



Universidade Estadual de Campinas  
Faculdade de Engenharia Elétrica e de Computação  
Departamento de Semicondutores Instrumentos  
e Fotônica



# SENSOR DE UMIDADE MICROELETRÔNICO FABRICADO EM SUBSTRATO DE ALUMINA E BASEADO NA DETECÇÃO DO PONTO DE ORVALHO

**Autor: Juvenil Severino da Costa Junior**

Orientador: Prof. Dr. Fabiano Fruett

**Dissertação de Mestrado** apresentada à Faculdade de Engenharia Elétrica e de Computação como parte dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Elétrica. Área de concentração: **Eletrônica, Microeletrônica e Optoeletrônica**.

Banca Examinadora

Prof. Dr. Fabiano Fruett (presidente) — DSIF/FEEC/UNICAMP

Prof. Dr. Eugênio Spanó Rosa — DE/FEM/UNICAMP

Prof. Dr. Antônio Augusto Fasolo Quevedo — CEB/FEEC/UNICAMP

Campinas – SP  
28/02/2011

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA  
BIBLIOTECA DA ÁREA DE ENGENHARIA E ARQUITETURA - BAE - UNICAMP

C823s Costa Junior, Juvenil Severino da  
Sensor de umidade microeletrônico fabricado em substrato de alumina e baseado na detecção do ponto de orvalho / Juvenil Severino da Costa Junior. --Campinas, SP: [s.n.], 2011.

Orientador: Fabiano Fruett.  
Dissertação de Mestrado - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Elétrica e de Computação.

1. Medidores de umidade. 2. Impedância (Eletricidade). 3. Termistores. 4. Umidade relativa. I. Fruett, Fabiano. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia Elétrica e de Computação. III. Título.

Título em Inglês: Microelectronic humidity sensor fabricated on alumina substrate and based in dew point detection

Palavras-chave em Inglês: Humidity meters, Impedance (Electricity), thermistors, Relative humidity

Área de concentração: Eletrônica, Microeletrônica e Optoeletrônica

Titulação: Mestre em Engenharia Elétrica

Banca examinadora: Eugênio Spanó Rosa, Antônio Augusto Fasolo Quevedo

Data da defesa: 28/02/2011

Programa de Pós Graduação: Engenharia Elétrica

## COMISSÃO JULGADORA - TESE DE MESTRADO

**Candidato:** Juvenil Severino da Costa Junior

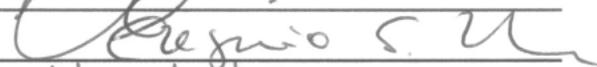
**Data da Defesa:** 28 de fevereiro de 2011

**Título da Tese:** "Sensor de umidade microeletrônico fabricado em substrato de alumina e baseado na detecção do ponto de orvalho"

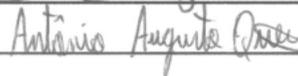
Prof. Dr. Fabiano Fruett (Presidente):



Prof. Dr. Eugênio Spanó Rosa:



Prof. Dr. Antônio Augusto Fasolo Quevedo:





# Resumo

Sensores de umidade relativa do ar estão sendo cada vez mais utilizados em sistemas de controle e aquisição de dados. Estes sensores são facilmente encontrados em estufas, automóveis, refrigeradores, equipamentos médicos, eletrodomésticos, instrumentos de precisão e outros. Mais recentemente, com o crescimento do mercado agrícola no Brasil, a demanda por sensores de umidade vem crescendo substancialmente.

Este trabalho é dedicado ao estudo de um sistema sensor de umidade por detecção de ponto de orvalho utilizando uma ponte de impedância. A ponte de impedância foi microfabricada diretamente sobre um substrato de alumina que compõe uma pastilha Peltier. Um termistor também microfabricado no mesmo substrato fornece o sinal necessário para a detecção do ponto de orvalho. A face fria da pastilha Peltier é resfriada até alcançar a temperatura do ponto de orvalho do ar ao seu redor. Este resfriamento resulta na saturação do vapor de d'água presente no ar, fazendo com que gotículas de água condensem sobre o substrato de alumina. A condensação de água sobre os eletrodos da ponte de impedância causa um desbalanceamento que gera um sinal de controle para a pastilha Peltier. As temperaturas no limiar de condensação e ambiente são utilizadas no cálculo da umidade relativa.

Este sensor de umidade foi projetado para que alguns requisitos com relação a resistência contra contaminantes e baixa histerese fossem alcançados.

**Palavras-chave:** *Sensor de umidade, ponto de orvalho, ponte de impedância, termistor microfabricado, condensação de água, umidade relativa.*



# Abstract

Sensors for relative humidity are being increasingly used in control systems and data acquisition. These sensors are easily found in greenhouses, cars, weather equipment, medical equipment, appliances, etc.. More recently, with the growth of the agricultural market in Brazil, the demand for humidity sensors has been growing substantially.

This work is dedicated to the study of a humidity sensor for dew point detection using an impedance bridge. The impedance bridge was microfabricated directly on an alumina substrate that comprises a Peltier device. A thermistor also microfabricated on the same substrate control the temperature of the Peltier device to the threshold where the dew point produces the saturation of water vapor in the air. The cold face of the Peltier device is cooled until it reaches the dew point temperature. This cooling results in saturation of water vapor in the air, around the side of the Peltier device causing water droplets to condense on the alumina substrate. Water condensation on the electrodes of the impedance bridge causes an imbalance that generates a control signal to the Peltier device. The temperatures measured at the threshold of condensation along with ambient temperature are used to calculate the relative humidity.

This sensor was designed to fulfill some requirements related to resistance to contaminants and low hysteresis.

**Keywords:** *Humidity sensor, dew point, impedance bridge, thermistor microfabricated, water condensation, relative humidity.*



*Dedico este trabalho aos meus pais Conceição e Juvenil aos meus irmãos Jaqueline e Juliano pelo incondicional apoio, e para minha esposa Suelen pelo incentivo e paciência durante essa empreitada.*



# Agradecimentos

Registro um agradecimento especial ao meu orientador Prof. Dr. Fabiano Fruett pela competência, pelo apoio e pela paciência além do que lhe era exigido.

Este trabalho não poderia ser concluído sem a ajuda de diversas pessoas e instituições aos quais presto a minha homenagem:

- Ao Pesquisador Alexander Flacker (CCS – UNICAMP) pela sua paciência e valiosa ajuda prestada;
- A todos os colegas do laboratório LSM pela ajuda fornecida durante os momentos difíceis durante o desenvolvimento deste trabalho;
- A todo o corpo de funcionários do Centro de Componentes Semicondutores;
- Ao CCS – UNICAMP pela cessão da infra-estrutura;
- Ao Laboratório Nacional de Luz Síncrotron – LNLS, pela deposição dos filmes finos;
- Ao Professores, Dr Flávio Plentz e Dr. Davies William de Lima Monteiro da Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG) por permitirem o uso do equipamento LaserWriter;
- Ao CNPq e NAMITEC, pelo apoio financeiro cedido ao projeto.



# Sumário

<b>CAPÍTULO 1.....</b>	<b>1</b>
<b>INTRODUÇÃO.....</b>	<b>1</b>
1.1 JUSTIFICATIVA DO TRABALHO .....	2
1.2 OBJETIVO DO TRABALHO .....	3
1.3 APRESENTAÇÃO DO TRABALHO .....	3
<b>CAPÍTULO 2.....</b>	<b>5</b>
<b>DEFINIÇÕES E CONCEITOS SOBRE A UMIDADE .....</b>	<b>5</b>
2.1 UMIDADE RELATIVA DO AR .....	5
2.2 HIGROMETRIA.....	5
2.3 ASPECTOS PSICROMÉTRICOS .....	6
2.4 PONTO DE ORVALHO (DEW POINT).....	9
2.5 UMIDADE RELATIVA .....	8
2.6 HIDROFILIA E HIDROFOBIA .....	9
2.7 CONCEITO DE ADSORÇÃO.....	10
2.8 IMPORTÂNCIA DA UMIDADE NA CONSERVAÇÃO DE GRÃOS.....	10
<b>CAPÍTULO 3.....</b>	<b>13</b>
<b>SENSORES DE UMIDADE .....</b>	<b>13</b>
3.1 BREVE HISTÓRICO SOBRE SENSORES DE UMIDADE.....	13
3.2 SENSOR DE UMIDADE POR ESPELHO RESFRIADO .....	15
3.3 SENSORES DE UMIDADE BASEADOS EM MEMS.....	16

3.4 DETECTOR DE PONTO DE ORVALHO UTILIZANDO ELEMENTOS CAPACITIVOS MEMS .....	16
<b>CAPÍTULO 4.....</b>	<b>21</b>
<b>PROJETO DO SENSOR.....</b>	<b>21</b>
4.1 SENSORES CAPACITIVOS.....	21
4.2 PONTE DE IMPEDÂNCIA .....	23
4.3 PONTE CAPACITIVA .....	24
4.4 DIMENSÕES DAS ESTRUTURAS CAPACITIVAS.....	27
4.5 DIMENSÕES DO TERMISTOR .....	28
4.6 PROJETO DAS FOTOMÁSCARAS .....	28
<b>CAPÍTULO 5.....</b>	<b>33</b>
<b>FABRICAÇÃO DO SENSOR.....</b>	<b>33</b>
5.1 FOTOMÁSCAS .....	33
5.2 CARACTERÍSTICAS DO SUBSTRATO UTILIZADO NA FABRICAÇÃO DO TERMISTOR E DA MICROESTRUTURA CAPACITIVA .....	34
5.3 FABRICAÇÃO DO TERMISTOR .....	35
5.3.1 Etapas do processo da fabricação do termistor.....	35
5.3.2 Limpeza do substrato .....	35
5.3.3 Metalização a vácuo.....	36
5.3.4 Fotolitografia da geometria do termistor.....	37
5.3.5 Corrosão via úmida para a obtenção da geometria do termistor .....	38
5.3.6 Fotolitografia para o contato do resistor .....	38
5.3.7 - Corrosão via úmida.....	39
5.5 FABRICAÇÃO DAS MICROESTRUTURAS CAPACITIVAS .....	39
5.5.1 Limpeza do substrato .....	40
5.5.2 Proteção do termistor .....	41
5.5.3 Corrosão.....	41
5.5.4 Fotolitografia da microestruturas capacitivas.....	42
5.5.5 Nucleação.....	42
5.5.6 Deposição química de Ni-P(método <i>lift-off</i> ) .....	43
5.5.7 Deposição Eletrolítica de Au .....	44

---

5.5.8	Fotolitografia para remoção dos contatos das estruturas.....	46
5.5.9	Remoção do curto .....	47
5.5.10	Fotolitografia de cobertura do capacitor .....	47
5.5.11	- Layout final do dispositivo .....	48
<b>CAPÍTULO 6</b>	.....	<b>49</b>
<b>CARACTERIZAÇÃO DOS DISPOSITIVOS SENSORES</b>	.....	<b>49</b>
6.1	CARACTERIZAÇÕES DAS MICROESTRUTURAS CAPACITIVAS .....	49
6.1.1	Elaboração do aparato de teste.....	49
6.1.2	Medidas das estruturas capacitivas .....	50
6.2	CARACTERIZAÇÃO DO TERMISTOR.....	53
6.2.1	Elaboração do aparato de teste.....	53
6.2.2	Encapsulamento do termistor.....	53
6.2.3	Medidas do termistor.....	54
<b>CAPÍTULO 7</b>	.....	<b>57</b>
<b>PROJETO DOS CIRCUITOS DE CONDICIONAMENTO DE SINAIS</b>	.....	<b>57</b>
7.1	PLACA BASE PARA FIXAÇÃO DO SENSOR .....	58
7.2	CIRCUITO DE CONDICIONAMENTO DA PONTE CAPACITIVA .....	59
7.3	CIRCUITO DE CONDICIONAMENTO DO SENSOR DE TEMPERATURA .....	60
7.4	CIRCUITO PARA CONTROLE DA PASTILHA PELTIER .....	61
7.5	SOFTWARE PARA CONTROLE DO SISTEMA SENSOR.....	63
<b>CAPÍTULO 8</b>	.....	<b>67</b>
<b>CARACTERIZAÇÃO DO SISTEMA SENSOR</b>	.....	<b>67</b>
8.1	APARATO DE TESTE .....	67
8.2	– PRINCÍPIO DE FUNCIONAMENTO DO SISTEMA SENSOR .....	68
8.4	– RESULTADOS EXPERIMENTAIS .....	70
<b>CAPÍTULO 9</b>	.....	<b>75</b>
<b>CONCLUSÃO</b>	.....	<b>75</b>
<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b>	.....	<b>77</b>

**APÊNDICE A..... 81**

**ARTIGOS PUBLICADOS..... 81**

# Lista de Figuras

Figura 1.1 – Quantidade de água por volume de ar.....	6
Figura 3.1 –Psicrometro bulbo seco e bulbo úmido [14]. .....	14
Figura 3.2 - Esquema simplificado do sensor a espelho resfriado .....	15
Figura 3.3 – Sensor ponto de orvalho proposto por Jachowicz etal [16] .....	17
Figura 3.4 – Layout da estrutura capacitiva [16].....	18
Figura 3.5 – Layout dos capacitores interdigitados e layout da matriz de capacitores [22] .....	18
Figura 4.2 – Linhas de campo nos eletrodos.....	23
Figura 4.3 – Esquema elétrico da Ponte de Wheatstone .....	24
Figura 4.4 – Esquema elétrico da ponte capacitiva .....	24
Figura 4.5 – Layout da ponte capacitiva .....	27
Figura 4.6 – Layout do termistor.....	28
Figura 4.7 – Layout das estruturas capacitivas.....	29
Figura 4.8 – Layout da fotomáscara para remoção das interconexões .....	29
Figura 4.9 – Layout da fotomáscara para isolamento dos capacitores .....	30
Figura 4.10 – Layout da geometria do termistor.....	30
Figura 4.11 – Layout da fotomascara para proteção dos contatos do termistor .....	31
Figura 4.12 – Layout da fotomascara para proteção do termistor.....	31
Figura 5.1- Fotomáscaras de cromo e óxido de cromo .....	34
Figura 5.2 - Lâmina de alumina .....	34
Figura 5.3 - Sequência do processo de confecção do termistor.....	35
Figura 5.4 - Laminas no ultrassom .....	36
Figura 5.5 - Aplicação do fotoresiste sobre o substrato no spiner.....	37
Figura 5.6 - Camadas aplicadas sobre o substrato.....	38
Figura 5.7 - Termistor após a corrosão via úmida dos metais.....	38
Figura 5.8 - Contato do termistor após corrosão.....	39
Figura 5.9 - Sequência de confecção da ponte capacitiva .....	40
Figura 5.10 - Início da deposição química de Ni-P .....	43
Figura 5.11 – Amostras em solução de acetona a ) Início da remoção do fotoresiste b) fotoresiste removido.....	44
Figura 5.12 - Esquema da deposição eletrolítica de Au .....	45
Figura 5.13 - Deposição eletrolítica de Au .....	46
Figura 5.14 – Ponte de impedância fabricada com dois capacitores cobertos com fotoresiste .....	48
Figura 5.15 - Layout final do dispositivo .....	48
Figura 6.1 – Aparato de testes.....	50
Figura 6.2 – Layout da ponte capacitiva .....	51
Figura 6.3 – Amostra com as soldas .....	51
Figura 6.4 – Aparato de medidas .....	53
Figura 6.5 – Termistor encapsulado.....	54
Figura 6.3 – Caracterização experimental do termistor com resistência de folha de $38\Omega/\square$ .....	55
Figura 7.1 – Esquema do sistema sensor.....	57
Figura 7.2 – Layout da PCB para fixação da amostra.....	58
Figura 8.3 – Placa PCB finalizada a) visão superior b) visão inferior .....	58
Figura 7.4 – Esquema do circuito de condicionamento do sinal.....	59

---

Figura 7.5 – Layout do circuito condicionamento de sinal .....	59
Figura 7.6 – PCB finalizada a) visão superior b) visão inferior .....	60
Figura 7.7 – Esquema elétrico do circuito condicionamento de sinal .....	60
Figura 7.8 – Layout do circuito condicionamento de sinais.....	61
Figura 7.9 – PCB finalizada a) Visão superior, b) Visão inferior do circuito .....	61
Figura 7.11 – Esquema elétrico da pastilha Peltier .....	62
Figura 7.12 – Pastilha Peltier .....	62
Figura 7.13 – Esquema elétrico de alimentação da pastilha Peltier .....	62
Figura 7.14 – Layout do circuito de potência.....	63
Figura 7.15 – PCB finalizado a) Visão superior, b) Visão inferior do circuito .....	63
Figura 7.16 – Janela do diagrama de blocos do Instrumento Virtual do sistema sensor .....	64
Figura 7.17 – Painel frontal Instrumento Virtual do sistema sensor .....	64
Figura 7.18 – Fluxograma do software do Instrumento Virtual do sistema sensor .....	65
Figura 7.19 – Layout do software de controle.....	66
Figura 8.1 – Aparato de teste para caracterização do sistema sensor de umidade .....	67
Figura 8.2 – Esquema do sistema sensor.....	68
Figura 8.3 – Vista lateral.....	69
Figura 8.4 – Vista superior.....	69
Figura 8.5 – Sistema sensor completo.....	70
Figura 8.6 - Umidade relativa calculada em função da temperatura do ponto de orvalho .....	71
Figura 8.7 – Resposta do sensor a temperatura ambiente de 25°C.....	72
Figura 8.8 – Resposta do sensor a temperatura ambiente de 30°C.....	72

# Lista de Tabelas

Tabela 2.1 - Energia, em kcal, liberado através da respiração de uma tonelada de sorgo em 24 horas [8].....	10
Tabela 2.2 -Condições de umidade e temperatura que favorecem o desenvolvimento fúngico [8] .....	11
Tabela 4.1 – Constante dielétrica .....	22
Tabela 4.2 – Dimensões das estruturas .....	27
Tabela 5.1 – Características físicas do substrato utilizado .....	35
Tabela 5.2 - Composição e condições operacionais da solução autocatalítica de Ni-P.....	44
Tabela 5.3 - Características e condições do banho AURUMA 553 [37].....	45
Tabela 5.4 – Identificação das pontes .....	48
Tabela 6.1 – Parâmetros utilizados na medida .....	50
Tabela 6.2 – Capacitâncias medidas .....	52
Tabela 8.1 – Valores medidos para cada ponte .....	70



# Lista de Símbolos

$p_s$	Pressão de saturação de vapor de H <sub>2</sub> O	milibar
$p_w$	Pressão parcial de vapor de H <sub>2</sub> O	milibar
$p$	Pressão parcial corrigida	milibar
$T$	Temperatura	°C
$T_o$	Temperatura de ponto de orvalho	°C
$UR$	Umidade relativa	%
$t$	Temperatura do bulbo seco	°C
$t'$	Temperatura do bulbo úmido	°C
$\epsilon_r$	Constante dielétrica relativa	-
$Z$	Impedância	ohm( $\Omega$ )
$C$	Capacitância	Faraday(F)
$\omega$	Frequência angular	Radianos(rad)
$V_{out}$	Saída em tensão	Volts(V)



# Capítulo 1

## Introdução

**S**ENSORES de umidade estão sendo cada vez mais utilizados em sistemas de controle e aquisição de dados. Estes sensores são facilmente encontrados em estufas, automóveis, silos de armazenagem de grãos, refrigeradores, equipamentos médicos, eletrodomésticos, instrumentos de precisão etc. Mais recentemente, com o crescimento do mercado agrícola no Brasil, a demanda por sensores de umidade vem crescendo substancialmente. Algumas das qualidades mais desejáveis dos sensores de umidade são: resposta rápida, boa reprodutibilidade, pequena histerese, boa estabilidade térmica, resistência contra contaminantes, pequena área e finalmente baixo custo.

Este trabalho é dedicado ao estudo de um sensor de umidade por detecção de ponto de orvalho utilizando quatro capacitores em ponte (princípio de wheatstone), onde dois capacitores são isolados do ambiente. Os capacitores expostos exibem uma variação do valor nominal da capacitância devido à formação de um filme de água através da condensação, causando um desequilíbrio na ponte. Uma vez que um capacitor consiste basicamente num conjunto de duas placas separadas por um dielétrico, as variações no valor nominal da capacitância podem ser provocadas através de três maneiras: (a) variação da área; (b) variação da distância entre as placas; (c) variação da constante dielétrica do material. Neste sensor, a constante dielétrica do material é a variável de interesse.

Através de uma análise sistemática da literatura, observamos o crescente uso de capacitores interdigitados para a medição não só da umidade, mais também em concentrações de substâncias em misturas. Na busca de materiais com características elétricas e mecânicas desejáveis optamos pela utilização de alumina (óxido de alumínio) como substrato na confecção de tais estruturas. Neste trabalho utilizaremos a técnica de deposição química via úmida na construção das estruturas capacitivas.

Para obter o resfriamento da ponte capacitiva até a temperatura de ponto de orvalho utilizamos um pastilha Peltier. Um termistor de nitreto de tântalo construído neste mesmo substrato fornece o sinal necessário para o sistema sensor. Além disto, o sinal de desbalanceamento da ponte é utilizado no laço de controle da potência entregue à pastilha Peltier que mantém o substrato do sensor no limiar do ponto de orvalho.

O processo de deposição de metais para confecção do termistor foi realizado no Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS), os demais processos utilizados na confecção da ponte capacitiva foram realizados nas instalações do Centro de Componentes Semicondutores (CCS) da Universidade Estadual de Campinas – UNICAMP.

## 1.1 Justificativa do trabalho

A utilização de sensores no monitoramento de variáveis tais como umidade e temperatura vem crescendo nos últimos anos principalmente devido à expansão do mercado agrícola brasileiro. A exigência por qualidade e redução de perdas na fase de armazenamento e estocagem aumenta a importância do controle destas variáveis.

A maioria dos sensores utilizados para esse fim são importados e possuem custos bastantes elevados. Pensando nisso, propomos a fabricação de um sensor de umidade por detecção de ponto de orvalho utilizando capacitores em ponte que atenda a maioria das características desejáveis para um sensor, tais como:

- Resposta rápida;
- Baixo custo;
- Tamanho reduzido;

- Histerese mínima;
- Baixa deriva térmica;
- Estabilidade;
- Repetibilidade;
- Resistência contra contaminantes.

## 1.2 Objetivo do trabalho

O objetivo principal deste trabalho consiste em projetar, fabricar e caracterizar um sensor de umidade por detecção de ponto de orvalho tendo a ponte de impedância como detector de orvalho sob substrato cerâmico (alumina).

O sensor em foco é constituído basicamente por uma ponte de impedâncias, um sensor de temperatura e uma pastilha Peltier. A fabricação da ponte capacitiva e do sensor de temperatura através da metalização do substrato de alumina utilizando processos químicos. Este processo de fabricação deve ser reprodutível, confiável e de baixo custo.

## 1.3 Apresentação do trabalho

Esta dissertação está organizada em 9 capítulos, sendo este capítulo de introdução, onde apresentamos as justificativas e objetivos deste trabalho.

No capítulo 2 são apresentadas algumas definições e conceitos da umidade relativa do ar, visando melhor entendimento dos termos e das formulações.

O capítulo 3 apresenta uma revisão bibliográfica dos sensores de umidade.

No capítulo 4 são apresentados os parâmetros de projeto utilizados na confecção do sensor.

No capítulo 5 é descrita a sequência do processo de fabricação das estruturas que compõem o sensor. Primeiramente são descritos os processos para confecção do termistor e na sequência a fabricação das estruturas capacitivas.

No capítulo 6 é apresentada a caracterização do sensor de temperatura.

No capítulo 7 é apresentado o projeto do circuito de condicionamento de sinais do termistor e da ponte capacitiva, assim como a plataforma utilizada para confecção do software de controle do sistema sensor.

No capítulo 8 são apresentados os resultados da caracterização do sistema sensor

E por fim, no capítulo 9, apresentamos as conclusões deste trabalho e sugestões sobre trabalhos futuros utilizando.

# Capítulo 2

## Definições e Conceitos Sobre a Umidade

**E**ste capítulo apresenta alguns conceitos e definições relacionados à umidade relativa do ar e ponto de orvalho, facilitando a compreensão de alguns aspectos importantes envolvidos com o fenômeno da evaporação d'água. Este capítulo trata ainda da importância do controle da umidade na conservação de grãos na agricultura.

### 2.1 Umidade relativa do ar

Umidade é o termo usado para descrever a quantidade de vapor de água contido na atmosfera. O termo não abrange as outras formas nas quais a água pode estar presente na atmosfera, como na forma líquida (gotículas de água) e na forma sólida (gelo). O vapor de água atmosférico se origina a partir da superfície terrestre pela evaporação e transpiração [1].

### 2.2 Higrometria

A ciência que tem por objetivo estudar a variação da umidade é chamada de higrometria, derivada do grego "*hygros*"= umidade, "*metria*"= medida. O entendimento dos aspectos psicrométricos envolvidos que governam as trocas de energia entre o ar atmosférico e a superfície da terra facilita a nossa compreensão sobre as variáveis higrométricas.

## 2.3 Aspectos psicrométricos

A origem da palavra psicrometria que vem do grego, “*psicro*” = água e “*metria*” = medida, logo a psicrometria estuda as propriedades e processos termodinâmicos que envolvem o ar úmido.

Considere um volume fechado contendo uma quantidade determinada de água e ar à mesma temperatura. Após algum tempo o ar estará saturado d’água, ou seja, os números de moléculas envolvidas nos processos de evaporação e condensação se igualam. Nessas condições não há evaporação efetiva e o ar encontra-se saturado de vapor d’água. Aumentando-se a temperatura interna, do volume fechado, por injeção de calor, aumentará o nível energético das moléculas e resultará em aumento da evaporação. Isso significa que o ar, nessa nova temperatura, não estará saturado, pois mais moléculas deixarão a água e se incorporarão ao ar. Portanto, aumentando-se a temperatura, o ar será capaz de reter mais vapor d’água. Concluimos que o ar funciona como um “reservatório” que se expande ou contrai com acréscimo ou decréscimo da temperatura, sendo que a temperatura do ar determina sua pressão de saturação. A Figura 1.1 mostra a quantidade de água por volume de ar [1].

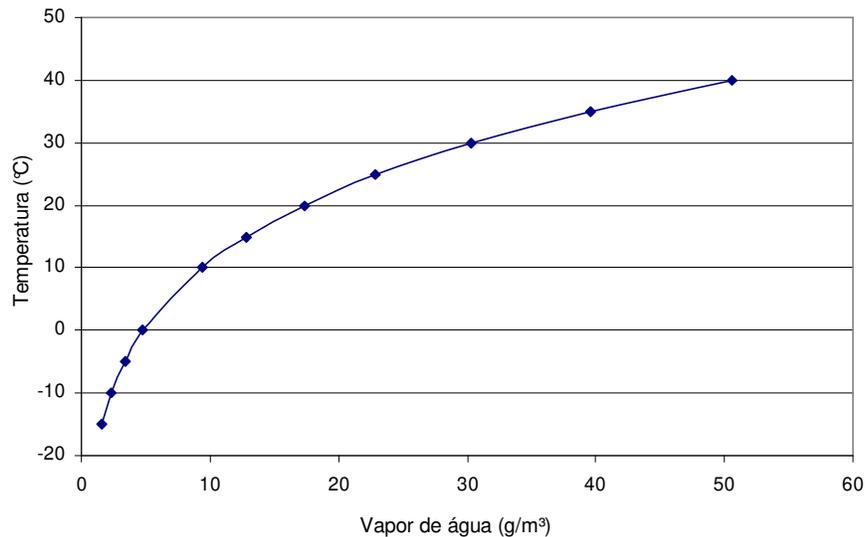


Figura 1.1 – Quantidade de água por volume de ar

Através da Lei de Dalton das pressões parciais, sabe-se que numa mistura gasosa cada gás exerce uma pressão parcial independente da presença dos demais gases da forma mostrada na equação 2.1. Como o vapor d'água pode ser considerado um gás, isso significa que ele exerce o que chamamos de pressão parcial do vapor d'água ( $p_w$ ). Considerando o ar saturado, chamamos esta pressão de pressão de saturação do vapor d'água ( $p_s$ ).

$$P_{total} = p_{H_2O} + p_{N_2} + p_{O_2} + \dots + p_n \quad (2.1)$$

Sendo que  $p_{H_2O}, p_{N_2}, p_{O_2}, \dots, p_n$  são as pressões parciais exercida por cada gás no meio.

A capacidade de retenção de água pelo ar é diretamente dependente da temperatura. A pressão de saturação e a pressão parcial de vapor podem ser calculadas de acordo com as equações de Murray 2.2 e 2.3 [2].

$$p_s = 6.112 \exp\left[\frac{17.27T}{237.3+T}\right] \quad (2.2)$$

$$p_w = 6.112 \exp\left[\frac{17.27T_o}{237.3+T_o}\right] \quad (2.3)$$

Sendo resultando  $p_s$  e  $p_w$  em milibar respectivamente,  $T$  a temperatura ambiente em °C e  $T_o$  a temperatura de ponto de orvalho.

A altitude em relação ao nível do mar pode influenciar na medida da pressão parcial de vapor d'água  $p_w$ . Para compensar a diferença da pressão atmosférica devido à altitude o  $p_w$  é corrigido de acordo com a equação 2.4 [3].

$$p = p_w - p_{atm}(T - T_o)0.00066[1 + (0.00115T_o)] \quad (2.4)$$

Sendo que  $p$  é a pressão parcial de vapor em milibar corrigida,  $p_{atm}$  pressão atmosférica local em milibar.

Na natureza, entretanto, o ar e a água não se encontram contidos num recipiente fechado, mas uma grande massa de água está sob um grande volume de ar, sendo que o mesmo se satura apenas em algumas situações especiais. Portanto, a pressão parcial de vapor d'água será menor que a pressão de saturação corrigida do vapor d'água ( $p_s$ ). Nessas condições, haverá um déficit de saturação,  $\Delta E$ , que é representado pela diferença da pressão de saturação e da pressão parcial do vapor d'água como mostrado na equação 2.5.

$$\Delta E = p_s - p \quad (2.5)$$

## 2.4 Umidade relativa

A umidade relativa é a relação entre  $p$  e  $p_s$ , convencionalmente denotada em porcentagem conforme mostrado na equação 2.6. Em outras palavras pode se dizer que umidade relativa do ar é a relação entre a quantidade de água existente no ar (umidade absoluta) e a quantidade máxima que poderia haver na mesma temperatura (ponto de saturação).

$$UR(\%) = 100 \times \frac{p}{p_s} \quad (2.6)$$

A umidade relativa é um dos indicadores usados na meteorologia. Essa umidade presente no ar é decorrente de uma das fases do ciclo hidrológico, o processo de evaporação da água. O vapor de água sobe para a atmosfera e se acumula em forma de nuvens, mas uma parte passa a compor o ar que circula na atmosfera [4].

## 2.5 Ponto de orvalho (Dew point)

O ponto de orvalho é definido como a temperatura até a qual o ar (ou gás) deve ser resfriado para que a condensação de água se inicie, ou seja, para que o ar fique saturado de vapor de água, ou seja,  $p_s = p_w$ . A temperatura de ponto de orvalho pode ser calculada através da equação 2.7 [3].

$$T_o = \frac{237,3 \ln(p / 6,112)}{17,67 - \ln(p / 6,112)} \quad (2.7)$$

Sendo  $p$  é a pressão parcial corrigida, a unidade de  $T_o$  é dada em °C.

## 2.6 Hidrofilia e hidrofobia

Hidrofilia, (*hydros*) "água" e (*filia*) "afeição", refere-se a propriedade física que um dado material possui de se aglutinar a uma molécula de água (H<sub>2</sub>O) através das ligações de hidrogênio. Esta ligação é termodinamicamente vantajosa, e torna essas moléculas solúveis não só em água, mas também em solventes polares. Podemos citar como exemplo a adição de álcool em um recipiente contendo água, a mistura se torna homogênea uma vez que o álcool é hidrofílico [5].

Hidrofobia, (*hygros*), "água" e (*fobia*) "medo ou aversão" refere-se ao material que não possui afinidade com as moléculas de água. O material sendo um sólido ocorre formação de gotículas em sua superfície, no entanto, se for líquido a mistura não será homogênea [6]. Podemos citar como exemplo a adição de uma quantidade de óleo a um recipiente contendo água, a mistura se tornará heterogênea uma vez que o óleo é hidrofóbico.

Os materiais que compõem o nosso sensor de umidade também apresentam tais propriedades. A alumina é um material hidrofílico enquanto os eletrodos metálicos são hidrofóbicos. Esta combinação afeta a distribuição da água que se condensa sobre o sensor.

## 2.7 Conceito de adsorção

Adsorção é a adesão de moléculas de um fluido (o adsorvido) a uma superfície sólida (o adsorvente), ou seja, o fluido forma na superfície um filme contínuo e uniforme. O grau de adsorção depende da temperatura, da pressão e da área da superfície [7].

## 2.8 Importância da umidade na conservação de grãos

O armazenamento racional, no caso de grãos, tem por objetivo conservar as características dos produtos, qualitativa e quantitativamente no decorrer de um tempo necessário de estocagem. Os grãos são organismos vivos em estado latente. Mesmo “desligados” biologicamente da planta desde o momento de sua maturação, eles respiram e desprendem gás carbônico (CO<sub>2</sub>), água (H<sub>2</sub>O) e calor. Em certas condições de umidade e temperatura, o processo de respiração pode ser intensificado resultando numa maior liberação de energia através de calor. A tabela 2.1 mostra a quantidade de energia desprendida por uma quantidade de cereal com a variação da temperatura e umidade. Notamos que, quanto maior a umidade dos grãos, maior será a liberação de energia na forma de calor.

Tabela 2.1 - Energia, em kcal, liberado através da respiração de uma tonelada de sorgo em 24 horas [8].

UMIDADE (%)	TEMPERATURA(°C)			
	5	16	27	38
12.4	0	0	0	7
14.6	0	3	7	62
18.0	20	100	1920	2440
21.0	120	2060	7300	

Pode se concluir que acima de uma determinada umidade o processo respiratório se intensifica causando um aumento na temperatura do meio e podendo comprometer a sua conservação. Pela tabela acima verificamos, por exemplo, que grãos de sorgo com 27°C de temperatura e 18% de umidade, liberam 1.920 kcal por tonelada de grãos, em 24 horas. Já grãos mais secos e mais frios, com 16°C de temperatura e 14,6% de umidade, liberam 3 kcal em 24h.

Com excesso de umidade e calor os grãos têm a sua qualidade comprometida pelo ataque dos insetos e fungos, que encontram ambiente ideal para a sua proliferação causando deterioração quantitativa e qualitativa da massa armazenada. Grãos armazenados em condições satisfatórias impedem o desenvolvimento de fungos e dos seus danos. Pesquisas realizadas, por exemplo no milho, com umidade de 13%, as moléculas de água estão fortemente ligadas à massa dos grãos, pelas forças denominadas de *Van Der Waals*, situação em que os fungos não as rompem e sem água não se desenvolvem e não sobrevivem.

A Tabela 2.2 mostra as condições que favorecem o desenvolvimento de fungos na armazenagem, em relação a umidade e do calor, na conservação dos grãos [8].

Tabela 2.2 -Condições de umidade e temperatura que favorecem o desenvolvimento fúngico [8]

<b>Teor de Umidade (%)</b>	<b>Desenvolvimento Fúngico</b>	<b>Temperatura °C</b>	<b>Desenvolvimento Fúngico</b>
<13	Lento	<15	Lento
13-16	Rápido	20 - 30	Médio
>16	Explosivo	40 - 55	Máximo

O Brasil é um dos maiores produtores mundiais de grãos com 149 milhões de toneladas colhidas ao final da safra de 2009/2010 [9]. Este é um dado estratégico se considerarmos os rumores sobre a “crise mundial de alimentos” [10]. Para que toda esta produção seja efetivamente aproveitada é necessário que as perdas pós colheitas e principalmente oriundas da armazenagem sejam minimizadas.

O monitoramento, controle e estabilidade da umidade e temperatura são fundamentais para a prevenção da ocorrência de insetos e fungos. Esta prevenção diminui desperdícios e aumenta a qualidade dos grãos [11]. Os silos de armazenagem devem propiciar uma aeração correta que possibilite o controle e estabilidade da umidade e temperatura dos grãos armazenados. O correto monitoramento destas variáveis pode contribuir diretamente na qualidade da armazenagem.

Desta forma o desenvolvimento de um sensor de umidade de baixo custo e que seja totalmente nacionalizado, desde seu projeto até sua fabricação, é muito desejável, pois favorece setores distintos de nossa economia. Por um lado favorece a agricultura e por outro diminui

nossa dependência com relação a necessidade da importação de sensores e instrumentos de precisão, itens que normalmente possuem alto valor agregado e que contribuem negativamente no equilíbrio da balança comercial (importação e exportação).

# Capítulo 3

## Sensores de Umidade

**E**ste capítulo apresenta um breve histórico sobre sensores de umidade, evoluindo para a análise de alguns sensores modernos, dando destaque às estruturas que os compõem.

### 3.1 Breve histórico sobre sensores de umidade

O psicrômetro, que surgiu no final do século 19, foi um dos primeiros sensores de umidade relativa do ar abordados na literatura [12]. A Figura 2.1 apresenta um psicrômetro no qual consiste de dois termômetros – o bulbo de um termômetro é mantido em local seco enquanto o do outro em local úmido. Quando o ar não está saturado, a água presente no bulbo úmido evapora-se, provocando o resfriamento do termômetro, logo a diferença de temperatura entre os dois termômetros será maior quanto menor for a umidade relativa. A temperatura dos dois termômetros são utilizadas para calcular a umidade do ambiente, conforme a equação 3.1 [13].

$$p_w = p_s - 0,00036(t - t')(1 + 0,00065t')k \quad (3.1)$$

Sendo  $p_w$  a pressão parcial do vapor de água,  $p_s$  a pressão de saturação de vapor de água,  $t$  é temperatura do termômetro do bulbo seco,  $t'$  a temperatura do termômetro do bulbo úmido e  $k$  a pressão barométrica total.

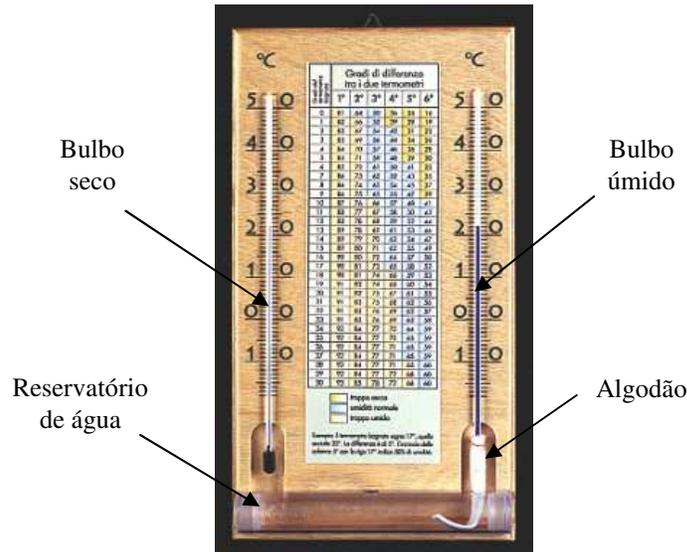


Figura 3.1 –Psicrometro bulbo seco e bulbo úmido [14].

Esta técnica é bem aceita nas indústrias e frequentemente usada na calibração de sensores de umidade relativa. É um método simples e de baixo custo, entretanto, a medida é dependente do fluxo de ar e exige uma manutenção periódica no reservatório de água. Em sistemas modernos, os termômetros de mercúrio são substituídos por termômetros de resistência de platina, e uma cerâmica porosa é colocada no lugar do algodão.

Outra técnica empregada à medição da umidade relativa do ar surgiu com a fabricação do sensor de Dunmore [15] na década de 30. Este sensor baseia-se na variação da condutibilidade iônica de uma solução de LiCl (Cloroeto de Lítio) através da captação da umidade do ar. Estas variações são medidas por dois fios finos de cobre envoltos em um tubo de vidro coberto por uma solução de LiCl. Aquecendo a solução de LiCl teremos a evaporação da solução e conseqüentemente uma queda de condutibilidade. A umidade relativa do ar é calculada através da curva de condutividade da solução de LiCl.

### 3.2 Sensor de umidade por espelho resfriado

O sensor de umidade por espelho resfriado, também conhecido como higrômetro ponto de orvalho tem como objetivo principal a obtenção da temperatura de ponto de orvalho, temperatura esta onde a pressão parcial de vapor se iguala à pressão de saturação, condição necessária para ocorrer condensação.

Em princípio, o sistema deve conter um detector de orvalho (espelho) com um sensor de temperatura integrado e um sistema de refrigeração (geralmente o dispositivo Peltier). Quando a temperatura da superfície do espelho cai abaixo da temperatura de ponto de orvalho iniciará a condensação do ar/gás em contato com este espelho. No início do processo de condensação, a temperatura da superfície do detector deve ser medida. Esta temperatura é a temperatura de ponto de orvalho.

O higrômetro ponto de orvalho convencional consiste em um detector óptico que capta a luz refletida por um dispositivo emissor de luz através do espelho. O espelho possui um sensor de temperatura acoplado em sua superfície. O filme de água condensado na superfície do espelho altera a reflexão deste. O detector óptico capta esta variação e neste momento o sinal do sensor de temperatura é utilizado para determinar a temperatura de ponto de orvalho. A Figura 3.2 mostra o esquema simplificado deste sensor.

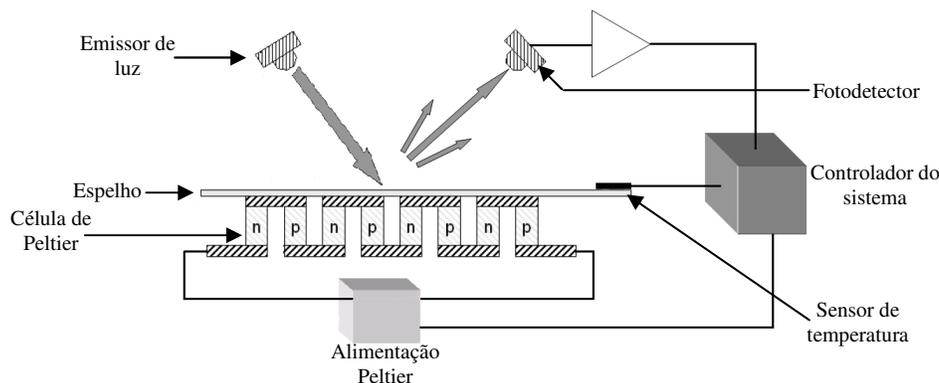


Figura 3.2 - Esquema simplificado do sensor a espelho resfriado

O higrômetro ponto de orvalho pode operar em uma grande faixa de umidade, porém, tem problemas com rápidas mudanças na umidade. Sua constante de tempo depende

fortemente do valor de umidade medida e da relação do fluxo de gás (ar) que flui sobre o higrômetro “espelho” fazendo com que esse tipo de sensor tenha uma resposta lenta [16].

### **3.3 Sensores de umidade baseados em MEMS**

Nas últimas décadas, a miniaturização tem ocupado uma posição de grande importância no desenvolvimento tecnológico. O maior exemplo disso está no campo da microeletrônica, onde destacam-se os circuitos integrados (CIs) em silício. Circuitos integrados propiciam sistemas rápidos, confiáveis, baratos e capazes de incorporar funções complexas [17]. Desde 1970, processos similares ao da fabricação de circuitos integrados têm sido usados com sucesso na fabricação de sensores. A fabricação de sensores empregando tecnologias microeletrônicas comerciais é vantajosa, pois reduz o tamanho físico e o consumo de potência destes sensores, facilitando sua portabilidade [18]. Quando produzidos em alta escala, sensores microeletrônicos têm excelente relação custo benefício [19].

A tecnologia microeletrônica está madura suficiente ao ponto de gerar desmembramentos no campo dos sistemas micro-eleto-mecânicos (MEMS) que envolvem materiais além do silício.

Capacitores MEMS com dielétricos de poliamida são largamente utilizados como sensores de umidade, proporcionando alta sensibilidade, linearidade e baixo consumo de potência. Entretanto, os sensores de umidade capacitivos apresentam baixo tempo de resposta e baixa estabilidade principalmente quanto exposto à contaminantes. Além do mais, estes sensores são vulneráveis a condensação de água na superfície do material dielétrico higroscópico [20] e apresentam um tempo de vida relativamente curto.

### **3.4 Detector de ponto de orvalho utilizando elementos capacitivos MEMS**

Um sensor em silício do tipo MEMS pode substituir o espelho de um higrômetro ponto de orvalho convencional com um sensor de temperatura acoplado (geralmente um termoresistor

Pt100) e um detector óptico [21]. O sensor ponto de orvalho proposto por Jachowicz et al [16] consiste em estruturas MEMS em silício possuindo três dispositivos integrados: um capacitor interdigitado como detector de orvalho, um termoresistor como sensor de temperatura e um aquecedor que são acondicionados sob a face fria da pastilha Peltier. Cada um desses três dispositivos é feito de filme fino. O aquecedor e o termistor de quatro terminais são depositados na primeira camada de metalização e o detector de orvalho (capacitor interdigitado) é criado na segunda camada de metalização, localizado no topo da estrutura. Ambas as camadas de metal são separados por um dielétrico de filme fino depositado através do processo CVD- $\text{SiO}_2$  e  $\text{Si}_3\text{N}_4$ . A figura 3.3 mostra a seção transversal do sensor proposto.

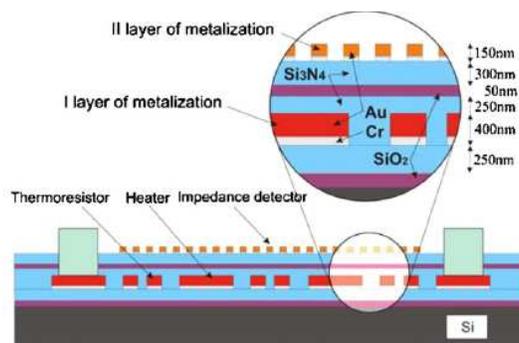


Figura 3.3 – Sensor ponto de orvalho proposto por Jachowicz et al [16]

Os três dispositivos juntos (capacitor interdigitado, termoresistor e aquecedor) possuem espessura de  $2,4 \mu\text{m}$ . O detector de orvalho capacitivo foi projetado com largura de eletrodos de  $6 \mu\text{m}$  e com distância  $6 \mu\text{m}$  entre eles como mostrado na Figura 3.4. Toda a estrutura é resfriada por uma pastilha peltier.

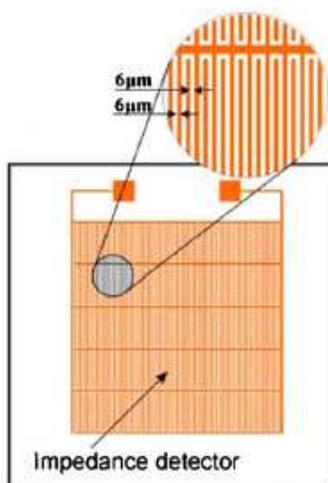


Figura 3.4 – Layout da estrutura capacitiva [16]

Toda a estrutura MEMS possui uma massa relativamente baixa e pequenas dimensões ( $4 \times 4 \times 0.44\text{mm}^3$ ). Como resultado, este tipo de sensor de umidade por ponto de orvalho é usado para o controle rápido do processo de condensação/evaporação com uma baixa constante de tempo (fração de segundos). O detector de orvalho capacitivo possui tamanho reduzido em comparação com o higrômetro ponto de orvalho convencional que é baseado em espelho resfriado.

Em um outro trabalho Weremczuk et al [22], o sensor consiste em um detector de ponto de orvalho utilizando uma matriz de capacitores interdigitados como mostrado na Figura 3.5.

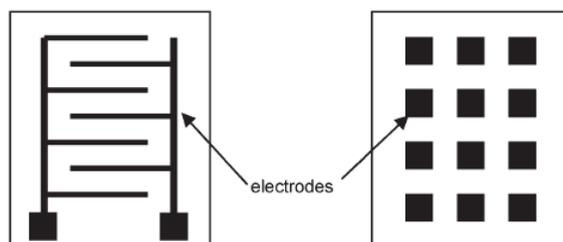


Figura 3.5 – Layout dos capacitores interdigitados e layout da matriz de capacitores [22]

Este sensor colaborou também na investigação do fenômeno da formação de geada.

Os dois trabalhos citados acima demonstram o interesse na utilização de estruturas capacitivas na medição de variáveis como a umidade relativa do ar. As estruturas apresentadas nestes trabalhos foram fabricadas em substrato de silício.

Nosso trabalho aproveita a idéia dos detectores de ponto de orvalho utilizando elementos capacitivos microfabricados. Entretanto, ao invés do silício utilizaremos alumina ( $\text{AlO}_3$ ) que é um material relativamente barato e de fácil obtenção. Os eletrodos serão metalizados em ouro formando uma estrutura interdigitada planar. Desta forma, esperamos que esta estrutura apresente um tempo de vida relativamente longo e que após limpeza ela possa ser reutilizável.



# Capítulo 4

## Projeto do sensor

**D**escreveremos neste capítulo os principais parâmetros e especificações de projeto utilizados na fabricação das microestruturas capacitivas e do termistor. Finalizamos o capítulo apresentando o conjunto de fotomáscaras destinados a fabricação do sensor.

### 4.1 Sensores capacitivos

A utilização de capacitores como sensores para o domínio químico é baseado no efeito da variação da constante dielétrica de filmes finos ou do substrato. As características desses sensores são determinadas principalmente pela característica do material dielétrico e pela geometria (morfologia) do eletrodo.

A equação geral da capacitância é dada por:

$$C = \epsilon \frac{A}{d} \quad (4.1)$$

sendo que  $A$  é a área das placas e  $d$  a distância entre elas. A permissividade relativa ou constante dielétrica é dada por:

$$\epsilon_r = \frac{\epsilon}{\epsilon_0} \quad (4.2)$$

sendo que  $\epsilon_0$  é a constante dielétrica do vácuo  $\epsilon_0 = 8,85 \text{ pF/m}$ .

A equação geral de capacitância é determinada por fatores geométricos, área das placas ( $A$ ), distância entre as placas ( $d$ ) e pela constante dielétrica relativa ( $\epsilon_r$ ) do material que separa as duas placas. No caso dos sensores de umidade capacitivos, a capacitância é alterada pela variação da permissividade do dielétrico devido à variação da umidade relativa. A Tabela 4.1 mostra os valores do dielétrico de vários meios e materiais.

Tabela 4.1 – Constante dielétrica

Dielétrico	$\epsilon$
Ar (seco)	1,0006
Água @ 0°C	88
Água @ 25°C	80
Água @ 100°C	55
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	8,8
Si	11,8
SiO <sub>2</sub>	3,8 a 5,4
Papel	3,5
Vidro	6,0

A Figura 4.1 mostra o layout de um capacitor interdigitado sob um substrato. Esse tipo de arranjo possibilita o aumento da área entre as placas e conseqüentemente o aumento da capacitância.

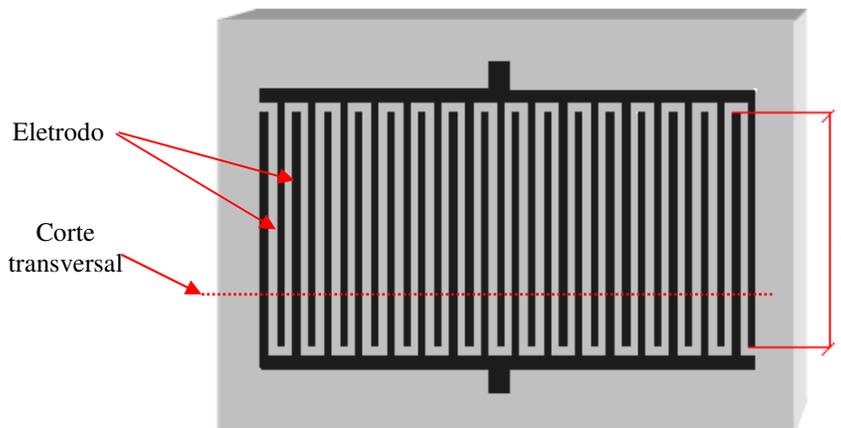


Figura 4.1 – Layout de uma capacitor interdigitado sob o substrato

A capacitância de cada estrutura interdigitada pode ser calculada adaptando a equação 4.1 da seguinte forma:

$$C = (n - 1)\epsilon \frac{l \times h}{d} \quad (4.3)$$

sendo que  $n$  é o número de dígitos,  $l$  é a largura efetiva e  $h$  a espessura do filme metálico,  $d$  é a distância entre dígitos e  $\epsilon$  a constante dielétrica do material que é atravessado pelas linhas de campo.

A Figura 4.2 mostra em detalhe o corte transversal da Figura 4.1 com um esboço das linhas de campo nos eletrodos dos capacitores interdigitados.

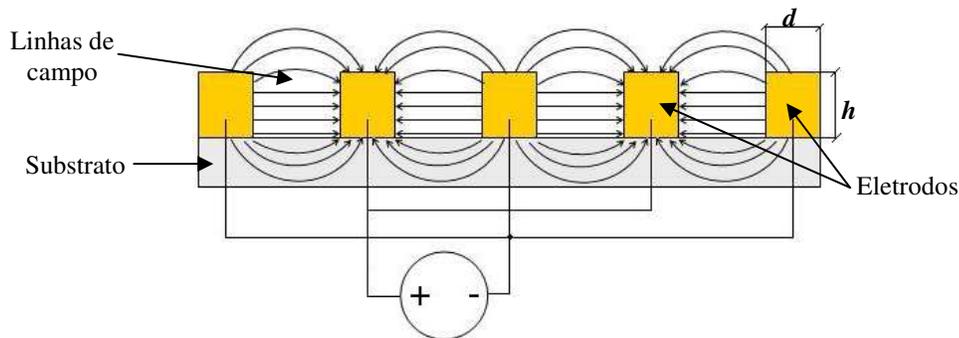


Figura 4.2 – Linhas de campo nos eletrodos

## 4.2 Ponte de impedância

A ponte de impedância é um método preciso para a determinação de uma resistência desconhecida. Esse método é também amplamente utilizado em outras aplicações como, por exemplo, sensores de pressão. A bem conhecida ponte de Wheatstone é um caso particular da ponte de impedância. Neste caso as impedâncias são puramente resistivas. A Figura 4.3 mostra o esquemático da ponte de Wheatstone.

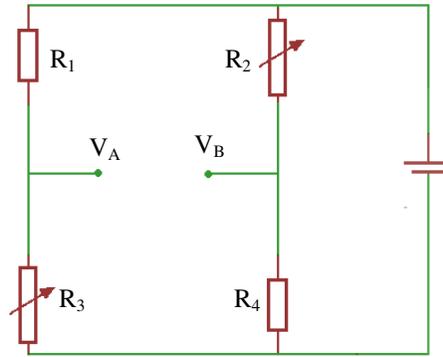


Figura 4.3 – Esquema elétrico da Ponte de Wheatstone

A Ponte de Wheatstone está equilibrada mediante o ajuste dos valores de resistência em  $R_2$  e  $R_3$ . Quando essa situação é alcançada, a diferença de potencial entre os terminais  $V_A$  e  $V_B$  é nula, ou seja,  $V_A = V_B$ . A condição de equilíbrio é alcançada quando os quatro resistores todos os da ponte possuem valores iguais e a mínima variação em qualquer dos elementos da ponte causará um desequilíbrio e conseqüentemente uma variação em  $V_A$  e  $V_B$ .

### 4.3 Ponte capacitiva

O sensor proposto utiliza os princípios da ponte de Wheatstone. Foram fabricados quatro capacitores em ponte. Dois desses capacitores foram isolado do ambiente e os demais expostos. Os capacitores exposto irão causar um desequilíbrio na ponte com a variação da umidade. A figura 4.4 mostra o esquema elétrico da ponte de impedância.

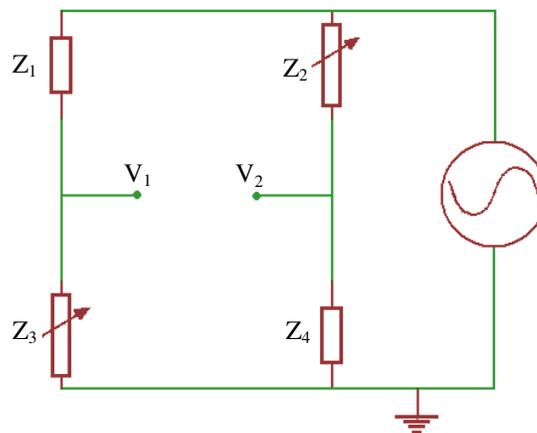


Figura 4.4 – Esquema elétrico da ponte capacitiva

Cada impedância é representada através da equação 4.3.

$$Z = \frac{1}{j\omega C} + R_{par} \quad (4.3)$$

Dependendo da frequência da fonte, podemos considerar que :

$$R_{par} \gg \frac{1}{j\omega C} \text{ e desta forma } Z = \frac{1}{j\omega C} \quad (4.4)$$

Portanto:

$$Z_1 = Z_4 = \frac{1}{j\omega C} \quad (4.5)$$

$$Z_2 = Z_3 = \frac{1}{j\omega(C + \Delta C)} \quad (4.6)$$

De acordo com a lei de Kirchoff, é possível concluir que:

$$V_1 = V \frac{Z_3}{Z_1 + Z_3} \quad (4.7)$$

$$V_2 = V \frac{Z_4}{Z_2 + Z_4} \quad (4.8)$$

Utilizando as equações 4.7 e 4.8 pode-se escrever a diferença de potencial  $V_1 - V_2$  da seguinte forma:

$$V_1 - V_2 = V \left( \frac{Z_3}{Z_1 + Z_3} - \frac{Z_4}{Z_2 + Z_4} \right) \quad (4.9)$$

Considerando que os capacitores com eletrodos expostos ao ambiente são:

$$Z_d = Z_2 = Z_3 \quad (4.10)$$

e que os capacitores com os eletrodos cobertos são:

$$Z = Z_1 = Z_4 \quad (4.11)$$

Substituindo na equação 4.9 as equações 4.10 e 4.11 tem-se que:

$$V_1 - V_2 = V \left( \frac{Z - Z_d}{Z + Z_d} \right) \quad (4.12)$$

Substituindo na equação 4.12 as equações 4.5 e 4.6 resulta em:

$$V_1 - V_2 = -V \left( \frac{\Delta C}{2C + \Delta C} \right) \quad (4.13)$$

Como a variação da capacitância deste sensor é apenas função da permissividade elétrica de acordo com a seguinte equação:

$$\Delta C = \Delta \epsilon \left( \frac{A}{d} \right) \quad (4.14)$$

Reescrevendo a equação 4.13 e, função da equação 4.14 tem-se que:

$$V_1 - V_2 = -V \left( \frac{\Delta \epsilon \left( \frac{A}{d} \right)}{2\epsilon \left( \frac{A}{d} \right) + \Delta \epsilon \left( \frac{A}{d} \right)} \right) \quad (4.15)$$

A equação 4.16 é obtida através da simplificação da equação 4.15.

$$V_1 - V_2 = -V \left( \frac{\frac{\Delta\epsilon}{\epsilon}}{2 + \frac{\Delta\epsilon}{\epsilon}} \right) \tag{4.16}$$

se  $\frac{\Delta\epsilon}{\epsilon} \ll 2$  então:

$$V_1 - V_2 = -V \left( \frac{\Delta\epsilon}{2\epsilon} \right) \tag{4.17}$$

### 4.4 Dimensões das estruturas capacitivas

A Figura 4.5 mostra o layout da ponte de capacitiva formada por quatro capacitores.

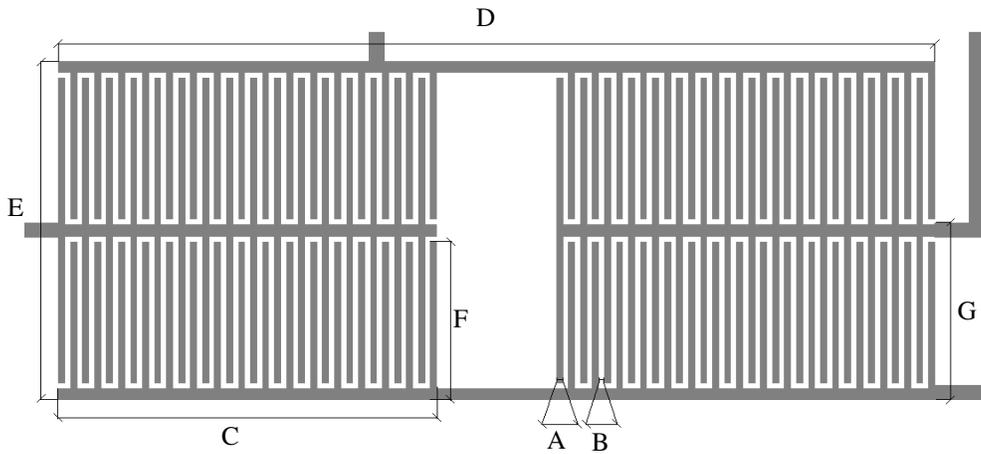


Figura 4.5 – Layout da ponte capacitiva

Projetamos quatro estruturas com distância entre dígitos de 5, 10, 15 e 20µm e diferentes dimensões conforme mostrado na Tabela 4.2. Estas dimensões foram escolhidas tendo em mente as possíveis limitações que seriam encontradas durante o processo de metalização em alumina. No projeto as estruturas possuem a espessura de aproximadamente 2µm.

Tabela 4.2 – Dimensões das estruturas

A e B(µm)	C(µm)	D(µm)	E (µm)	F(µm)	G(µm)
5	315	1630	330	140	650
10	625	2260	620	280	780
15	950	3490	910	420	1230
20	1260	4120	1200	560	1520

Nesta estrutura de ponte, dois capacitores de cantos opostos receberão uma cobertura de um material impermeabilizante sobre seus eletrodos, de forma que o material depositado sofra pouca interferência em sua constante dielétrica quando a água condensar sobre o substrato do sensor.

#### 4.5 Dimensões do termistor

Projetamos o termistor de modo que se localizasse no centro do substrato. As dimensões do termistor foram baseadas na resistência de folha do filme resistivo depositado, de modo que a sua resistência nominal estivesse ao redor de  $9\text{k}\Omega$ . A Figura 4.6 mostra o layout do termistor.

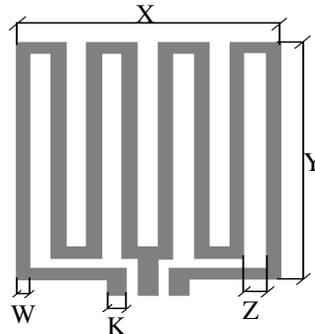


Figura 4.6 – Layout do termistor

Considerando que a resistência de folha do filme de TiW é de  $38\Omega/\square$ , as dimensões do termistor são as seguintes:  $K=150\mu\text{m}$ ,  $W=100\mu\text{m}$ ,  $X=2000\mu\text{m}$ ,  $Y=2195\mu\text{m}$  e  $Z=170\mu\text{m}$ .

#### 4.6 Projeto das fotomáscaras

A Figura 4.7 mostra o layout da fotomáscara para a transferência da geometria das estruturas capacitivas para o substrato. A máscara é do tipo campo escuro.

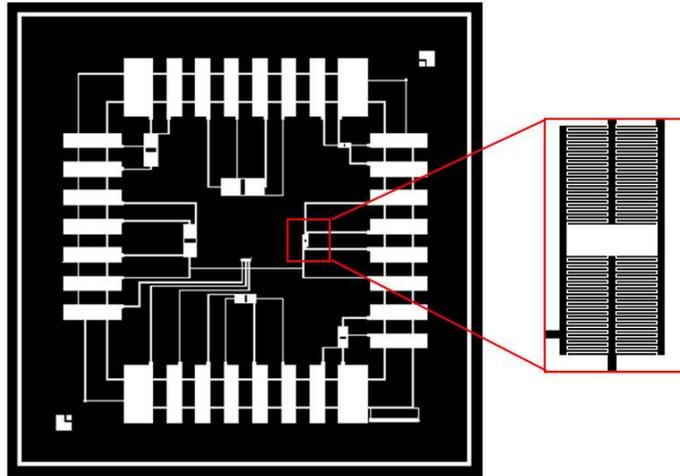


Figura 4.7 – Layout das estruturas capacitivas

A Figura 4.8 mostra o layout da fotomáscara para remoção das interligações das estruturas. A fotomáscara é do tipo campo escuro.

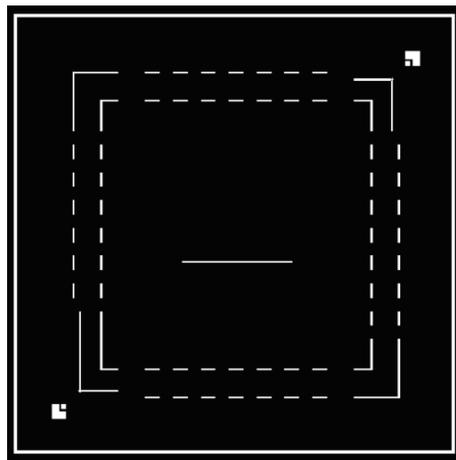


Figura 4.8 – Layout da fotomáscara para remoção das interconexões

A Figura 4.9 mostra o layout da fotomáscara para o isolamento de dois dos quatro capacitores da ponte do ambiente. A fotomáscara é do tipo campo claro.



Figura 4.9 – Layout da fotomáscara para isolamento dos capacitores

A Figura 4.10 mostra o layout da fotomáscara para a transferência da geometria do termistor para o substrato. A fotomáscara é do tipo campo claro.

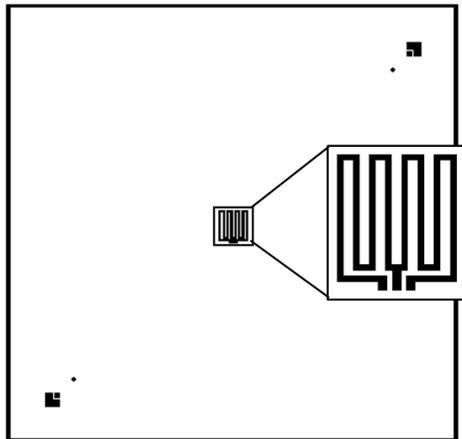


Figura 4.10 – Layout da geometria do termistor

A Figura 4.11 mostra o layout da fotomáscara para a proteção dos contatos do termistor. A fotomáscara é do tipo campo claro.

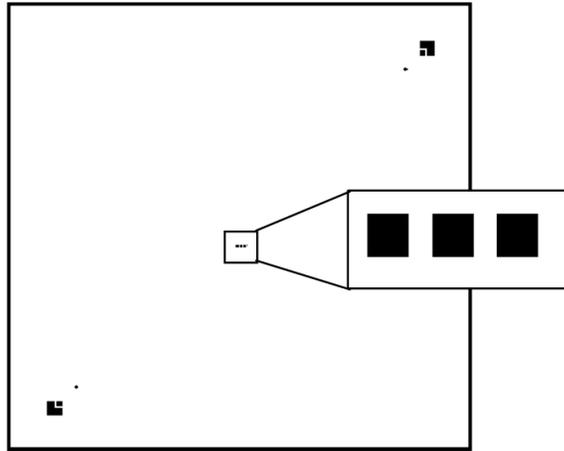


Figura 4.11 – Layout da fotomáscara para proteção dos contatos do termistor

A Figura 4.12 mostra o layout da fotomáscara para a proteção total do termistor. A fotomáscara é do tipo campo claro.

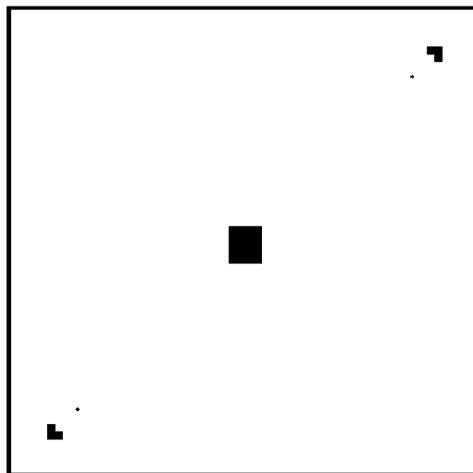


Figura 4.12 – Layout da fotomáscara para proteção do termistor



# Capítulo 5

## Fabricação do sensor

Neste capítulo, apresentaremos o processo de fabricação do termistor e das microestruturas capacitivas. As microestruturas capacitivas foram fabricadas no Centro de Componentes Semicondutores (CCS) da UNICAMP, o filme resistivo foi depositado no Laboratório Nacional de Luz síncrotron (LNLS). Encerramos este capítulo apresentando os dispositivos metalizados e finalizados na placa de alumina.

### 5.1 Fotomáscas

Na fabricação dos dispositivos, foi necessária a utilização de fotomáscaras de cromo e óxido de cromo com alta resolução em substrato de vidro com dimensões 50,8×50,8mm. A gravação destas máscaras foi realizada através de um processo de escrita a laser, usando o LaserWriter LW405 da Microtech. Este equipamento foi disponibilizado pelo Departamento de Física da Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG). A Figura 5.1 mostra o conjunto de fotomáscara finalizadas.

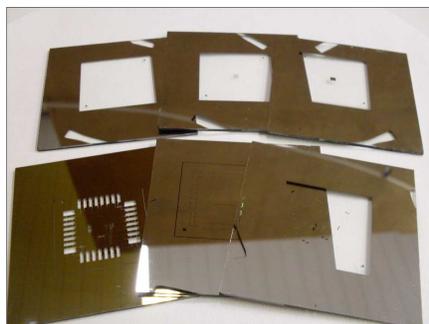


Figura 5.1- Fotomáscaras de cromo e óxido de cromo

## 5.2 Características do substrato utilizado na fabricação do termistor e da microestrutura capacitiva

Neste trabalho foi utilizado substrato de Alumina (óxido de alumínio) com 96% na fase  $\alpha$ -alumina, da empresa 3M®, sendo que os 4% restantes são constituídos principalmente de  $\text{SiO}_2$ . As dimensões da lamina são  $25 \times 25 \times 0.6 \text{ mm}$ . Esse substrato, mostrado na Figura 5.2, possui característica hidrofílica e apresenta uma boa adsorção das moléculas de água na superfície.

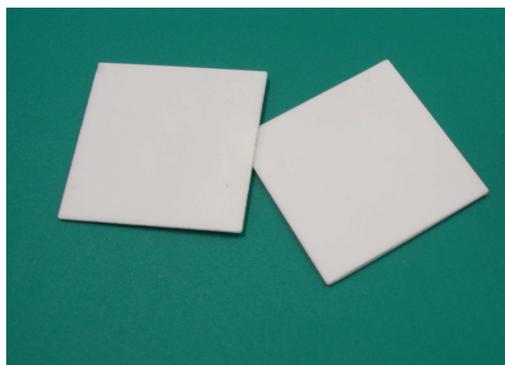


Figura 5.2 - Lâmina de alumina

A Tabela 5.1 mostra as características físicas da Alumina segundo o fabricante 3M®.

Tabela 5.1 – Características físicas do substrato utilizado

Propriedade	Valor	Unidade
Tamanho médio de grão	6	$\mu\text{m}$
Coefficiente de condutividade térmica (20°C)	24,7	$\text{Wm}^\circ\text{C}$
Coefficiente de expansão linear	8,2	$10^{-6}/^\circ\text{C}$
Resistividade (25°C)	$>10^{14}$	$\Omega\text{-cm}$

## 5.3 Fabricação do termistor

### 5.3.1 ETAPAS DO PROCESSO DA FABRICAÇÃO DO TERMISTOR

A figura 5.3 mostra a sequência do processo utilizado para a fabricação do termistor.

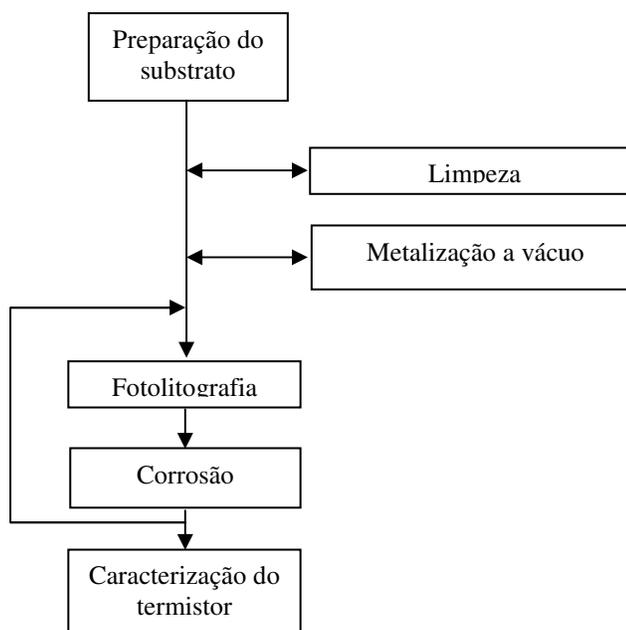


Figura 5.3 - Sequência do processo de confecção do termistor

### 5.3.2 LIMPEZA DO SUBSTRATO

A limpeza do substrato foi realizada utilizando solução aquosa de detergente neutro EXTRAN (MA02) da Merck de concentração 3% V/V. O processo de limpeza do substrato consiste nas seguintes etapas:

- Imersão do substrato na solução com agitação mecânica durante 5 minutos a temperatura de 60°C.
- O conjunto é colocado no ultra-som durante 5 minutos conforme mostrado na Figura 5.4.
- Lavagem do substrato em água deionizada corrente sob borbulhamento de gás nitrogênio durante 3 minutos.
- Introdução em solução aquosa de ácido sulfúrico 50%V/V durante 5 minutos a temperatura de 80°C.
- Lavagem do substrato em água deionizada corrente sob borbulhamento de gás nitrogênio (N<sub>2</sub>) durante 5 minutos.
- Secagem das lâminas utilizando jato de nitrogênio.



Figura 5.4 - Laminas no ultrasom

### 5.3.3 METALIZAÇÃO A VÁCUO

Esta metalização, através *sputtering*, foi realizada no Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS) utilizando um equipamento denominado sputtron II da Balzers. A metalização consiste da seguinte sequência:

- Aquecimento do substrato a temperatura de 200°C.
- Deposição do filme resistivo de Nitreto de Tântalo (Ta<sub>2</sub>N) com espessura de 0,1µm.

- Deposição de Wolfrato de Titânio (TiW) aproximadamente de 300Å como camada de barreira.
- Deposição de ouro (Au) espessura de aproximadamente de 1000 Å como camada condutora.

#### 5.3.4 FOTOLITOGRAFIA DA GEOMETRIA DO TERMISTOR

Na transferência da geometria do termistor para o substrato foi utilizado o fotoresiste AZ1518 de acordo com a sequência a seguir:

- Aplicação do fotoresiste no substrato com o *spinner* 6000rpm durante 40 segundos  
Pré-cura sob *hotplate* a 90° C durante um minuto
- Exposição do conjunto máscara/substrato à luz ultravioleta por 25 segundos para a definição da geometria do termistor.
- Revelação por 12 segundo utilizando o produto denominado Metal Ion Free (MIF-300).
- Pós-cura sob *hotplate* a temperatura de 120°C por um tempo de 15 minutos para a cura total do polímero.

A Figura 5.5 mostra a aplicação do fotoresiste na lâmina.



Figura 5.5 - Aplicação do fotoresiste sobre o substrato no spinner

A Figura 5.6 mostra as camadas depositadas sobre o substrato de alumina anterior a confecção dos resistores.

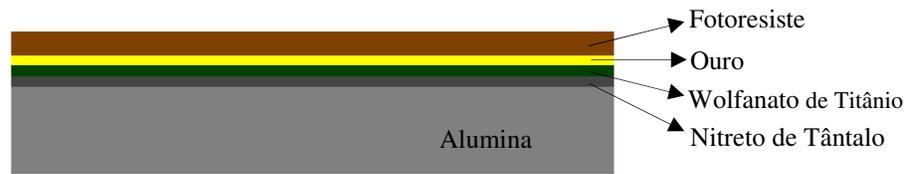


Figura 5.6 - Camadas aplicadas sobre o substrato

### 5.3.5 CORROSÃO VIA ÚMIDA PARA A OBTENÇÃO DA GEOMETRIA DO TERMISTOR

A corrosão dos metais, Au, TiW e Ta<sub>2</sub>N, foi de acordo com as etapas a seguir:

- Corrosão do Au em solução aquosa da empresa UMICORE a temperatura de 40°C, sob agitação mecânica.
- Corrosão do TiW utilizando peróxido de hidrogênio 30% a temperatura ambiente.
- Corrosão da liga de Ta<sub>2</sub>N é realizada com auxílio de uma solução aquosa contendo ácido fluorídrico (HF) e ácido nítrico (HNO<sub>3</sub>) a temperatura ambiente, com agitação mecânica.

A Figura 5.7 mostra layout do termistor.

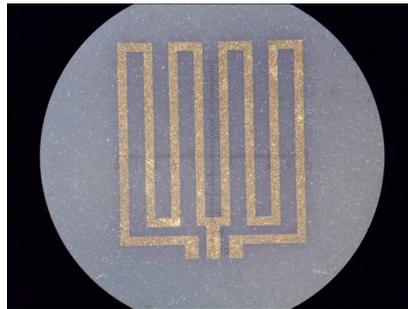


Figura 5.7 - Termistor após a corrosão via úmida dos metais

### 5.3.6 FOTOLITOGRAFIA PARA O CONTATO DO TERMISTOR

Nesta etapa foi utilizado o fotorresiste AZ1518 de acordo com a sequência a seguir:

- Aplicação do fotorresiste no substrato com o *spinner* 6000 rpm durante 40 segundos.
- Pré-cura sob chapa aquecedora a 90°C durante um minuto.

- Exposição do conjunto máscara/substrato em luz ultravioleta por 25 segundos para a definição da geometria do termistor.
- Revelação por 12 segundo utilizando o produto denominado Metal Ion Free (MIF-300).
- Pós-cura sob chapa aquecedora a temperatura de 120°C por um tempo de 15 minutos para a cura total do polímero.

### 5.3.7 - CORROSÃO VIA ÚMIDA

Realizamos as seguintes etapas para remover sequencialmente os metais, Au, TiW:

- Remoção do Au, utilizando uma solução aquosa da empresa UMICORE a temperatura de 40°C, sob agitação mecânica.
- O TiW foi removido utilizando peróxido de hidrogênio 30% a temperatura ambiente.

A Figura 5.8 mostra os contatos no termistor após a corrosão dos metais.

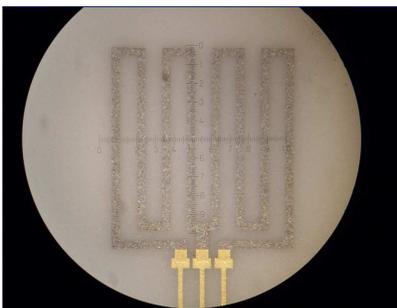


Figura 5.8 - Contato do termistor após corrosão

## 5.5 Fabricação das microestruturas capacitivas

A Figura 5.9 mostra as etapas do processo de fabricação das microestruturas capacitivas após a fabricação do termistor. A técnica empregada no processo é a de metalização via úmida [23-26].

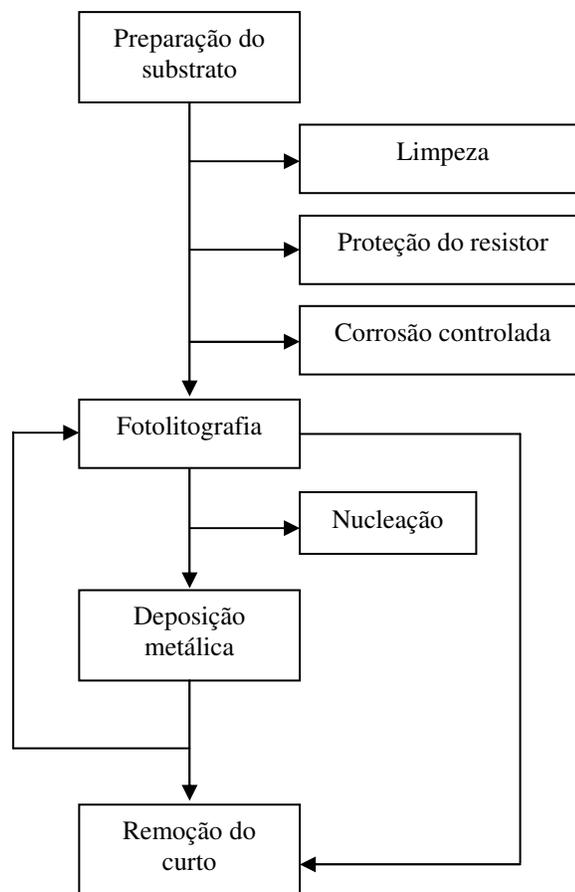


Figura 5.9 - Sequência de confecção da ponte capacitiva

### 5.5.1 LIMPEZA DO SUBSTRATO

A limpeza do substrato foi realizada utilizando solução aquosa de detergente neutro EXTRAN (MA02) da Merck de concentração 3% V/V. O processo de limpeza do substrato consiste nas seguintes etapas:

- Imersão do substrato na solução com agitação mecânica durante 5 minutos a temperatura de 60°C.
- O conjunto é colocado no ultra-som durante 5 minutos conforme mostrado na Figura 3.5.
- Lavagem do substrato em água deionizada corrente sob borbulhamento de gás nitrogênio durante 5 minutos.
- Secagem das lâminas utilizando jato de nitrogênio.

### 5.5.2 PROTEÇÃO DO TERMISTOR

Esta etapa tem o objetivo de prevenir que o termistor seja danificado nas etapas seguintes de construção das estruturas capacitivas. A proteção foi realizada utilizando fotoresiste AZ1518 descritas nas etapas a seguir:

- Aplicação do fotoresiste no substrato com o *spinner* 6000 rpm durante 40 segundos.
- Pré-cura sob *hotplate* a 90° C durante um minuto.
- Exposição do conjunto máscara/substrato em luz ultravioleta por 25 segundos para a definição da geometria do termistor.
- Revelação por 12 segundo utilizando o produto denominado Metal Ion Free (MIF-300).
- Pós-cura sob *hotplate* a temperatura de 120°C por um tempo de 15 minutos para a cura total polímero.

### 5.5.3 CORROSÃO CONTROLADA DO SUBSTRATO

O substrato é imerso em uma solução aquosa contendo Fluoreto de amônio ( $\text{NH}_4\text{F}$ ) e ácido fluorídrico (HF) conforme as etapas a seguir:

- Imersão do substrato em solução por 5 min. a temperatura ambiente sob agitação mecânica.
- Lavagem com água deionizada corrente durante 30 minutos sob borbulhamento de gás nitrogênio.
- Secagem das lâminas utilizando jato de nitrogênio.
- Remoção do fotoresiste utilizando acetona.
- Lavagem das lâminas utilizado álcool isopropílico.
- Lavagem com água deionizada durante 5 segundos.
- Secagem das lâminas utilizando jato de nitrogênio.

#### 5.5.4 FOTOLITOGRAFIA DA MICROESTRUTURAS CAPACITIVAS

Para a transferência da geometria das estruturas capacitivas no substrato foi utilizado o fotoresiste AZ1518, de acordo com as etapas a seguir:

- O substrato foi colocado no *hotplate* a 100°C durante 2 minutos.
- Após o resfriamento, foi aplicado no substrato fotoresiste com o *spinner* 6000rpm durante 40 segundos .
- Pré-cura sob *hotplate* a 90° C durante um minuto
- Exposição do conjunto mascara/substrato em luz ultravioleta por 25 segundos para a definição da geometria do termistor.
- Revelação por 20 segundo utilizando o produto denominado Metal Ion Free (MIF-300) na proporção de 75:25 com água.
- Pós-cura sob *hotplate* a temperatura de 120°C por um tempo de 15 minutos para a cura total do polímero.

#### 5.5.5 NUCLEAÇÃO

Anteriormente a etapa de deposição química da liga níquel-fósforo (Ni-P) é necessário formar uma semente catalítica utilizando uma solução de sensibilização contendo íons de estanho ( $\text{Sn}^{2+}$ ) e de ativação contendo íons paládio ( $\text{Pd}^{2+}$ ). Os íons de  $\text{Sn}^{2+}$  adsorvidos na superfície reduzem os íons de  $\text{Pd}^{2+}$  [27,28] de acordo com reação principal 5.1. Os átomos de Pd formarão *clusters* tornando-se uma camada "semente" que catalisa o processo de deposição de Ni-P.



O procedimento para a nucleação da superfície com Pd consiste:

- Imersão em uma solução aquosa contendo 1,0g/L de cloreto estanoso ( $\text{SnCl}_2$ ) e 4ml/L de ácido clorídrico (HCl) durante 30 segundos seguido pelo enxague em água deionizada.
- Imersão em uma solução aquosa contendo 1,0g/L de cloreto de paládio ( $\text{PdCl}_2$ ) e 2ml/L de HCl por 30 segundos em temperatura ambiente.
- Enxague em água deionizada ( $3\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ ) corrente.

### 5.5.6 DEPOSIÇÃO QUÍMICA DE NI-P(MÉTODO *LIFT-OFF*)

A superfície do substrato foi tornada condutora eletricamente, para que fosse possível a fabricação das microestruturas capacitivas. A liga de Ni-P foi utilizada por ser a mais empregada na fabricação de circuitos eletrônicos [29-34].

Utilizamos o método da deposição auto-catalítica [33, 35] na deposição da camada condutora. Esta técnica permite espessar a camada metálica indefinidamente, desde que se mantenham constantes as concentrações dos reagentes da solução. O início da deposição de Ni-P é mostrado na Figura 5.10.

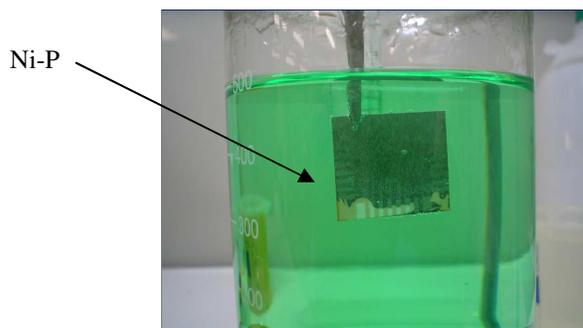


Figura 5.10 - Início da deposição química de Ni-P

A Tabela 5.2 apresenta a formulação e condições operacionais do banho químico de Ni-P

Tabela 5.2 - Composição e condições operacionais da solução autocatalítica de Ni-P [35, 36]

Reagentes	Concentração g/L
Cloreto de Níquel - $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	15
Hipofosfito de Sódio - $\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	30
Acetato de Sódio - $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	10
Cloreto de Amônio - $\text{NH}_4\text{Cl}$	50
Condições	
Temperatura(°C)	60(55-65)
pH	~6
Taxa de deposição	~6 $\mu$ /h
Agitação	Mecânica

A técnica de *lift-off* é um método que facilita a remoção do fotoresiste principalmente na confecção de estruturas de dimensões reduzidas < 20  $\mu\text{m}$ . Esta técnica consiste em depositar uma fina camada de Ni-P sobre a estrutura (fotoresiste + alumina) e remover o fotoresiste utilizando acetona. As figuras 5.11a e 5.11b mostram o início e o término da remoção do fotoresiste. Na seqüência a estrutura é imersa novamente em solução de Ni-P para que o filme continue sendo depositado até a espessura de aproximadamente 1 $\mu\text{m}$ .

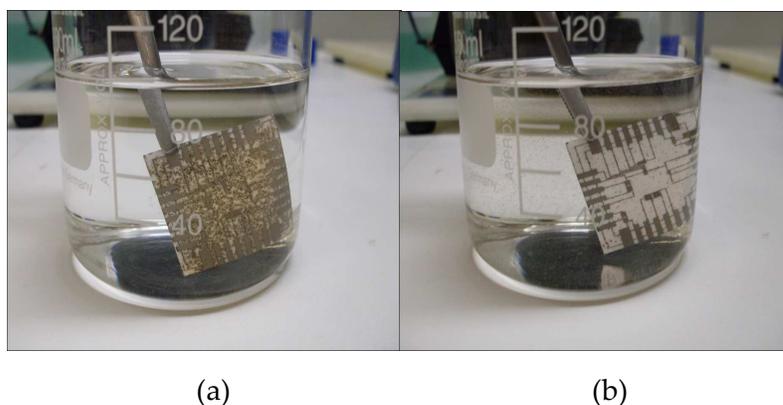


Figura 5.11 – Amostras em solução de acetona a ) Início da remoção do fotoresiste b) fotoresiste removido

### 5.5.7 DEPOSIÇÃO ELETROLÍTICA DE AU

Após a deposição da liga de Ni-P foi feita a deposição eletrolítica de Au com espessura de aproximada de 1 $\mu\text{m}$ . Esta solução eletrolítica de Au é da empresa UMICORE (AURUNA®

553). A solução produz um depósito de Au puro com alto brilho e com uma excelente adesão para solda de estanho.

A Tabela 5.3 mostra as características e condições operacionais da solução eletrolítica de Au. As estruturas devem estar interligadas para que o depósito ocorra uniformemente em toda a área.

Tabela 5.3 - Características e condições do banho AURUMA 553 [37]

Características da solução de Au	Valores
Densidade	1,115-1,120 g/cm <sup>3</sup>
Concentração de Au	10g/L
Liga de depósito	99,99% Au
Dureza	100HV
Velocidade de Deposição	1μm/3,5min a 0,5dm/dm <sup>2</sup>
Condições operacionais	
Temperatura(°C)	70(+/-2°C)
pH	6,5 - 7,5
Densidade de corrente	0,2-0,5A/dm <sup>2</sup>
Tensão	2 -3V

A Figura 5.12 mostra o esquema do sistema de deposição de Au e a Figura 5.13 mostra a deposição de Au sob o filme de Ni-P.

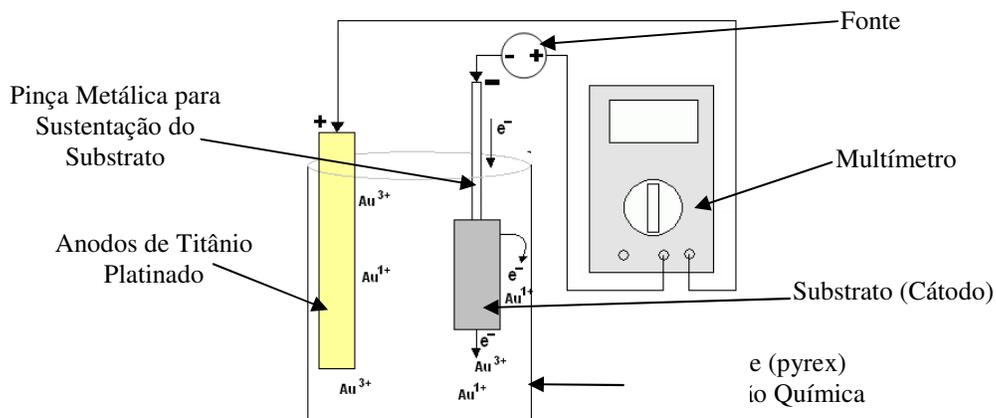


Figura 5.12 - Esquema da deposição eletrolítica de Au

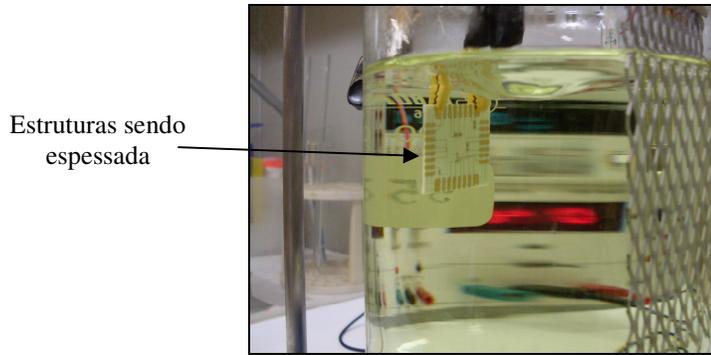


Figura 5.13 - Deposição eletrolítica de Au

A reação química ocorrida durante o processo é mostrada nas reações 5.2 e 5.3.



#### 5.5.8 FOTOLITOGRAFIA PARA REMOÇÃO DOS CONTATOS DAS ESTRUTURAS

Utilizamos o fotoresiste AZ1518 na fotolitografia para a remoção das conexões entre as estruturas. A sequência a seguir apresenta as etapas do processo:

- O substrato é colocado no *hotplate* chapa aquecedora a 100°C durante 2 minutos.
- Após o resfriamento, é aplicado no substrato fotoresiste com o *spinner* 6000rpm durante 40 segundos.
- Pré-cura sob chapa aquecedora a 90°C durante um minuto.
- Exposição do conjunto mascara/substrato em luz ultravioleta por 25 segundos para a definição da geometria do termistor.
- Revelação por 20 segundo utilizando o produto denominado Metal Ion Free (MIF-300).
- Pós-cura sob *hotplate* a temperatura de 120°C por um tempo de 15 minutos para a cura total do polímero.

### 5.5.9 REMOÇÃO DO CURTO

O substrato foi imerso em solução para a remoção do Au e Ni-P, de acordo com a sequência a seguir:

- Remoção do Au, em solução aquosa da empresa UMICORE a temperatura de 40°C, sob agitação mecânica.
- Remoção do Ni-P em solução aquosa contendo ácido fosfórico ( $H_3PO_4$ ) e ácido nítrico ( $HNO_3$ ).

### 5.5.10 FOTOLITOGRAFIA DE COBERTURA DO CAPACITOR

Utilizamos o fotoresiste AZ1518 na fotolitografia para o isolamento de dois dos capacitores da ponte. A sequência a seguir mostra as etapas do processo:

- O substrato é colocado no hotplate chapa aquecedora a 100°C durante 2 minutos.
- Após o resfriamento, é aplicado no substrato fotoresiste com o spinner 6000 rpm durante 40 segundos .
- Pré-cura sob chapa aquecedora a 90°C durante um minuto
- Exposição do conjunto mascara/substrato em luz ultravioleta por 25 segundos para a definição da geometria do termistor.
- Revelação por 20 segundo utilizando o produto denominado Metal Ion Free (MIF-300).
- Pós-cura sob hotplate a temperatura de 120°C por um tempo de 15 minutos para a cura total polímero.

A Figura 5.14 mostra dois dos capacitores da ponte cobertos com o fotoresiste.

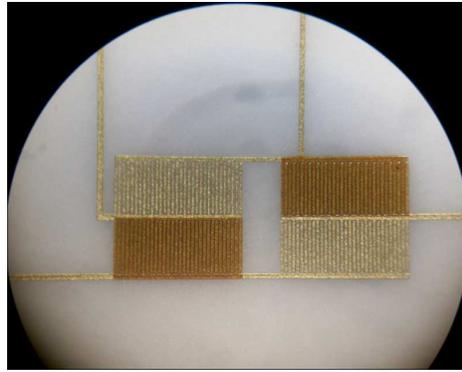


Figura 5.14 – Ponte de impedância fabricada com dois capacitores cobertos com fotoresiste

### 5.5.11 - LAYOUT FINAL DO DISPOSITIVO

A Figura 5.15 apresenta o layout final do dispositivo fabricado e a identificação das pontes capacitivas e do termistor.

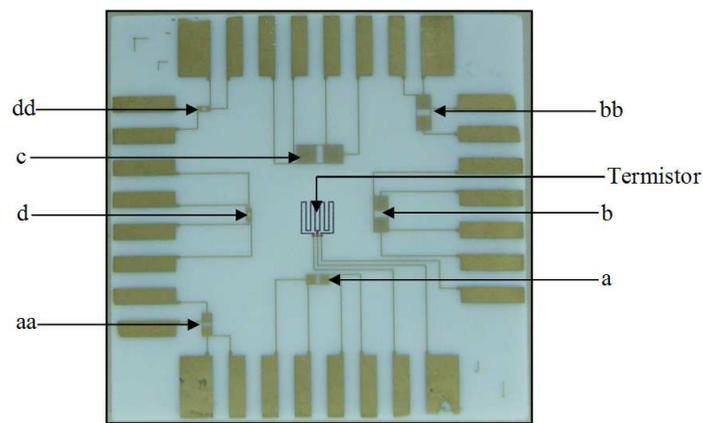


Figura 5.15 - Layout final do dispositivo.

A Tabela 5.4 mostra a identificação das pontes conforme mostrado na Figura 5.15.

Tabela 5.4 – Identificação das pontes

Identificação das Pontes	Largura e distância entre os dígitos
a, aa	10 $\mu$ m
b, bb	15 $\mu$ m
c	20 $\mu$ m
d, dd	5 $\mu$ m

# Capítulo 6

## Caracterização dos dispositivos sensores

**E**ste capítulo descreve os procedimentos utilizados para a caracterização do termistor e dos dispositivos capacitivos.

### **6.1 Caracterizações das microestruturas capacitivas**

Este tópico descreve os procedimentos utilizados na caracterização das estruturas capacitivas.

#### **6.1.1 ELABORAÇÃO DO APARATO DE TESTE**

Este aparato de medidas utilizou os seguintes equipamentos: uma ponte LCR (Agilent 4263B) e uma câmara climática (Thermotron 3800). O esquemático dos equipamentos utilizados nas medidas é mostrado na Figura 6.1.

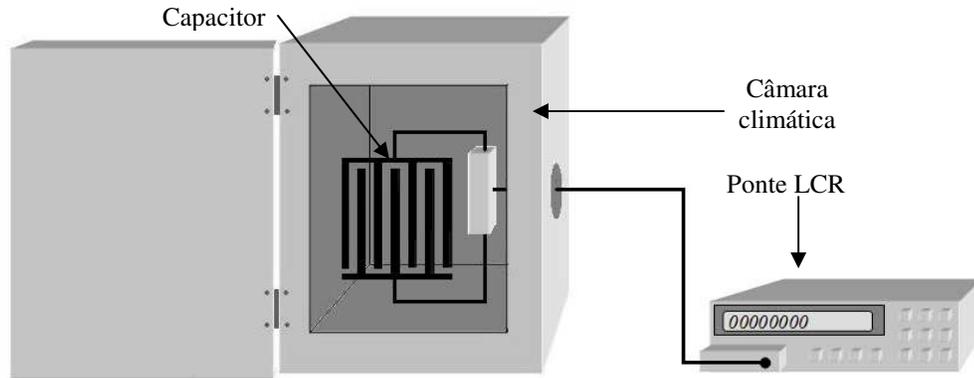


Figura 6.1 – Aparato de testes

A câmara climática (Thermotron 3800) foi utilizada para manter constantes a umidade relativa do ar e a temperatura de modo que todas as amostras estivessem as mesmas condições durante as medidas.

Utilizamos o LCR Meter (Agilent 4263B) para as medidas de capacitância. Este LCR é dotado de cabo e ponta de prova que facilita a medida e reduz a sua inexatidão devido a componentes parasitários externos ao dispositivo em teste.

### 6.1.2 MEDIDAS DAS ESTRUTURAS CAPACITIVAS

Caracterizamos ao todo 40 capacitores de 10 pontes distribuídas em 2 lâminas de alumina 3M fabricadas em rodadas diferentes. Os capacitores caracterizados possuem distância entre dígitos de 10, 15, 20 $\mu$ m. Devido a uma falha no processo fotolitográfico não foi possível medir os capacitores com 5 $\mu$ m.

Os parâmetros de teste para a medida das amostras são mostrados na Tabela 6.1.

Tabela 6.1 – Parâmetros utilizados na medida

<b>Câmara climática</b>	<b>Valores</b>
Temperatura	27°C
Umidade Relativa	30%
<b>Ponte LCR</b>	
Tensão	1V
Frequência	1kHz

A Figura 6.2 mostra o layout da ponte capacitiva identificando os capacitores.

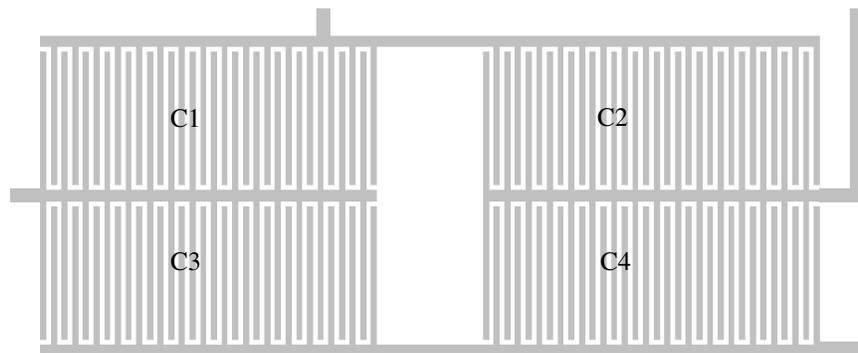


Figura 6.2 – Layout da ponte capacitiva

Observamos uma boa aderência dos fios soldados com estanho diretamente sobre a área metalizada do substrato de alumina. Esta característica é desejável, pois facilita o trabalho de montagem e encapsulamento do sensor. A Figura 6.3 mostra a lâmina com fios soldados.

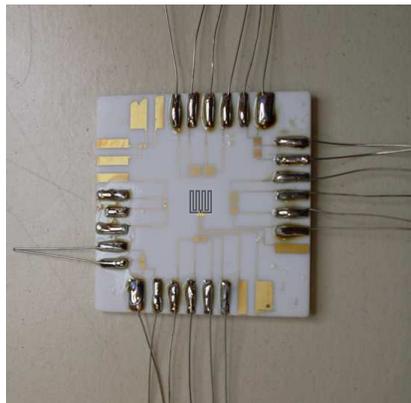


Figura 6.3 – Amostra com as soldas

As medidas das capacitâncias são mostradas na Tabela 6.2. As pontes identificadas são mostrada na Figura 5.15.

Tabela 6.2 – Capacitâncias medidas

lamina 1		lamina 2	
<b>Ponte a-10<math>\mu</math>m</b>	<b><math>\rho</math>F</b>	<b>Ponte aa-10<math>\mu</math>m</b>	<b><math>\rho</math>F</b>
C1	1,31	C1	0,60
C2	1,36	C2	0,67
C3	1,31	C3	0,80
C4	1,22	C4	1,05
<b>Ponte aa-10<math>\mu</math>m</b>	<b><math>\rho</math>F</b>	<b>Ponte aa-10<math>\mu</math>m</b>	<b><math>\rho</math>F</b>
C1	1,00	C1	1,00
C2	1,24	C2	1,26
C3	1,14	C3	1,02
C4	1,01	C4	1,04
<b>Ponte b-15<math>\mu</math>m</b>	<b><math>\rho</math>F</b>	<b>Ponte b-15<math>\mu</math>m</b>	<b><math>\rho</math>F</b>
C1	1,51	C1	1,49
C2	1,51	C2	1,48
C3	1,53	C3	1,44
C4	1,55	C4	1,42
<b>Ponte bb-15<math>\mu</math>m</b>	<b><math>\rho</math>F</b>	<b>Ponte bb-15<math>\mu</math>m</b>	<b><math>\rho</math>F</b>
C1	1,50	C1	1,39
C2	1,55	C2	1,46
C3	1,51	C3	1,53
C4	1,47	C4	1,40
<b>Ponte c-20<math>\mu</math>m</b>	<b><math>\rho</math>F</b>	<b>Ponte c-20<math>\mu</math>m</b>	<b><math>\rho</math>F</b>
C1	1,59	C1	1,57
C2	1,77	C2	1,58
C3	1,89	C3	1,47
C4	1,67	C4	1,55

Calculamos o desvio padrão dos resultados das medias de capacitância das pontes identificadas por b e bb. O desvio padrão calculado, dentre estas 16 amostras, é de 0,050316 pF ou 3,3%. Devido ao baixo valor do desvio padrão das estruturas medidas conclui-se que o processo de fabricação possui uma boa repetibilidade.

## 6.2 Caracterização do termistor

Este tópico descreve os procedimentos utilizados para a caracterização do termistor.

### 6.2.1 ELABORAÇÃO DO APARATO DE TESTE

Este aparato de medidas utilizou os seguintes equipamentos: câmara climática (Thermotron 3800), dois multímetros (Agilent 34401) e um sensor de temperatura PT100 como referência. As medidas foram realizadas utilizando o método de quatro fios.

O termistor foi acondicionado dentro da câmara climática Thermotron 3800. Utilizou-se um dos multímetros para aquisitar a medida de resistência do sensor de temperatura de referência Pt100. O outro multímetro foi utilizado para a aquisição da medida de resistência do termistor. A Figura 6.2 ilustra o aparato utilizado para a realização das medições.

O controle da câmara e a aquisição de dados dos multímetros foi realizada através de um Instrumento Virtual (IV) especialmente desenvolvido para este propósito.

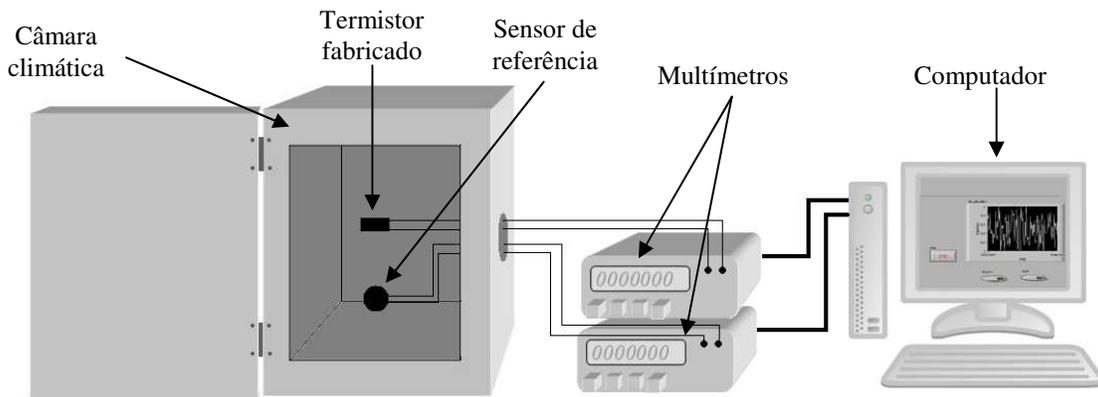


Figura 6.4 – Aparato de medidas

### 6.2.2 ENCAPSULAMENTO DO TERMISTOR

A lâmina de alumina, contendo o termistor, foi cortada utilizando uma caneta de ponta diamantada. A amostra foi fixada na base utilizando cola a base de prata. A Figura 6.5 mostra o sensor encapsulado.

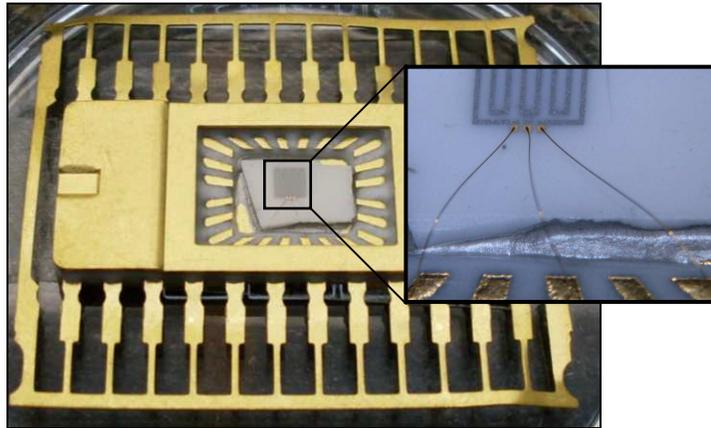


Figura 6.5 – Termistor encapsulado

### 6.2.3 MEDIDAS DO TERMISTOR

Devido a alguns problemas no processo de fabricação analisamos uma única amostra com resistência de folha  $38\Omega/\square$  (3M). O sensor foi caracterizado em um intervalo de 0 a  $40^{\circ}\text{C}$  com variação de  $5^{\circ}\text{C}$ . A Figura 6.3 mostra o comportamento do termistor bem como sua aproximação linear. O TCR (coeficiente térmico de resistência) desta amostra é de  $-188,592\text{ppM}/^{\circ}\text{C}$  e possui uma não linearidade melhor que  $0,03\%$ .

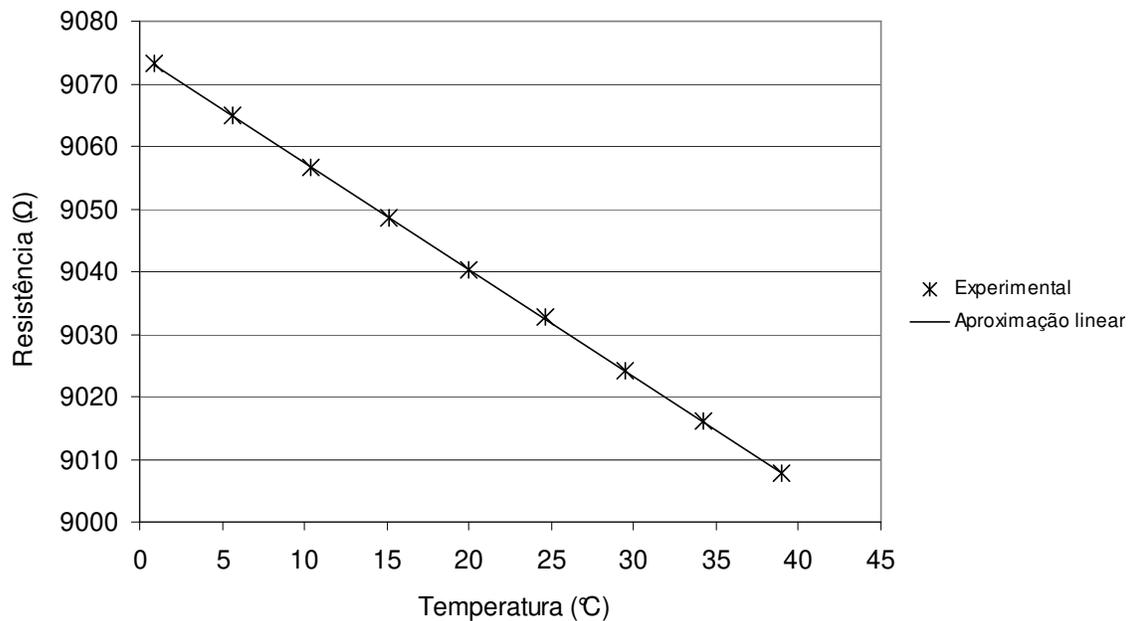


Figura 6.3 – Caracterização experimental do termistor com resistência de folha de 38Ω/□

Neste trabalho utilizamos o termistor com resistência de folha de 38Ω/□ sob o substrato do fabricante 3M® devido à boa aderência do filme no substrato.



# Capítulo 7

## Projeto dos circuitos de condicionamento de sinais

Este capítulo descreve os circuitos projetados para o condicionamento de sinais dos dispositivos que compõem o sistema sensor. Este capítulo também detalha o software utilizado na elaboração do controle e aquisição dos dados do sistema sensor. A Figura 8.1 mostra o esquema simplificado do sistema sensor.

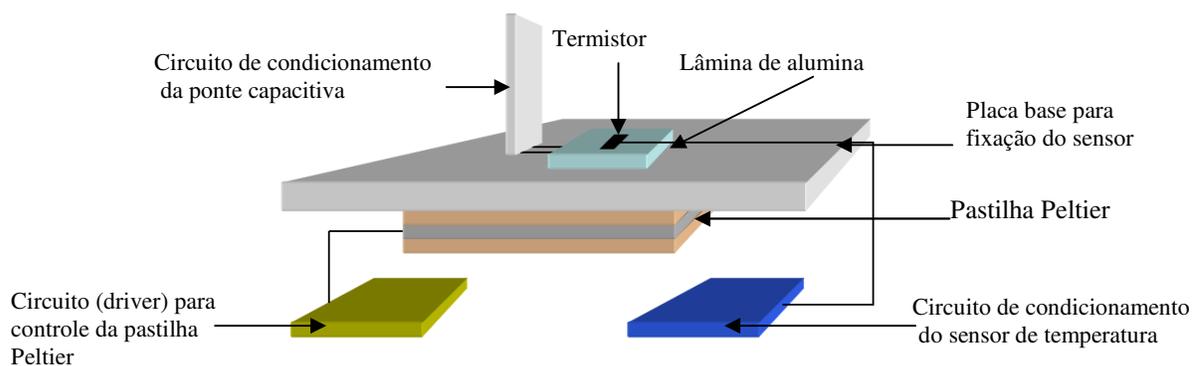


Figura 7.1 – Esquema do sistema sensor

## 7.1 Placa base para fixação do sensor

Projetamos uma placa de circuito impresso (PCB) para acomodação da amostra para testes. Os conectores necessários para os circuitos de condicionamento de sinais da ponte capacitiva e do sensor de temperatura foram dispostos nesta placa. No projeto de todas as PCBs utilizamos o software *Cadsoft Eagle*® 4.16 (versão estudante). A Figura 7.2 mostra o layout da placa base para fixação das amostras e a Figura 7.3 mostra a placa finalizada.

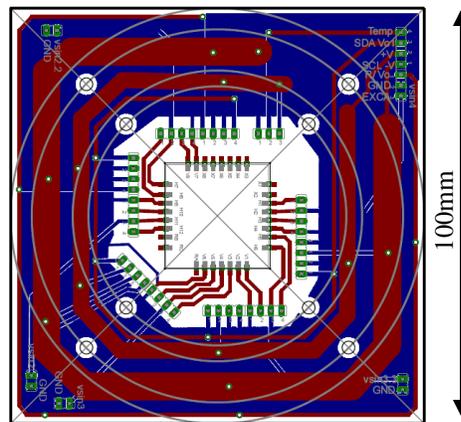


Figura 7.2 – Layout da PCB para fixação da amostra

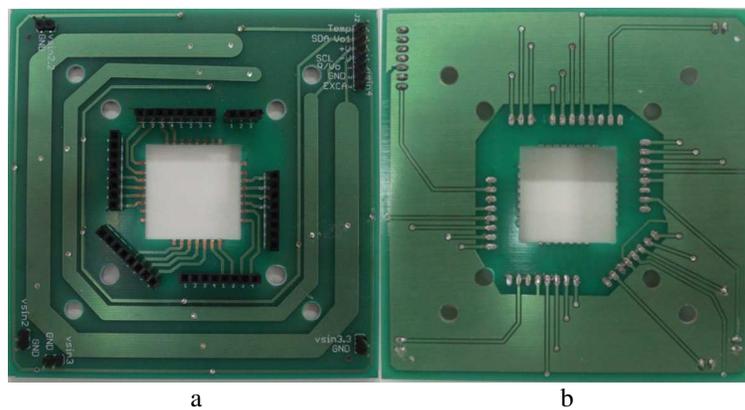


Figura 8.3 – Placa PCB finalizada a) visão superior b) visão inferior

## 7.2 Circuito de condicionamento da ponte capacitiva

O circuito de condicionamento de sinais é composto basicamente por um Amplificador de Instrumentação (A.I.), cujas entradas estão conectadas aos dois terminais de saída da ponte, e em sua saída é conectado um detector de pico. Este último faz com que se tenha um sinal em forma contínua (DC), e seu valor de saída amostra a amplitude do sinal proveniente da ponte. O circuito é alimentado com uma fonte dual  $\pm 5V$ . O esquemático do circuito de condicionamento de sinais é mostrado na Figura 7.4.

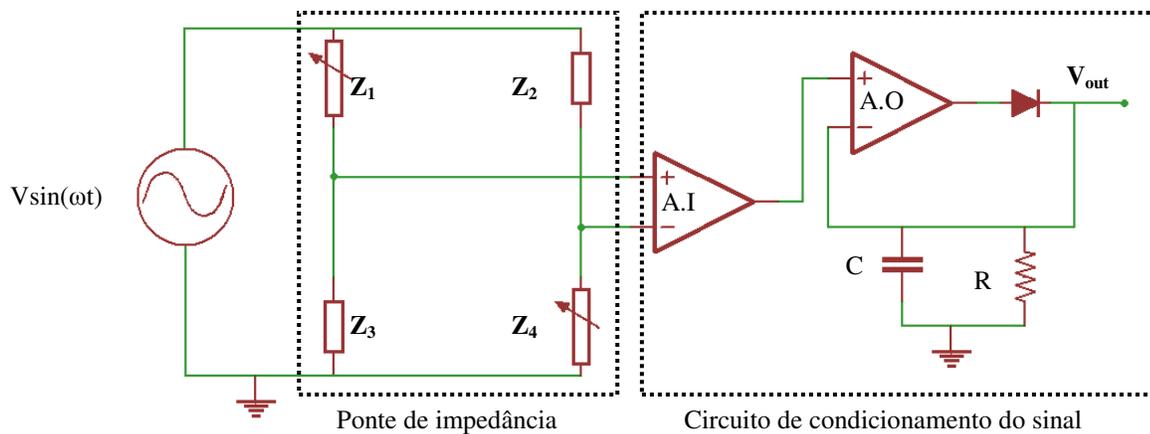


Figura 7.4 – Esquema do circuito de condicionamento do sinal

A Figura 7.5 mostra o layout da PCB do circuito de condicionamento do sinal e a Figura 7.6 a placa finalizada.

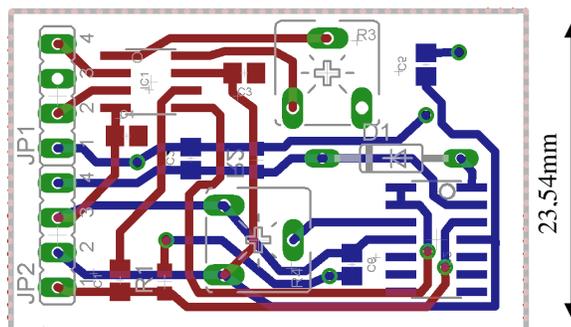


Figura 7.5 – Layout do circuito condicionamento de sinal

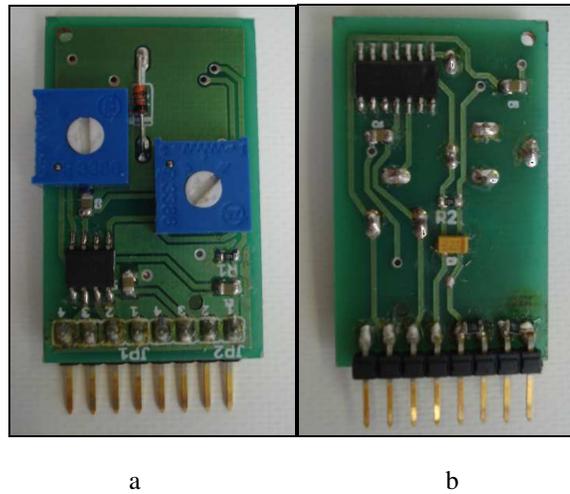


Figura 7.6 – PCB finalizada a) visão superior b) visão inferior

### 7.3 Circuito de condicionamento do sensor de temperatura

O circuito de condicionamento de sinal do sensor de temperatura se baseia em uma topologia conhecida como ponte de linearização [38]. Este circuito é mostrado na Figura 7.7.

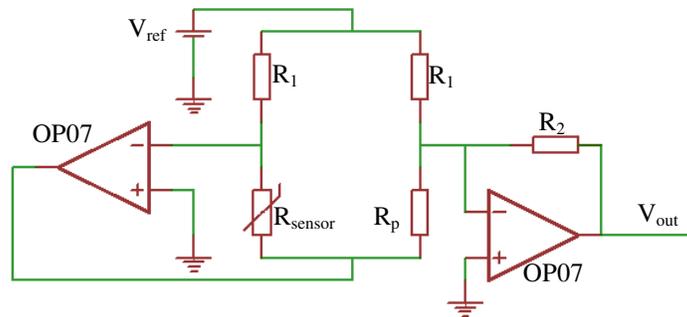


Figura 7.7 – Esquema elétrico do circuito condicionamento de sinal

A função de transferência do circuito de condicionamento de sinal é mostrada na equação 7.1.

$$V_{out} = \frac{R_2}{R_1} V_{ref} \left( \frac{R_{sensor}}{R_p} - 1 \right) \quad (7.1)$$

sendo que  $V_{ref}=1,24V$ ,  $R_1=R_{pot}/2$  é 50% da resistência de um potenciômetro,  $R_2$  resistor de ganho e  $R_p$  resistor que depende do valor nominal da resistência do termistor. A tensão de referência  $V_{ref}$  é gerada por uma fonte de referência integrada (LM385).

A Figura 7.8 mostra o layout da PCB e a Figura 7.9 a placa finalizada.

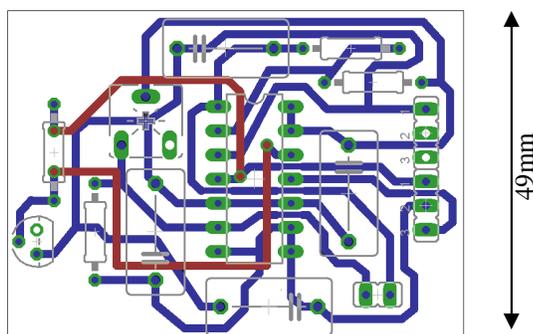


Figura 7.8 – Layout do circuito condicionamento de sinais

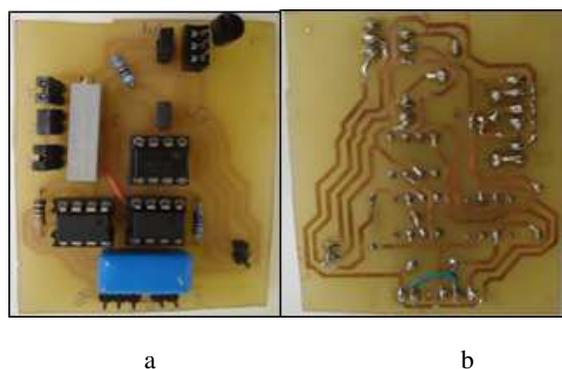


Figura 7.9 – PCB finalizada a) Visão superior, b) Visão inferior do circuito

## 7.4 Circuito para controle da pastilha Peltier

A pastilha Peltier é constituída por uma série de elementos semicondutores do tipo p e n, agrupados aos pares. Estes elementos são soldados entre duas placas cerâmicas (Alumina), as quais se encontram eletricamente em série e termicamente em paralelo. Ao aplicar-se uma corrente na célula, ocorre uma redução na temperatura em uma das faces, resultando em uma absorção de calor do ambiente [39]. A Figura 7.11 mostra o esquema elétrico da pastilha Peltier e a Figura 7.12 mostra a pastilha Peltier. O substrato contendo os sensores foram acondicionados na face fria da pastilha Peltier.

A pastilha utilizada no projeto possui dimensões de  $30 \times 30 \times 4,2$  mm.

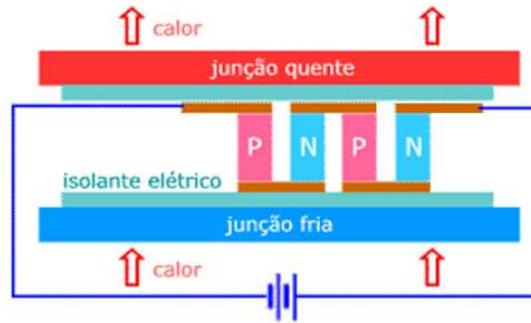


Figura 7.11 – Esquema elétrico da pastilha Peltier



Figura 7.12 – Pastilha Peltier

O circuito elaborado para alimentar a pastilha Peltier foi baseado em um circuito amplificador classe B como mostrada na Figura 7.13 [40]. O circuito possui um amplificador operacional OP07 na configuração *buffer* seguido por um transistor de potência do tipo NPN Tip120. É importante salientar que para obter um bom rendimento da pastilha Peltier é necessário o uso de dissipador e ventilador no lado quente com o intuito de evitar que o calor seja transmitido para o lado frio. Este cuidado previne o indesejado curto térmico.

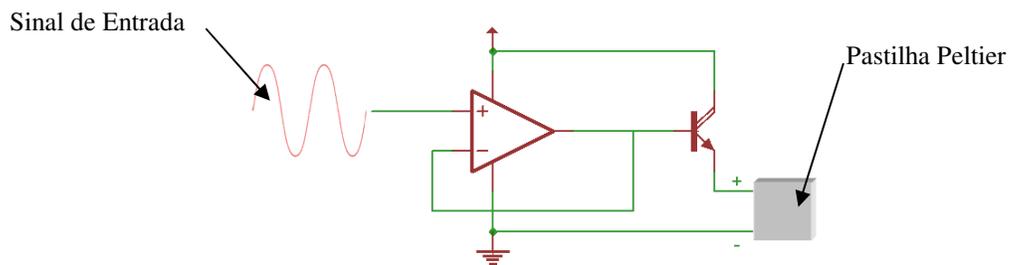


Figura 7.13 – Esquema elétrico de alimentação da pastilha Peltier

A Figura 7.14 mostra o layout da PCB e a Figura 7.15 a placa de circuito impresso finalizada.

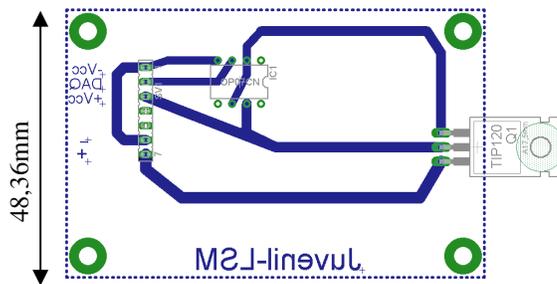


Figura 7.14 – Layout do circuito de potência

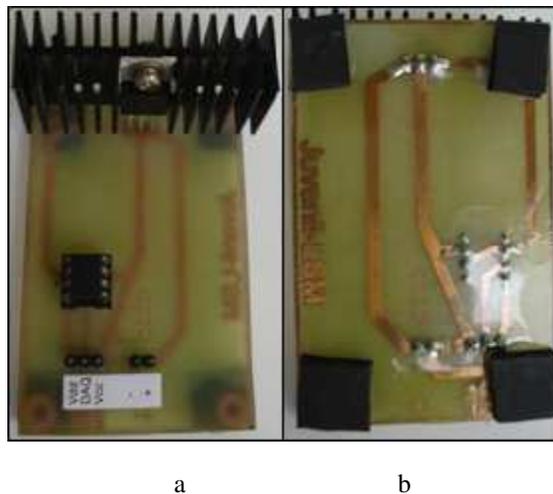


Figura 7.15 – PCB finalizado a) Visão superior, b) Visão inferior do circuito

## 7.5 Software para controle do sistema sensor

Um Instrumento Virtual para a aquisição e o controle de todos os sinais do sistema sensor foi realizado através da plataforma LabVIEW®. Este Instrumento Virtual é uma interface gráfica entre o sistema e o operador. A plataforma LabVIEW® tem sido amplamente utilizada como padrão na aquisição de dados e controle [41]. LabVIEW® é uma linguagem gráfica de programação que usa ícones em vez de linhas de texto como na programação estruturada (C, C++, pascal, etc). Em contraste com as linguagens de programação baseadas em linha de código, onde as instruções determinam execução do programa, o LabVIEW® utiliza programação por fluxo de dados (*dataflow*). As figuras 7.16 e 7.17 mostram as janelas principais do diagrama de blocos e painel frontal respectivamente do Instrumento Virtual que projetamos.

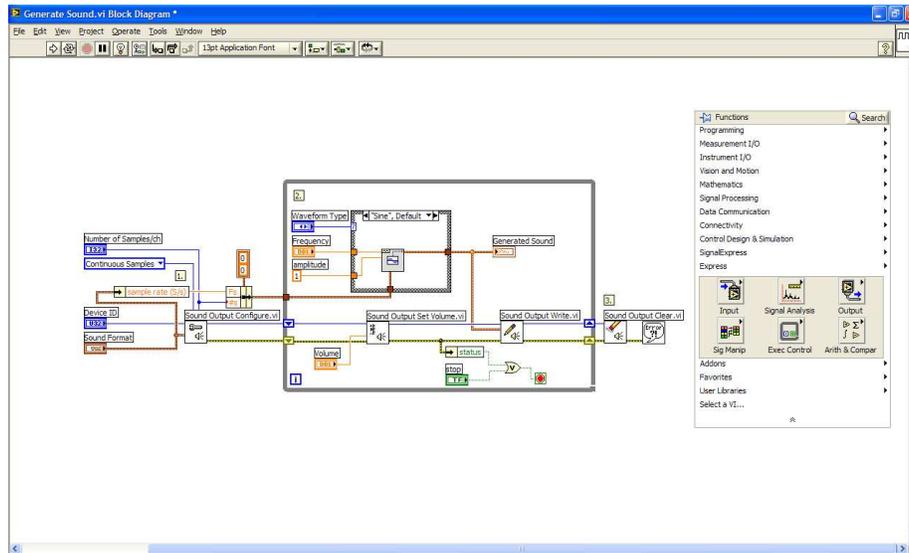


Figura 7.16 – Janela do diagrama de blocos do Instrumento Virtual do sistema sensor

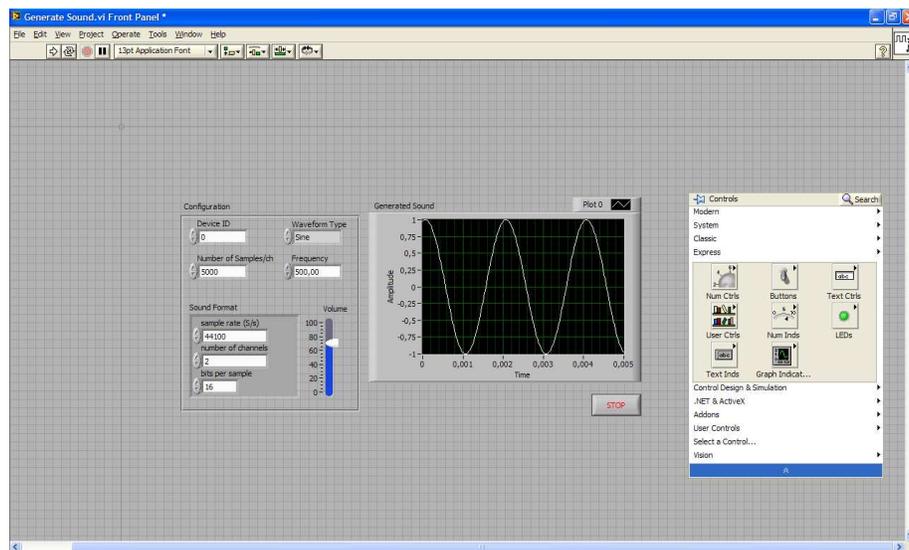


Figura 7.17 – Painel frontal Instrumento Virtual do sistema sensor

Na janela do diagrama de blocos é onde se realiza a programação propriamente dita, ou seja onde estão as estruturas de repetição, tipos de variáveis, estruturas de dados, etc. Já no painel frontal é realizada a construção da interface gráfica do programa.

A Figura 7.18 mostra o fluxograma do Instrumento Virtual do sistema sensor.

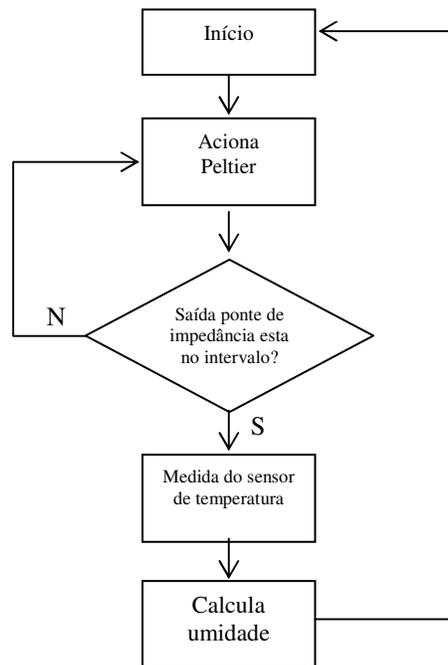


Figura 7.18 – Fluxograma do software do Instrumento Virtual do sistema sensor

Para o cálculo da umidade relativa utilizou as seguintes equações: equação 2.2 no cálculo do  $p_s$ , equação 2.3 no cálculo do  $p_w$ , a equação 2.4 para a correção do  $p_w$  e a equação 2.6 para o cálculo da umidade relativa propriamente dito.

A Figura 7.19 mostra o painel frontal do Instrumento Virtual especialmente projetado para o controle do sistema sensor.

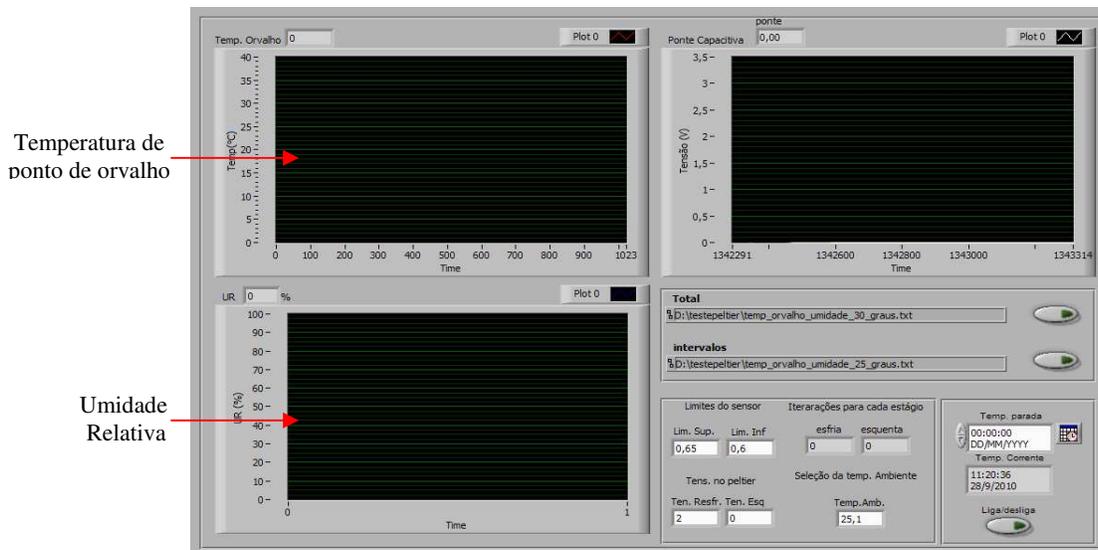


Figura 7.19 – Layout do software de controle

Este Instrumento Virtual possui três janelas gráficas que permitem acompanhar a evolução da temperatura de ponto de orvalho, umidade relativa do ar e a tensão de saída do circuito de condicionamento de sinal do termistor.

Os dados podem ser salvos em tempo real em um arquivo texto.

# Capítulo 8

## Caracterização do sistema sensor

Este capítulo apresenta os resultados com relação à caracterização do sistema sensor.

### 8.1 Aparato de teste

O aparato de teste é composto pelos seguintes equipamentos: câmara climática (Thermotron 3800), multímetros (Agilent 34401), sensor de temperatura PT100, gerador de funções (SQ1010), fonte dual (Agilent E3648A) e uma fonte simples (Agilent E3610A). A Figura 8.1 mostra o esquema do aparato de teste.

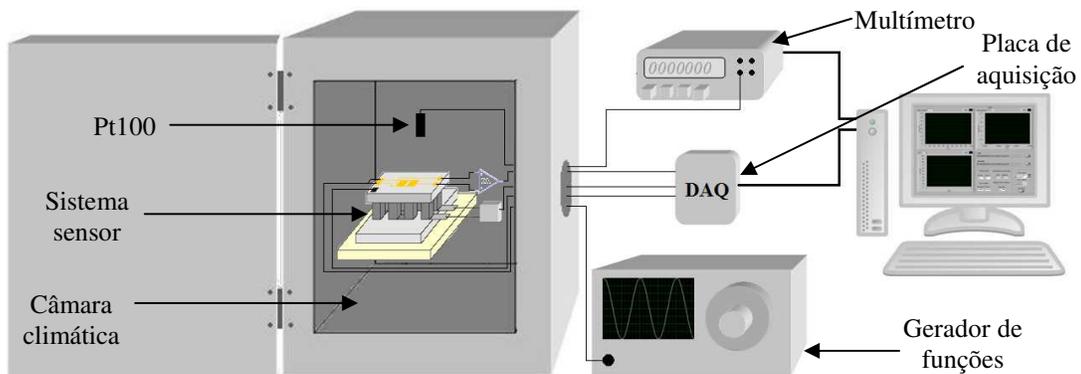


Figura 8.1 – Aparato de teste para caracterização do sistema sensor de umidade

A câmara climática (Thermotron 3800) foi utilizada para simular ambientes com temperaturas e umidades variadas. A saída do multímetro que foi conectado ao sensor de temperatura Pt100 foi conectada ao computador através de um conversor serial-USB. Os dados do Pt100 enviados ao computador foram processados pelo Instrumento Virtual. O gerador de funções (SQ1010) foi utilizado para gerar o sinal de entrada da ponte capacitiva na frequência de 1kHz e amplitude de 1V. A fonte dual (Agilent E3648A) foi utilizada para alimentar o circuito de condicionamento de sinal da ponte capacitiva e o circuito condicionamento de sinal do termistor. A fonte simples (Agilent E3610A) foi utilizada para alimentar o circuito de controle da pastilha Peltier.

## 8.2 – Princípio de funcionamento do sistema sensor

O controle do sistema sensor mantém, através da pastilha Peltier, a face fria do substrato de alumina no limiar da saturação, ou seja, na temperatura do ponto de orvalho. Este resfriamento resulta na condensação de gotículas de água sobre os eletrodos dos capacitores interdigitados, fazendo com que a saída da ponte seja desbalanceada. O circuito de condicionamento da ponte gera um sinal DC que é utilizado para o controle da pastilha Peltier. O termistor, que foi fabricado no mesmo substrato, fornece o sinal necessário para a detecção do ponto de orvalho. A umidade relativa do ar é então calculada de acordo com as equações 2.2 e 2.5. A Figura 8.2 mostra o esquemático do sistema sensor

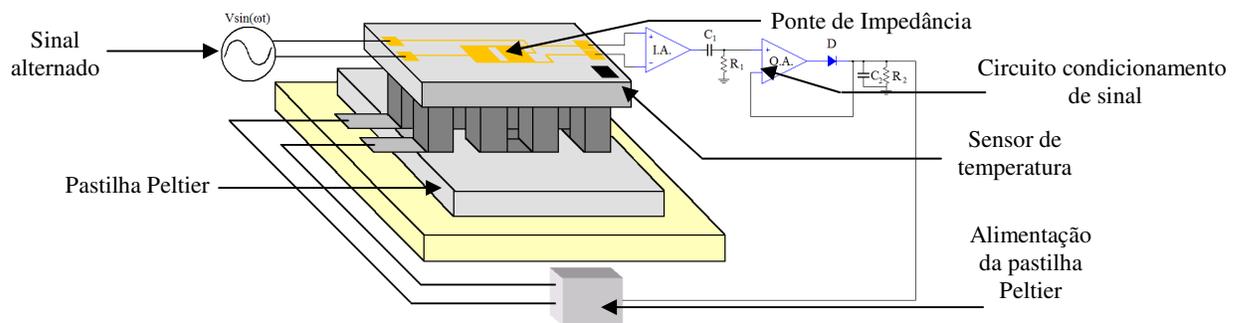


Figura 8.2 – Esquema do sistema sensor

A Figura 8.3 mostra a vista lateral do sistema sensor e a Figura 8.4 mostra a vista de planta do sistema sensor

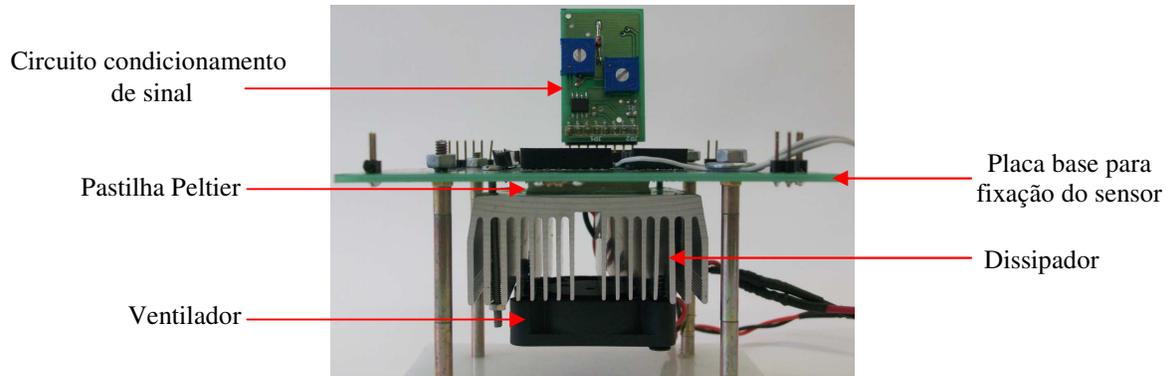


Figura 8.3 – Vista lateral

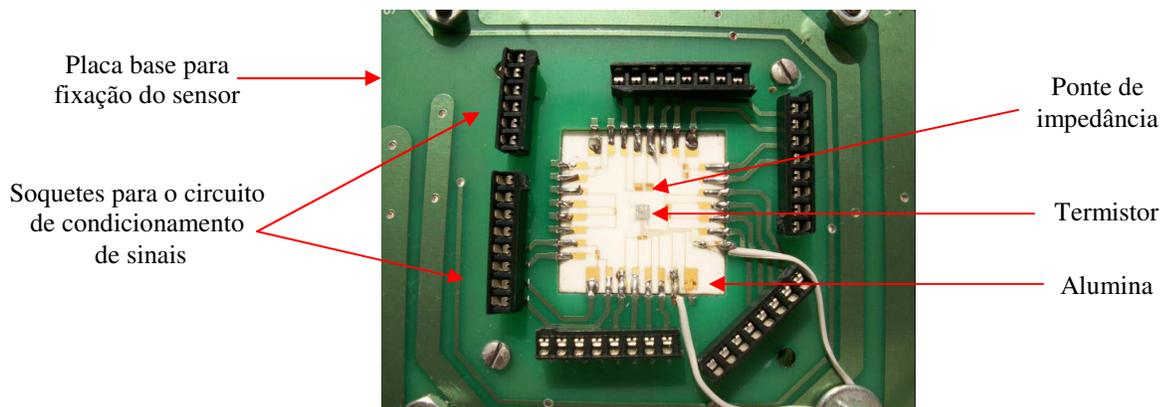


Figura 8.4 – Vista superior

A Figura 8.5 mostra o sistema sensor completo, com os circuitos de condicionamento de sinais do termistor, da ponte capacitiva e para o controle da pastilha Peltier.

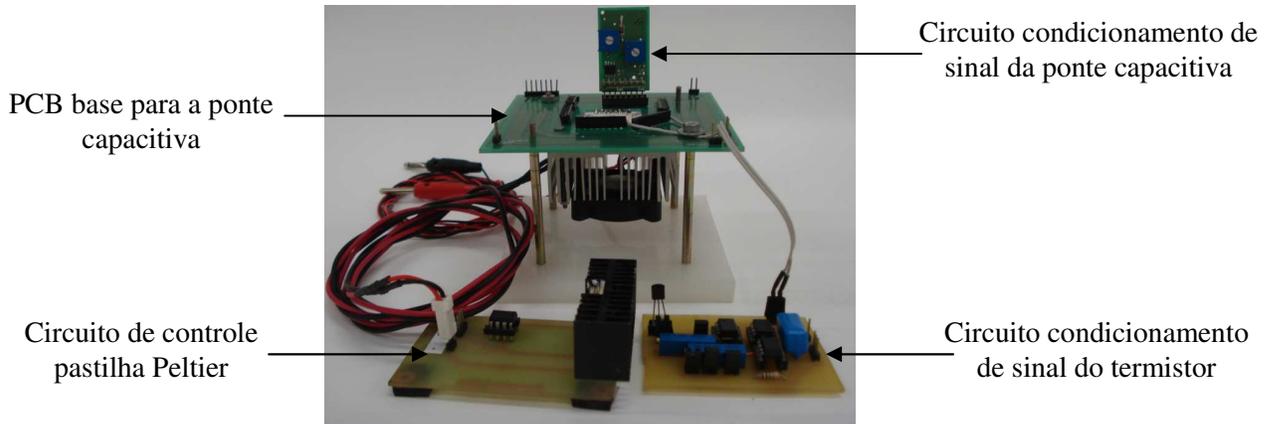


Figura 8.5 – Sistema sensor completo

## 8.4 – Resultados experimentais

Realizamos um teste preliminar com objetivo de levantar a resposta do sensor em duas situações: limiar da condensação e condensação total na superfície do substrato. Limiar de condensação é instante em que inicializa a formação de orvalho na superfície do substrato. A condensação total é a saturação de água na superfície do substrato. A Tabela 9.1 mostra os valores medidos para cada ponte. As medidas do sinal de tensão da saída do circuito de condicionamento da ponte foram realizadas nas seguintes condições: umidade de 60% e temperatura de 25°C.

Tabela 8.1 – Valores medidos para cada ponte

Ponte	Limiar de condensação(V)	Condensação total (V)
A(10 $\mu\text{m}$ )	0,62	0,51
B(15 $\mu\text{m}$ )	0,62	0,52
C(20 $\mu\text{m}$ )	0,63	0,54

Na sequência fixamos a temperatura da câmara climática e variamos a umidade em intervalos fixos. Para cada intervalo aguardamos 20 minutos para a estabilização da umidade interna da câmara. Em cada intervalo o sistema sensor ajustou a temperatura do substrato próxima ao limiar do ponto de orvalho, que foi detectado através da medida do circuito de condicionamento da ponte capacitiva. O sensor de temperatura fabricado no substrato forneceu

a temperatura do ponto de orvalho que foi utilizada através das equações 2.2 e 2.5 para calcular a umidade relativa do ar em %U.R.. A Figura 8.6 mostra a umidade relativa calculada em função da temperatura do ponto de orvalho medida pelo sensor.

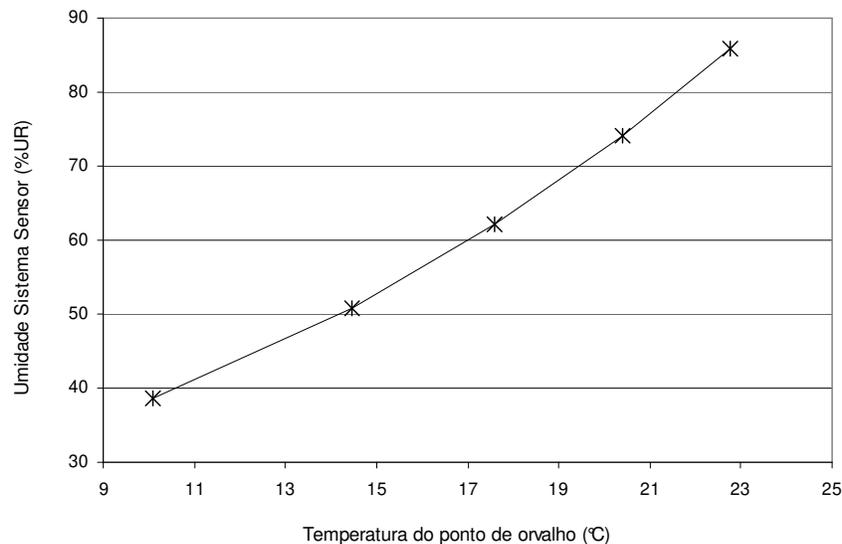


Figura 8.6 - Umidade relativa calculada em função da temperatura do ponto de orvalho

A caracterização do sistema sensor, mostrada a seguir, foi realizada em duas temperaturas diferentes: 25 °C e 30 °C.

A câmara climática possui um sensor de umidade interno que foi utilizado como referência. Além do sensor que fabricamos, medimos também um sensor de umidade comercial (Sensirion SHT15). Este sensor comercial possui exatidão de  $\pm 4,5$  % U.R. .

O sensor fabricado e o sensor comercial foram acondicionados lado a lado dentro da câmara climática. Após a estabilização da temperatura, a umidade relativa foi controlada em 30 %U.R.. Após a câmara alcançar a umidade desejada aguardamos 20 minutos para estabilidade. A medida dos sensores, fabricado e comercial, foi realizada quase no mesmo instante. A partir daí a umidade relativa da câmara foi incrementada em intervalos de 5 %U.R. chegando até 70 %U.R.. para a temperatura de 25 °C e 60 %U.R. para a temperatura de 30 °C. Para cada passo aguardamos a estabilização da umidade e realizamos as medidas nos dois sensores. Na sequência, decrementamos a umidade relativa da câmara e realizamos as mesmas

medidas. As figuras 8.7 e 8.8 mostram os resultados experimentais obtidos nas temperaturas de 25 °C e 30 °C, respectivamente. A reta tracejada indica a resposta ideal para onde os pontos convergiriam caso as medidas dos sensores caracterizados fossem as mesmas do sensor de referência da câmara climática.

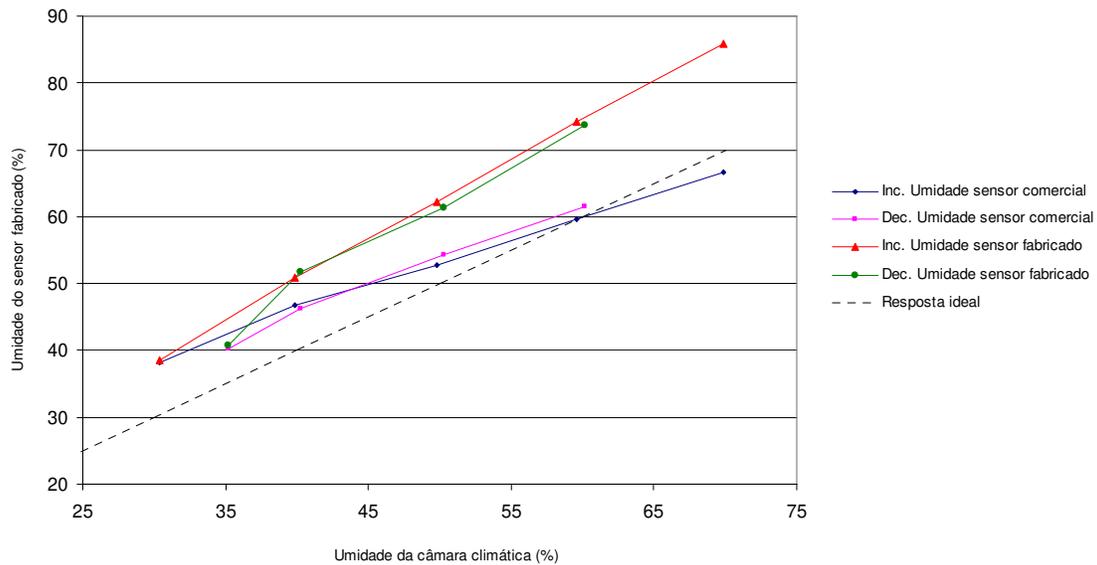


Figura 8.7 – Resposta do sensor a temperatura ambiente de 25°C

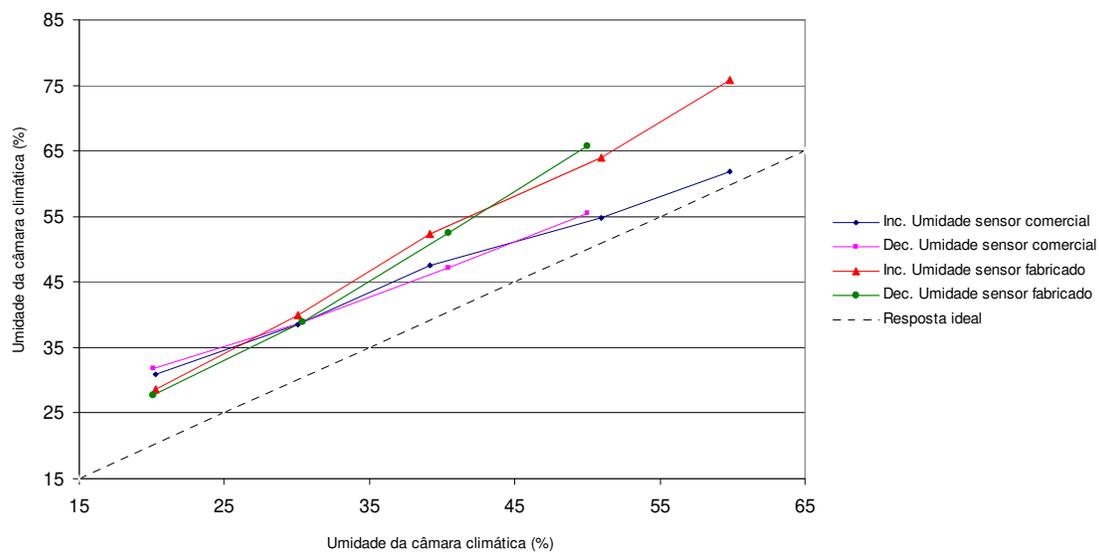


Figura 8.8 – Resposta do sensor a temperatura ambiente de 30°C

Na temperatura de 25 °C observamos que o sensor comercial apresenta uma diferença de até 6,8%R.h. com relação à umidade indicada pela câmara climática. Já o sensor fabricado apresenta uma diferença de 15,8%R.h. com relação à umidade indicada pela câmara climática.

Devido a ausência de um sensor de referência rastreado não foi possível efetuar testes de calibração ao sensor fabricado, portanto os resultados apresentados são medidas brutas sem qualquer tratamento.

Na temperatura de 30 °C observamos que o sensor comercial apresenta uma diferença de até 10,94%R.h. com relação a umidade indicada pela câmara climática. Já o sensor fabricado apresenta uma diferença de 15,86%R.h. com relação a umidade indicada pela câmara climática.

Com relação à histerese, observamos que os sensores apresentaram um desvio não superior que 2,6%R.h..

Observamos que os desvios apresentados entre o sensor fabricado e o sensor comercial são maiores para umidades maiores. Para contornar este problema podemos calibrar o nosso sensor usando como referência um sensor de umidade padrão que possua um certificado de calibração. No momento o nosso laboratório não possui este sensor.



# Capítulo 9

## Conclusão

A fabricação de microestruturas em substrato cerâmico rugoso é o grande diferencial deste trabalho. Alta dureza, propriedades hidrofílicas, baixo coeficiente de expansão térmica, alto coeficiente de condutividade térmica, são algumas propriedades físicas que torna vantajoso o uso da alumina, além do seu baixo custo. A técnica de deposição de filmes metálicos através de processos químicos tornou o processo de fabricação relativamente simples e barato em comparação ao processo microeletrônico convencional. O uso de ouro nas microestruturas gerou benefícios significativos tais como: ouro não oxida e isso permite que o sensor seja utilizado em vários ambientes; o sensor pode ser lavado, aumentando o seu tempo de vida útil em comparação aos sensores disponíveis no mercado. É importante salientar que obtivemos uma boa repetibilidade no processo de fabricação. Isso pôde ser comprovado através do cálculo do desvio padrão, que foi de 3%, nas medidas de capacitância de algumas estruturas de pontes capacitivas. Outro diferencial foi a fabricação do sensor de temperatura no mesmo substrato da ponte capacitiva permitindo que tenhamos uma boa precisão na medida da temperatura do ponto de orvalho.

Os dados experimentais, provenientes dos testes executados no sistema sensor evidenciaram o funcionamento do dispositivo na faixa de umidade relativa entre 20% a 80%. Em umidades relativas acima de 80% o sensor satura devido a limitações do controle elaborado para

a pastilha Peltier. A ausência de um sensor de umidade devidamente calibrado como referência não permitiu uma caracterização rigorosa do sistema sensor.

Devemos evidenciar que utilizamos tecnologia totalmente nacional em todo o processo de fabricação, podendo gerar uma diminuição da importação de sensores de umidade. A fabricação de um sensor de umidade nacional tem grande aplicação na área agropecuária, podendo acarretar uma diminuição de perdas na fase de armazenamento de grãos, sendo que o Brasil é um dos maiores produtores mundiais.

Em continuidade ao trabalho desenvolvido, propõe-se a elaboração de um sistema de controle mais preciso para o sistema e a realização de novos ensaios utilizando como referência um sensor de umidade rastreado.

# Referências Bibliográficas

- [1] Ayoade, J.O.: Introdução a Climatologia para os Trópicos, Bertrand Brasil (2001).
- [2] Pereira, A.R.: Evapo(transpi)ração. Editora Villa Nova & Seiyama, (1997).
- [3] [http://en.wikipedia.org/wiki/Dew\\_point](http://en.wikipedia.org/wiki/Dew_point)
- [4] [http://pt.wikipedia.org/wiki/Umidade\\_relativa](http://pt.wikipedia.org/wiki/Umidade_relativa) acessado em 28/10/10.
- [5] <http://pt.wikipedia.org/wiki/Hidrofilia> acessado em 28/10/10.
- [6] <http://pt.wikipedia.org/wiki/Hidrofobia> acessado em 8/10/10.
- [7] <http://pt.wikipedia.org/wiki/Adsor%C3%A7%C3%A3o> acessado em 28/10/10.
- [8] [http://www.casemg.com.br/servicos/cons\\_graos.htm](http://www.casemg.com.br/servicos/cons_graos.htm) acessado em 03/07/2009.
- [9] <http://www.apolloagricola.com.br/noticias/com-30-dos-graos-colhidos-produtor-do-pr-estimabons-resultados/> acessado em 24/01/2011.
- [10] [http://www.g1.globo.com/Noticias/Economia\\_Negocios/0,,MUL427246-9356,00.HTML/](http://www.g1.globo.com/Noticias/Economia_Negocios/0,,MUL427246-9356,00.HTML/) acessado em 07/08/2008.
- [11] <http://www.scribd.com/doc/2522251/POS-COLHEITA-E-ARMAZENAMENTO-DE-GRAOS/> acessado em 07/08/2008.
- [12] J. Hopkins, "The aims and methods of meteorological work by Cleveland abbe", Ind: Maryland Weather Service, Baltimores, Vol. 1 (1899).
- [13] MARVIN C.F.: Moisture Tables, American Meteorological Society, vol. 26, nº 5, p p. 205-207, 1898.
- [14] <http://pt.wikipedia.org/wiki/Psic%C3%B3metro> acessado em 28/10/2010.
- [15] D. A. Mathwes, "Review of the Lithium Chloride radiosonde hygrometer", Proc. Of the Conference on Humidity and Moisture, Vol. VI, Washington DC, (1963) 219-227.

- [16] Jachowicz R.S, Weremczuk J, Paczesny D. and Tarapata G. 2009 A MEMS-based super fast dew point hygrometer—construction and medical applications *Meas. Sci. Technol.* pp 20.
- [17] S. Middelhoek, Celebration of the tenth transducers conference: The past, present and future of transducer research and development, *Sensors and Actuators A*, 82, pp. 2-23, 2000.
- [18] S.M. Sze, *Semiconductor Sensors*, John Wiley & Sons, ISBN 0-471-54609-7.
- [19] H. Baltes and O. Brand, *CMOS-based Microsensors*, Eurosensors XIV, Copenhagen, Denmark, ISBN 87-89935-50-0, pp. 1-8, 2000.
- [20] Okcan B. and Akin T., A Thermal Conductivity Based Humidity Sensor in a Standard CMOS Process, *Proceedings of the IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS) 2004*, pp. 552-555.
- [21] Weremczuk J, Tarapata G, Paczesny D and Jachowicz R 2006 Super fast dew point hygrometer *Proc. 5th Int. Symp. On Humidity and Moisture, ISHM2006 (Brazil)* CD-ROM.
- [22] Weremczuk J. 2008 Dew/Frost Point Recognition With ImpedanceMatrix of Fingerprint Sensor Vol. 57 *IEEE Transactions On Instrumentation And Measurement* pp 1791 – 1795.
- [23] B.J. Hwang and S.H. Lin, *J. Electrochem. Soc.*, 142, 3749 (1995).
- [24] T. Osaka, Y. Tamiya, k. Naito, and K. Sakaguchi, *J. Surf. Finish. Soc. Jpn.* 40, 835(1989).
- [25] J. G. Ameen, D. G. McBride, and G. C. Phillips, *J. Electrochem. Soc.*, 120, 11518(1973).
- [26] S. A. Armyanov and G. S. Sotirova, *ibid.*, 136, 1575 (1989).
- [27] J. W. Severin, R. Hokke, H. Van der Wel and G. DE With, *J. Electrochem. Soc. Vol.* 140, 682 (1983).
- [28] H. H. Law, C.A. Mattoe and J. Thomsom Jr., *Plat. Surf. Fin.*, 70 (1993).
- [29] J. Li Fang, X.R.Ye and Y. J. Fang *Plat. And Surf. Fin.*, 44 (1992).
- [30] J. Bates, *Plat. And Surf. Fin.*, 14 (1998).
- [31] T. Osaka, N. Nakano, T. Kurokawa, T. Kaneko and K. Ueno, *J. Electrochem. Soc.*, Vol. 149, C573 (2002).
- [32] Y. D. Jeon and K. W. Paik, *IEEE Trans. Compon. Packag. Manuft. Technol.*, Vol.25, 169 (2002).
- [33] T. Kobayashi, J. Ioshibashi, S. Monobe, M. Ohtsu and H. Honma, *J. Electrochem. Soc.*, Vol. 147, 1046 (2000).

- [34] M. Libeau, E. Unger, G.S. Duesberg, A.P.Graham, R. Seidel, F. Kreupl, and W. Hoenlein, *Appl. Phys. A*, Vol. 77, 731 (2003).
- [35] V. M. Dubin, S.D. Dobson, D. Rose and G. Hodes, *Thin Solid Film*, Vol.387, 155 (2001).
- [36] V. M. Dubin, S. D. Lupatin and V. G. Sokolov, *Thin Solid Film*, Vol.226, 94 (1993).
- [37] Boletim 1494-IT-06 da empresa UMICORE.
- [38] Franco S.: *Design with operational amplifiers and analog integrated circuits*, McGraw-Hill (2002).
- [39] Drebuschak V. A., The Peltier Effect, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, Vol. 91 (2008) 1, pp. 311–315.
- [40] Sedra, Adel S.; Smith, Kenneth, C.: *Microeletrônica*, Makron Books (2000).
- [41] Jeffrey Travis and Jim Kring. *LabVIEW for Everyone: Graphical Programming Made Easy and Fun*. Prentice Hall, 3 edition, Julho 2006.



# Apêndice A

## Artigos Publicados

- COSTA JUNIOR, Juvenil Severino da ; FRUETT, F. ; FLACKER, A. . A new fabrication technique of planar metallic microstructures on alumina substrate. In: 24th Symposium on Microelectronics Technology and Devices, 2009, natal-RN. 24th Symposium on Microelectronics Technology and Devices. USA : The Electromechanical Society, 2009. v. 23. p. 327-334.
- L. E. Bento Ribeiro, M. H. O. Piazzeta, A. L. Gobbi, J. S. Costa , J. A. Fracassi da Silva and F. Fruett. Fabrication and Characterization of an Impedance Micro-Bridge for Lab-on-a-Chip. In: 25th Symposium on Microelectronics Technology and Devices, 2010, São Paulo-SP. 25th Symposium on Microelectronics Technology and Devices. USA : The Electromechanical Society, 2010. v. 31.p155-163.
- Nakashima, M. H. S. ; Zampieri, M. ; COSTA, J. S. ; TATSCH, P. J. ; Flaker, A. ; Longo, E. ; FRUETT, F. . Sensor test system by the impedance bridge with thin films deposition. In: Encontro da Sociedade Brasileira de Materiais SBPMat, 2010, Ouro Preto. IX encontro do SBPMat, 2010. v. 1. p. A1060-A1060.

## A new fabrication technique of planar metallic microstructures on alumina substrate

J. S. Costa<sup>a,b</sup>, A. Flacker<sup>a</sup> and F. Fruett<sup>a,b</sup>

<sup>a</sup> Center for Components and Semiconductor - CCS

<sup>b</sup> School of Electrical and Computer Engineering - FEEC

University of Campinas - UNICAMP

Caixa Postal 6101, Campinas, SP, CEP: 13083-970, Brazil

This paper describes a new fabrication technique of planar metallic microstructures with geometries equal or smaller than  $15\mu\text{m}$  on 96% alumina substrates. This technique is based on both: chemical and electrolytic deposition. In order to evaluate this technique we design and fabricate a bridge of interdigitated capacitors. The microscope inspection showed that the structures well reproduced the design of the masks. The adhesion of the film was tested by soldering metallic wires on the capacitor electrodes. The mean value and the standard deviation considering 16 capacitors with distance between interdigitated electrodes of  $15\mu\text{m}$ , fabricated in two runs, are 1,484 pF and 0,053 pF, respectively. The relative standard deviation amounts to 3.3%.

### 1 – Introduction

The electroless plating, also known as chemical or auto-catalytic plating, method has played an important role as an indispensable metallization technology for miniaturization of planar structures. The metallization of alumina ceramic surfaces with electroless nickel- phosphorus (Ni-P) is often used in the electronic industry, among other things integrates circuits (IC) packaging, printed circuit, sensor application etc [1-2]. This metallization is generally performed by applying conductive pastes on the surface. An alternative approach is a wet process which involves cleaning, etching, catalytic activation and electroless plating [3-6].

Several techniques can be used to obtain these metallic structures on alumina substrates such as: vacuum metallization, thick film, electroless deposition with and without subsequent electroplating.

This paper describes a new fabrication technique of planar metallic microstructures with geometries equal or smaller than  $15\mu\text{m}$  on 96% alumina substrate. This technique employs only wet deposition processes, resulting in an alternative solution with the following advantages: simplicity, low cost and repeatability.

### 2 – Process sequence

This technique is firstly used to fabricate a bridge of interdigitated capacitors with distance between electrodes of 5, 10, 15 and  $20\mu\text{m}$ . These capacitors are formed over an 3M<sup>®</sup> alumina 96% substrate in phase  $\alpha$ -alumina of dimension  $25\times 25\times 0,6\text{mm}$ , which has a medium grain size between  $3\text{-}5\mu\text{m}$  and a maximum surface roughness of  $6\mu\text{m}$ . For such structures, we design a set of masks with high resolution. The set of masks, shown in Figure 1, was made using direct writing photolithography with a laser beam. The LaserWriter equipment (Microtech LW405) was kindly made available by the Physics Department of the Federal University of Minas Gerais (UFMG).

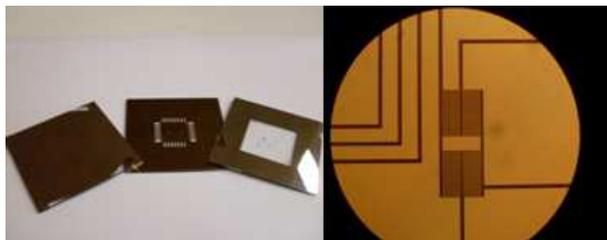


Figura 1 – Set of fotomasks(left) and detail of the mask containing the bridge of capacitors(right)

The fabrication of the planar microstructures is performed by using methods for metal deposition [7-9], with some modifications to minimize costs and simplify the process. This fabrication process is supported by some facilities available at CCS. The sequence for obtaining the capacitive element consists of some basic procedures as shown in Figure 2.

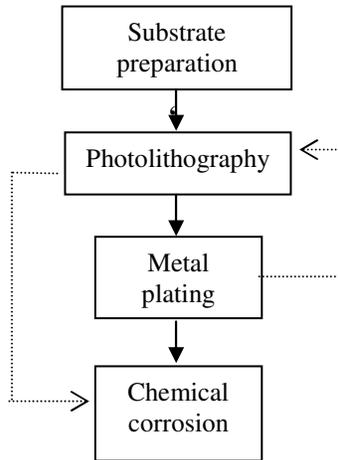


Figure 2 –The process sequence

Before metallization the substrate is cleaned, etched, nucleated successively in the aqueous solution and masked by photolithography. This process sequence is listed in Table 1. After each step the sample is rinsed in deionized water (10MΩ.cm).

Table 1 – Process sequence for plating on alumina ceramic

Step	Function	Solution	Temperature(°C)
1	Cleaning	Detergent <sup>a</sup>	60
2	Etching	HF + NH <sub>4</sub> Cl <sup>b</sup>	30
3	Fotolitografy	Fotoresist <sup>d</sup>	20
4	Sensitization	SnCl <sub>2</sub> <sup>c</sup>	25
5	Activation	PdCl <sub>2</sub> <sup>c</sup>	25
6	1 <sup>st</sup> Metal Plating	Electroless Ni-P	60
7	Thickening	Gold-Electrodeposition	60

<sup>a</sup> neutral detergent Extran, <sup>b</sup> solution, <sup>c</sup> acidified with HCl  
<sup>d</sup> Clariant AZ1518

A non-commercial solution of Ni-P containing: nickel chloride, hypophosphite, acetate, ammonium chloride and stabilizer is used for the deposition of adhesion layer electroless process (autocatalytic). This solution is prepared with pH 5.5 and temperature of 60°C. Figure 3 shows the process steps for plating on alumina ceramic.

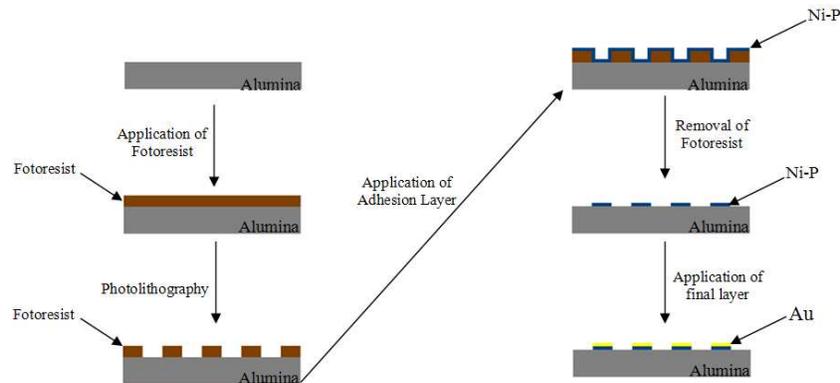


Figure 3 – Process steps for plating on alumina ceramic

Next, the Ni-P layer is thickened with gold using a commercial electrolyte solution (AURUNA 553 Umicore). During the electrolytic deposition, all structures are interconnected. After thickening, the interconnections of the metal structures are removed by etching.

### 3 – Experimental results and discussion

Alumina ceramic are chemically inert, and the adhesion strength between a metal layer and the ceramic depends on mechanical bonding with anchoring effects. The relationship between pull strength and the type of etching solution is generally reported to be strongly influenced by etching conditions [7]. In order to obtain a seed layer it is necessary to make a controlled etched in aqueous solution for the formation of polar groups; type AlFx [6] Si-O [7] HF<sub>2</sub> [10-11] among others, as well as the formation of tiny cracks and holes. The adhesion strength is generally found to be most strongly influenced by etching conditions, while nucleation and metallization conditions are only of secondary importance [14]. In according to former works, the adhesion is determined by mechanical interlocking interactions [15].

The seed layer is obtained by sensitizing the ceramic substrate with a stannous chloride solution, then activating with a palladium chloride solution. The stannous (Sn<sup>2+</sup>) ions absorbed on the surface reduce the palladium (Pd<sup>2+</sup>) ions [8][12]:



The palladium metal atoms form clusters and become the seed layer which catalyzes the electroless nickel deposition. The ceramic surface is rough and porous, therefore both Sn<sup>2+</sup> and Pd<sup>2+</sup> can diffuse into the substrate providing better adhesion [12].

The electroless Ni-P solution was prepared at the CCS laboratory. Therefore we analyzed the chemical elements and the percentage that make the film deposited. The process was identified by chemical analysis of X-ray spectroscopy by energy dispersion (EDS) at the Institute of Chemistry of the UNICAMP (Table 2). The analysis of chemical elements was performed at the Brazilian Synchrotron Light Laboratory (LNLS) using the scanning electron microscope (Figure 4).

Table 2 – Chemical composition of Ni-P

Chemical element	Conting	Weight (%)	Atoms (%)	Composition (%)
O	132	1,10	3,68	1,10
Al	432	1,00	1,97	1,00
P	5.545	6,79	11,68	<b>6,79</b>
Ni	84.854	91,10	82,67	91,10
<b>Total</b>		100,00	100,00	100,00

Table 2 shows that the deposited film contains approximately 7% of phosphorus in its composition. This feature allows a better interaction of the deposited film with solder [14].

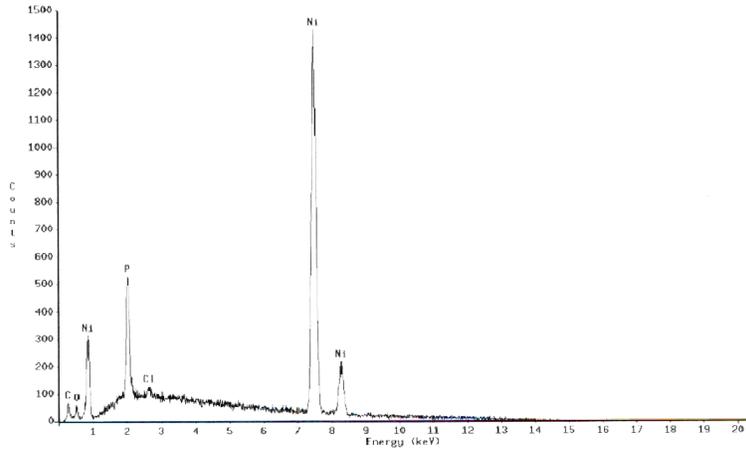


Figure 4 - Spectrum with the chemical composition of the Ni-P deposited film

The result of the spectrum confirms the quantitative analysis of the composition of the Ni-P film (Table 2). Thus, the metal layer contains mainly nickel and phosphorus elements.

Figure 5 shows the structures and Table 3 the dimension of the capacitors bridge.

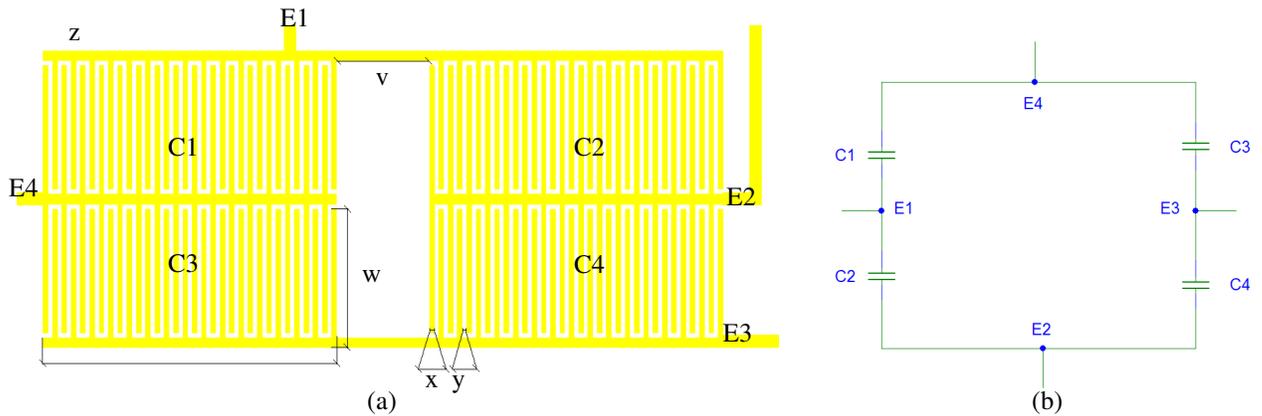


Figure 5 – Capacitive bridge (a) layout and (b) electrical schema

Table 3 – Dimensions of the capacitive bridge

Identification of bridge (see Fig. 7)	$x=y(\mu\text{m})$	$z(\mu\text{m})$	$w(\mu\text{m})$	$v(\mu\text{m})$
d	5	320	140	200
a, aa	10	630	280	200
b, bb	15	950	420	400
c	20	1260	560	400

Figure 6 shows the fabricated capacitive bridge and a close view of the capacitor electrodes.

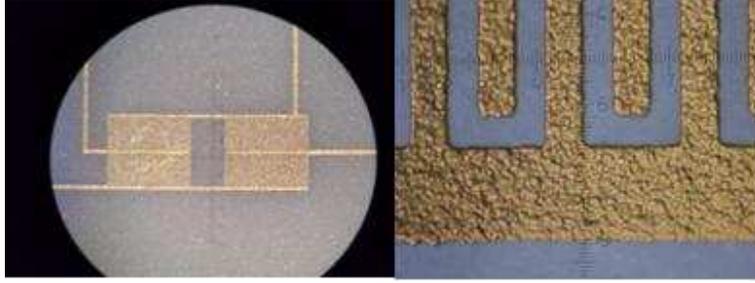


Figure 6 – Capacitive bridge and close view of the capacitor electrodes

We used an LCR bridge (Agilent 4263B) and a climatic chamber (TERMOTRON) to characterize the samples. The climatic chamber was used to keep the temperature and humidity in 27°C and 30 Rh%, respectively. The capacitance measurements were made with a frequency of 1kHz and voltage of 1V. Four capacitors of each bridge with distance between electrodes of 10, 15 and 20 $\mu\text{m}$  were measured. Unfortunately, it was not possible to measure structures of 5 $\mu\text{m}$  due to problems observed in the photomask.

The capacitive bridges are identified in Figure 7. The measured results are shown in Table 4.

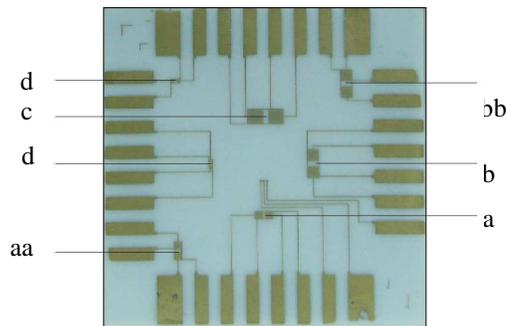


Figure 7 – Layout of the alumina with the fabricated capacitive bridges

We verify that the solder adhesion of the conductive leads to the metallic electrodes was very satisfactory. We show the soldered alumina in Figure 8.

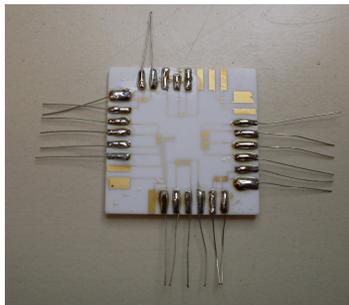


Figure 8 – Adhesion test with tin solder

Table 4 –Capacitance measurements

sample 1		sample 2	
<b>bridges a (10µm)</b>	<b>pF</b>	<b>bridges aa (10µm)</b>	<b>pF</b>
C1	1,31	C1	0,60
C2	1,36	C2	0,67
C3	1,31	C3	0,80
C4	1,22	C4	1,05
<b>bridges aa (10µm)</b>	<b>pF</b>	<b>bridges aa (10µm)</b>	<b>pF</b>
C1	1,00	C1	1,00
C2	1,24	C2	1,26
C3	1,14	C3	1,02
C4	1,01	C4	1,04
<b>bridges b (15µm)</b>	<b>pF</b>	<b>bridges b (15µm)</b>	<b>pF</b>
C1	1,51	C1	1,49
C2	1,51	C2	1,48
C3	1,53	C3	1,44
C4	1,55	C4	1,42
<b>bridges bb (15µm)</b>	<b>pF</b>	<b>bridges bb (15µm)</b>	<b>pF</b>
C1	1,50	C1	1,39
C2	1,55	C2	1,46
C3	1,51	C3	1,53
C4	1,47	C4	1,40
<b>bridges c (20µm)</b>	<b>pF</b>	<b>bridges c (20µm)</b>	<b>pF</b>
C1	1,59	C1	1,57
C2	1,77	C2	1,58
C3	1,89	C3	1,47
C4	1,67	C4	1,55

The mean value and the standard deviation considering 16 capacitors with distance  $x=y=15\ \mu\text{m}$ , fabricated in two runs and employing the same technique, are 1,484 pF and 0,053 pF, respectively. The relative standard deviation amounts to 3,3%.

#### 4 – Conclusion

A new fabrication technique of planar metallic microstructures with geometries equal or smaller than  $15\ \mu\text{m}$  on 96% alumina substrates was presented. This technique employs only wet deposition processes, resulting in an alternative solution with some advantages such as: simplicity, low cost and repeatability.

This technique was firstly used to fabricate a bridge of interdigitated capacitors with distance between electrodes of 5, 10, 15 and  $20\ \mu\text{m}$ . The microscope inspection showed that the structures well reproduced the design of the masks. The adhesion of the film was tested by soldering metallic wires on the capacitor electrodes. The capacitance were measured and the results shown a good repeatability with a relative standard deviation of 3,3%.

#### Acknowledgments

The authors acknowledge the Brazilian National Council of Scientific and Technological Development - CNPq under Universal project (n°48 1412/2008-5) and CNPq/NAMITEC project for financial support and the Brazilian

Synchrotron Light Laboratory (LNLS) for the scanning electron microscope measurements and Daniel Lara from the Center for Components and Semiconductor CCS-Unicamp for the photolithograph and mask preparation. They also would like acknowledge Prof. Flavio Plentz and Prof. Davies William de Lima Monteiro from Federal University of Minas Gerais (UFMG) for kindly make available the LaserWriter equipment.

## References

1. B.J. Hwang and S.H. Lin, *J. Electrochem. Soc.*, **142**, 3749 (1995) \
2. T. Osaka, Y. Tamiya, k. Naito, and K. Sakaguchi, *J. Surf. Finish. Soc. Jpn.* **40**, 835(1989)
3. J. G. Ameen, D. G. McBrige, and G. C. Phillips, *J. Electrochem. Soc.*, **120**, 11518(1973)
4. S. A. Armyanov and G. S. Sotirova, *ibid.*, **136**, 1575 (1989)
5. C. A. Boose, *Trans. Inst. Met. Finishing.*, **53**, 49 (1990)
6. G. V. Elmore and K. Kanemitsu, *J. Plat. surf. Fin.*, **74**, 62 (1987)
7. H.Honma and K. Kanemitsu, *Plat. and Surf. Fin.*, **62** (1987)
8. J. W. Severin, R. Hokke, H. Van der Wel and G. de With, *J. Electrochem. Soc.* **140**, 682 (1983)
9. P.B. Shrivastava, N. Venkatramani, V. K. Rohatgi, M. K. Totalni and C. K. Mital, *Metal Fin.* **18**, 65 (1985)
10. Y. Kunii, S. Nakayama and M.Maeda, *J. Electrochem. Soc.*, **142**, 3510 (1995).
11. D.J Monk and D.S.Soane, *Thin Solid Films*, **232**, 1 (1993)
12. H.H. Law, C.A. Mattoe, J. Thomsom, Jr., *Plat. surf. Fin.*, 70 (1993)
13. J. Li Fang, X. R. Ye and Y. J. Fang, *Plat. And Surf. Fin.*, p. 44 (1992).
14. J. W. Severin, R. Hokke, and G. De With, *J. Appli. Prys.*, **75**, 3402(1994)
15. J. W. Severin and G. De With, *J. Adhesion Sci. Technol.* **7**, 115(1992)

## FABRICATION AND CHARACTERIZATION OF AN IMPEDANCE MICRO-BRIDGE FOR LAB-ON-A-CHIP

L. E. Bento Ribeiro<sup>a</sup>, M. H. O. Piazzeta<sup>b</sup>, A. L. Gobbi<sup>b</sup>, J. S. Costa<sup>a</sup>, J. A. Fracassi da Silva<sup>c</sup> and F. Fruett<sup>a</sup>

<sup>a</sup> School of Electrical and Computer Engineering, University of Campinas, UNICAMP, Campinas, SP, Brazil

<sup>b</sup> Laboratory of Microfabrication, Brazilian Synchrotron Light Laboratory, LNLS, Campinas, SP, Brazil

<sup>c</sup> Institute of Chemistry, University of Campinas, UNICAMP, Campinas, SP, Brazil

This paper describes a fabrication technique of planar impedance micro-bridge microstructures with electrodes gap of 10  $\mu\text{m}$ , 15  $\mu\text{m}$  and 20  $\mu\text{m}$  on glass substrate. The microscope inspection showed that the structures well reproduced the design of the masks. The impedances were measured and the results shown a good repeatability with a standard deviation of 11.4%. Furthermore, microchannels fabricated in PDMS were aligned with the micro-bridges. Using  $\text{O}_2$  plasma we obtained irreversible adhesion between PDMS and glass as between the PDMS and the electrodes. This fabrication technique, which merges microelectronic sensors with fluidic devices, is very suitable for Lab-on-a-Chip applications.

### Introduction

Microelectronic sensors that apply physical effects to determine chemical measurands have generated significant interest in the past decade. In comparison to direct chemical sensors, where chemical-sensitive films are applied, physical chemosensors have a simpler design and easier fabrication, a higher selectivity, and better aging properties (1).

The merge of microelectronic sensors with analytical systems can reduce costs, increase portability, and provide faster analyses with lower consumption of reagents and samples (2-6). Many other successful applications of sample processing and analysis in microscale have been reported and the advantages of these systems, such as high-throughput, sample mixing and dilution, separation and detection (9,10), multi-injection (11), enzymatic assays (12), combinatorial chemistry (13), single cell analysis (14) and even polymer electrosynthesis (15), are evident.

This paper describes a fabrication technique and the characterization of planar impedance micro-bridge microstructures with electrodes width of 10  $\mu\text{m}$ , 15  $\mu\text{m}$  and 20  $\mu\text{m}$  on glass substrate for Lab-on-a-Chip applications. This fabrication technique employs processes resulting in a solution with the following advantages: simplicity, low cost and repeatability (7). The impedance microstructures are covered by a channel microfabricated in PDMS. In a future work, the channel will lead the fluid over the micro-bridge. Thus, we will observe both: conductivity and dielectric properties changes due to the contact of a fluid (target analyte) with the flat-plate bridge electrodes.

Among the several materials used in microfabrication, PDMS has been widely used in microfluidics. PDMS can be bonded to itself or to glass via  $\text{O}_2$  plasma surface activation, yielding low-cost irreversibly sealed microfluidic devices (16-19). PDMS has become the first choice for rapid prototyping of disposable microchips, due to its high processability, disposability, low cost and ability to promote irreversible bonds with glass (8).

### Wheatstone Bridge

Wheatstone bridge circuits are popular and very effective implementations of the ratiometric technique. The bridge output is a differential signal, which normally improves the sensor signal-to noise (SNR) characteristic. The fundamental concept of the Wheatstone bridge is two voltage dividers, both fed by the same ac voltage source ( $v_{in}$ ). The output signal ( $v_{out}$ ) is taken from both voltage divider outputs, as shown in Figure 1. In the device presented in this work the bridge was based on the Wheatstone bridge but the resistors were replaced by impedances. Each branch is composed by a capacitor in parallel with a high value resistor, resulting in an impedance expressed by:

$$Z_i = \frac{R_i}{2\pi f C_i R_i + 1}, \quad [1]$$

where  $f$  is the frequency of the ac voltage source and  $i$  the index of each impedance.

By construction, the electrodes of the impedances  $Z_1$ ,  $Z_2$ ,  $Z_3$  and  $Z_4$  are geometrically identical. The electrodes of  $Z_1$  e  $Z_3$ , which are shown in white in Figure 1, are covered by a protection film. The electrodes of  $Z_2$  and  $Z_4$  are in contact with the analyte causing the variation of the impedance magnitude. An ac voltage source can be applied to the impedance bridge and a scope can measure the output signal which carries information on both: its amplitude and phase.

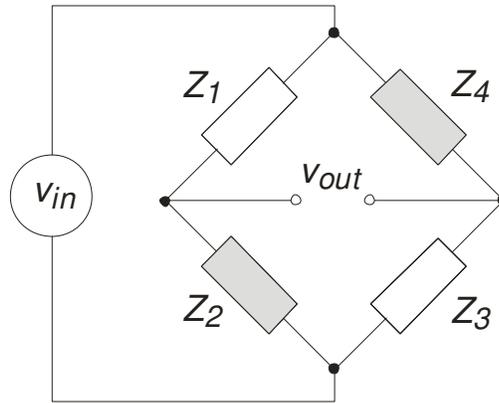


Figure 1. Impedance bridge.

Each impedance  $Z_i$  is defined by a flat-plate structure of parallel interdigitated electrodes which basically forms a capacitor  $C_i$ . The capacitance  $C_i$  between  $n$  flat-plate parallel electrodes, with surface area  $S$ , which is separated by a distance  $y$  and a dielectric with permittivity  $\epsilon$ , amounts to:

$$C_i = (n-1)\epsilon \frac{S}{y} \quad [2]$$

In this equation, some second-order effects related to nonhomogeneity of the dielectric and field bending are neglected.

The layout of the impedance micro-bridge electrodes is shown in Figure 2. Table I shows the dimensions for four bridges identified by a, b c and d.

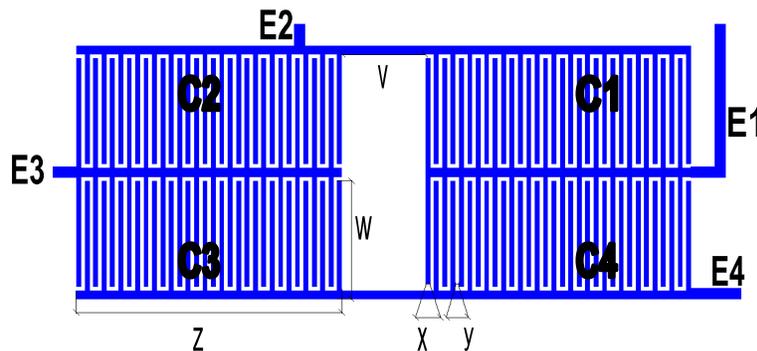


Figure 2. Bridge layout

**Table I** – Dimensions of the impedance bridge

Bridge identification	x=y( $\mu\text{m}$ )	z( $\mu\text{m}$ )	w( $\mu\text{m}$ )	v( $\mu\text{m}$ )
a	5	320	140	200
b	10	630	280	200
c	15	950	420	400
d	20	1260	560	400

The impedance microstructures are covered by a channel resulting in a microfluidic device. The channel led the fluid over the bridge where it makes contact with the electrodes. The electrodes of  $C_1$  and  $C_3$  are chemically isolated of the fluid by a protection film. The electrodes of capacitors  $C_2$  and  $C_4$  are in direct contact with the fluid (target analyte). The dielectric properties change due to the fluid contact with the capacitors electrodes unbalancing the bridge. The conductivity and dielectric constant properties of fluids can be used to analyze these fluids and fluid mixture. The bridge unbalance caused by the fluid can be measured by a conditioning circuit which can be based on relaxation oscillator, switch capacitor, instrumentation amplifier or another analogical technique. The micro-bridge electrodes are made of gold over a glass substrate. The coverage structure which contains the channel is made of poly(dimethylsiloxane) (PDMS). A cross-section view of the microfluidic device is shown in Figure 3.

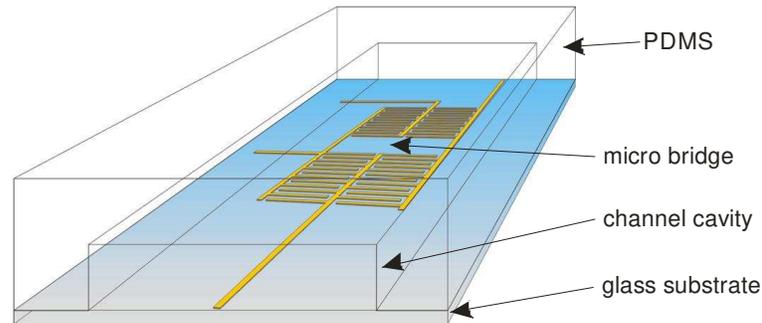


Figure 3: Cross-section view of the microfluidic device

## Experimental

### Process sequence

In this section we describe the technique used to fabricate a bridge of interdigitated electrodes with distance between electrodes of 5, 10, 15 and 20 $\mu\text{m}$ . These devices are formed over an optical glass plate. The electrode masks were made using high resolution direct writing photolithography with a laser beam (Figure 4).

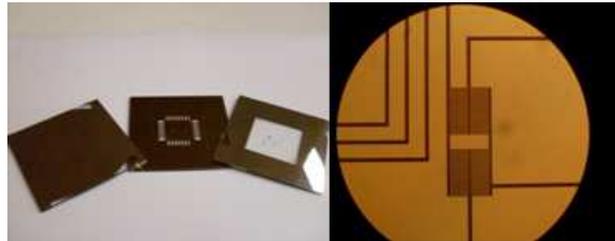


Figure 4. Set of fotomasks (left) and detail of the mask containing the bridge of capacitors (right).

The microchannel masks were photo-plotted with 8000 dpi resolution (Figure 5).

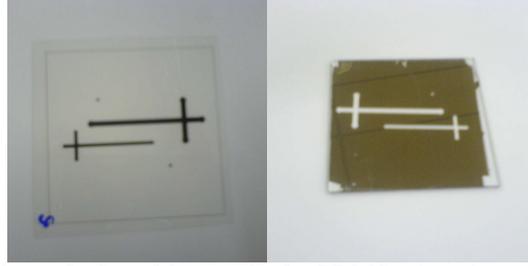


Figure 5. Set of fotomasks for PDMS microchannels.

Conventional ultraviolet light (UV) photolithographic methods were employed to pattern the replication masters and electrodes. The materials and experimental procedure are specified in Tables II and III. The UV exposures were carried out in a MJB-3 UV300 contact mask aligner (Karl-Suss, Garching, Germany), with a 350 W mercury source emitting from 280 nm to 350 nm.

The electrodes were patterned using the lift-off technique. The photoresist layers were patterned onto square optical glass plates (60 mm side Kodak 1A High Resolution Glass) by the lithographic protocol described in Table II. Titanium-gold (TiAu) and titanium-gold-titanium (TiAuTi) thin-films, deposited with a Leybold Univex 300 e-beam evaporator (Cologne, Germany) using the lift-off technique, were tested as electrode materials. After thin-film depositions, the devices were immersed in acetone to remove the photoresist layer and excess metal, leaving the patterned electrodes on the glass surface. In order to finish the bridge, the electrodes of the capacitors  $C_1$  and  $C_3$  were covered using the SU-8 photoresist. The process to pattern the photoresist was the same used for replication masters during the fabrication of the PDMS microchannels, which is described below.

**TABLE II.** Materials and condition of UV photolithographic processes used to build microelectrodes.

<b>Lithographic process</b>	<b>Electrode building</b>
Photoresist	Shipley Microposit S1811 (Marlborough, MA, USA)
Spin coating	6000 rpm (30s)
Thickness	~1 $\mu\text{m}$
Pre-exposure bake	95 $^{\circ}\text{C}$ , 5min
Exposure time	6 s
Post-exposure bake	-
Developer	Clariant AZ351 Developer (Summerville, NJ, USA)

PDMS microchannels were cast by soft-lithography (17, 20). The replication masters were patterned with a thick SU-8 photoresist layer over square optical glass plates and mounted in an appropriate holder. The material used as precursor of PDMS layers was Sylgard 184 Silicone Elastomer Kit (Dow Corning, Midland, MI, USA). Sylgard curing agent and prepolymer base were mixed in a 1:10 weight ratio. The mixture was poured onto a replication master and degassed in a desiccator with 40–50 mtorr (5.3–6.7 Pa) for one hour to eliminate air bubbles. The polymer curing process was carried out for one hour on a hot plate at 100  $^{\circ}\text{C}$ , and was followed by peeling off the PDMS layers.

**TABLE III.** Materials and condition of UV photolithographic processes used to replication masters.

<b>Lithographic process</b>	<b>Master building</b>
Photoresist	MicroChem SU-8 25 (Newton, MA, USA)
Spin coating	1000 rpm (30s)
Thickness	~50 $\mu\text{m}$
Pre-exposure bake	65 $^{\circ}\text{C}$ , 5 min 95 $^{\circ}\text{C}$ , 15 min
Exposure time	65 $^{\circ}\text{C}$ , 5 min 70s

---

Post-exposure bake	95 °C, 15 min
	65 °C, 3 min
Developer	MicroChem SU-8 Developer (Newton, MA, USA)

---

The sealing process was carried out by oxidizing PDMS surfaces and cleaning glass substrates through RF (radio frequency) O<sub>2</sub> plasma oxidation using a PLAB SE80 plasma cleaner (Plasma Technology, Wrrington, England). The plasma working parameters were obtained from Jo and co-workers (19) and were 120 mtorr (16 Pa) O<sub>2</sub>, 70 W RF power, and 20 s exposition. After plasma oxidation, the PDMS layers and the substrates containing the electrodes were manually aligned, faced against each other and allowed to stand for two hours (8).

### Results and discussion

The optimization of the electrodes of the capacitors allows maximizing the sensitivity of the bridge with respect to the variation of the dielectric constant of the fluid. The systematic study of this sensitivity will be presented in a future work.

In electrochemical microdevices, the fabrication process plays a central role in setting the active limits of the electrodes, exerting an influence on the behavior of the systems. Among all the fabrication steps, sealing is one of the most critical due to two major factors: (i) portability requirements: permanently sealed microdevices are highly preferable since they do not require any active alignment and can be easily transported without risk of damage; (ii) the sealing step determines the active area of the electrodes. As a result, the analytical reliability of a device is under the direct influence of its sealing step reliability, since this is the most fragile and least controllable step of the whole fabrication process.

In order to obtain good device performance, leaking in the region between the PDMS and the gold electrodes must be minimized. Sealing deficiencies in these regions result in an increase in the active area of the electrode, leading to instabilities. This problem can be partially solved by applying negative pressure at the outlet reservoir.

The sealing process. Unlike glass, Au is inert to the O<sub>2</sub> plasma and does not have enough bonding sites to react with oxidized PDMS. When positive pressure is applied, leakage can be clearly observed in the region of the electrodes. Therefore, the incomplete sealing obtained over the Au surfaces degrades under stress, with leakages taking place onto the Au surface.

To overcome this drawback, SiO<sub>2</sub> thin-films were deposited over glass plates previously patterned with TiAuTi electrodes to give a TiSiO<sub>2</sub> bi-layer. Just like glass, SiO<sub>2</sub> surfaces present reactive silanol groups that can react with oxidized PDMS surfaces providing good seals between the electrodes and PDMS layer. The addition of TiSiO<sub>2</sub> to the TiAu electrodes has improved the sealing and enhanced the reproducibility of analytical procedures carried out in the microdevices.

Characterization. We used an LCR bridge (Agilent 4263B) to characterize the samples. The electrodes were exposed in the air with humidity and temperature kept in 26 °C and 70% Rh%, respectively. The capacitance measurements were made with a frequency of 10 kHz and voltage of 1V. Four capacitors of each bridge with distance between electrodes of 10, 15 and 20 μm were measured. Unfortunately, it was not possible to measure structures of 5 μm due to problems observed in the fotomask.

The capacitive bridges are identified in Figure 6 and the size of the capacitors was indicated in Table I. Figure 7 shows the fabricated capacitive bridge with distance of electrodes of 10 μm.

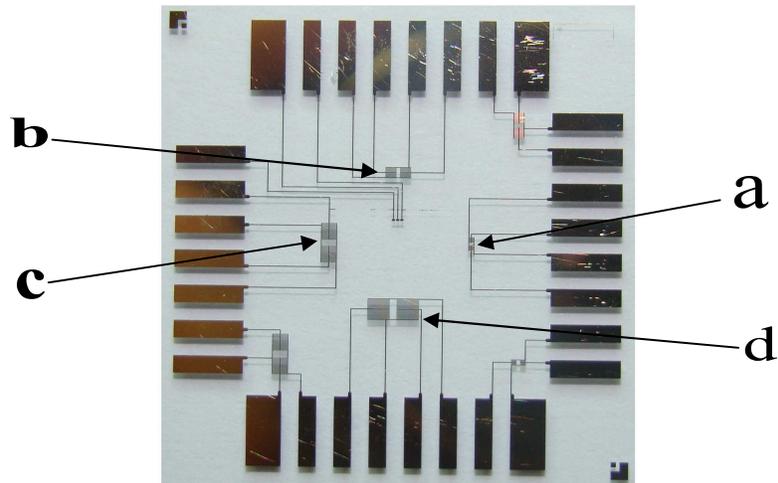


Figure 6. Layout of the glass with the fabricated capacitive bridges with distance between electrodes of 5 (a), 10 (b), 15 (c) and 20  $\mu\text{m}$  (d).

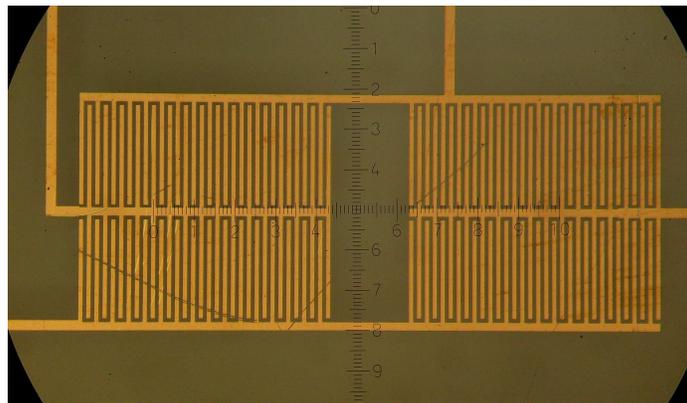


Figure 7. Fabricated capacitive bridge with distance of electrodes of 10  $\mu\text{m}$

Figure 8 shows the photograph of the fabricated microfluidic device. The tubes for inlet and outlet of solutions were also embedded in this device.

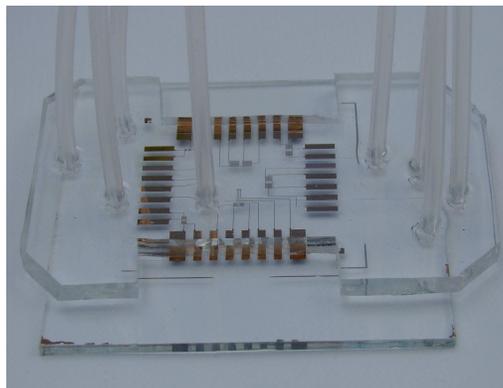


Figure 8. Photograph of the fabricated microfluidic device including the tubes for inlet and outlet the solutions.

The measured results for the capacitors are shown in Table IV, V and VI. The associate resistance in parallel with the capacitors was also measured. The resistance value was higher than 500  $\text{M}\Omega$  and thus has no significant effect on the impedance.

**TABLE IV.** Capacitance measurements (pF).

Sample / Bridge		C1	C2	C3	C4
Sample 1	20 $\mu\text{m}$	1,43	1,36	1,35	1,32
	15 $\mu\text{m}$	1,50	1,42	1,54	1,85
	10 $\mu\text{m}$	1,86	1,73	1,70	0,79

**TABLE V.** Capacitance measurements (pF). Bridges under channel PDMS.

Sample / Bridge		C1	C2	C3	C4
Sample 3	15 $\mu\text{m}$	1,58	1,37	1,42	1,18

**TABLE VI.** Capacitance measurements (pF). Bridges with photoresist and under PDMS channel.

Sample / Bridge		C1	C2	C3	C4
Sample 2	15 $\mu\text{m}$	1,57	1,46	1,63	1,68
Sample 4	20 $\mu\text{m}$	2,10	1,19	2,01	1,41
	10 $\mu\text{m}$	1,70	1,50	1,68	1,02

The mean value and the standard deviation of two samples considering 8 capacitors with distance  $x=y=15 \mu\text{m}$  and without photoresist, is 1,58 pF and 0,18 pF, respectively. The relative standard deviation amounts to 11,4%.

## Conclusion

A fabrication technique of planar metallic microstructures (micro-bridge) on glass substrates was presented. This technique was used to fabricate a bridge of interdigitated capacitors with distance between electrodes of 10, 15 and 20 $\mu\text{m}$ . The microscope inspection showed that the structures well reproduced the design of the masks, except for the interdigitated capacitors formed by 5  $\mu\text{m}$  electrodes. The capacitance were measured and the results shown a good repeatability with a relative standard deviation of 11,4%. Furthermore, microchannels fabricated in PDMS were aligned with the micro-bridges. The adhesion between the PDMS/glass and PDMS/gold electrodes were improved by  $\text{O}_2$  plasma. This fabrication technique, which merges microelectronic sensors with fluidic devices, is very suitable for Lab-on-a-Chip applications.

## Acknowledgments

The authors acknowledge Dr Davies W. de Lima Monteiro, Dr Flávio O. Plentz Filho, and Antônio de Pádua of the Physical Department of the Federal University of Minas Gerais (UFMG) who kindly made available the LaserWriter equipment (Microtech LW405). Financial support for this project was provided by the Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia de Sistemas Micro e Nanoeletrônicos – INCT NAMITEC – CNPq process n. 573738/2008-4 and Fapesp process n. 2008/57862-6.

## References

1. G.C. Meijer, *Smart Sensor Systems*, John Wiley and Sons (2008).
2. V. Dolnik, S. Liu and S. Jovanovich, *Electrophoresis*, **21**, **41** (2000).
3. P. Auroux, D. Iossifidis, D. R. Reyes and A. Manz, *Anal. Chem.*, **74** (2002).
4. T. Vilknær, D. Janasek and A. Manz, *Anal. Chem.*, **76** (2000).
5. P. S. Dittrich, K. Tachikawa and A. Manz, *Anal. Chem.*, **78** (2006).
6. P. S. Dittrich and A. Manz, *Nat. Rev. Drug Discovery*, **5** (2006).
7. J. S. Costa, A. Flacker and F. Fruett, *ECS Trans*, **327**, (2009).
8. N.H. Moreira, De Jesus De Almeida, A.L., De Oliveira Piazzeta, M.H., De Jesus, D.P., Deblire, A., Gobbi, A.L., Fracassi Da Silva, J.A. *Lab on a Chip*, **115** (2009).
9. H. Shapour, M. L. Hupert, D. Patterson, C. Liu, M. Galloway, W. Stryjewski, J. Goettert and S. A. Soper, *Anal. Chem.*, **79** (2007).
10. S. B. Cheng, C. D. Skinner, J. Taylor, S. Attiya, W. E. Lee, G. Picelli and D. J. Harrison, *Anal. Chem.*, **73** (2001).
11. Z. Wu, H. Jensen, J. Gamby, X. Bai and H. H. Girault, *Lab Chip*, **4** (2004).
12. H. Xu and A. G. Ewing, *Electrophoresis*, **26** (2005).
13. R. A. Potyrailo and V. M. Mirsky, *Chem. Rev.*, **108** (2008).
14. N. R. Munce, J. Li, P. R. Herman and L. Lilge, *Anal. Chem.*, **76** (2004).
15. Y. Xiang, and D. LaVan, *Proceedings of the 2nd IEEE/ASME International Conference on Mechatronic and Embedded Systems and Applications*, The Institute of Electrical and Electronics Engineers, Inc., Piscataway, **1** (2006).
16. V. I. Vullev, J. Wan, V. Heinrich, P. Landsman, P. E. Bower, B. Xia, B. Millare and G. Jones, *J. Am. Chem. Soc.*, **128** (2006).
17. D. C. Duffy, J. C. McDonald, O. J. A. Schueller and G. M. Whitesides, *Anal. Chem.*, **70** (1998).
18. J. A. Vickers, M. M. Caulum and C. S. Henry, *Anal. Chem.*, **78** (2006).
19. B. H. Jo, L. M. Van Leberghe, K. M. Motsegood and D. J. Beebe, *J. Microelectromech. Sys.* **9** (2000).
20. J. C. McDonald, D. C. Duffy, J. R. Anderson, D. T. Chiu, H. Wu, O. J. A. Schueller and G. M. Whitesides, *Electrophoresis*, **21** (2000).

## SENSOR TEST SYSTEM BY THE IMPEDANCE BRIDGE WITH THIN FILMS DEPOSITION

M. H. S. Nakashima<sup>1</sup>, M. Zampieri<sup>2</sup>, J. S. Costa<sup>1</sup>, P. J. Tatsch<sup>1</sup>, A. Flacker<sup>3</sup>, E. Longo<sup>2</sup>, F. Fruett<sup>1</sup>.

1 Laboratório de Sensores Microeletrônicos - Departamento de Semicondutores, Instrumentação e Fotônica, Faculdade de

Engenharia Elétrica e da Computação, UNICAMP, CEP: 13083-970, Campinas, SP, Brazil.

2 Laboratório Interdisciplinar de Eletroquímica e Cerâmica - LIEC, Departamento de Físico-Química, Instituto de Química, UNESP, CEP: 14800-900, Araraquara, SP, Brazil.

3 Centro de Componentes Semicondutores – UNICAMP, CEP: 13083-970, Campinas, SP, Brazil.

The present work describes a gas detection system using nanostructured thin films. The sensor is constituted of aurum interdigitated electrodes with 5, 10, 15 and 20  $\mu\text{m}$  of width and spacing among the digits, disposed in the impedance bridge-like form onto  $\text{Al}_2\text{O}_3$  substrate, shown in figure 1. The sensor, which one is coupled in a gas chamber onto a thermoelectric cell for temperature control, is connected to the conditioning and signal circuits of the sensor and, also, to the commercial temperature sensor by printed circuits. To acquire the data, it was used a virtual instrument developed through Labview® platform.

A system picture is shown in Figure 2. A sinusoidal voltage with 1 kHz of frequency and 1 V of amplitude was applied onto the input bridge terminals. Bridge disequilibrium by the other two terminals was observed, with a fast response for the film deposited onto the sensor (2 resin layers  $\text{TiO}_2:\text{WO}_3$ , 360 nm of thickness). A good reproducibility in the capacitors fabrication [1] and the easy adjustment of sensibility turn this system a promising dispositive for tests with other sorts of films. Furthermore, this system can contribute for better knowledge of the phenomenon and theoretical model construction [2]. Work supported by CAPES, CNPq Universal Project and INCT NAMITEC.

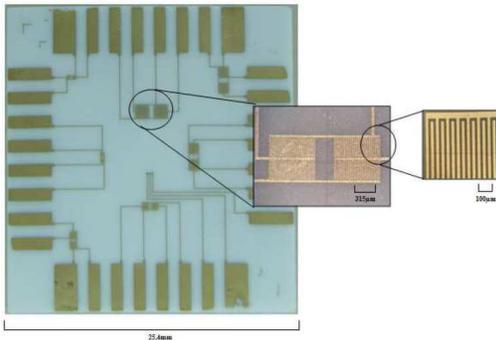


Figure 1. Detail of the sensor plate, which one the thin film is deposited.

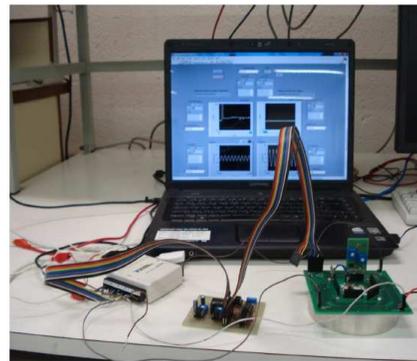


Figure 2. Sensor test system

- 
- [1] Costa, J. S.; Flacker, A.; Fruett F.; A new fabrication technique of planar metallic microstructures on alumina substrate. 24th Symposium on Microelectronics Technology 2009, EUA; The Electromechanical Society, 2009, Vol. 23, p. 327-334.
- [2] Savu, R.; Ponce, M. A.; Joanni, E.; Bueno, P. R.; Castro, M.; Cilense, M.; Varela, J. A.; Longo, E.; Grain size effect on the electrical response of SnO<sub>2</sub> thin and thick film gas sensors. Materials Research 2009, Vol. 12, No. 1, p. 83-87.

e-mail: mhsnakashima@ieee.org Endereço: Laboratório de Sensores Microeletrônicos - LSM, Departamento de Semicondutores, Instrumentação e Fotônica - DSIF, Fac. Eng. Elétrica e Computação – FEEC, UNICAMP, CEP: 13083-970, Campinas, SP, Brazil.