX= I
- Electrode 2 Voltage = 314.390057 (uVolt)
- Electrode 3 Voltage = 314.389866 (uVolt)
- Electrode 4 Voltage = 314.389633 (uVolt)
- Electrode 5 Voltage = 314.389402 (uVolt)
- Electrode 6 Voltage = 314.389212 (uVolt)
- Electrode 7 Voltage = 314.389055 (uVolt)
- Electrode 8 Voltage = 314.388867 (uVolt)
- Electrode 9 Voltage = 314.388638 (uVolt)
- Electrode 10 Voltage = 314.38841 (uVolt)

```

Figura 5.3.5.3. Tensione generata agli elettrodi posti in superficie

Variante 3: lunghezza nominale -20%

Dimensioni della trave:

- $l=12\text{mm}$;
- $h=0,25\text{mm}$;
- $b=4\text{mm}$.

È stata calcolata la frequenza di risonanza come nel caso precedente.

m1 [Kg]	3,65E-04	Freccia max	[mm]	l[mm]	12	E [MPa]	200000
m2 [Kg]	5,47E-04	δ_3	0,553	F [N]	1	J3 [mm ⁴]	0,005208
m3 [Kg]	8,21E-04						
						f risonanza	[Hz]
Sezione 3			Rigidezza	[N/mm]		f31	354
b	4		k3	1,808		f32	289
h	0,25					f33	236

Tabella 5.3.5.2. Frequenza di risonanza della trave di lunghezza $l=12\text{mm}$

In seguito, sono state effettuate le prove su Ansys, vedi figura 5.3.5.4.

È stato considerato il caso con frequenza di risonanza pari a 236Hz.

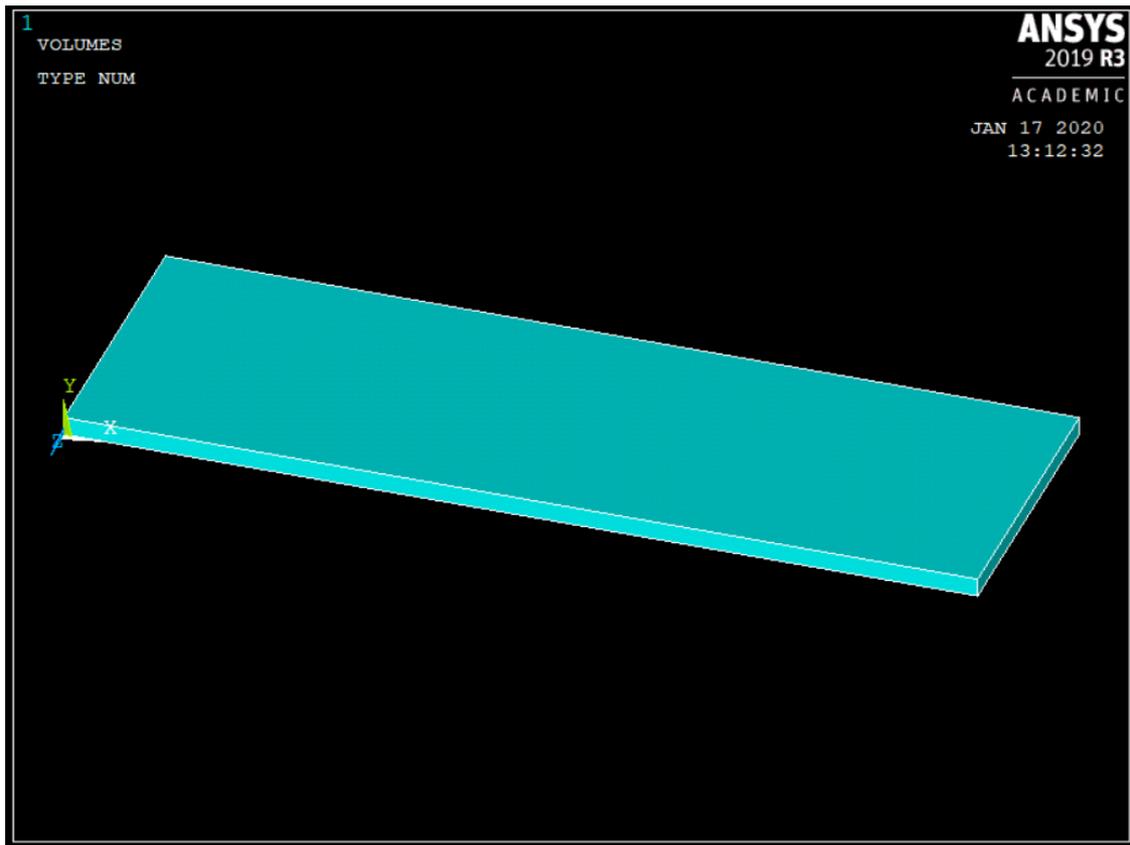


Figura 5.3.5.4. Trave di dimensioni $l=12\text{mm}$, $b=4\text{mm}$, $h=0,25\text{mm}$.

Come in precedenza è stata calcolata la tensione di Von Mises, vedi figura 5.3.5.5.

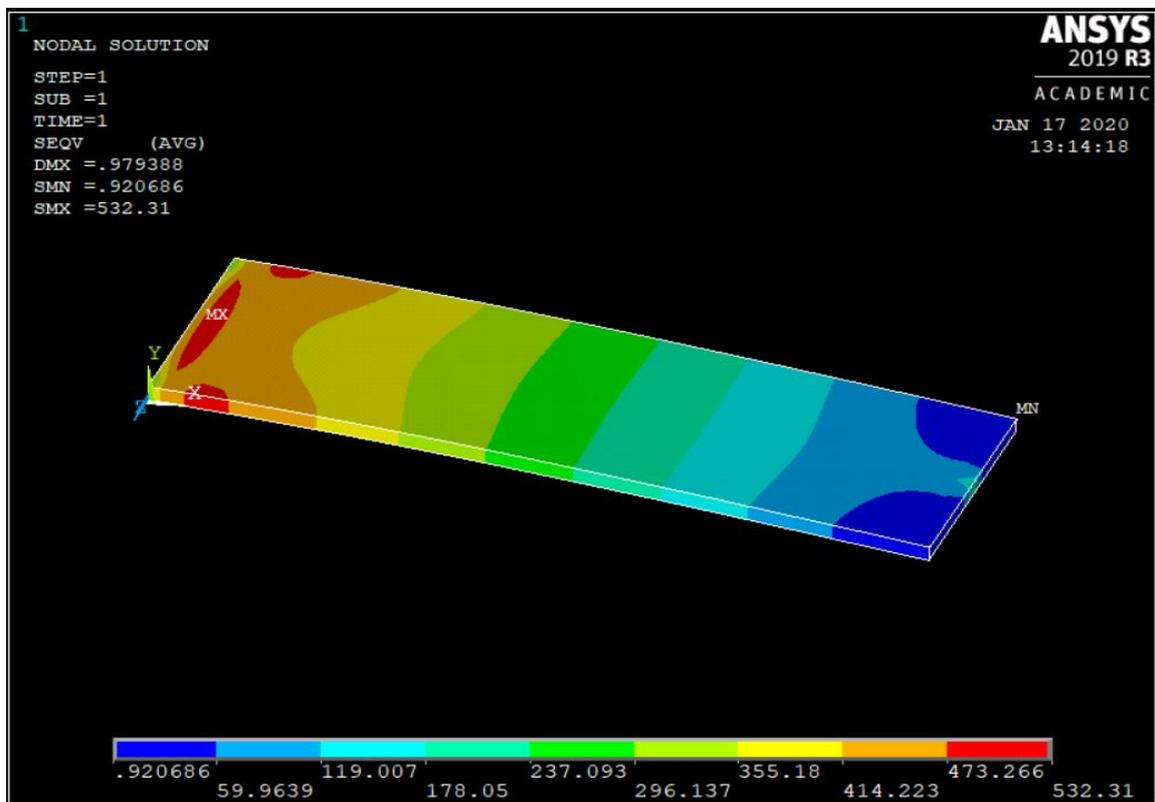


Figura 5.3.5.5. Tensione di Von Mises della trave in condizioni di risonanza

Anche in queste condizioni la tensione è inferiore a quella della Zirconia, infatti è circa 532 MPa. In linea teorica anche questo modello è valido.

Ovviamente bisogna sempre considerare che si sta parlando di condizioni di risonanza, e che quindi nella pratica vanno evitate.

Di seguito osserviamo i volt generati dallo strato piezoelettrico, figura 5.3.5.6.

```
*DO LOOP ON PARAMETER= I FROM 1.0000 TO 10.000 BY 1.0000
- Electrode 1 Voltage = 129.56294 (uVolt)
*ENDDO INDEX= I
- Electrode 2 Voltage = 129.562149 (uVolt)
- Electrode 3 Voltage = 129.561361 (uVolt)
- Electrode 4 Voltage = 129.560718 (uVolt)
- Electrode 5 Voltage = 129.560189 (uVolt)
- Electrode 6 Voltage = 129.559556 (uVolt)
- Electrode 7 Voltage = 129.558792 (uVolt)
- Electrode 8 Voltage = 129.558034 (uVolt)
- Electrode 9 Voltage = 129.557413 (uVolt)
- Electrode 10 Voltage = 129.5569 (uVolt)
```

Figura 5.3.5.6. Tensione generata agli elettrodi posti in superficie

Studiati i comportamenti delle tre travi nelle condizioni di risonanza, è stato considerato un range di frequenza che comprendesse le tre frequenze di risonanza delle tre varianti, $f=100-250$ Hz, ed è stata misurata la tensione di Von Mises e i volt generati dal piezoelettrico, in questo modo è stato possibile fare un confronto per osservare quale condizione desse i risultati migliori.

Di seguito è possibile osservare i risultati delle prove per le tre varianti e un grafico di confronto che permette di capire quale delle tre è la scelta migliore per la realizzazione del sensore, argomento di questa Tesi.

Variante 1

$l=15\text{mm}$;

$b=4\text{mm}$;

$h=0,25\text{mm}$.

f [Hz]	F [N]	Von Mises [MPa]	Tensione media [uV]
100,25	-0,33	123	466,6
120,25	-0,47	173	660,9
128,25	-0,53	197	753,6
150,25	-0,73	272	1085,6
169,25	-0,93	346	1285,6
190,25	-1,17	436	1601,6
210,25	-1,43	533	2061
236,25	-1,8	670	2504
245,25	-1,95	726	2627,7

Tabella 5.3.5.3. Tensione di Von Mises e Volt misurati a frequenze diverse per la trave con lunghezza

$l=15\text{mm}$. Frequenza di risonanza evidenziata in arancione, $f=169\text{Hz}$

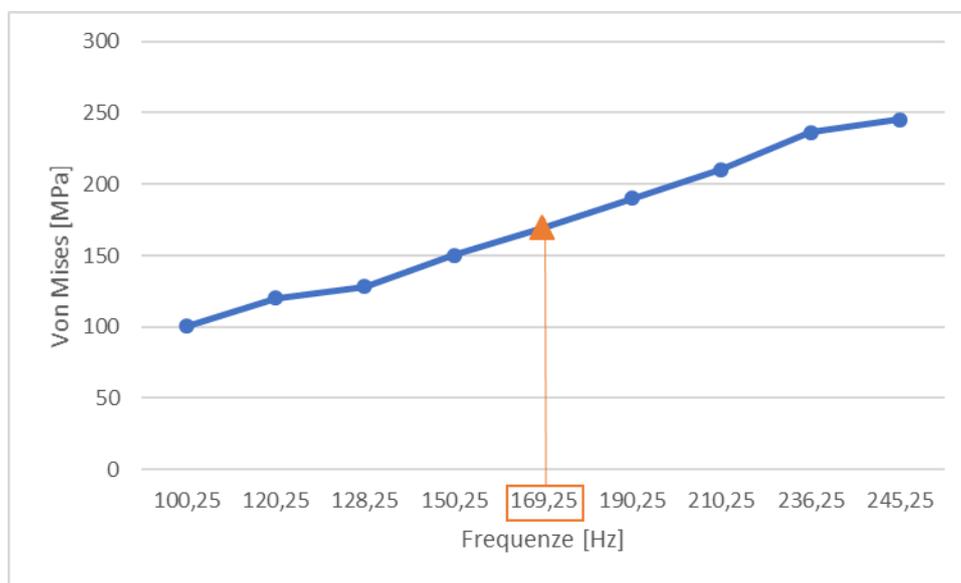


Figura 5.3.5.7. Tensione di Von Mises al variare della frequenza, in evidenza la frequenza di risonanza della struttura.

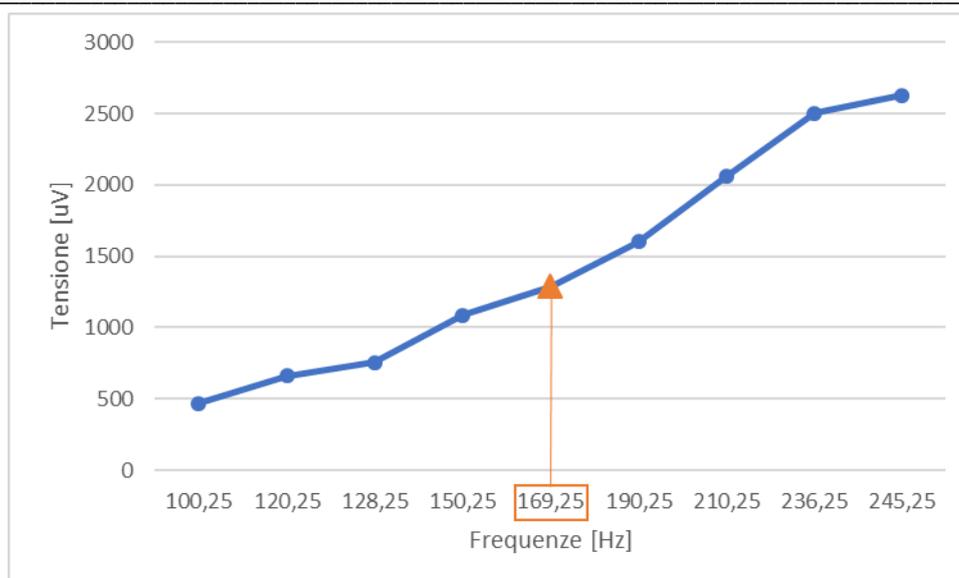


Figura 5.3.5.8. Voltaggio misurato agli elettrodi posti in superficie del piezoelettrico.

Variante 2

$l=18\text{mm}$;

$b=4\text{mm}$;

$h=0,25\text{mm}$.

f [Hz]	F [N]	Von Mises [MPa]	Tensione media [uV]
100,25	-0,33	148	186,4
120,25	-0,47	211	274,5
128,25	-0,53	238	314,1
150,25	-0,73	328	450,4
169,25	-0,93	418	547,4
190,25	-1,17	525	712,6
210,25	-1,43	642	713,2
236,25	-1,8	809	1028,6
245,25	-1,95	876	1113,5

Tabella 5.3.5.4. Tensione di Von Mises e Volt misurati a frequenze diverse per la trave con lunghezza

$l=18\text{mm}$. Frequenza di risonanza evidenziata in arancione, $f=128\text{Hz}$

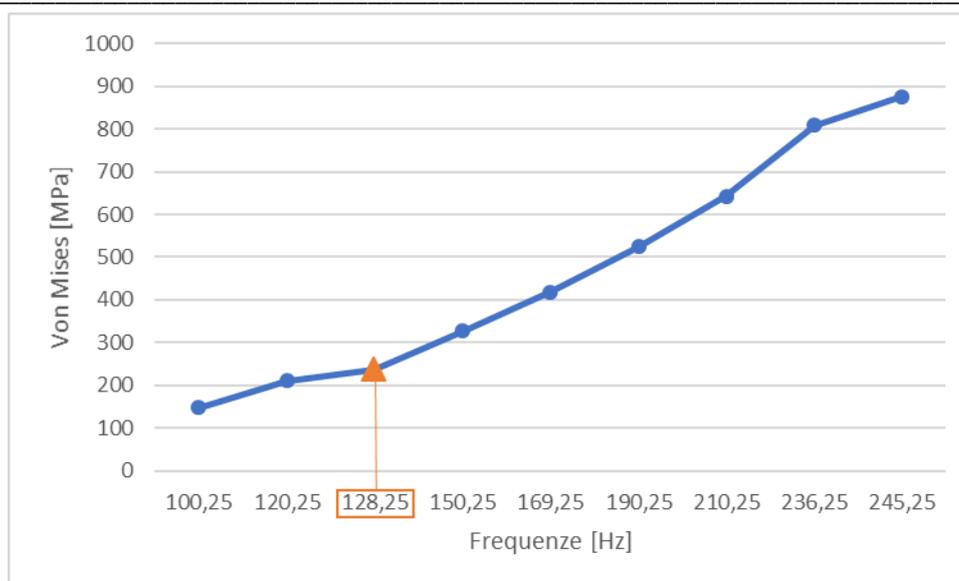


Figura 5.3.5.9. Tensione di Von Mises al variare della frequenza, in evidenza la frequenza di risonanza della struttura.

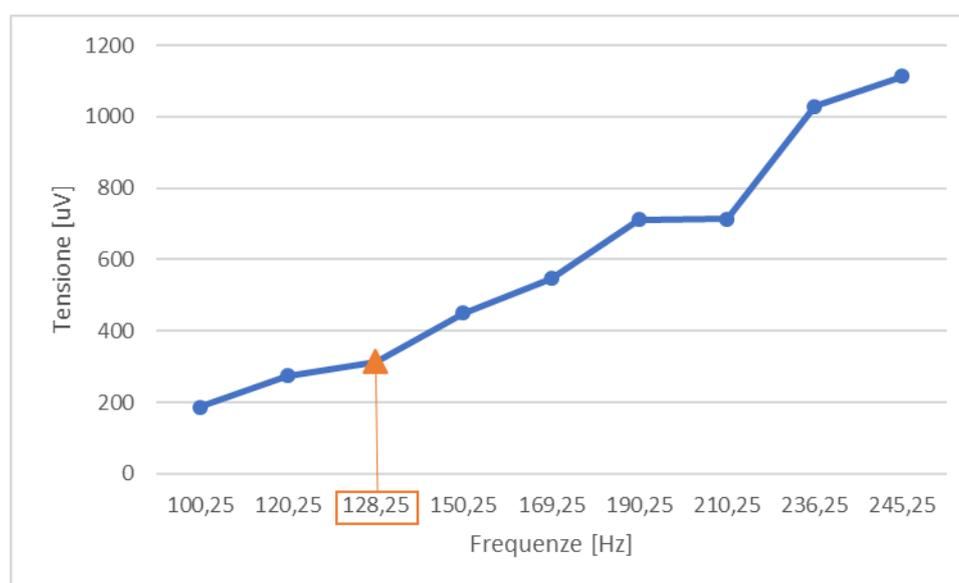


Figura 5.3.5.10. Voltaggio misurato agli elettrodi posti in superficie del piezoelettrico.

Variante 3

$l=12\text{mm}$;

$b=4\text{mm}$;

$h=0,25\text{mm}$.

f [Hz]	F [N]	Von Mises [MPa]	Tensione media [uV]
100,25	-0,33	98	6,3
120,25	-0,47	139	27,8
128,25	-0,53	157	50,4
150,25	-0,73	216	55,1
169,25	-0,93	275	73,1
190,25	-1,17	346	78,3
210,25	-1,43	423	112,8
236,25	-1,8	532	129,6
245,25	-1,95	577	138,7

Tabella 5.3.5.5. Tensione di Von Mises e Volt misurati a frequenze diverse per la trave con lunghezza

$l=12\text{mm}$. Frequenza di risonanza evidenziata in arancione, $f=236\text{Hz}$

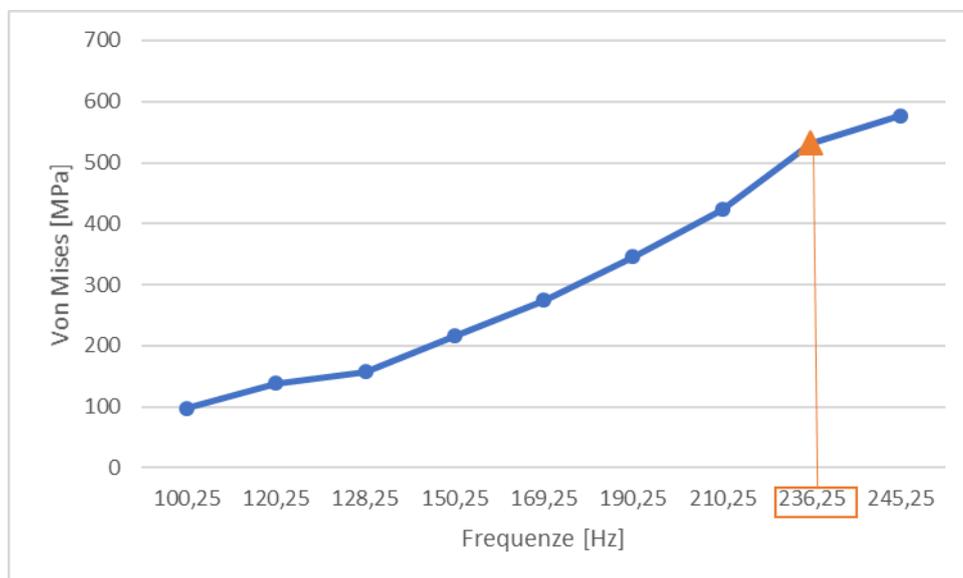


Figura 5.3.5.11. Tensione di Von Mises al variare della frequenza, in evidenza la frequenza di risonanza della struttura.

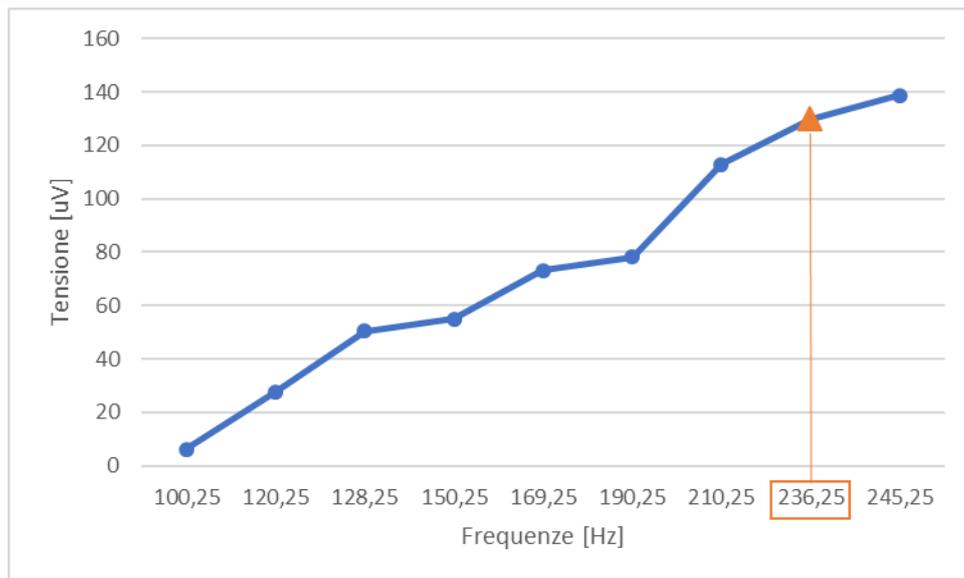


Figura 5.3.5.12. Voltaggio misurato agli elettrodi posti in superficie del piezoelettrico.

5.3.5.1. Grafico di confronto

Dopo aver osservato i singoli casi, è stato fatto un confronto tra le tre varianti per osservare quale genera un voltaggio più elevato, vedi figura 5.3.5.1.1.

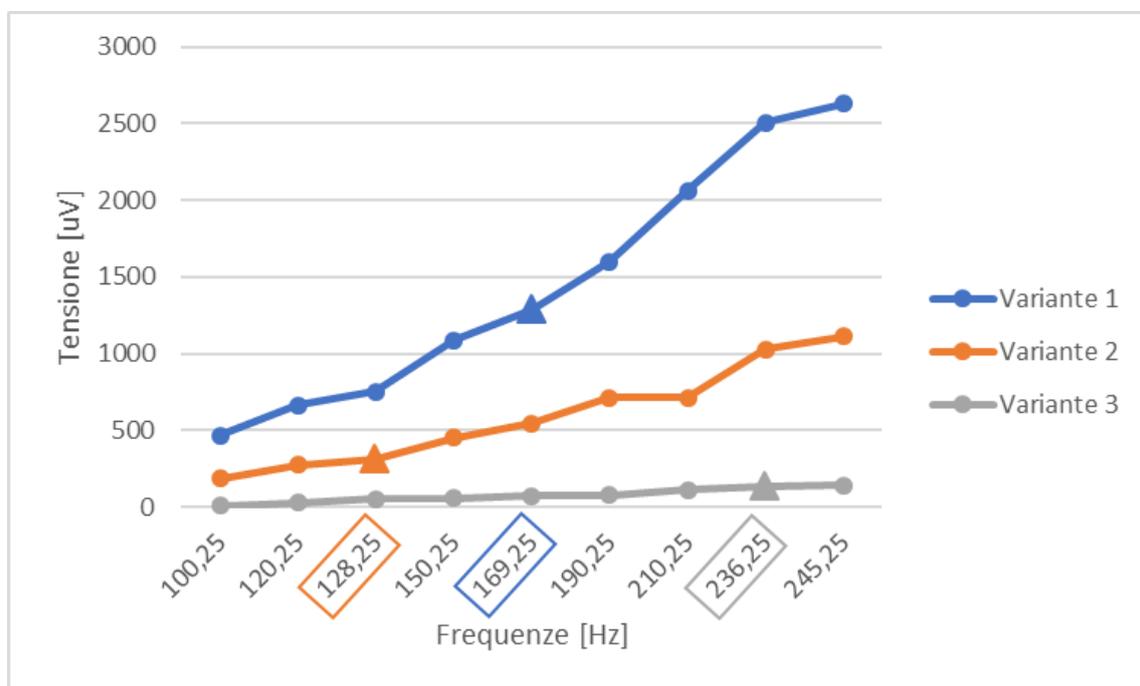


Figura 5.3.5.1.1. Grafico di confronto per le tre varianti (Variante 1: $l=15\text{mm}$, Variante 2: $l=18\text{mm}$, Variante 3: $l=12\text{mm}$) relativo al voltaggio generato agli elettrodi posti in superficie allo strato di PVDF, evidenziate le tre frequenze di risonanza per i tre casi.

Dal grafico si può osservare che la trave di lunghezza 15 mm genera un voltaggio maggiore agli elettrodi posti in superficie del piezoelettrico rispetto agli altri due casi, nelle stesse condizioni di vincolo e carico.

La trave con dimensioni $l=15\text{mm}$, $b=4\text{mm}$, $h=0,25\text{mm}$ è quella che dà i risultati migliori, per questo motivo è stata scelta come struttura finale. Il pezzo così definito deve essere realizzato tramite stampa 3D, seguendo il modello realizzato su Solidworks.

Il problema sorge perchè la trave è troppo sottile, e, tramite stampa 3D, potrebbe subire dei danni durante la realizzazione.

Per questo motivo sono state cambiate le dimensioni della trave.

In seguito a delle prove si è osservato che per ottenere, circa, gli stessi millivolt generati, la lunghezza della trave, con uno spessore di 1 mm, deve raddoppiare.

5.3.6. *Modello 5*

La struttura finale ha come dimensioni:

$L=30\text{mm}$;

$B=4\text{mm}$;

$H=1\text{mm}$.

Come per i modelli precedenti sono state svolte le prove su Ansys, al fine di calcolare la tensione di Von Mises e i volt generati in condizioni di risonanza.

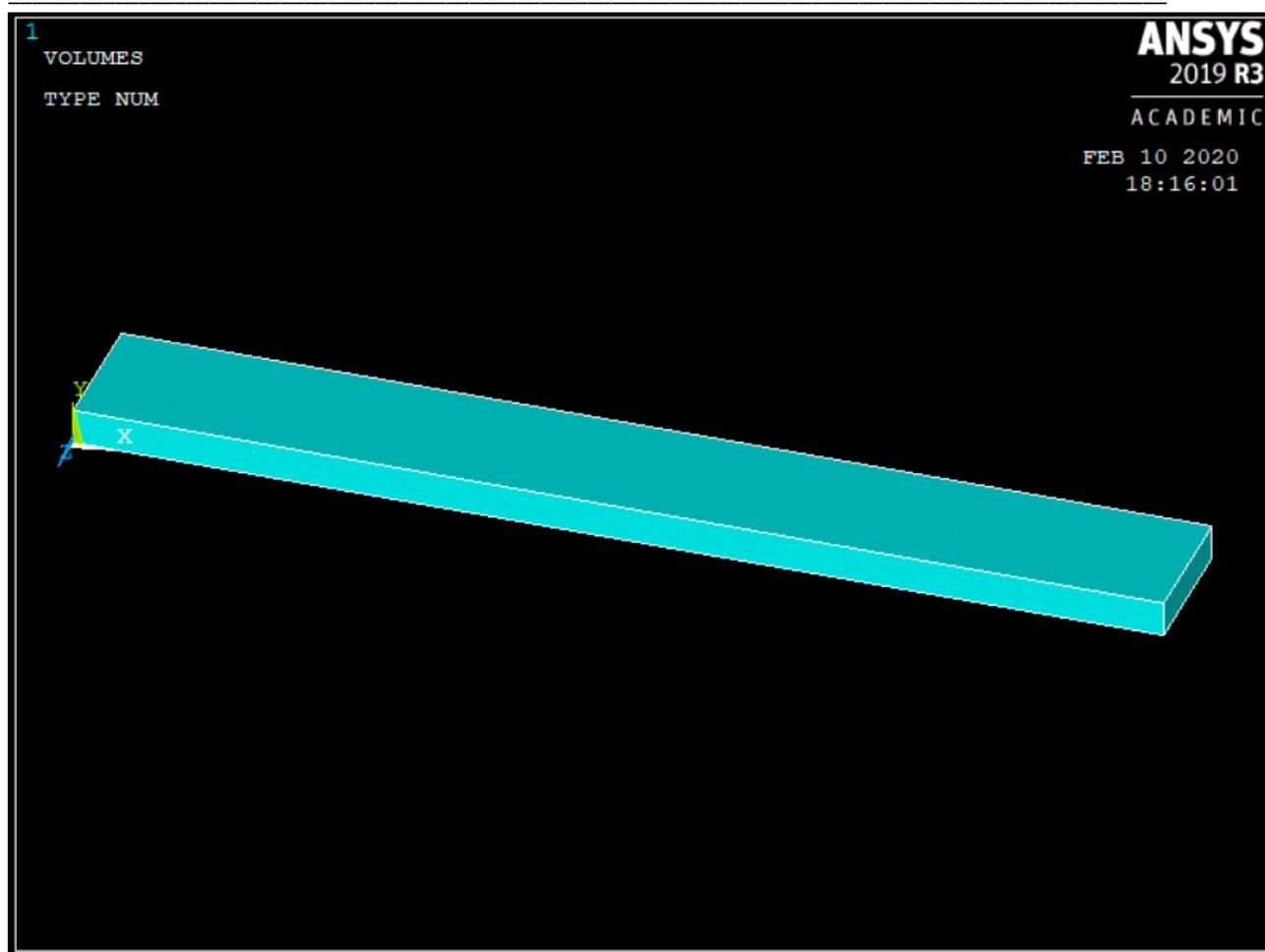


Figura 5.3.6.1. Trave di dimensioni $l=30\text{mm}$, $b=4\text{mm}$, $h=1\text{mm}$.

Per prima cosa è stata calcolata la frequenza di risonanza, considerando le proprietà della Zirconia:

- Modulo elastico = 200 GPa;
- Coefficiente di Poisson = 0,23;
- Densità = 5,7 g/cm³.

m1 [Kg]	3,65E-04	Freccia max	[mm]	l[mm]	30	E [MPa]	200000
m2 [Kg]	5,47E-04	δ	0,135	F [N]	1	J [mm ⁴]	0,333333
m3 [Kg]	8,21E-04						
Sezione	[mm]	Rigidezza	[N/mm]	f risonanza	[Hz]		
b	4	k	7,407407	f11	716		
h	1			f12	585		
				f13	478		

Tabella 5.3.6.1. Frequenza di risonanza della trave con sezione $b=4\text{mm}$, $h=1\text{mm}$.

Trovata la frequenza di risonanza della trave, che si evince dalla tabella 5.3.6.1., è stato considerato un range di frequenze che la comprendesse ed è stata calcolata la tensione di Von Mises e i volt generati agli elettrodi posti in superficie dello strato di PVDF.

Per prima cosa è stato considerato solo il supporto di Zirconia ed è stata misurata la tensione di Von Mises, nel range $f=350-490$ Hz.

Successivamente è stato inserito lo strato di piezoelettrico, in PVDF, e sono stati misurati i volt generati in superficie, nello stesso range di frequenze. Nella tabella 5.3.6.2. è possibile osservare i risultati.

f [Hz]	F [N]	Von Mises [MPa]	Tensione media [μ V]
350,25	-3,98	181	557,5
363,25	-4,28	194	637,7
375,25	-4,56	207	672,8
400,25	-5,19	236	752,7
450,25	-6,57	298	1003,7
478,25	-7,41	337	1106
490,25	-7,79	354	1141

Tabella 5.3.6.2. Tensione di Von Mises e Volt misurati a frequenze diverse per la trave con lunghezza

$l=30$ mm. Frequenza di risonanza evidenziata in arancione, $f=478$ Hz

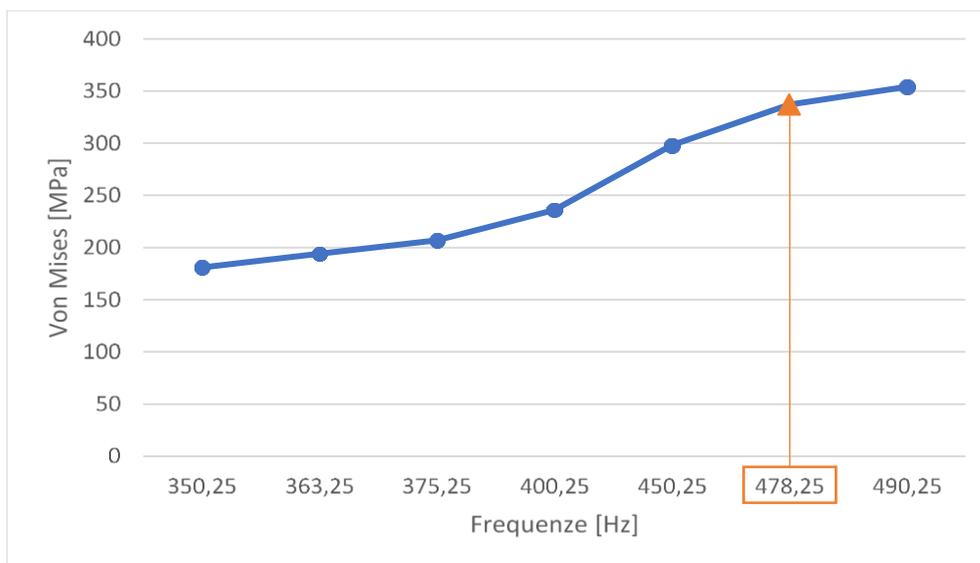


Figura 5.3.6.2. Tensione di Von Mises al variare della frequenza, in evidenza la frequenza di risonanza della struttura.

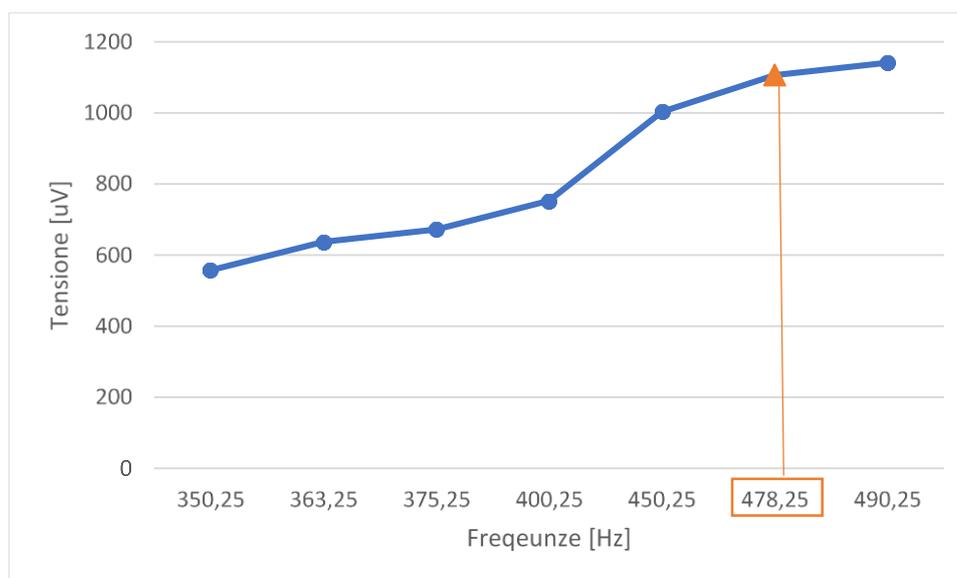
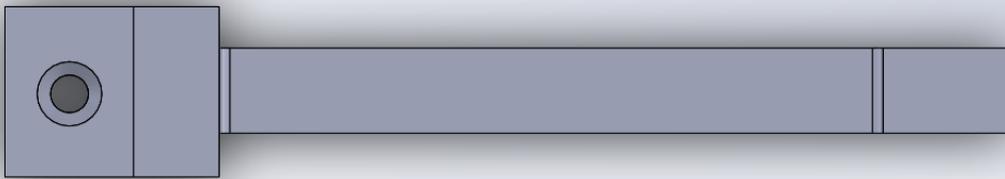


Figura 5.3.6.3. Voltaggio misurato agli elettrodi posti in superficie del piezoelettrico.

Svolte le prove, si è osservato che con queste dimensioni si ottenevano, circa gli stessi risultati del modello precedente. Per questo motivo la trave con le nuove dimensioni è stata scelta come modello finale.

Realizzato il modello su Solidworks, vedi figura 5.3.6.4., è stato mandato in stampa presso la Lithoz GmbH, una compagnia austriaca specializzata nella stampa 3D di strutture realizzate con materiali ceramici.

(a)



(b)

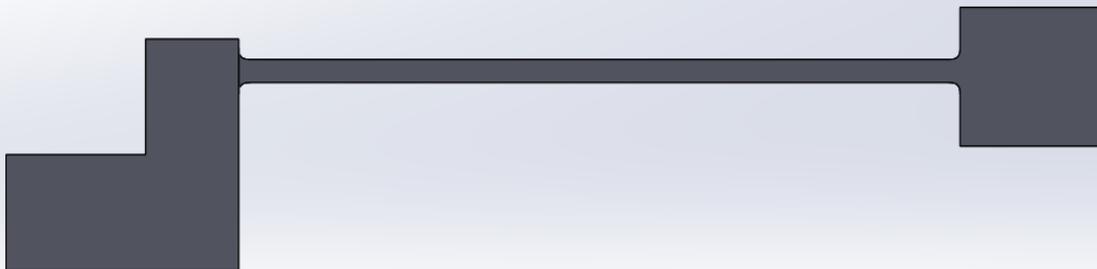


Figura 5.3.6.4. Modello della trave su Solidworks, (a) Vista superiore (b) Vista frontale.

Capitolo 6

6. Conclusioni

In questa tesi si è cercato di realizzare un sensore miniaturizzato piezoelettrico per applicazioni in ambito biomedico. Questa realizzazione ha presentato diverse criticità. Il principale problema riscontrato è stata la scelta delle dimensioni della geometria da realizzare. Lo scopo era l'utilizzo del sensore su dispositivi che potessero essere applicati sul corpo umano, quindi le dimensioni dovevano essere molto ridotte. La maggior parte del lavoro di tesi è stato dedicato allo studio di un modello a elementi finiti applicabile a una trave, assimilabile alla base ceramica, che garantisse delle dimensioni adatte alla possibile applicazione futura. Dopo una prima parte di studio generico che osservava il comportamento di una trave quando soggetta a determinate sollecitazioni, si è entrato più nello specifico e si sono variate le dimensioni, fino alla scelta $l=15\text{mm}$, $b=4\text{mm}$ e $h=0,5\text{mm}$, che è risultata la dimensione più consona, tenendo in considerazione anche le limitazioni imposte dallo strato di materiale piezoelettrico. Infatti, il materiale piezoelettrico da posizionare sulla base ceramica era un polimero preformato, il PVDF, cioè con dimensioni definite.

La scelta di quelle determinate dimensioni si è basata sullo studio della geometria, tramite il software Ansys, quando soggetta a una forza dinamica posizionata in punta. L'obiettivo era osservare il comportamento del sensore quando messo in vibrazione, questo perché, nella parte pratica, l'oggetto stampato sarebbe stato messo in vibrazione per misurare la tensione continua in uscita dal piezoelettrico.

Un altro problema riscontrato è stata la frequenza di lavoro, perché avendo poche possibilità di variare le dimensioni della trave, le frequenze risultavano molto elevate, fino al KHz, non adatte ad applicazioni in vivo sul corpo umano. Per questa ragione si è diminuito lo spessore della trave fino a $0,25\text{mm}$ in modo da lavorare a frequenze più basse, circa 170 Hz , ma comunque ancora non adatte

a lavorare con strumenti da applicare sul corpo umano. La scelta finale quindi si è basata non sulla frequenza di lavoro, che in ogni caso risultava troppo elevata, ma su i volt generati dal materiale piezoelettrico. Con le nuove dimensioni $l=15\text{mm}$, $h=0,25\text{mm}$ e $b=4\text{mm}$, si raggiunge il mV generato, che quindi, in linea teorica, potrebbe aumentare l'autonomia di un dispositivo applicabile poi sul corpo umano.

L'ultimo problema riscontrato è stato relativo alla realizzazione del pezzo tramite stampa 3D, le dimensioni scelte risultavano troppo piccole per garantire la riuscita della stampa, per questa ragione è stato necessario aumentare lo spessore fino a 1mm, con il conseguente aumento della lunghezza fino a 30mm in modo da garantire ancora un voltaggio generato di circa 1 mV.

Non è stato possibile arrivare alla realizzazione in 3D del sensore perché richiedeva tempi non consoni con la durata della tesi.

In futuro si potrà realizzare il dispositivo e studiarne il comportamento al fine di verificare che gli studi svolti abbiano portato alle giuste conclusioni, inoltre sarà poi necessario andare a diminuire gradualmente le dimensioni del sensore mantenendo costanti le prestazioni, così da poterlo applicare direttamente sul corpo umano.

Capitolo 7

7. Applicazioni future

Le applicazioni per il sensore progettato in questa tesi sono diverse. Ho selezionato quelle che ritenevo più interessanti dal punto di vista di innovazione e biocompatibilità, tra quelle trovate in letteratura.

La geometria del sensore, strutturato come un cantilever, permette il suo utilizzo nell'ambito della detezione di particelle o di ibridazione del DNA. Di fatti il piezoelettrico riesce a rilevare anche piccole deformazioni della sua geometria, generando una corrente elettrica misurabile. Per questa ragione potrebbe essere utilizzato, ad esempio, nel rilevare la presenza di cellule tumorali in un campione. Si deposita sulla superficie uno strato di oro che permette di immobilizzare bio-linker relativi alla cellula tumorale che si vuole trovare. Si deposita il campione sul cantilever, le cellule tumorali si legano al bio-linker comportando una deflessione del cantilever proporzionale al numero di cellule legate.[29]

In alternativa può essere utilizzato per rilevare l'ibridazione del DNA, che causa deformazioni molto piccole, dell'ordine del micron, ma, essendo il materiale piezoelettrico molto sensibile alle deformazioni, riesce a rilevarla.[30]

È possibile utilizzare un sensore piezoelettrico per valutare lo stato dei nervi che trasportano il segnale ai muscoli. Grazie al sensore si misura il grado di contrazione del muscolo, misurando la variazione di pressione sulla sua superficie. È una tecnica non invasiva a differenza di EMG. Questi sensori trasformano la variazione di pressione in una energia elettrica misurabile, oltre alla variazione di pressione è possibile misurare lo stato di vibrazione della pelle in seguito alla contrazione del muscolo, anche in questo caso la vibrazione viene convertita in energia elettrica e poi tradotta.[31]

L'energia elettrica generata può essere, ad esempio, usata per alimentare una protesi attiva.

Un'altra applicazione per il sensore piezoelettrico consiste nello sviluppo di un apparecchio acustico a conduzione ossea sottocutanea attiva. Il sensore viene stimolato elettricamente con uno stimolo sinusoidale e in uscita viene misurata un'accelerazione trasmessa all'osso. Questa tecnica permette di ottenere un efficiente metodo di trasporto del segnale, in modo da incrementare l'udito del paziente.[32]

Inoltre, è possibile utilizzarlo come stimolatore interno in quei pazienti che presentano un udito residuo, è molto importante la posizione all'interno della coclea per garantire uno stimolo adeguato.[33]

Come ultima applicazione ho pensato di utilizzare il sensore per rilevare il ritmo cardiaco e le sue variazioni, quindi tachicardia, bradicardia. Il sensore, sensibile alle vibrazioni, dovrebbe, in linea teorica, percepire la variazione del ritmo cardiaco, in quanto cambierebbe il suo modo di vibrare, e genererebbe una corrente elettrica misurabile. Inoltre, potrebbe essere utilizzato per andare ad aumentare l'autonomia di un pacemaker, di fatti l'energia elettrica generata potrebbe essere utilizzata come alimentatore del pacemaker stesso.

Bibliografia

- [1] Multilaminati piezoelettrici a gradiente funzionale
Mercadelli Elisa, Tesi di Dottorato, Università degli Studi di Bologna
- [2] Reactive Sputtering of Alumine Nitride (002) Thin Films for Piezoelectric Applications: A Review
Abid Iqbal ans Faisal Mohd-Yasin, Queensland Micro- and Nanotechnology Centre, Griffith University, Nathan, QLD 4111, Australia
- [3] AlN films deposited under various nitrogen concentrations by RF reactive sputtering
H. Cheng, Y. Sun, J.X. Zhang, Y.B. Zhang, S. Yuan, P. Hing
- [4] Synthesis of c-axis oriented AlN thin films on different substrates: A review
G.F. Iriarte, J.G. Rodriguez, F. Calle, Instituto de Sistemas Optoelectronicos y Microtecnologia, ETSI de Telecomunicacion Universidad Politecnica de Madrid, Ciudad Universitaria s/n, 28040 Madrid, Spain
- [5] Influence of Substrate Temperature on Structural Properties and Deposition Rate of AlN Thin Film Deposited by Reactive Magnetron Sputtering
HAO JIN, BIN FENG, SHURONG DONG, CHANGJIAN ZHOU, JIAN ZHOU, YI YANG, TIANLING REN, JIKUI LUO, and DEMIAO WANG
- [6] Impact of annealing temperature on the mechanical and electrical properties of sputtered aluminum nitride thin films
M. Gillinger, M. Schneider, A. Bittner, P. Nicolay, and U. Schmid
- [7] Impact of post-deposition annealing on surface, bulk and interface properties of RF sputtered AlN films
J. P. Kar, S. Mukherjee, G. Bose, S. Tuli & J. M. Myoung
- [8] Electrospinning Piezoelectric Fibers for Biocompatible Devices

- Bahareh Azimi, Mario Milazzo, Andrea Lazzeri, Stefano Berettini, Mohammed Jasim Uddin, Zhao Qin, Markus J. Buehler and Serena Danti
- [9] Electrospun Polyvinylidene Fluoride-based fibrous scaffolds with piezoelectric characteristics for bone and neural tissue engineering
Yuchao Li, Chengzhu Liao and Sie Chin Tjong
- [10] Slide “Chimica delle superfici ed interfasi”
Dott.sa Giulia Fioravanti, Laurea Magistrale in Ingegneria Chimica, Scienze Chimiche, Università degli studi dell’Aquila
- [11] “Realizzazione di film sottile di materiale pizeoletttrico e misure preliminari”
Mattia Furlanetto, Università degli studi di Padova, Tesi di Laurea Magistrale
- [12] Bulk Micromachining of Silicon
Proceedings of The IEEE, GREGORY T. A. KOVACS, NADIM I. MALUF, AND KURT E. PETERSEN,
Vol 86, No. 8, pp 1536-1551, 1998
- [13] Slide Bionanotecnologie, 11-12-13_Fabbricazione_Micro_Nano_Strutture pp 14-15
Politecnico di Torino, Professore GIANLUCA CIARDELLI, 2019
- [14] BioMEMS Applications in Medicine
University of Minnesota, DENNIS L. POLLA, 2001
- [15] Agilent 2100 Bioanalyzer for Restriction Fragment Length Polymorphism Analysis of the Campylobacter jejuni Flagellin Gene
University of Pennsylvania, IRVING NACHAMKIN, NICHOLAS J. PANARO, MING LI, HUONG UNG, PO KI YUEN, LARRY J. KRICKA, AND PETER WILDING, 2001
- [16] Microneedle-array patches loaded with hypoxia-sensitive vesicles provide fast glucose-responsive insulin delivery
University of North Carolina, JICHENG YU, YUQI ZHANG, YANQI YE, ROCCO DISANTO, WUJIN SUN, DAVIS RANSON, FRANCES S. LIGLER, JOHN B. BUSE AND ZHEN GU, 2015
- [17] Design and application of piezoelectric biomaterials
HUI YUAN, TIANMIN LEI, YONG QIN, JR-HAU HE AND RUSEN YANG, 2019

- [18] One-step solvent evaporation-assisted 3D printing of piezoelectric PVDF nanocomposite structures
Polytechnique Montreal, SAMPADA BODKHE, GABRIELLE TURCOT, FREDERICK P. GOSSELIN, AND DANIEL THERRIAULT, 2017
- [19] Highly sensitive magnetic field sensor based on a metglas/bidomain lithium niobate composite shaped in form of a tuning fork
ANDREI V. TURUTIN, JOAO V. VIDAL, ILYA V. KUBASOV, ALEXANDER M. KISLYUK, DMITRY A. KISELEV, MIKHAIL D. MALINKVICH, YURIY N. PARKHOMENKO, SVETLANA P. KOBELEVA, ANDREI L. KHOLKIN, NIKOLAI A. SOBOLEV, 2019
- [20] “La rivoluzione della stampa 3D dalla prototipazione al consumatore finale: analisi delle prospettive di adozione”
Enrico Bella, Università Ca’Foscari Venezia, Tesi di Laurea
- [21] Disponibile on-line: www.xjet3d.com/technology/
- [22] Disponibile on-line: www.lesker.com/newweb/vacuum_systems/deposition_systems_pvd_prolinepvd75.cfm
- [23] XRD presentazione Beltrami, Didattica Università di Roma 2
- [24] Proprietà del silicio, EOT, Electro Optical Technologies
Disponibile on-line: www.eot.it/italpage_1/doctecnica/Materiali/silicio.html
- [25] Reactive sputtering of aluminum nitride (002) thin films for piezoelectric applications: a review
Abid Iqbal and Faisal Mohd-Yasin, Griffith University, Australia
- [26] Slide “Materiali ceramici-materiali inorganici non metallici”
Disponibile online: www.slideplayer.it/slide/10533018/
- [27] PVDF properties and uses
Guide to using poled pvdf, Precision Acoustics
- [28] Scheda tecnica prodotto PVDF
Mediatec, tecnologie per l’industria

- [29] Stiffness and sensitivity analysis of microcantilever based piezoresistive sensor for Bio-MEMS application
Dinesh R. Rotake, A.D. Darji, Sardar Vallabhbhai National Institute of Technology, India
- [30] Design and fabrication issues in affinity cantilevers for BioMEMS applications
Nitin S. Kale and V. Ramgopal Rao
- [31] Development of a novel intraoperative neuromonitoring system using a surface pressure sensor to detect muscle movement: a rabbit model study
Eui-Suk Sung, Jin-Choon Lee, Sung-Chan Shin, Hyun-Geun Kwon, Min-Sik Kim, Dong-Jo Kim, Jung-Hoon Ro and Byung-Joo Lee
- [32] Performance evaluation of a novel piezoelectric subcutaneous bone conduction device
Ivo Dobrev, Jae Hoon Sim, Flurin Pfiffner, Alexander M. Huber and Chritof Roosli
- [33] Numerical Analysis of intracochlear mechanical auditory stimulation using piezoelectric bending actuators
Daniel Schurzig, Sebastian Schwarzendahl, Jorg Wallaschek, Wouter J. Van Drunen, Thomas S. Rau, Thomas Lenarz and Omid Majdani