



LUIZ EDUARDO BENTO RIBEIRO

**SENSOR QUÍMICO BASEADO EM MICROPONTE
DE IMPEDÂNCIA**

***CHEMICAL SENSOR BASED ON IMPEDANCE
MICROBRIDGE***

Campinas – SP
2012



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



Luiz Eduardo Bento Ribeiro

SENSOR QUÍMICO BASEADO EM MICROPONTE DE
IMPEDÂNCIA

*CHEMICAL SENSOR BASED ON IMPEDANCE
MICROBRIDGE*

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Elétrica da Faculdade de Engenharia Elétrica e de Computação da Universidade Estadual de Campinas para obtenção do título de Mestre em Engenharia Elétrica. Área de Concentração: **Eletrônica, Microeletrônica e Optoeletrônica.**

Master dissertation presented to the Electrical Engineering Postgraduation Program of the School of Engineering Electrical of the University of Campinas to obtain the M.Sc. grade in Engineering Electrical, in field of: **Electronic, Microelectronic and Optoelectronic.**

Orientador: Prof. Dr. Fabiano Fruett

Tutor: Associate Professor Fabiano Fruett

Campinas – SP
2012

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

R354s Ribeiro, Luiz Eduardo Bento
Sensor químico baseado em microponete de impedância / Luiz Eduardo Bento Ribeiro. --Campinas, SP: [s.n.], 2012.

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

1. Microfluídica. 2. Impedância (Eletricidade). I. Fruett, Fabiano, 1970-. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia Elétrica e de Computação. III. Título.

Título em Inglês: Chemical sensor based on impedance microbridge

Palavras-chave em Inglês: Microfluidics, Impedance (Electricity)

Área de concentração: Eletrônica, Microeletrônica e Optoeletrônica

Titulação: Mestre em Engenharia Elétrica

Banca examinadora: José Alberto Fracassi da Silva, Leandro Tiago Manera

Data da defesa: 31-07-2012

Programa de Pós Graduação: Engenharia Elétrica

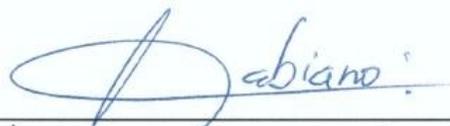
COMISSÃO JULGADORA - TESE DE MESTRADO

Candidato: Luiz Eduardo Bento Ribeiro

Data da Defesa: 31 de julho de 2012

Título da Tese: "Sensor químico baseado em microprobe de impedância"

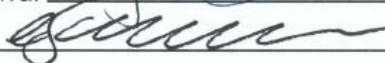
Prof. Dr. Fabiano Fruett (Presidente): _____



Prof. Dr. Jose Alberto Fracassi da Silva: _____



Prof. Dr. Leandro Tiago Manera: _____



*Dedico esse trabalho aos meus pais e ao meu irmão,
pois foram minha força motivadora.*

Agradecimentos

Agradeço primeiramente a Deus, minha fortaleza, pelo dom da vida.

Aos meus pais, Hosano e Líria, que foram inspiração para minhas lutas, apoio nos momentos difíceis, e a quem devo minhas vitórias. Ao meu irmão e amigo Paulo Henrique por sempre estar disposto a ajudar. À minha namorada, Andressa Augusta, pelos momentos vividos, fossem eles bons ou ruins, pelo carinho e incentivo. A toda minha família pelo apoio.

Ao meu orientador, professor Dr. Fabiano Fruett, pela solicitude, pela paciência e pela confiança em mim depositada. Aos amigos Juan, Diana, Cecília e Glauco pelas opiniões e auxílio. A todos os colegas do LSM que sempre acrescentaram, com seus olhares críticos, melhorias ao projeto: Juvenil, Heilordt, Marco, Vitor, Marcel, Guilherme. Ao amigo Carlo Giuliano que sempre demonstrou prontidão para ajudar tanto dentro quanto fora do laboratório.

À equipe do laboratório de microfabricação do LNLS, em especial, Angelo Gobbi e Maria Helena pela disposição em ajudar e a realizar o trabalho. Ao Pádua e ao professor Dr. Flávio Plentz da UFMG por terem cedido parte de sua agenda para que pudéssemos fabricar as fotomáscaras. Ao professor Dr. José Alexandre Diniz e ao Jair Fernandes por terem auxiliado na montagem do aparato de teste no Centro de Componentes Semicondutores da Unicamp.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) e ao INCT NAMITEC pelo apoio financeiro.

Resumo

A integração de sistemas microeletrônicos em *lab-on-a-chip* está sendo cada vez mais necessária para concretizar novas aplicações dentro do emergente campo da microfluídica. Tanto na química quanto na bioquímica e até mesmo na medicina e bioengenharia, a microfluídica evolui conquistando um espaço crescente. Entretanto, desafios tecnológicos residem na sua complexa fabricação e integração com sistemas eletrônicos.

Neste trabalho, foi desenvolvido um sistema sensor que emprega métodos de fabricação compatíveis tanto com a microeletrônica quanto com a microfluídica. Este sistema sensor é baseado em uma microponte de impedância composta por quatro capacitores interdigitados. Neste sistema, o fluido, guiado por um canal ou armazenado em um reservatório fabricado em polidimetilsiloxano (PDMS), passa sobre a microponte enquanto um termistor, fabricado no mesmo substrato, permite monitorar a temperatura do sistema durante a medida. A microponte é formada de eletrodos interdigitados arranjados de forma a permitir a utilização de um circuito eletrônico de condicionamento que pode ser construído bem próximo do elemento sensor.

O trabalho foi validado comparando-se a função de transferência experimental do sensor, usando como analito a mistura etanol-água, com a função de transferência teórica obtida através de simulação baseada em elementos finitos. Identificamos a importância da deposição de um filme fino de boa qualidade para a proteção dos eletrodos de referência e sua influência na função de transferência experimental.

Ainda, devido à utilização de materiais inertes como ouro, vidro e PDMS, o sistema sensor, com alguns ajustes, pode ser empregado para outras aplicações: desde o monitoramento da pureza e concentração de líquidos até a caracterização de filmes finos sensíveis a patógenos e fármacos.

Palavras-chave: *sensor químico, microfluídica, lab-on-a-chip, microponte de impedância.*

Abstract

The integration of microelectronic systems in lab-on-a-chip is being increasingly required to implement new applications on the emerging field of microfluidics. Both in chemistry and biochemistry, and even in medicine and bioengineering, microfluidics evolves gaining a growing space. However, technological challenges lie in its complex manufacturing and integration with electronic systems.

In this work, we developed a sensor system that employs both fabrication methods compatible with microelectronics and with microfluidics. This sensor system is based on an impedance microbridge composed of four interdigitated capacitors. In this system, the fluid which is guided by a channel or is stored in a reservoir made of polydimethylsiloxane (PDMS), passes over the microbridge while a thermistor fabricated on the same substrate allows monitoring of the system temperature during the measurement. The microbridge is made of interdigitated electrodes arranged so as to allow the use of an electronic conditioning circuit that can be built very close to the sensor element.

The study was validated by comparing experimental transfer function of the sensor, using the ethanol-water mixture as analyte, with the theoretical transfer function obtained by simulation based on finite element method. We identified the importance of depositing a good quality thin film for the protection of reference electrodes and its influence on experimental transfer function.

Also, due to the use of inert materials such as gold, glass and PDMS, the sensor system, with some adjustments, can be used for other applications: from monitoring of the concentration and purity of liquid to the characterization of thin films sensitive to drugs and pathogenic agents.

Keywords: *chemical sensor, microfluidics, lab-on-a-chip, impedance microbridge.*

Sumário

LISTA DE FIGURAS.....	XI
LISTA DE TABELAS	XIV
LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS	XV
LISTA DE SÍMBOLOS	XVI
CAPÍTULO 1.....	18
INTRODUÇÃO E MOTIVAÇÃO.....	18
1.1 OBJETIVO DO TRABALHO.....	20
1.2 ORGANIZAÇÃO DA DISSERTAÇÃO	20
CAPÍTULO 2.....	22
CONCEITOS INTRODUTÓRIOS	22
2.1 SENSORES.....	22
2.2 PRINCIPAIS CARACTERÍSTICAS DE UM SENSOR	23
2.2.1 Função de transferência.....	23
2.2.2 Fundo de escala de saída	24
2.2.3 Fundo de escala de entrada.....	24
2.2.4 Sensibilidade	25
2.2.5 Não linearidade	25
2.2.6 <i>Offset</i>	26
2.2.7 Saturação.....	26
2.2.8 Histerese	26
2.3 SENSORES QUÍMICOS	27
2.4 CONSTANTE DIELETRICA.....	29
2.5 CAPACITORES INTERDIGITADOS	31
CAPÍTULO 3.....	33
PROJETO	33
3.1 PROJETO DOS CAPACITORES	33
3.1.1 Método analítico	33

3.2	GEOMETRIA DOS SENSORES CAPACITIVOS:	38
3.3	SIMULAÇÃO.....	39
3.4	FUNÇÃO DE TRANSFERÊNCIA TEÓRICA DO SENSOR	42
3.5	PROJETO DA PONTE CAPACITIVA	46
3.6	PROJETO DO TERMISTOR.....	47
3.7	DESENHO DAS FOTOMÁSCARAS.....	48
CAPÍTULO 4.....		51
FABRICAÇÃO.....		51
4.1	CONFECÇÃO DAS FOTOMÁSCARAS	51
4.2	FABRICAÇÃO DOS CAPACITORES.....	52
4.3	FABRICAÇÃO DO TERMISTOR.....	54
4.4	PROTEÇÃO DOS FILMES METÁLICOS.....	56
4.5	ISOLAÇÃO DOS CAPACITORES DIFERENCIAIS	56
4.6	FABRICAÇÃO DO MICRO CANAL	57
4.7	SELAGEM	58
CAPÍTULO 5.....		59
CARACTERIZAÇÃO DO DISPOSITIVO.....		59
5.1	CARACTERIZAÇÃO DO TERMISTOR	59
5.2	CARACTERIZAÇÃO DO CAPACITOR.....	61
CAPÍTULO 6.....		65
CIRCUITOS DE CONDICIONAMENTO DOS SINAIS.....		65
6.1	PROJETO DO CIRCUITO DE CONDICIONAMENTO PARA PONTE DE IMPEDÂNCIAS	65
6.2	REALIZAÇÃO	66
6.3	SIMULAÇÃO DO CIRCUITO.....	67
6.4	AQUISIÇÃO DO SINAL DO SENSOR DE TEMPERATURA	69
CAPÍTULO 7.....		70
RESULTADOS EXPERIMENTAIS.....		70
7.1	PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS.....	70
7.1.1	Preparo das soluções.....	72
7.1.2	Realização do experimento	73
7.2	RESULTADOS EXPERIMENTAIS.....	74
7.3	DISCUSSÕES	78

CAPÍTULO 8.....	80
CONCLUSÕES.....	80
8.1 TRABALHOS FUTUROS.....	82
REFERÊNCIAS.....	83
PUBLICAÇÕES.....	85
APÊNDICE A.....	86
APÊNDICE B.....	87
APÊNDICE C.....	91
APÊNDICE D.....	100

Lista de Figuras

Figura 1 – Conversão de sinais de diferentes domínios dentro de um sensor.	22
Figura 2 - Esquema de um sensor passivo.....	23
Figura 3 - Esquema de um sensor ativo.	23
Figura 4 – Exemplo de função de transferência [12].	24
Figura 5 – Fundo de escala de saída e de entrada mostrados no gráfico da função de transferência.	25
Figura 6 - Não linearidade, offset e saturação representados no gráfico.	26
Figura 7 – Gráfico para cálculo da histerese.	27
Figura 8 - Sensor químico utilizando uma interface química.	28
Figura 9 - Sensor físico-químico.	28
Figura 10 - Exemplo de leiaute de um capacitor com eletrodos interdigitados.	31
Figura 11 - Parâmetros geométricos dos eletrodos interdigitados.	34
Figura 12 – Seção transversal dos interdigitados destacando planos equipotenciais com $V=0$	34
Figura 13 - Associação de capacitâncias internas e externas.	35
Figura 14 - Várias camadas sobre os eletrodos	35
Figura 15 - Identificação das dimensões do capacitor interdigitado.	39
Figura 16 - Seção transversal do capacitor interdigitado.	39
Figura 17 – Vista em planta da ponte simulada.	40
Figura 18 - Vista em perspectiva da ponte simulada.	40
Figura 19 - Identificação dos eletrodos da ponte de impedância.	41
Figura 20 - Gráfico da capacitância variável da ponte obtido pelo método de elementos finitos versus a constante dielétrica da solução.	42
Figura 21 - Gráfico da Concentração de etanol em água versus a constante dielétrica da solução.	43
Figura 22 – Tensão de saída da ponte de impedâncias versus a variação da capacitância nos elementos interdigitados.	45
Figura 23 – Função de transferência teórica de sensor quando exposto à mistura etanol-água.	46
Figura 24 - Esquema da ponte de impedâncias utilizada.	47
Figura 25 - Leiaute do termistor com distância expressas em μm	48
Figura 26 - Primeira máscara: termistor.	48

Figura 27 - Segunda máscara: ponte capacitiva, trilhas e contatos.	49
Figura 28 - Terceira máscara: proteção para os capacitores insensíveis ao fluido.	49
Figura 29 - Quarta máscara: exposição dos contatos elétricos.	50
Figura 30 - Quinta máscara: microcanais.	50
Figura 31 - LaserWriter LW405.	51
Figura 32 - Processo de fabricação das estruturas capacitivas.	52
Figura 33 - Lâminas de vidro utilizadas como substrato.	53
Figura 34 - Capacitores fabricados em micro ponte de impedância.	54
Figura 35 - Sequência do processo de fabricação dos termistores.	54
Figura 36 - Inspeção do termistor no microscópio.	55
Figura 37 - Vista em perspectiva do termistor fabricado.	55
Figura 38 - Desenho da ponte com capacitores isolados com SU-8.	56
Figura 39 - Processo de isolamento dos capacitores.	57
Figura 40 - Moldagem dos microcanais.	57
Figura 41 - Processo de selagem.	58
Figura 42 - Aparato de caracterização do termistor.	59
Figura 43 - Variação da resistência com a temperatura no termistor.	61
Figura 44 - Aparato de caracterização do capacitor.	61
Figura 45 - Mapa de pontes e impedâncias.	62
Figura 46 - Ponteiras utilizadas na caracterização dos capacitores interdigitados.	64
Figura 47 - Esquema simplificado do circuito de condicionamento de sinais da ponte de impedância.	65
Figura 48 - PCI do circuito da ponte de impedâncias.	66
Figura 49 - Suporte para conexão do circuito de condicionamento com o sistema sensor.	66
Figura 50 - Resposta em frequência do circuito.	67
Figura 51 - Gráfico do sinal de saída da ponte de impedâncias.	68
Figura 52 - Gráfico do sinal de saída do circuito completo, após detector de pico.	68
Figura 53 - Método quatro pontas.	69
Figura 54 - Circuito de condicionamento destacando os sinais monitorados durante a realização dos experimentos.	71
Figura 55 - Aparato de teste.	71
Figura 56 - Montagem no interior da caixa metálica.	72
Figura 57 - Diferentes concentrações de etanol distribuídas em frascos.	73

Figura 58 – Sensores e detalhe do reservatório feito em PDMS.....	73
Figura 59 - Sensor em contato com ar.....	75
Figura 60 - Sensor em contato com água.....	76
Figura 61 - Sensor em contato com solução de 20% de etanol.....	76
Figura 62 - Sensor em contato com solução de 40% de etanol.....	76
Figura 63 - Sensor em contato com solução de 60% de etanol.....	76
Figura 64 - Sensor em contato com solução de 80% de etanol.....	77
Figura 65 - Sensor em contato com etanol (100%).	77
Figura 66 - Gráfico para o etanol.....	78
Figura 67 - Pequenas falhas observadas no filme de passivação.....	79

Lista de Tabelas

Tabela 1 - Constante dielétrica de alguns materiais [17].....	30
Tabela 2 - Equações necessárias para o cálculo de C_I e C_E	37
Tabela 3 - Concentração versus constante dielétrica [30].	43
Tabela 4 - Variação da resistência com a temperatura no termistor.	60
Tabela 5 - Caracterização das impedâncias para nove lâminas.	62
Tabela 6 - Tensão pico-a-pico de saída.....	75

Lista de Abreviaturas e Siglas

CAPES – Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior

CST – Computer Simulation Technology

DSIF – Departamento de Semicondutores Instrumentos e Fotônica

FEEC – Faculdade de Engenharia Elétrica e da Computação

FSI – Full Scale Input

FSO – Full Scale Output

GEM – Grupo de eletroforese e microssistemas de análise

IDC – Capacitores interdigitados

INCT NAMITEC – Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia de Sistemas Micro e

Nanoeletrônicos

IQ – Instituto de Química

LNLS – Laboratório Nacional de Luz Síncrotron

LOC – Lab-on-a-chip

LSM – Laboratório de Sensores Microeletrônicos

OVLN – Overload

PCI – Placa de Circuito Impresso

PDMS – Polidimetilsiloxano

PEC – Perfect Electric Conductor

PT100 – Sensor de temperatura de referência

SiP – System in a Packaging

SoC – System on a Chip

TCR – Coeficiente de térmico de resistência

UFMG – Universidade Federal de Minas Gerais

UNICAMP – Universidade Estadual de Campinas

uTAS – Microssistemas para análise total

Lista de Símbolos

λ - Comprimento de onda do sensor

a - Espessura do substrato

A_a - Área das placas em cm^2

A_h - Full Scale Output para o cálculo de histerese

b - Espessura dos eletrodos

B_h - Maior diferença entre as curvas de incremento e decremento de um sensor

C - Capacitância para um dielétrico

c - Espessura da proteção de SiO_2

C_0 - Capacitância para o vácuo

C_E - Capacitância externa

C_e - Concentração

C_h - Capacitância de uma camada

C_I - Capacitância interna

C_p - Capacitância paralela

C_u - Capacitância total do plano superior

d - Espessura da isolamento de SU-8

d_i - Distância em cm

e - Altura do fluido sobre a microponte de impedância

F_t - Função de transferência

G - Espaço entre dígitos

h - Espessura do filme fino

H - Histerese

k - Módulo da integral elíptica

$K(k)$ - Integral elíptica de primeira ordem de módulo "k"

k' - Módulo complementar da integral elíptica

l – Altura do cilindro

L – Comprimento dos dígitos

N – Número de eletrodos

N_p – Número total de placas

r – “Parâmetro r ” relação entre espessura do filme e comprimento de onda do sensor

R – Resistência

r_1 – Raio do cilindro externo

r_2 – Raio do cilindro interno

R_p – Resistência paralela

T – Temperatura

V_s – Tensão de saída do sensor

W – Largura dos dígitos

Z – Impedância

ε – Constante dielétrica

ε_r – Permissividade relativa

η – Taxa de metalização

Capítulo 1

Introdução e motivação

Assim como o desenvolvimento de microchips revolucionou a eletrônica, dispositivos para manipulação de fluidos em micro escala tem causado uma verdadeira revolução na área da análise química [1]. Essa tecnologia é chamada de microfluídica e possibilita mover, separar, misturar, bombear e controlar pequenas quantidades de fluidos – como líquidos e gases – em sistemas de pequenas dimensões que possuem canais, cavidades, bombas, válvulas e sensores. A importância dessa tecnologia emergente pode ser comprovada pelo destaque que vem recebendo na comunidade científica e pela quantidade crescente de publicações que envolvem o tema.

Desde o início da década de 80 tem-se observado as inúmeras vantagens na miniaturização dos dispositivos para fins analíticos. A necessidade de pequenas quantidades de amostra e reagentes, a baixa perda de insumos e a facilidade de controlar as reações químicas vieram aliadas à alta resolução e sensibilidade nas separações e detecções de substâncias, ao tempo de resposta rápida, ao baixo consumo de energia e ao baixo custo do dispositivo quando produzido em grande escala. Vantagens estas que abrem grandes possibilidades, sobretudo, para o desenvolvimento de dispositivos portáteis [2].

As aplicações vão do monitoramento de condições como pH, composições [3], solventes [4] e concentrações para cristalização proteica, até a utilização do fluxo laminar para novos sistemas ópticos nos quais líquidos de alto índice de refração fluem entre dois outros de baixo índice [5]. Outras aplicações também importantes estão na espectrometria de massa [6], no desenvolvimento de fármacos, na bioanálise, no exame e manipulação de células ou até mesmo

de moléculas e na síntese de componentes orgânicos. A manipulação de fluxos com várias fases, por exemplo, abre caminhos para a produção de polímeros, emulsões e espumas.

O que torna a microfluídica tão interessante é a sua promessa de se transformar em uma tecnologia com grande aplicação prática em um curto espaço de tempo e, portanto, em uma tecnologia bem sucedida comercialmente. A microfluidica voltada para a biomedicina [7] traz possibilidades de aplicações de alto valor agregado uma vez que possibilita o desenvolvimento de laboratórios portáteis que podem realizar análises ou exames no consultório médico ou na casa do próprio paciente para detecção precoce de doenças [8]. Além de colaborar com a indústria farmacêutica na pesquisa por novas drogas, genes, proteínas e metabólitos.

O desenvolvimento da microfluídica, no entanto, tem focado em demonstrar conceitos para explorar diferenças fundamentais entre propriedades físicas dos fluídos em escala macro, micrométrica e até nanométrica. Por enquanto, a microfluídica ainda não é vista como uma tecnologia prática [2]. Desde a década de 90 esforços estão sendo empenhados para a sua consolidação comercial. Os microssistemas para análise total (uTAS) e os *lab-on-a-chip* (LOC) são exemplos de dispositivos que conectam a ciência com a prática [9]. Entretanto, várias barreiras, principalmente a dificuldade de fabricação, impedem que produtos da microfluídica sejam protipados e cheguem ao mercado. Muitas dessas aplicações aguardam por soluções tecnológicas inovadoras e isso tem impulsionando o investimento em pesquisas e desenvolvimento nesta área.

O sensor proposto, mescla técnicas de fabricação da microeletrônica com materiais adequados à manipulação de fluidos, possibilitando uma melhor integração aos dispositivos microfluídicos.

Nosso dispositivo converte a impedância elétrica de um determinado fluido em um sinal elétrico que fornece informações sobre este fluido, tal como sua porcentagem de diluição. A detecção é feita com micro capacitores interdigitados facilitando, assim, o desenvolvimento de um sistema com o circuito eletrônico integrado ao elemento sensor, sendo esta uma configuração bem apropriada para um dispositivo portátil.

1.1 Objetivo do trabalho

O objetivo do trabalho é desenvolver um sistema sensor que monitore a impedância elétrica e a temperatura de fluidos em dispositivos microfluídicos. O desenvolvimento envolve o projeto, fabricação, caracterização e validação do sistema para que este se torne uma ferramenta útil na automação dos *lab-on-a-chip*.

Dentro do objetivo principal, procurou-se ainda fabricar um sistema:

- Utilizando a tecnologia nacional disponível,
- Com baixo custo para produção em larga escala sem abrir mão do uso de materiais inertes,
- E com menor dimensão possível desde que fosse garantida uma boa sensibilidade.

1.2 Organização da dissertação

Além desse capítulo preliminar, a dissertação está organizada em mais oito capítulos, que são sucintamente descritos a seguir:

Capítulo 2 – Conceitos introdutórios

Neste capítulo tratamos de assuntos fundamentais para o início do desenvolvimento do trabalho. Abordamos conceitos gerais sobre as características de sensores e focamos em algumas características dos sensores químicos. Também abordamos o conceito de capacitores interdigitados e justificamos sua escolha.

Capítulo 3 – Projeto

Neste capítulo detalhamos o projeto do sensor de impedância elétrica, do sensor de temperatura e mostramos suas dimensões. Descrevemos os parâmetros para os capacitores interdigitados utilizados na simulação baseada em elementos finitos e obtivemos a função de transferência teórica do sensor quando empregado à análise da mistura de etanol e água. Por fim, definimos o desenho de cada fotomáscara utilizada no processo.

Capítulo 4 – Fabricação

Neste capítulo relacionamos os métodos de fabricação, materiais e equipamentos utilizados. A sequência do processo é mostrada para cada fase de construção do sistema sensor, assim como as imagens dos elementos fabricados.

Capítulo 5 – Caracterização do dispositivo

Neste capítulo descrevemos as montagens utilizadas para caracterizar os termistores e os capacitores fabricados. Os dados obtidos na caracterização foram apresentados em gráficos e tabelas para proporcionar uma visão geral sobre a qualidade de fabricação dos componentes.

Capítulo 6 – Circuitos de condicionamento dos sinais

Este capítulo refere-se ao projeto do circuito de aquisição dos dados fornecidos pela ponte capacitiva e ao método de medida da resistência sensível à temperatura.

Capítulo 7 – Resultados experimentais

Neste capítulo são mostrados os detalhes dos procedimentos experimentais, a função de transferência experimental do sensor e ainda é apresentada uma discussão sobre os efeitos observados durante os experimentos.

Capítulo 8 – Conclusão

No último capítulo finalizamos com uma visão geral do trabalho e a conclusão final. Adicionamos também sugestões para trabalhos futuros.

Capítulo 2

Conceitos introdutórios

2.1 Sensores

Um sensor é um conversor de energia que converte um sinal de um domínio não elétrico em um sinal do domínio elétrico [10]. O sinal no domínio elétrico é normalmente condicionado e interpretado por um sistema que, por exemplo, pode ser um instrumento integrante de uma malha de controle.

Estímulos entre vários domínios de sinal, sendo: radiante, químico, mecânico, magnético e térmico podem ser convertidos no domínio elétrico, conforme mostrado na Figura 1.

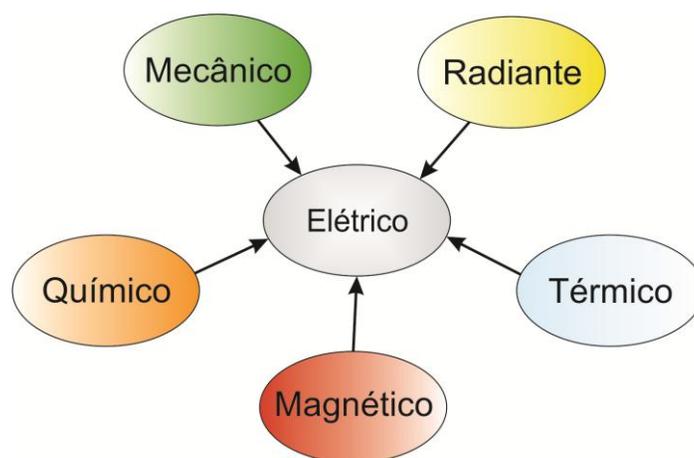


Figura 1 – Conversão de sinais de diferentes domínios dentro de um sensor.

Os sensores podem ser divididos em passivos e ativos. Os sensores passivos não necessitam de nenhuma fonte externa de energia além daquela presente no sinal de entrada, que normalmente não pertence ao domínio elétrico. Como exemplo tem-se os microfones piezoelétricos. Já os sensores ativos necessitam de uma fonte de energia externa, normalmente chamada de fonte de polarização. A Figura 2 e a Figura 3 a mostram o fluxo do sinal e energia dentro dos sensores passivo e ativo, respectivamente.

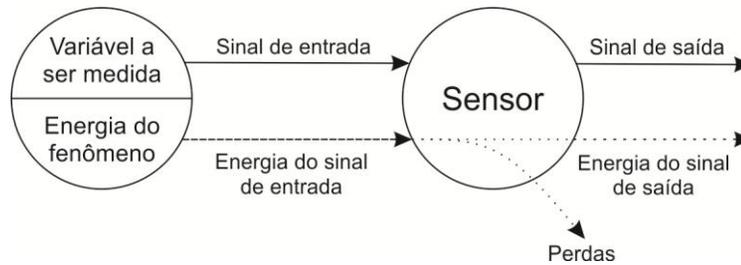


Figura 2 - Esquema de um sensor passivo

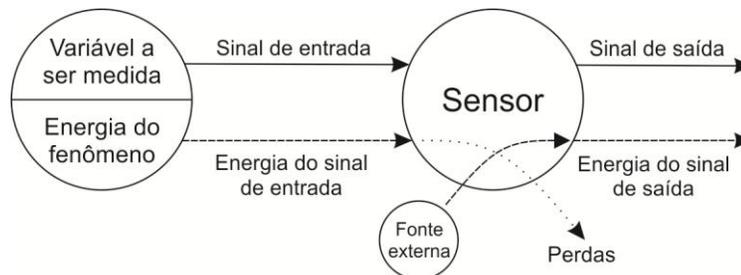


Figura 3 - Esquema de um sensor ativo.

2.2 Principais características de um sensor

Uma revisão das principais características dos sensores é apresentada a seguir.

2.2.1 FUNÇÃO DE TRANSFERÊNCIA

Relaciona por meio de tabelas de valores, gráficos ou de equações matemáticas o sinal de entrada físico do sensor com o seu sinal de saída elétrico [11]. Normalmente a função de transferência é linear, logarítmica, exponencial ou polinomial. Existem casos, porém, em que os

sensores são calibrados individualmente tendo a sua curva de calibração certificada como função de transferência. A Figura 4 mostra um exemplo gráfico de uma função de transferência.

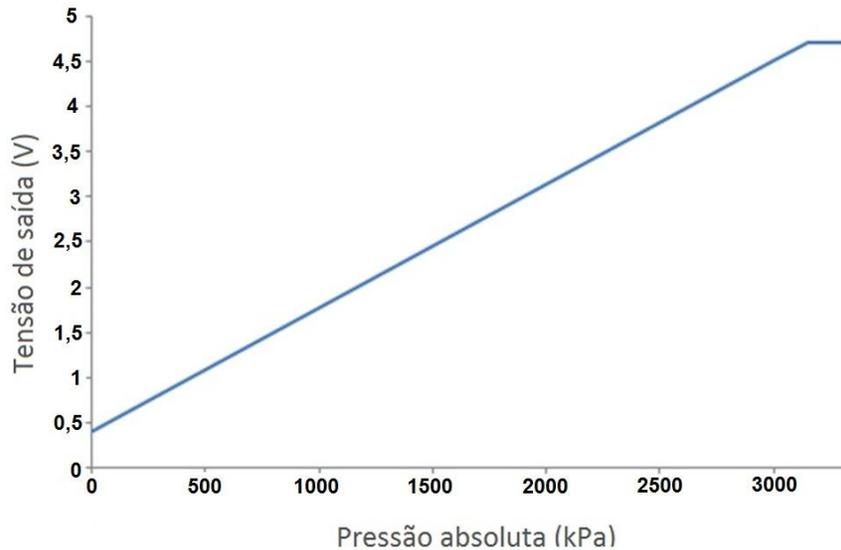


Figura 4 – Exemplo de função de transferência [12].

2.2.2 FUNDO DE ESCALA DE SAÍDA

A diferença algébrica entre os pontos extremos da saída suportada pelo sensor é chamada de fundo de escala de saída ou *Full Scale Output* (FSO) [13]. A Figura 5 mostra como encontrar o FSO através do gráfico da função de transferência.

2.2.3 FUNDO DE ESCALA DE ENTRADA

A diferença entre o valor máximo e mínimo de entrada que resulta em um sinal de saída não saturado é definido como fundo de escala de entrada ou *Full Scale Input* (FSI). Isto é, a faixa de sinais físicos de entrada que podem ser convertidos em sinais elétricos pelo sensor [13]. Na Figura 5 o FSI foi identificado.

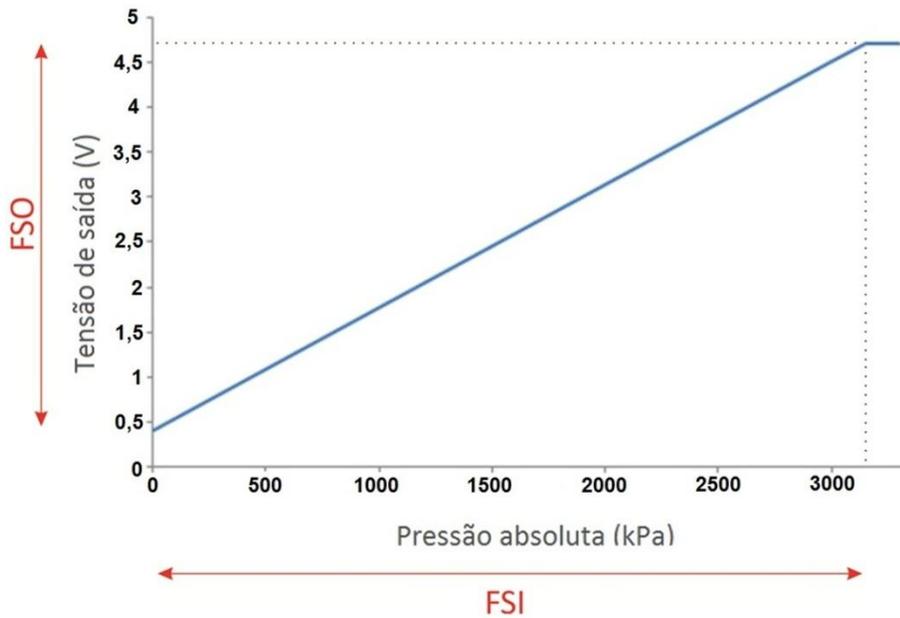


Figura 5 – Fundo de escala de saída e de entrada mostrados no gráfico da função de transferência.

2.2.4 SENSIBILIDADE

A razão entre a variação do sinal de saída pela variação do sinal de entrada é chamada de sensibilidade. Ela pode ser infinitesimal, no caso não linear; finita, para sensores lineares com *offset*; ou total, quando o sensor linear não possui *offset* [11]. A sensibilidade é útil também na comparação do desempenho de sensores similares.

2.2.5 NÃO LINEARIDADE

O cálculo da não linearidade (Figura 6) é feito através do desvio máximo da curva de calibração e a curva de uma faixa dinâmica especificada do sensor. A não linearidade pode ser dividida em:

- Linearidade independente: quando o desvio máximo é calculado entre o valor medido e uma reta que melhor se aproxima do conjunto de pontos medidos. Métodos estatísticos são utilizados para determinar essa reta;
- Linearidade de pontos finais: o desvio máximo é calculado a partir de uma reta que possui os pontos extremos da curva de calibração;

- Linearidade baseada em zero: o desvio máximo é calculado a partir de uma reta que possui o menor valor da curva de calibração e o menor desvio máximo.

2.2.6 OFFSET

O sinal de saída de um sensor quando nenhum estímulo é aplicado à entrada chama-se *offset*. O *offset* pode também variar com o tempo devido a variações intrínsecas do sensor, por efeitos de memória, descasamento entre componentes ou até mesmo pela técnica de medida. O *offset* também é identificado na Figura 6.

2.2.7 SATURAÇÃO

O ponto limite de operação do sensor é chamado de saturação, pois a partir dele o sinal de saída não corresponde mais com o sinal de entrada como mostrado na Figura 6.

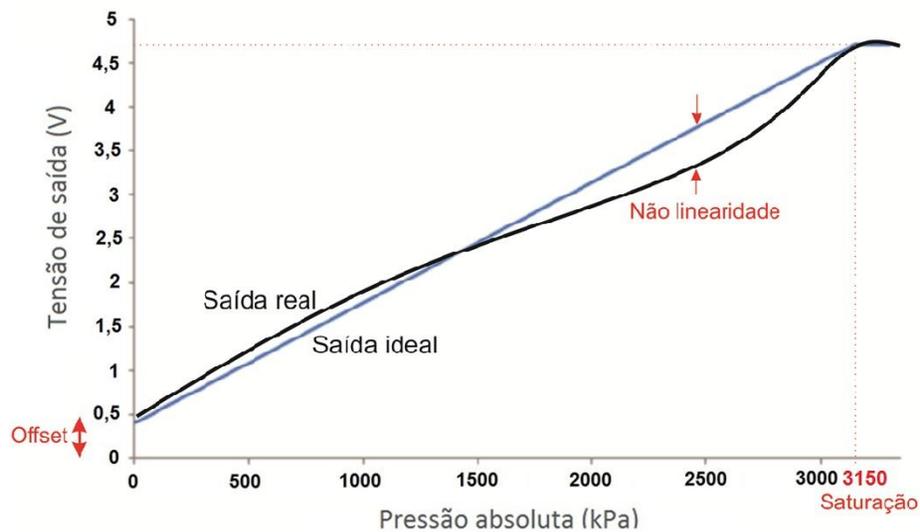


Figura 6 - Não linearidade, offset e saturação representados no gráfico.

2.2.8 HISTERESE

Quando o sensor armazena uma memória do sinal de entrada, sobre uma mudança estrutural, por exemplo, é comum que ocorram diferenças na saída quando o mesmo sinal é medido com incremento ou decremento. A histerese é medida conforme a equação:

$$H = \frac{B}{A} \times 100\% \quad (1)$$

Sendo que, H representa o valor da histerese; B , a maior diferença entre as curvas de incremento e decremento e A , o valor do FSO. Na Figura 7 podemos identificar tais variáveis.

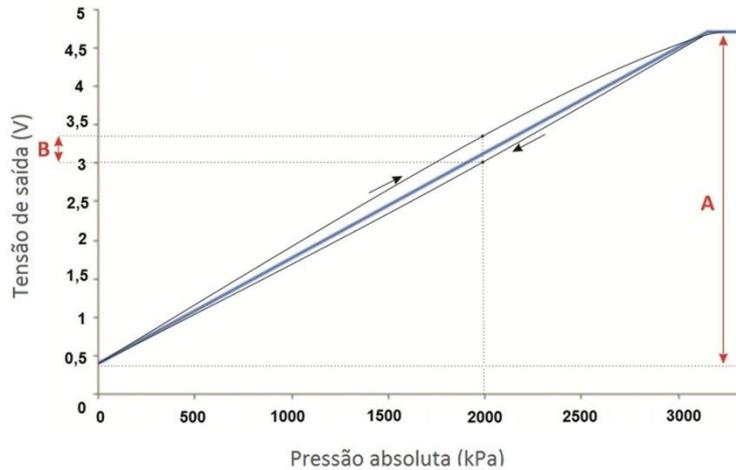


Figura 7 – Gráfico para cálculo da histerese.

2.3 Sensores químicos

Sensores químicos e biossensores são definidos como dispositivos de medição que utilizam reações químicas ou biológicas para detectar e quantificar um evento ou um analito específico. Ainda, de acordo com o *National Materials Advisory Board*, os sensores químicos são aparelhos ou instrumentos que determinam a presença, a concentração ou quantidade de um dado analito [10].

Embora as definições acima pareçam similares, elas apresentam particularidades. Estas particularidades surgem devido a grande diversidade de sensores, dispositivos e instrumentos dedicados a medida de variáveis químicas.

O esquema de um sensor químico dotado de uma interface de condicionamento de sinais é mostrado na Figura 8. Neste caso, as moléculas do fluido em análise (analito alvo) aderem a um local de reconhecimento (um produto químico ou interface bioquímica), que está localizado sobre um transdutor. A interface geralmente é uma camada seletiva quimicamente sensível. A aderência do fluido à camada faz com que a mudança da interface seja convertida em um sinal

elétrico pelo transdutor. Posteriormente, um circuito eletrônico modifica a saída do transdutor em um sinal elétrico adequado.

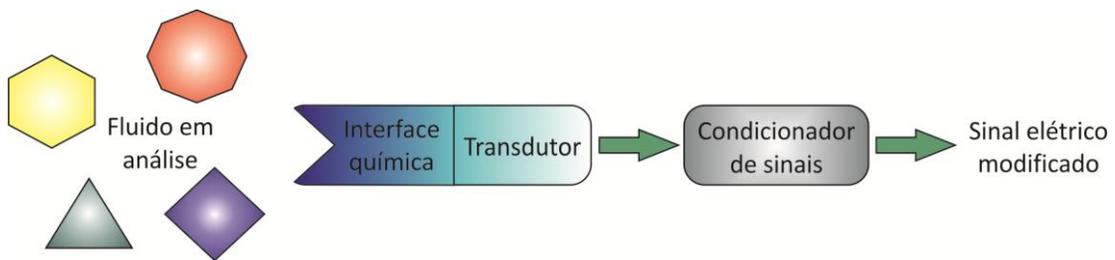


Figura 8 - Sensor químico utilizando uma interface química.

Quando os sensores detectam propriedades químicas de um fluido através da medição de fenômenos ou de suas propriedades físicas, os chamados sensores físico-químicos, não é necessário adicionar um produto químico ou uma interface bio-química para adsorção ou dessorção das moléculas do fluido em análise. O projeto desta dissertação baseia-se no desenvolvimento de um sensor físico-químico. A representação esquemática de um sensor físico-químico é mostrada na Figura 9. O aspecto mais atraente deste tipo de sensor é o seu projeto menos complexo, reduzindo assim seu tempo de desenvolvimento. Alguns sensores físico-químicos são seletivos enquanto outros não são. Neste último caso, são aplicadas técnicas preliminares de separação para atingir a seletividade necessária.

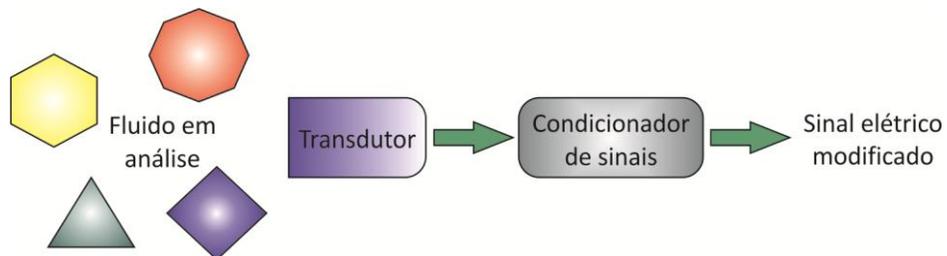


Figura 9 - Sensor físico-químico.

2.4 Constante dielétrica

Sob a ação de um campo elétrico, os elétrons podem se mover livremente através de condutores, enquanto que nos materiais isolantes esse campo desloca apenas levemente o elétron de sua posição de equilíbrio [14]. O campo elétrico polariza o dielétrico, pois causa a separação das cargas positivas e negativas. A polarização ocorre como resultado de dois efeitos, o da indução e o da orientação. Um campo elétrico sempre induz dipolos em moléculas em que está atuando. Se o dielétrico contém moléculas que são dipolos permanentes, o campo tende a alinhar esses dipolos ao longo de sua própria direção [15].

Como resultado da indução ou da orientação percebe-se experimentalmente que quando um dielétrico é introduzido entre as placas de um capacitor, a capacitância varia de acordo com a constante dielétrica “ ϵ ”. Assim, se “ C_0 ” é a capacitância com vácuo entre suas placas, a capacitância “ C ” com um dielétrico entre as placas é dada por:

$$C = \epsilon \times C_0 \quad (2)$$

Desta forma, a constante dielétrica de uma substância pode ser encontrada. Em geral, quanto mais polar é a substância maior é a sua constante dielétrica. Isto é válido para substâncias com grupos mono funcionais e geralmente também se aplica para substâncias que têm mais de um grupo funcional, mas há exceções. Por exemplo, o dioxano [16], com dois grupos de éter tem uma constante dielétrica bastante baixa, embora seja um solvente muito polar. O valor baixo da constante dielétrica resulta do fato de que os dois dipolos estão eletricamente em oposição e, assim, um parcialmente neutraliza o efeito da cada carga do outro. A Tabela 1 apresenta as constantes dielétricas de alguns materiais e substâncias de interesse que serão empregados no projeto desta dissertação.

Tabela 1 - Constante dielétrica de alguns materiais [17].

Dielétrico	Constante dielétrica
Ar	1,0006
Água (0°C)	88
Água (20°C)	80,4
Água (100°C)	55,3
Etanol (25°C)	24.3
PDMS	2,3 – 2,8
SU-8	3
Vidro (Corning®)	6,5

Na maioria das vezes os sensores capacitivos são de placa cilíndrica ou paralela. Para uma maior eficiência, o volume do dielétrico tem que ser muito pequeno e, como a sensibilidade está diretamente relacionada à capacitância do sistema, as placas têm de estar muito próximas.

Considerando ϵ a constante dielétrica, “ N_p ” o número total de placas, “ A_a ” a área das placas em cm^2 e “ d_i ” a distância entre as placas em cm, para um capacitor de placas paralelas, a capacitância é dada por [15]:

$$C = \frac{8,85 \cdot 10^{-2} \times (N_p - 1) \times A \times \epsilon}{d_i} \quad (3)$$

Se “ l ” for a altura do cilindro em cm, “ r_1 ” for o raio do cilindro externo, “ r_2 ” for o raio do cilindro interno, para um capacitor cilíndrico, a capacitância é dada por [15]:

$$C = \frac{0,2416 \cdot \epsilon \cdot l}{\log \frac{r_1}{r_2}} \quad (4)$$

2.5 Capacitores interdigitados

Desde os anos 70, os capacitores interdigitados (IDC) têm sido estudados e aplicados em diversas áreas da ciência [18]. As aplicações para estas estruturas incluem a sua utilização em circuitos integrados de micro-ondas, dispositivos de ondas acústicas de superfície, dispositivos de micro-ondas opticamente controlados, transdutores elétrico-acústico e no estudo de propriedades dielétricas de filmes finos. Atualmente, os IDC têm chamado à atenção nos estudos feitos com sensores químicos [19] e de umidade [20].

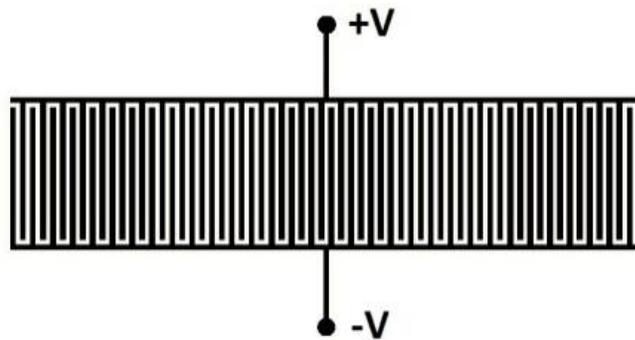


Figura 10 - Exemplo de leiaute de um capacitor com eletrodos interdigitados.

A miniaturização cada vez mais acentuada dos eletrodos simplifica e torna a fabricação em larga escala mais barata e também facilita a utilização destas estruturas para várias aplicações sem alterar significativamente o seu projeto. Por isso, os capacitores interdigitados têm sido amplamente estudados em sensores baseados na variação da impedância elétrica de fluidos [4].

Com os IDC é possível detectar contaminação ou degradação de líquidos assim que elas começam a acontecer reduzindo os altos custos de uma manutenção tardia e, por outro lado, evitando uma manutenção desnecessária [21]. Essa detecção é possível, pois alterações na concentração de aditivos e contaminantes e também o grau de oxidação afetam as propriedades electroquímicas dos fluidos industriais [22]. Além disso, a técnica de espectroscopia de impedância [23] eletroquímica demonstrou um grande potencial para a análise de fluidos industriais complexos com alta resistência.

Vários estudos estão sendo realizados para investigar as propriedades eletrostáticas dos eletrodos interdigitados, para desenvolver modelos mais adequados para o cálculo de sua capacitância. Existem equações que foram desenvolvidas para permitir a análise do desempenho de dispositivos com capacitores interdigitados que proporcionam uma avaliação do desempenho do sensor em vários ambientes. Uma abordagem mais profunda será feita no capítulo de projeto [24].

Os capacitores interdigitados podem ser fabricados emprestando técnicas de microeletrônica e assim podem ser integrados em sistemas monolíticos – SoC (*System on a Chip*) – ou semi-monolíticos – SiP (*System in a Package*) – [25] perfazendo um sistema ou instrumento de medida com capacidade de processamento e transmissão de dados.

Capítulo 3

Projeto

O projeto do sensor de impedância elétrica foi baseado em um método analítico. Esse método auxiliou na escolha das dimensões dos eletrodos interdigitados e dos filmes finos que, posteriormente, foram utilizadas como parâmetro nas simulações computacionais. Os dados obtidos serviram de base para a construção da função de transferência teórica do sensor quando este é submetido a diversas concentrações de mistura entre água e etanol.

3.1 Projeto dos Capacitores

3.1.1 MÉTODO ANALÍTICO

O estudo do projeto dos capacitores interdigitados, utiliza um modelo proposto por Rui Igreja e colaboradores [24]. O modelo apresenta expressões analíticas para a capacitância entre os dois eletrodos interdigitados com base em técnicas de mapeamento conforme. Este modelo foi formulado para sensores que utilizam eletrodos com qualquer largura e espaço entre dígitos, e também para um dispositivo com várias camadas de filmes finos com espessuras e permissividade diferentes. A estimativa da capacitância se dá utilizando os seguintes parâmetros: constante dielétrica dos materiais utilizados " ϵ ", o comprimento dos dígitos " L ", largura " W ", espaço entre os dígitos " G " e espessura do filme fino " h ". O modelo utilizado foi validado através da comparação dos resultados com outros modelos já utilizados na literatura, com dados experimentais e através de análise de elementos finitos.

A Figura 11 identifica alguns dos parâmetros geométricos no leiaute dos eletrodos interdigitados.

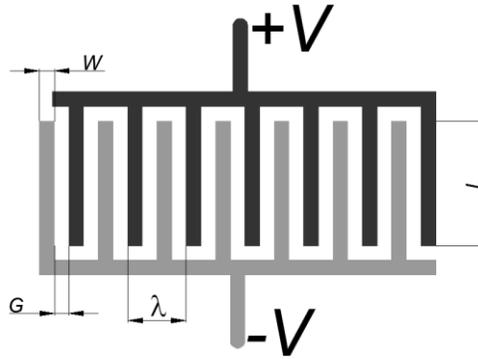


Figura 11 - Parâmetros geométricos dos eletrodos interdigitados.

O comprimento de onda do sensor “ λ ” é definido como sendo o dobro da soma da largura dos dígitos e do espaço entre eles:

$$\lambda = 2(W + G) \quad (5)$$

A taxa de metalização “ η ”, que relaciona a largura e o espaço entre dígitos, é definida como:

$$\eta = \frac{W}{W+G} = \frac{2W}{\lambda} \quad (6)$$

Outro parâmetro de grande importância é o parâmetro “ r ” que relaciona a altura do filme fino sobre o eletrodo com o comprimento de onda do sensor:

$$r = \frac{h}{\lambda} \quad (7)$$

Considerando que os eletrodos internos estão sempre carregados com tensões opostas, podemos imaginar um plano entre eles com um potencial zero como mostra a Figura 12:

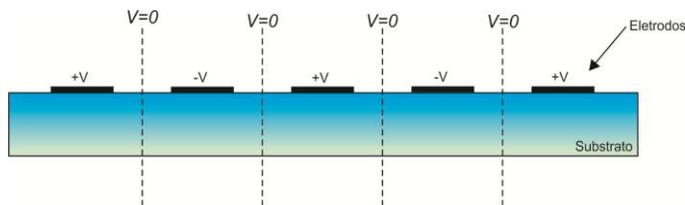


Figura 12 – Seção transversal dos interdigitados destacando planos equipotenciais com $V=0$.

O comprimento dos eletrodos é considerado infinito já que, a distância “ G ” entre eles é geralmente muito pequena em relação ao seu comprimento. A capacitância para uma camada

superior é computada fazendo a análise da malha para a capacitância superior, como mostrado na Figura 13. Sendo que, “ C_E ” e “ C_I ” representa o valor para a capacitância devido aos eletrodos externos e internos, respectivamente.

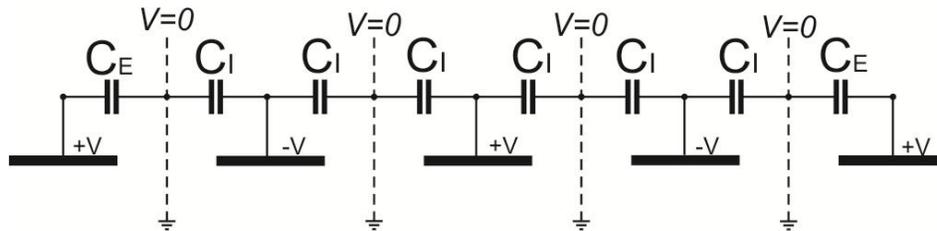


Figura 13 - Associação de capacitâncias internas e externas.

Sendo “ N ” o número de eletrodos, para estruturas com mais de três eletrodos a capacitância superior total é [24]:

$$C = (N - 3) \frac{C_I}{2} + 2 \frac{C_I C_E}{C_I + C_E} \quad (8)$$

O cálculo da capacitância devido ao plano inferior (substrato) é feita da mesma maneira e depois somada à capacitância do plano superior.

Técnica da capacitância parcial

Utilizando a técnica da capacitância parcial pode-se também calcular as capacitâncias internas e externas para um sensor com mais de uma camada dielétrica finita com diferentes permissividades e espessuras [24].

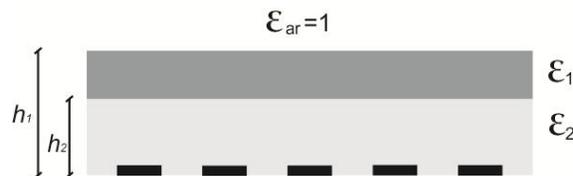


Figura 14 - Várias camadas sobre os eletrodos

Vários autores têm utilizado essa técnica que, apesar de ainda não ter sido completamente demonstrada, seus resultados tem sido bastante precisos [26], [27], [28] e [29]. Para um sensor com várias camadas a capacitância total é a soma das capacitâncias parciais:

$$C_u = C_{h=\infty} + (\varepsilon_1 - 1)C_{h=h_1} + (\varepsilon_2 - \varepsilon_1)C_{h=h_2} \quad (9)$$

Sendo que, “ C_u ” é a capacitância total do plano superior do capacitor e “ C_h ” é a capacitância de uma camada, que depende da sua altura e da geometria do eletrodo (interno ou externo).

Técnica do mapeamento conforme

O mapeamento conforme é utilizado para transformar os eletrodos interdigitados em capacitores de placas paralelas, que possuem uma capacitância conhecida. Como essa técnica é analítica pode-se demonstrar que a capacitância original se transformará em uma capacitância calculada a partir de placas paralelas. Após o mapeamento a capacitância interna pode ser calculada da seguinte forma:

$$C_I = \varepsilon_0 \varepsilon_r L \frac{K(k_I)}{K(k'_I)} \quad (10)$$

Sendo que, “ ε_r ” é a permissividade relativa, “ L ” o comprimento dos eletrodos, “ $K(k)$ ” a integral elíptica de primeira ordem com módulo “ k ” e o módulo complementar “ k' ”. Para a capacitância externa temos:

$$C_E = \varepsilon_0 \varepsilon_r L \frac{K(k_E)}{K(k'_E)} \quad (11)$$

O passo a passo para o cálculo do mapeamento conforme de “ C_I ” e de “ C_E ” é indicado na Tabela 2. Sendo que, “ v_2 ” e “ v_3 ” são funções teta de Jacobi e “ $sn(z, k)$ ” é a função elíptica de Jacobi de módulo “ k ”.

Tabela 2 - Equações necessárias para o cálculo de C_I e C_E .

	Eletrodos internos	Eletrodos externos
Para uma camada finita	$C_I = \varepsilon_0 \varepsilon_r L \frac{K(k_I)}{K(k'_I)}$ $k'_I = \sqrt{1 - k_I^2}$ $k_I = t_2 \sqrt{\frac{t_4^2 - 1}{t_4^2 - t_2^2}}$ $t_2 = \operatorname{sn}(K(k)\eta, k)$ $t_4 = \frac{1}{k}$ $k = \left(\frac{v_2(0, q)}{v_3(0, q)} \right)^2$ $q = \exp(-4\pi r)$	$C_E = \varepsilon_0 \varepsilon_r L \frac{K(k_E)}{K(k'_E)}$ $k'_E = \sqrt{1 - k_E^2}$ $k_E = \frac{1}{t_3} \sqrt{\frac{t_4^2 - t_3^2}{t_4^2 - 1}}$ $t_3 = \operatorname{cosh}\left(\frac{\pi(1 - \eta)}{8r}\right)$ $t_4 = \operatorname{cosh}\left(\frac{\pi(\eta + 1)}{8r}\right)$
Para uma camada infinita	$C_I = \varepsilon_0 \varepsilon_r \frac{K(k_{I\infty})}{K(k'_{I\infty})}$ $k_{I\infty} = \sin\left(\frac{\pi}{2}\eta\right)$	$C_E = \varepsilon_0 \varepsilon_r \frac{K(k_{E\infty})}{K(k'_{E\infty})}$ $k_{E\infty} = \frac{2\sqrt{\eta}}{1 + \eta}$

Capacitância interna e externa do sensor

O sensor desenvolvido neste trabalho possui apenas uma camada de proteção (SiO_2) acima dos eletrodos. Assim, a capacitância interna total do sensor interdigitado (IDS) é dado pela soma da parcela da capacitância no ar " $C_{I,AR}$ ", na camada protetora de SiO_2 " $C_{I,1}$ " e no substrato " $C_{I,S}$ ".

$$C_{I,IDS} = C_{I,AR} + C_{I,1} + C_{I,S} \quad (12)$$

Combinando a técnica de capacitâncias parciais e também a de mapeamento conforme encontra-se [24]:

$$C_{I,IDS} = \varepsilon_0 L \left(\frac{K(k_{I\infty})}{K(k'_{I\infty})} + (\varepsilon_1 - 1) \frac{K(k_{I,1})}{K(k'_{I,1})} + \varepsilon_S \frac{K(k_{I\infty})}{K(k'_{I\infty})} \right) \quad (13)$$

Utilizando o mesmo raciocínio para a capacitância externa tem-se:

$$C_{E,IDS} = \varepsilon_0 L \left(\frac{K(k_{E\infty})}{K(k'_{E\infty})} + (\varepsilon_1 - 1) \frac{K(k_{E,1})}{K(k'_{E,1})} + \varepsilon_S \frac{K(k_{E\infty})}{K(k'_{E\infty})} \right) \quad (14)$$

Capacitância total do sensor

A associação de capacitâncias internas e externas com mostrado na Figura 13 é utilizada para o cálculo da capacitância total do sensor [24]:

$$C_{IDS} = (N - 3) \frac{C_{I,IDS}}{2} + 2 \frac{C_{I,IDS} C_{E,IDS}}{C_{I,IDS} + C_{E,IDS}} \quad (15)$$

Com essa modelagem analítica, conclusões importantes podem ser tiradas para o projeto do capacitor, levando em conta a distância entre dígitos, altura máxima para qual o sensor é sensível, altura da camada de proteção, espessura do substrato, altura dos microcanais.

A razão entre a altura da camada sensível e o comprimento de onda do sensor (parâmetro “r”) reflete como um sensor irá responder a uma mudança na permissividade da camada sensível [24]. Não haverá sensibilidade a uma altura maior que a metade do comprimento de onda do sensor. Isso significa que a camada de proteção deve ser mais fina possível e que o fluido deve preencher uma altura de no mínimo duas vezes a largura do dígito.

3.2 Geometria dos sensores capacitivos:

O leiaute de um capacitor composto por eletrodos interdigitados é mostrado na Figura 15. A escolha dessas dimensões foi baseada na tecnologia de fabricação disponível e nas informações retiradas do método analítico.

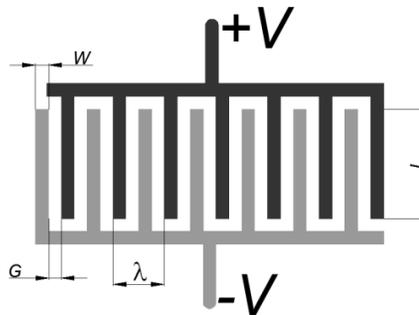


Figura 15 - Identificação das dimensões do capacitor interdigitado.

Os capacitores interdigitados possuem 64 dígitos e suas dimensões são: $W = 10\mu\text{m}$, $G = 10\mu\text{m}$ e $L = 265\mu\text{m}$, pois $10\mu\text{m}$ foi a menor distância confiável para tecnologia de fabricação disponível. A seção transversal deste capacitor, mostrando a espessura de cada camada pode ser vista na Figura 16, sendo que “a” corresponde à espessura do substrato ($100\mu\text{m}$), “b” à dos eletrodos ($0,1\mu\text{m}$), “c” à da proteção de SiO_2 ($0,3\mu\text{m}$), “d” à espessura da isolação em SU-8 ($50\mu\text{m}$) e “e” corresponde à altura do fluido sobre a ponte de impedância ($80\mu\text{m}$). O substrato utilizado na fabricação possui uma espessura de $1,6\text{mm}$, mas para facilitar a simulação utilizamos apenas $100\mu\text{m}$.

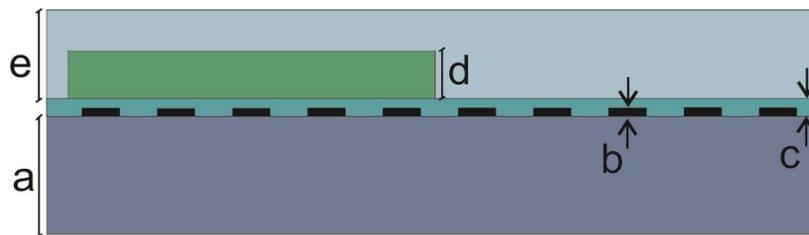


Figura 16 - Seção transversal do capacitor interdigitado.

3.3 Simulação

O software de simulação com elementos finitos utilizado foi o *CST*[®] (Computer Simulation Technology). Nele foi possível criar elementos que representassem o substrato, filmes finos e o microcanal considerando a geometria e a constante dielétrica de cada camada.

A Figura 17 mostra uma vista em planta da ponte de eletrodos simulada e na Figura 18 temos uma vista em perspectiva mostrando as espessuras dos materiais.

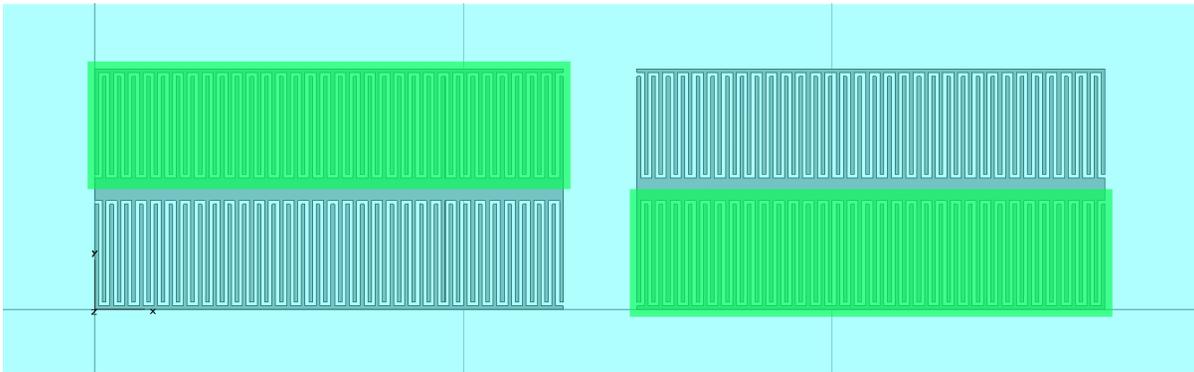


Figura 17 – Vista em planta da ponte simulada.

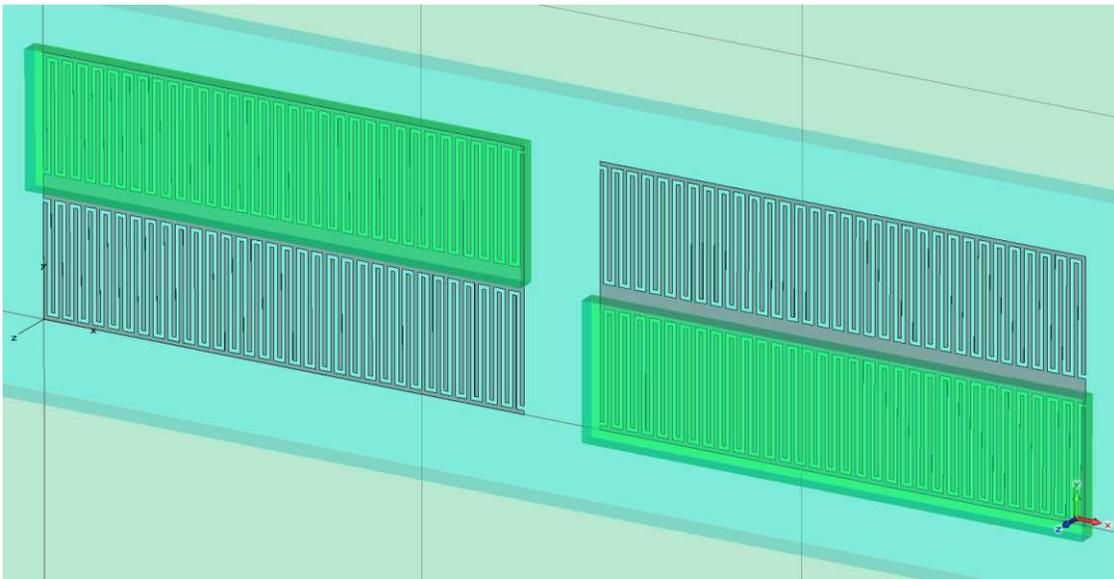


Figura 18 - Vista em perspectiva da ponte simulada.

Parâmetros dos materiais utilizados:

A seguir apresentamos os materiais utilizados na fabricação do sensor indicando sua constante dielétrica.

- Substrato: Vidro (*loss free*) com $\epsilon = 4,82$;

- Eletrodos: Metal (PEC);
- Proteção dos eletrodos: Quartzo (*loss free*) com $\epsilon = 3,78$;
- Isolação dos capacitores diferenciais: SU-8 com $\epsilon = 5$;
- Fluido: Material com constante dielétrica variável (ϵ variando de 25 até 85).

Essa variação de constante dielétrica para o fluido foi escolhida uma vez que utilizamos a mistura de água e etanol para validar o sensor.

Resultados da simulação:

O objetivo principal desta simulação é avaliar o valor da capacitância com cobertura de SU-8 e com o fluido sobre os dígitos.

A Figura 19 identifica cada eletrodo da ponte de impedância composta por quatro capacitores interdigitados.

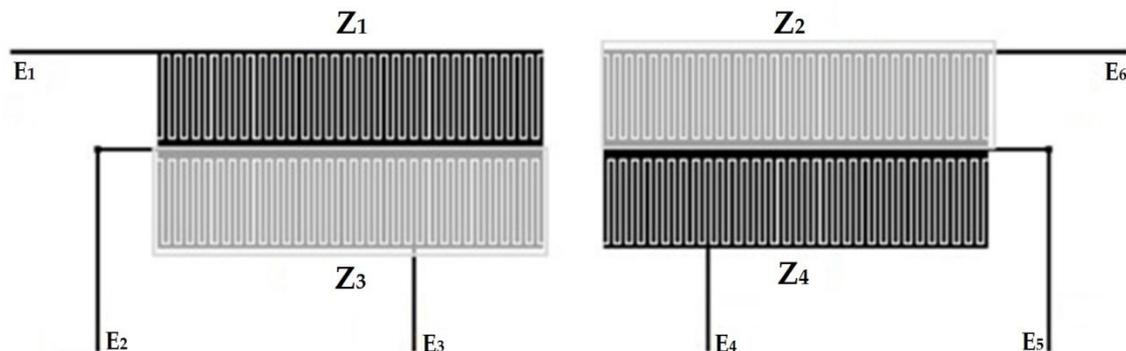


Figura 19 - Identificação dos eletrodos da ponte de impedância.

Conforme os resultados da simulação, os capacitores protegidos com SU-8 (Z_2 e Z_3), teoricamente insensíveis ao fluido, possuem uma capacitância fixa de aproximadamente 0,62 pF. Para os capacitores sensíveis ao fluido (Z_1 e Z_4), a variação foi de 1,94 até 3,56 pF. A figura abaixo mostra a dependência da capacitância de cada elemento da ponte em função da constante dielétrica da solução para Z_1 e Z_4 :

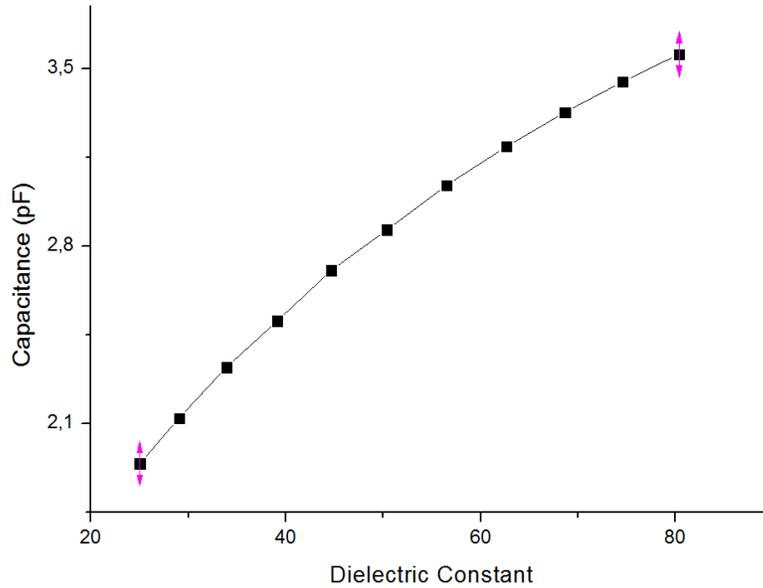


Figura 20 - Gráfico da capacitância variável da ponte obtido pelo método de elementos finitos versus a constante dielétrica da solução.

3.4 Função de transferência teórica do sensor

O sensor desenvolvido neste trabalho utiliza uma tensão de saída para estimar a constante dielétrica de um fluido. Dentre as diversas aplicações que fazem uso da caracterização da permissividade de fluidos, também é possível identificar a concentração da mistura de duas substâncias através da sua constante dielétrica. Para validar o sensor, foi escolhida a mistura de etanol e água por causa de sua fácil obtenção e amplo uso comercial. Assim, se o valor da constante dielétrica da água é predominante, sabemos que a mistura possui maior quantidade de água e, se a constante dielétrica se aproxima do etanol, sabemos que a concentração de etanol está aumentando.

A porcentagem da concentração de etanol irá, então, modificar a constante dielétrica total da mistura que, por sua vez, altera a capacitância dos elementos da ponte. Por fim, o circuito da ponte de impedâncias, que será mostrado no capítulo 6, converte a variação da capacitância em uma variação de tensão fornecendo um sinal de saída que estima a concentração da mistura analisada.

A relação entre concentração de etanol em água e constante dielétrica pode ser encontrada na literatura. Segundo Åkerlöf [30], essa relação pode ser descrita pela tabela abaixo quando a mistura estiver a 20°C:

Tabela 3 - Concentração versus constante dielétrica [30].

Porcentagem de etanol na água	Constante dielétrica
0	80,37
10	74,60
20	68,66
30	62,63
40	56,49
50	50,38
60	44,67
70	39,14
80	33,89
90	29,03
100	25,00

Para uma melhor visualização dos dados da tabela, podemos construir o seguinte gráfico:

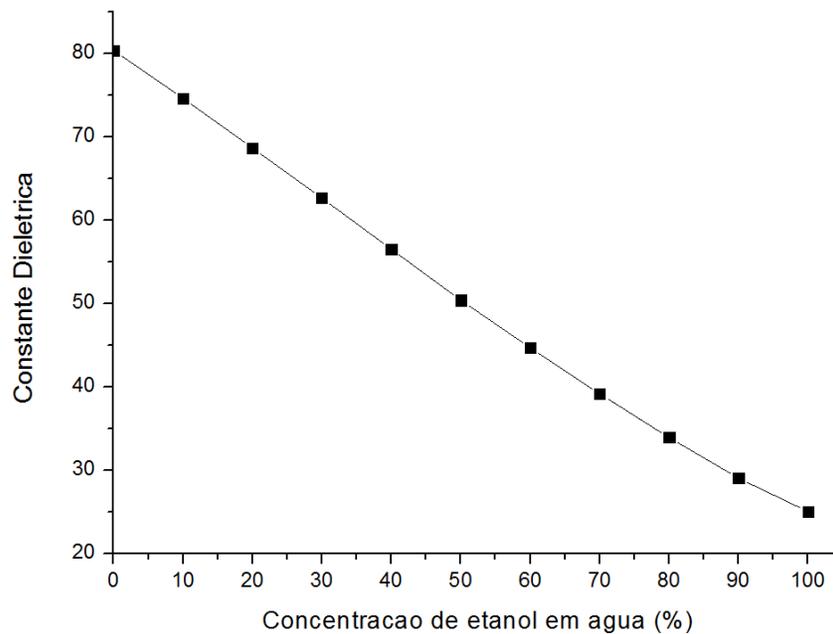


Figura 21 - Gráfico da Concentração de etanol em água versus a constante dielétrica da solução.

A relação entre concentração e a constante dielétrica podem ser descrita também com boa aproximação pelo seguinte polinômio de segundo grau:

$$\varepsilon = 80,94 - 0,65 \times C_e + 8,7 \cdot 10^{-4} \times C_e^2 \quad (16)$$

Sendo que, ε é a constante dielétrica da solução e C_e é a concentração, em porcentagem, de etanol na solução.

Com a simulação de elementos finitos realizada é possível encontrar a dependência da capacitância com a constante dielétrica para cada par de eletrodos. A capacitância dos eletrodos descobertos, quando submetidos a fluidos com constante dielétrica correspondente a cada proporção de mistura mostrada na Tabela 3, é representada no gráfico da Figura 20. Esta dependência pode ser descrita, com boa aproximação no intervalo de interesse, pela seguinte equação:

$$C = 0,74 + 5,4 \cdot 10^{-2} \times \varepsilon - 2,43 \cdot 10^{-4} \times \varepsilon^2 \quad (17)$$

Sendo que, C é a capacitância entre os eletrodos do capacitor exposto ao fluido.

Combinando os resultados da Figura 20 e Figura 21, podemos estimar a tensão de saída do sistema sensor utilizando os valores de capacitância resultantes da simulação de elementos finitos nos softwares *Capture* e *PSpice* da *OrCAD*®. O esquemático do circuito para tratar o sinal da ponte de impedância, que será descrito no capítulo 6 (Figura 47), foi desenhado no software *Capture* e as simulações para encontrar a tensão de saída de acordo com as capacitâncias foram realizadas no software *PSpice*. O resultado teórico da tensão de saída da ponte de impedância versus a variação da capacitância nos elementos interdigitados que não foram cobertos com fotoresiste é mostrado na Figura 22:

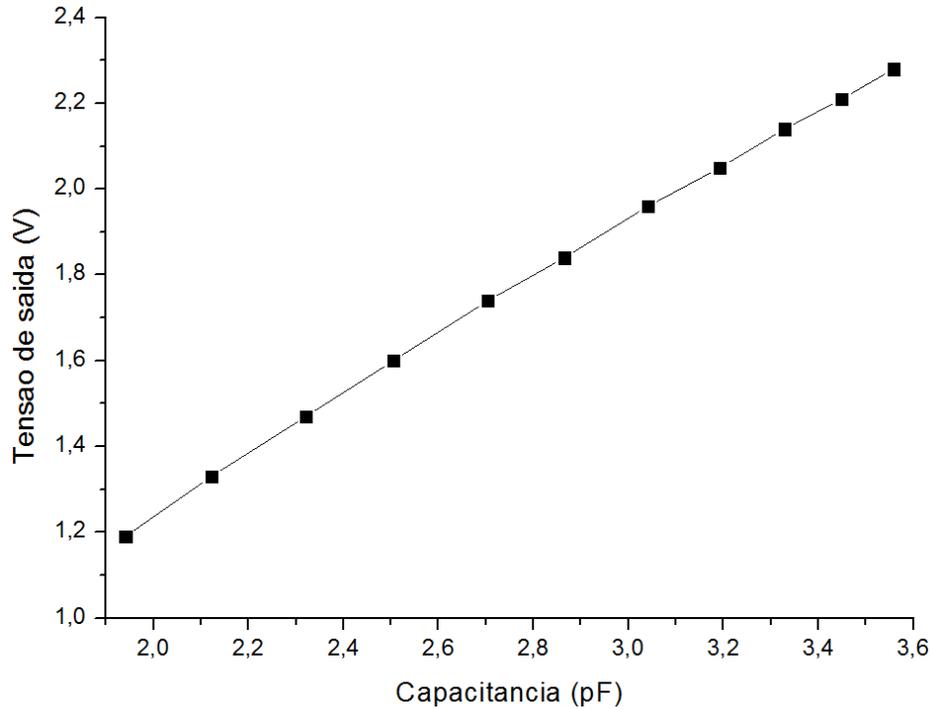


Figura 22 – Tensão de saída da ponte de impedâncias versus a variação da capacitância nos elementos interdigitados.

Podemos fazer uma boa aproximação do gráfico pela reta:

$$V_s = -8,58 \cdot 10^{-2} + 0,67 \times C \quad (18)$$

Sendo que, “ V_s ” é a tensão de saída do sensor.

Finalmente, combinando os resultados anteriores, a função de transferência teórica do sensor quando exposto a mistura etanol-água é mostrada na Figura 23:

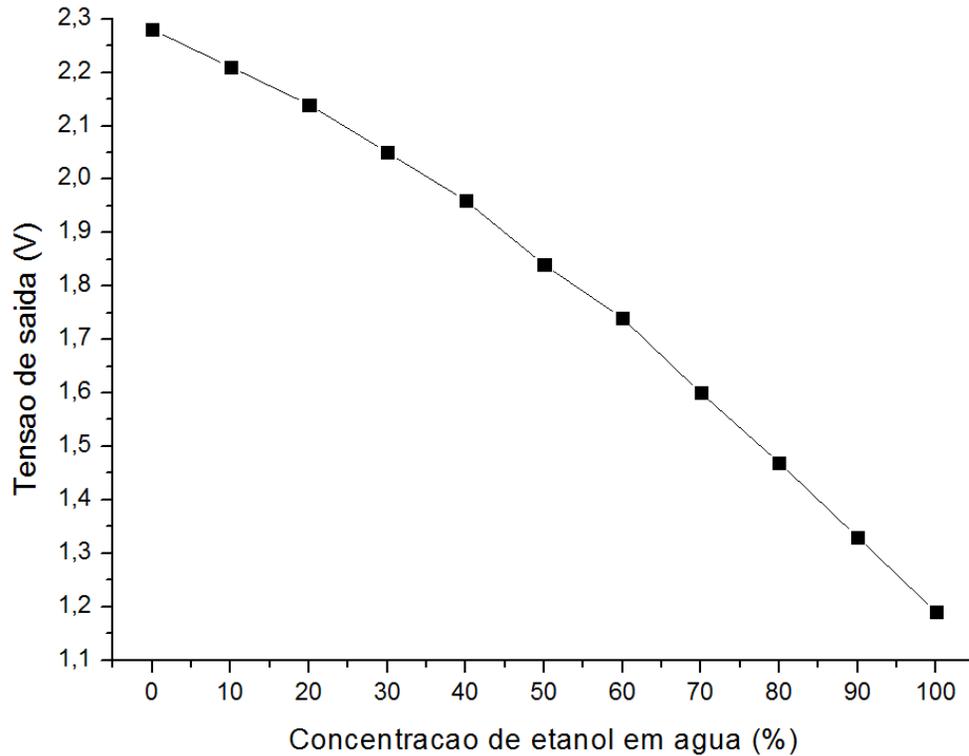


Figura 23 – Função de transferência teórica de sensor quando exposto à mistura etanol-água.

Esta função de transferência pode também ser expressa pelo seguinte polinômio de segundo grau:

$$V_s = 2,28 - 6,43 \cdot 10^{-3} \times C_e - 4,57 \cdot 10^{-5} \times C_e^2 \quad (19)$$

3.5 Projeto da ponte capacitiva

Todos os quatro capacitores da ponte foram desenhados em apenas uma máscara, uma vez que é muito mais fácil estabilizar uma proporção de componentes semelhantes do que uma proporção de componentes diferentes. A saída diferencial da ponte é insensível à fonte de alimentação e a outras variações inerentes ao circuito [31].

A ponte adotada foi descrita por Kaplan e colaboradores [32]:

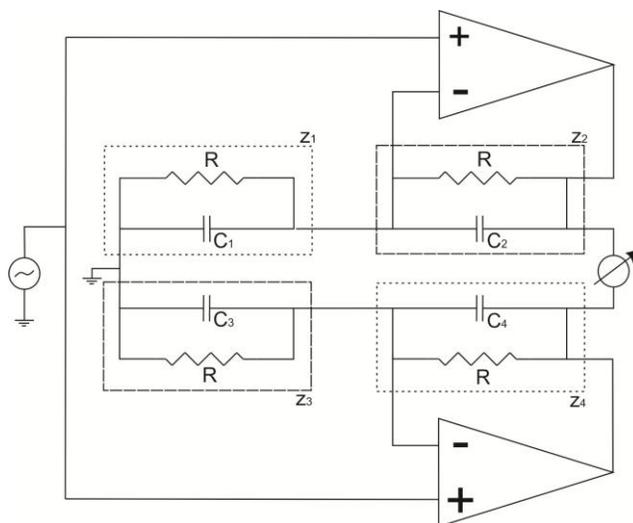


Figura 24 - Esquema da ponte de impedâncias utilizada.

A função de transferência “ F_t ” é dada por:

$$F_t = \frac{Z_2}{Z_1} - \frac{Z_4}{Z_3} \quad (20)$$

Os eletrodos das impedâncias “ Z_1 ”, “ Z_2 ”, “ Z_3 ” e “ Z_4 ” são geometricamente idênticos. Os eletrodos de “ Z_2 ” e “ Z_3 ” estão cobertos pelo fotoresiste SU-8 para não sofrerem influência do fluido. Os eletrodos de “ Z_1 ” e “ Z_4 ” estão sensíveis a variações na constante dielétrica do analito fazendo com que ocorra variação na magnitude da impedância. Uma fonte de tensão alternada é aplicada à ponte de impedância e o circuito eletrônico mede o desbalanceamento da ponte tendo como saída um sinal de tensão. Cada impedância foi modelada por uma resistência com uma capacitância paralela.

3.6 Projeto do termistor

O valor da impedância de um fluido pode variar com a temperatura. Por esta razão, um sensor de temperatura foi posicionado próximo à microponte de impedância. Pela facilidade de deposição e pela boa aderência ao vidro, um filme fino de Nitreto de Tântalo com 0,1 μ m de espessura foi escolhido como termistor. Seu leiaute é mostrado na figura abaixo:

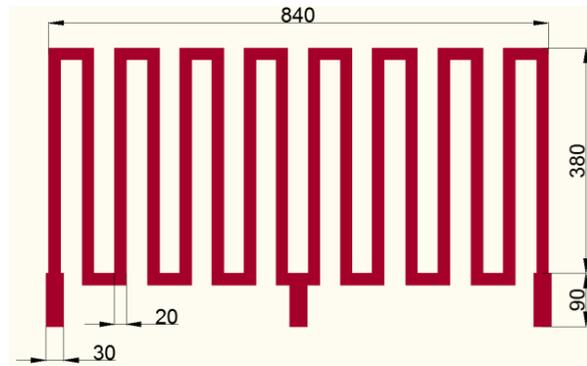


Figura 25 - Layout do termistor com distâncias expressas em μm .

A resistência de folha do filme é aproximadamente $40\Omega/\square$, atingindo uma resistência total de cerca de $14\text{k}\Omega$. O terminal central do termistor permite a leitura de uma resistência com menor valor ($7\text{k}\Omega$) possibilitando a utilização de diferentes circuitos de condicionamento para o sensor de temperatura. Com baixa capacidade térmica e isolado do fluido apenas por um filme fino de SiO_2 , o termistor pode detectar rapidamente o valor da temperatura sem interferir na quantidade de calor do sistema.

3.7 Desenho das fotomáscaras

Foram desenhadas cinco máscaras para a microfabricação do sensor. A primeira define dois termistores e seis marcas de alinhamento para a fotogração das outras etapas. O padrão para o filme fino de nitreto de tântalo foi definido com essa máscara (Figura 26).

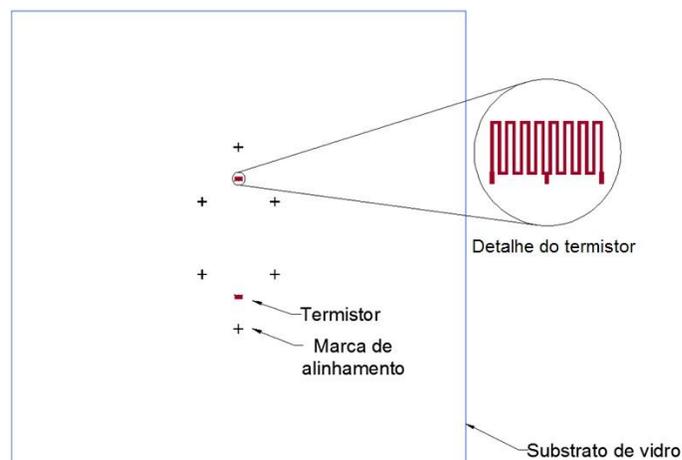


Figura 26 - Primeira máscara: termistor

A máscara de maior complexidade define os capacitores de eletrodos interdigitados já dispostos em ponte; as trilhas dos capacitores e dos termistores; e os contatos para conexão do circuito de condicionamento de sinais. Nela foram projetadas quatro pontes capacitivas, duas, denominadas P10, com dígitos de $10\mu\text{m}$ e duas, denominadas P5, com dígitos de $5\mu\text{m}$ de largura. Os filmes finos depositados com essa máscara foram titânio, ouro e novamente titânio.

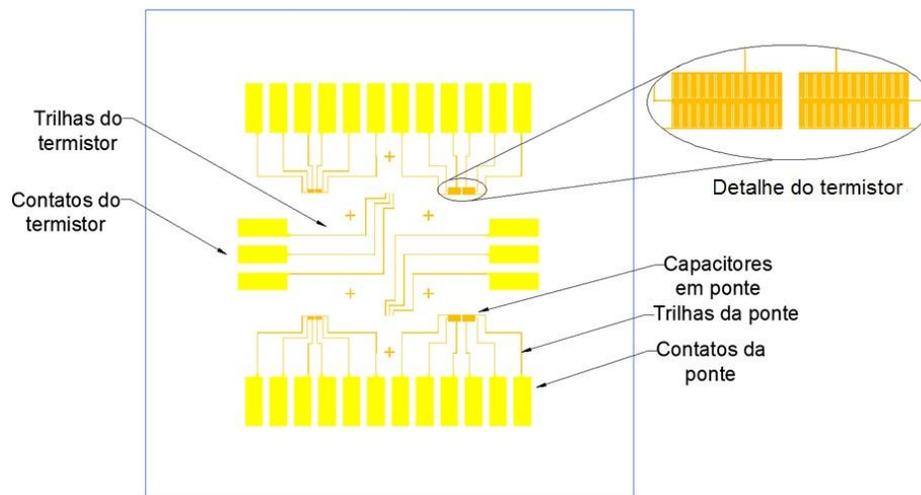


Figura 27 - Segunda máscara: ponte capacitiva, trilhas e contatos.

A terceira máscara foi desenhada para proteger dois dos quatro capacitores da ponte. A proteção foi feita com o fotoresiste SU-8 para evitar o contato e a influência do fluido sobre os capacitores.

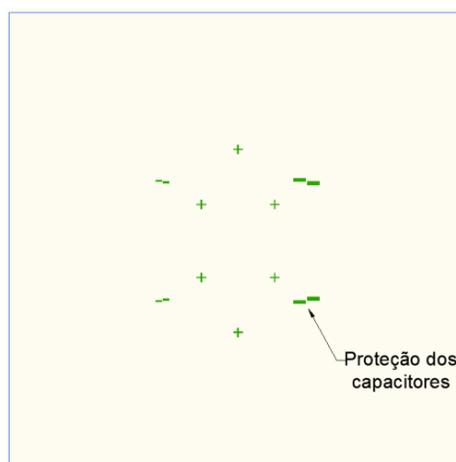


Figura 28 - Terceira máscara: proteção para os capacitores insensíveis ao fluido.

Com o objetivo de melhorar o contato dos sensores com o circuito de condicionamento de sinais, foi projetada uma máscara para remover a último filme de titânio depositado. Essa máscara protege as estruturas já criadas e permite que apenas as terminações para o contato elétrico sofram a corrosão do filme de titânio.

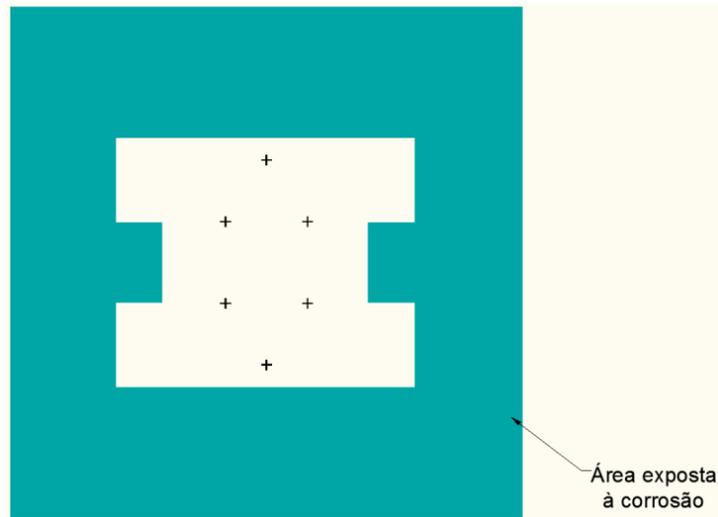


Figura 29 - Quarta máscara: exposição dos contatos elétricos.

A última máscara não exigia alta resolução por isso foi feita em fotolito. Com ela foi possível desenhar o caminho do micro canal. O molde para o PDMS foi feito com SU-8 sobre um substrato de vidro.

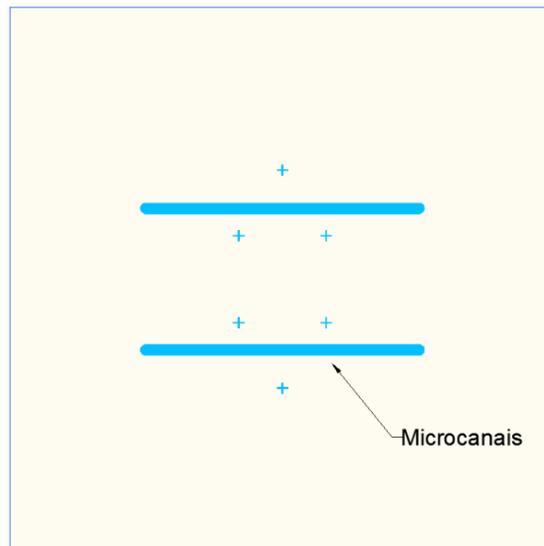


Figura 30 - Quinta máscara: microcanais.

Capítulo 4

Fabricação

Todo o processo de fabricação do sistema sensor foi realizado apenas em laboratórios nacionais: no laboratório de microfabricação do LNL (Laboratório Nacional de Luz Síncrotron) e no laboratório do departamento de física do instituto de ciências exatas da Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG). Adaptamos as técnicas de fabricação encontradas na literatura para o substrato de vidro [20] e para a tecnologia disponível [33].

4.1 Confeção das fotomáscaras

As fotomáscaras foram gravadas em lâminas da *TOWNE ferroxoplate, Inc.* As lâminas de vidro polido com cobertura de óxido de ferro tinham 4"×4"×0,6" (altura×largura×espessura) e já possuíam o fotoresist s-1800 depositado com 5000 Å de espessura.

A transferência do padrão projetado para as máscaras foi feito através de escrita direta com o equipamento *LaserWriter LW405* da *Microtech*, cedido pela UFMG.

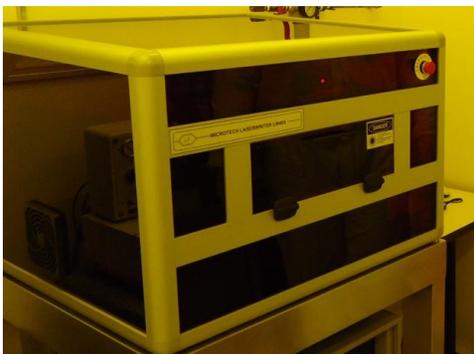


Figura 31 - LaserWriter LW405.

4.2 Fabricação dos capacitores

Sequência do processo

O esquema abaixo resume o processo de fabricação dos capacitores, trilhas e contatos do sensor [33]. As técnicas, originadas na indústria microeletrônica para o silício, foram adaptadas ao substrato de vidro.

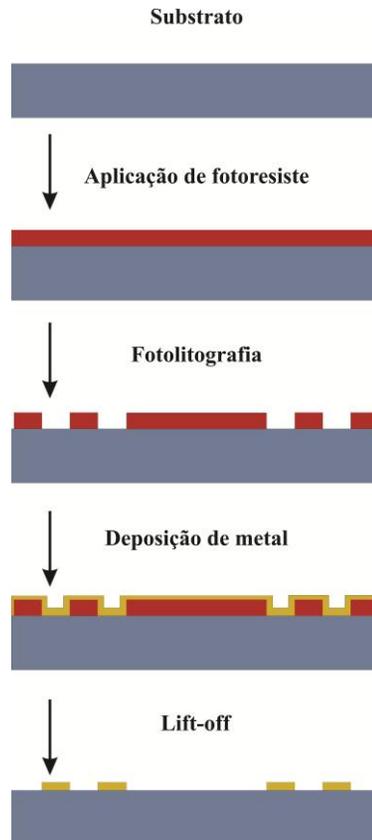


Figura 32 – Processo de fabricação das estruturas capacitivas.

Substrato

Lâminas de vidro lisas lapidadas (da marca *Perfecta*) com dimensões de 50 x 50 x 1,6mm serviram de substrato para o sensor, uma vez que possuem boa uniformidade, boas propriedades óticas e aderência tanto aos filmes depositados quanto ao PDMS.



Figura 33 - Lâminas de vidro utilizadas como substrato.

O primeiro passo foi a limpeza das lâminas em solução piranha, água deionizada e jato de nitrogênio.

Fotoresiste

Aplicou-se fotoresiste *Microposit S1811* da *Shipley company* em todo o substrato com *spinner* durante 30s a 6000rpm alcançando uma espessura de $1\mu\text{m}$. Antes da exposição, as lâminas com o fotoresiste foram aquecidas a 95°C por cinco minutos.

Fotolitografia

Os padrões das fotomáscaras foram transferidos para o substrato através da exposição por seis segundos de luz ultravioleta com a foto alinhadora de contato *MJB-3 UV300* da *Karl-Suss*. Foi utilizada uma lâmpada de mercúrio de 350 W com emissões entre 280nm e 350nm como fonte de luz. O revelador MIF 321 (Metal Ion Free) e posteriormente água deionizada foram utilizados para retirar o excesso de fotoresiste da região sensibilizada.

Deposição dos filmes finos

A construção dos capacitores foi feita em filmes metálicos de ouro e titânio depositados por *e-beam* (*Leybold Univex 300*). A aderência do filme fino de ouro foi possível devido a uma camada adicional de titânio que reage ao SiO_2 presente no vidro e também ao PDMS oxidado.

Aplicou-se a técnica de *lift-off* para melhorar a fidelidade da transferência do padrão das fotomáscaras aos eletrodos finalizados: após a aplicação e revelação do fotoresiste os filmes finos metálicos foram depositados sobre todo o substrato com aderência apenas onde não havia

fotoreviste. O excesso de metal foi retirado com acetona deixando os eletrodos modelados sobre o substrato.

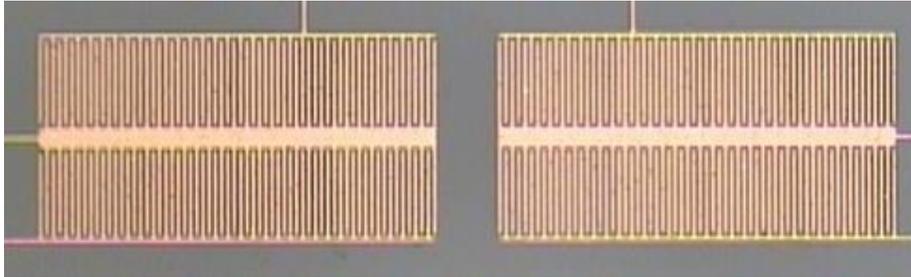


Figura 34 - Capacitores fabricados em micro ponte de impedância.

4.3 Fabricação do termistor

Sequência do processo

O termistor seguiu a mesma sequência de fabricação dos eletrodos exceto pelo material do filme fino depositado.

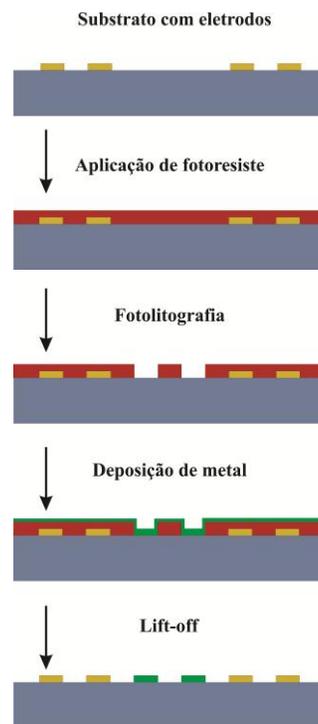


Figura 35 – Sequência do processo de fabricação dos termistores.

Neste caso, uma camada de nitreto de tântalo serviu como filme resistivo sensível à temperatura. Como já tinha boa aderência ao substrato, dispensou a camada adicional de titânio. A Figura 36 mostra a inspeção do termistor após a fabricação e a Figura 37 mostra uma vista em perspectiva obtida com o perfilômetro *Dektak 150* da *Veeco*.

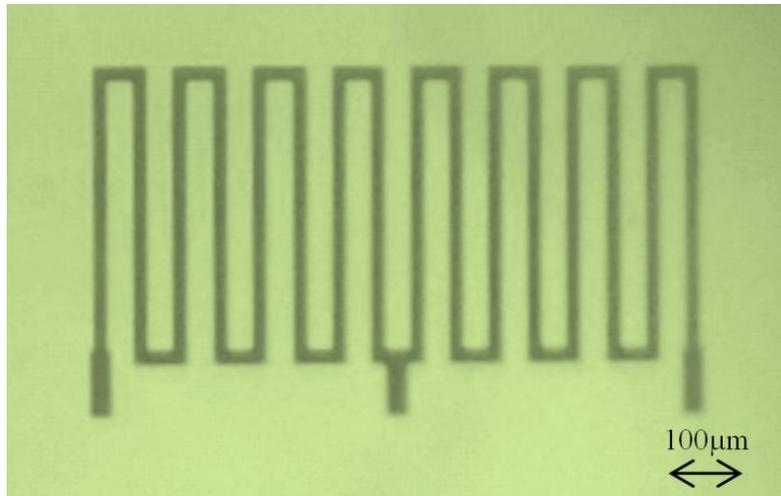


Figura 36 - Inspeção do termistor no microscópio.

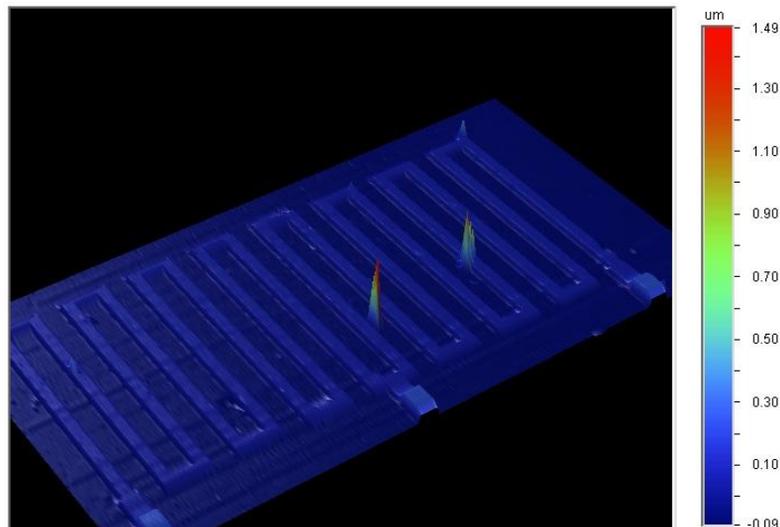


Figura 37 - Vista em perspectiva do termistor fabricado.

4.4 Proteção dos filmes metálicos

Os filmes metálicos que formam os eletrodos foram protegidos por uma camada de SiO₂ com 0,3 μm de espessura. Esta camada evita que o fluido em análise tenha contato com os eletrodos, prevenindo reações de oxidação e redução, e ainda favorece para que a componente da constante dielétrica seja o fator dominante no desbalanceamento da impedância entre os elementos da ponte.

4.5 Isolação dos capacitores diferenciais

A isolação minimiza a influência da impedância do fluido sobre dois capacitores da microponte. Essa isolação foi feita com 50μm de fotoresiste SU-8 da *MicroChem* no substrato já metalizado e protegido com a camada de SiO₂. A Figura 38 mostra como ficaram isolados os capacitores após a fotogração do SU-8.

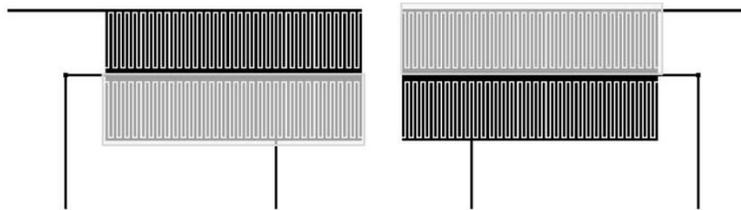


Figura 38 - Desenho da ponte com capacitores isolados com SU-8.

A espessura do SU-8 foi calculada considerando que os capacitores interdigitados são insensíveis a uma altura maior que metade de seu comprimento de onda [24]. Desta forma, a espessura de 50μm foi atingida após 30 segundos à 1000rpm no *spinner*. Antes da exposição, a temperatura da lâmina foi elevada de 65°C para 95°C em 5min e depois mantida em 95°C por 15min para cura do fotoresiste. O tempo de exposição à radiação ultravioleta foi de 70 segundos para sensibilização completa do SU-8. Após a revelação, o fotoresiste foi aquecido novamente a 95°C por 15min.

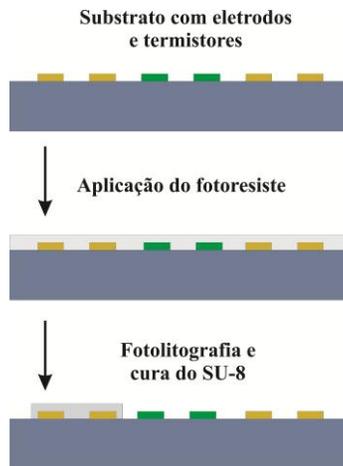


Figura 39 - Processo de isolamento dos capacitores.

O SU-8 foi escolhido por ser inerte à maioria dos fluidos utilizados, ter, em teoria, boa aderência ao SiO₂ e por ter boa relação de aspecto.

4.6 Fabricação do micro canal

O esquema abaixo resume o processo de fabricação do micro canal em PDMS [34].

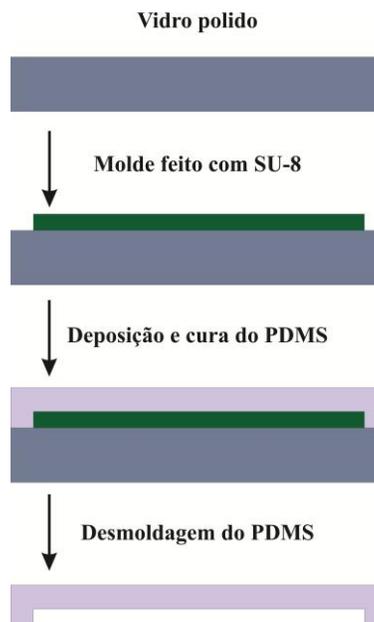


Figura 40 - Moldagem dos microcanais.

Uma camada de 80µm de espessura de SU-8 desenhada por fotolitografia sobre o vidro polido serviu como molde para os microcanais. O PDMS foi preparado com o elastômero

Sylgard 184 da *Dow Corning* e seu agente de cura na proporção de 10:1. Depois de colocar a mistura sobre o molde, o conjunto foi submetido a 50 mtorr de vácuo para retirada de bolhas. Após 60 min a 100°C em uma placa quente, o PDMS foi retirado do molde com o desenho dos microcanais impressos em sua superfície.

4.7 Selagem

Esse processo permitiu a criação dos microcanais a partir do PDMS moldado e do substrato metalizado, protegido e isolado.

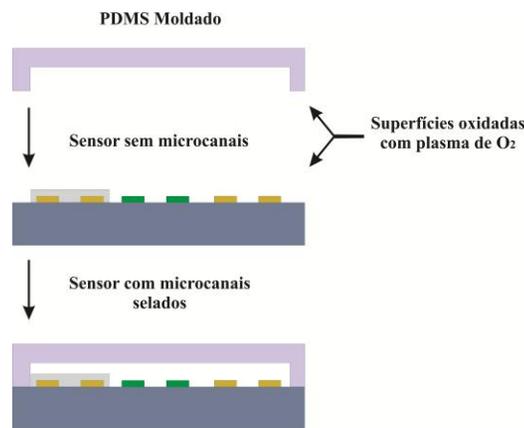


Figura 41 - Processo de selagem

A selagem irreversível foi obtida através da oxidação da superfície do vidro e do PDMS com plasma de O₂.

O PDMS tem boa aderência ao vidro se for oxidado com plasma de O₂, no entanto as trilhas feitas em ouro não aderem ao SiO₂ depositado para a proteção dos eletrodos. Por isso, o filme fino de óxido não apresentava boa qualidade sobre as micropontes de impedância. O problema foi contornado depositando uma camada de titânio sobre o filme de ouro. Com essa configuração a camada superior de TiSiO₂ passa a ser também reativa ao SiO₂ garantindo uma melhor uniformidade ao filme fino depositado.

Capítulo 5

Caracterização do dispositivo

A caracterização elétrica do dispositivo é um importante indicativo da qualidade da fabricação após a inspeção no microscópio. Na caracterização levantamos a curva de resposta do termistor à temperatura e verificamos a capacitância e resistência de cada elemento da ponte de impedância.

5.1 Caracterização do termistor

O aparato de teste, mostrado de forma esquemática na Figura 42, foi utilizado para caracterizar o sensor de temperatura que compõe o sistema sensor.

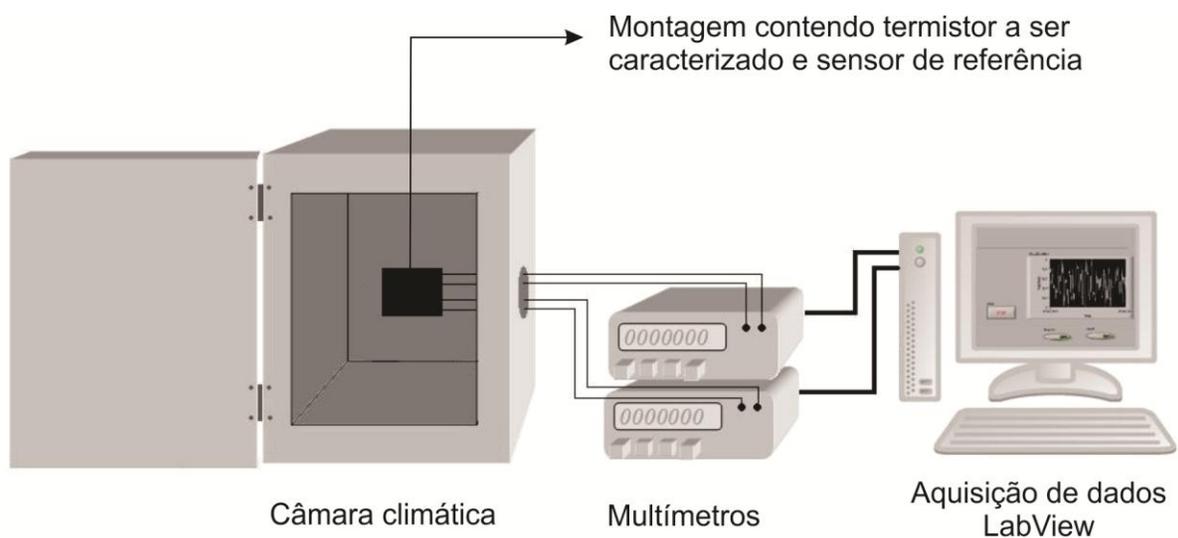


Figura 42 – Aparato de caracterização do termistor

O sensor foi acondicionado dentro de uma câmara climática *Thermotron 3800* e seu termistor foi conectado a um multímetro (*Agilent 34401*) com o objetivo de aferir a resistência pelo método de quatro pontas. Utilizamos um sensor de referência calibrado (PT100) próximo ao termistor para garantir uma correta medição da temperatura. A variação da resistência do PT100 também foi medida por um multímetro da *Agilent* pelo método de quatro pontas.

Um instrumento virtual, em *LabView®*, foi desenvolvido especialmente para esta caracterização. Variou-se a temperatura na câmara de -15°C até 15°C positivos em passos de 5°C mantendo cada patamar por 30 minutos. Essa faixa de temperatura foi limitada pela câmara climática, mas a literatura [20] mostra que termistores de nitreto de tântalo possuem boa linearidade pelo menos até 40°C.

Os valores de resistência obtidos são mostrados na Tabela 4.

Tabela 4 - Variação da resistência com a temperatura no termistor.

Temperatura em °C	Resistência em Ω
-14,9	14477
-10,0	14460
-5,0	14444
-0,1	14428
4,8	14412
9,7	14396
14,5	14380

Através da regressão linear desses valores pode-se encontrar a equação da reta de resistência em função da temperatura:

$$R = 3,272 \times T + 14427,584 \quad (21)$$

Sendo que, “*R*” é a resistência do termistor e “*T*” a sua temperatura. O TCR (coeficiente térmico de resistência) encontrado foi de aproximadamente -226,789 ppm/°C. Comparando o desvio do valor da resistência calculada pela equação com o valor medido encontramos que, para o pior caso, que a não linearidade independente é melhor que 0,02%.

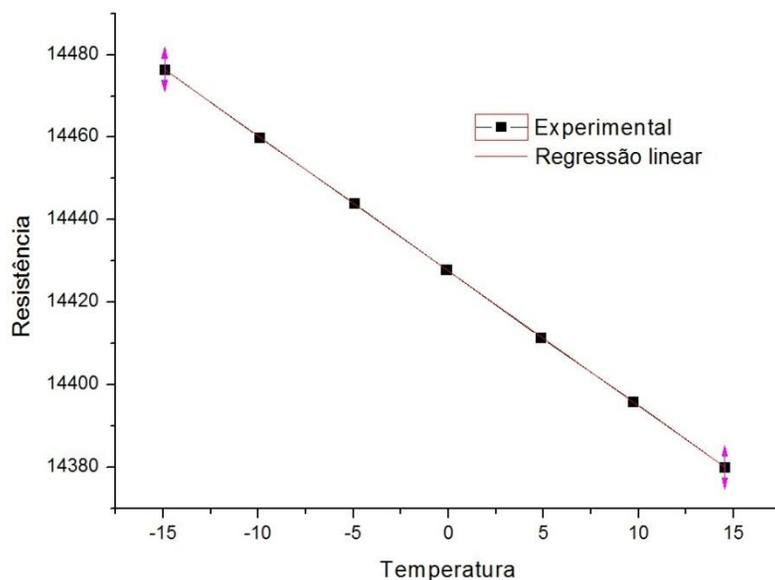


Figura 43 - Variação da resistência com a temperatura no termistor.

5.2 Caracterização do capacitor

Antes de ser coberta com o microcanal em PDMS, cada impedância foi caracterizada medindo-se sua resistência e sua capacitância paralela através da *ponte LCR 4263B* da *Agilent* com tensão de 1V e 1kHz de frequência. A câmara climática manteve uma temperatura de 27°C e uma umidade relativa de 30%Rh durante toda a caracterização.

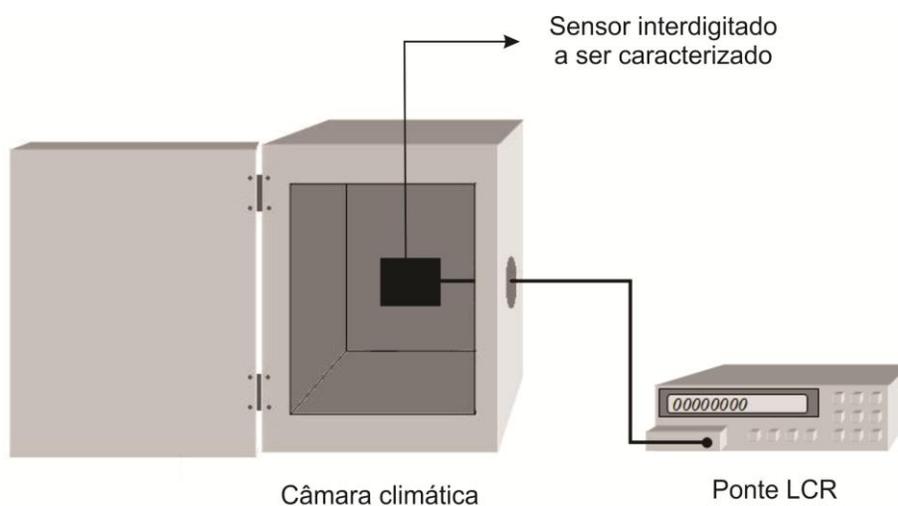


Figura 44 – Aparato de caracterização do capacitor.

A cada medida, a *ponte LCR* era novamente calibrada em circuito aberto e em curto circuito garantindo uma melhor exatidão.

Nove lâminas, contendo quatro pontes cada, foram caracterizadas seguindo o mapa de impedâncias mostrado na Figura 45. O mapa facilitou a comparação dos sensores fabricados permitindo, assim, escolher o dispositivo que melhor atendeu as expectativas do projeto.

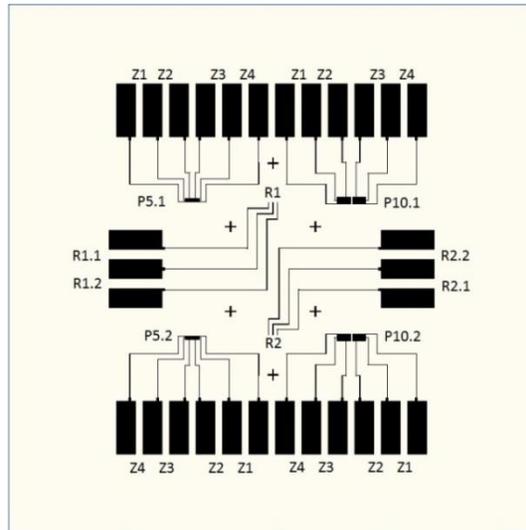


Figura 45 - Mapa de pontes e impedâncias.

Os valores de capacitância paralela " C_p " e resistência paralela " R_p " para as nove lâminas são mostradas na Tabela 5, que tem por objetivo identificar a lâmina com menor desvio padrão entre as impedâncias de sua microponte.

Tabela 5 - Caracterização das impedâncias para nove lâminas.

Lâmina 1:	Ponte P5.1		Ponte P5.2		Ponte P10.1		Ponte 10.2	
	C_p (pF)	R_p (M Ω)	C_p (pF)	R_p (M Ω)	C_p (pF)	R_p (M Ω)	C_p (pF)	R_p (M Ω)
Z ₁	1,22	178	0,63	-	1,64	270	1,46	560
Z ₂	OVL	OVL	1,01	800	27,4	3,5	1,44	600
Z ₃	1,15	145	1,15	-	0,63	-	1,66	900
Z ₄	OVL	OVL	1,03	-	0,67	-	1,50	460
Lâmina 2:								
Z ₁	1,13	-	0,74	-	1,50	-	1,50	-
Z ₂	1,21	-	1,09	-	1,74	-	1,79	-
Z ₃	1,10	-	0,57	-	1,73	-	1,76	-
Z ₄	1,25	-	0,60	-	1,50	-	1,50	-

Lâmina 3:	Ponte P5.1		Ponte P5.2		Ponte P10.1		Ponte 10.2	
	C _p (pF)	R _p (MΩ)						
Z ₁	0,95	-	0,65	-	1,27	-	1,31	-
Z ₂	OVLD	OVLD	0,88	-	1,25	-	1,28	-
Z ₃	0,94	-	0,77	-	1,27	-	1,29	-
Z ₄	OVLD	OVLD	0,78	-	1,29	-	1,30	-
Lâmina 4:								
Z ₁	0,50	-	0,84	-	0,56	-	1,88	500
Z ₂	0,54	-	1,30	400	3,74	40	1,71	450
Z ₃	OVLD	OVLD	0,63	-	1,69	450	1,69	460
Z ₄	1,33	-	OVLD	OVLD	2,10	400	1,71	450
Lâmina 5:								
Z ₁	0,92	-	0,46	-	1,29	-	1,30	-
Z ₂	1,05	-	0,87	-	1,26	-	1,29	-
Z ₃	0,84	-	0,96	-	1,28	-	1,55	-
Z ₄	0,50	-	OVLD	OVLD	1,30	-	1,30	-
Lâmina 6:								
Z ₁	1,11	-	0,71	-	1,44	-	1,51	-
Z ₂	1,07	-	1,10	-	0,51	-	1,51	-
Z ₃	1,03	-	1,15	-	1,45	-	1,54	600
Z ₄	1,09	-	1,14	-	1,49	-	1,56	320
Lâmina 7:								
Z ₁	OVLD	OVLD	1,79	95	1,48	-	2,07	135
Z ₂	1,44	250	1,42	300	1,76	900	1,48	-
Z ₃	OVLD	OVLD	1,36	-	1,55	550	1,81	-
Z ₄	OVLD	OVLD	OVLD	OVLD	1,84	950	1,48	-
Lâmina 8:								
Z ₁	OVLD	OVLD	0,81	-	1,66	500	0,52	-
Z ₂	OVLD	OVLD	1,23	550	1,85	800	1,66	500
Z ₃	1,28	550	0,59	-	0,60	-	1,66	500
Z ₄	OVLD	OVLD	1,28	500	3,57	58	1,68	500
Lâmina 9:								
Z ₁	0,51	-	0,41	-	1,31	-	1,34	-
Z ₂	0,49	-	0,49	-	1,27	-	1,31	-
Z ₃	0,54	-	0,49	-	1,30	-	0,56	-
Z ₄	0,56	-	0,50	-	0,52	900	0,56	-

O hífen indica que a resistência atingiu o fundo de escala do equipamento (acima de 900MΩ) e a sigla OVLD (*overload*) mostra que, por algum problema de fabricação, os eletrodos interdigitados estavam curto-circuitados. Para o caso da capacitância paralela, os valores

apresentados na tabela são apenas estimativos, já que as ponteiras (Figura 46) utilizadas para conectar o elemento sensor com o aparelho de medição agregavam um valor fixo de capacitância ao sistema. Os valores foram utilizados somente para comparação da qualidade e da repetibilidade da fabricação dos interdigitados.

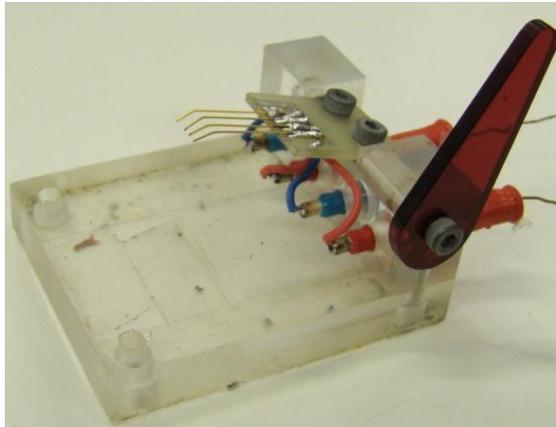


Figura 46 - Ponteiras utilizadas na caracterização dos capacitores interdigitados.

A máscara para a impedância Z_4 da ponte P5.2 sofreu problemas na corrosão, não pode reproduzir fielmente o padrão projetado dos eletrodos e, portanto, não apresentou um valor de capacitância confiável. As impedâncias de Z_2 e Z_4 estavam isoladas com o fotoresiste SU-8 e suas capacitâncias, como esperado, foram superiores às capacitâncias das impedâncias Z_1 e Z_3 .

A lâmina dois reproduziu melhor o que era esperado no projeto, portanto foi a escolhida para os testes de validação do sensor. Todas as resistências paralelas para essa lâmina atingiram o fundo de escala da *ponte LCR*, além disso, as capacitâncias possuíam valores similares entre si, assim como desejado no projeto. As impedâncias sem proteção das pontes de $10\mu\text{m}$ da lâmina dois mostraram valores com desvio padrão de 2,3%, considerado pequeno em relação os seus pares. Portanto, estas pontes foram utilizadas na validação do sensor.

Capítulo 6

Circuitos de condicionamento dos sinais

Dois circuitos foram necessários para o tratamento dos sinais fornecidos pelo sistema sensor: um para fornecer um sinal em tensão proporcional ao desbalanceamento da ponte de impedância e outro para fornecer a resistência elétrica do termistor através do método de quatro fios.

6.1 Projeto do circuito de condicionamento para ponte de impedâncias

Nesse circuito, foi utilizado um método de medição que pode ser aplicado para detectar pequenos desbalanceamentos na ponte de impedância. Trata-se da já citada ponte desenvolvida por Kaplan [32]. A essa ponte adicionamos um amplificador de instrumentação e um detector de pico que são mostrados na Figura 47. Nela, “A.O” significa amplificador operacional e “A.I” significa amplificador de instrumentação. O apêndice A mostra esse circuito com maiores detalhes.

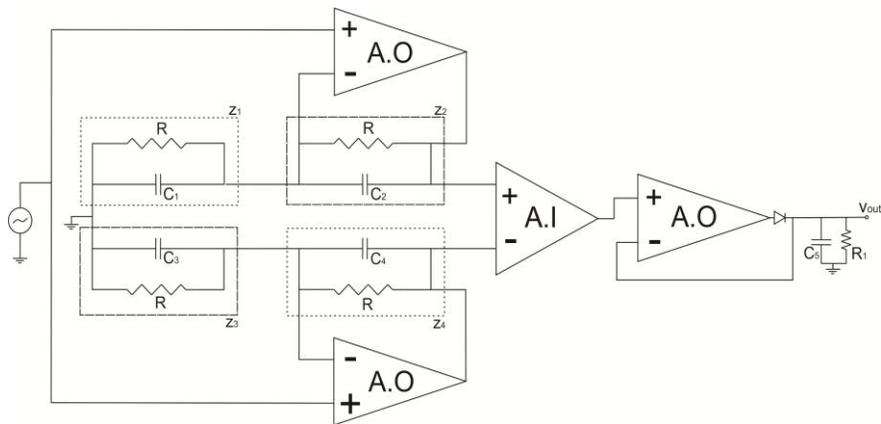


Figura 47 - Esquema simplificado do circuito de condicionamento de sinais da ponte de impedância.

6.2 Realização

A realização do circuito mostrado na Figura 48 foi feita utilizando amplificadores operacionais *LF347* da *Texas Instruments*. A tensão diferencial foi medida pelo amplificador de instrumentação *INA 121* e posteriormente um detector de pico de precisão forneceu uma tensão contínua correspondente à amplitude máxima do sinal de saída.

O leiaute da PCI (Placa de Circuito Impresso) é mostrado na Figura 48. Nela foi adicionada uma área para fixação do circuito em uma base de acrílico (Figura 49) que facilitava a conexão com o sistema sensor.

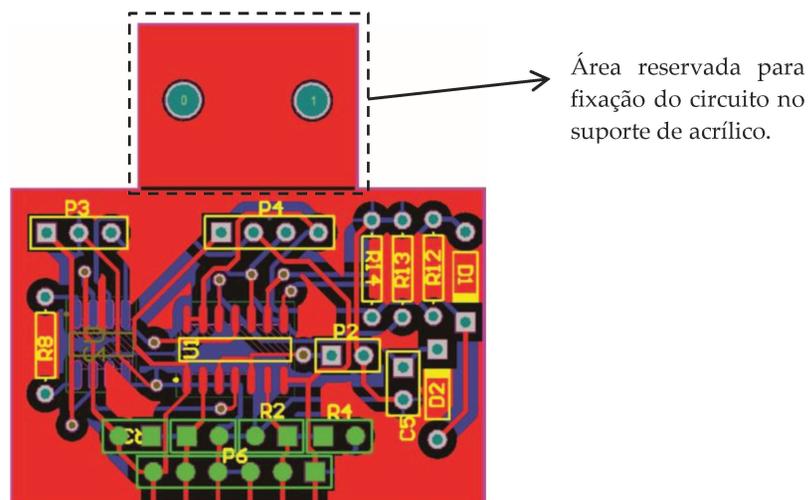


Figura 48 - PCI do circuito da ponte de impedâncias.

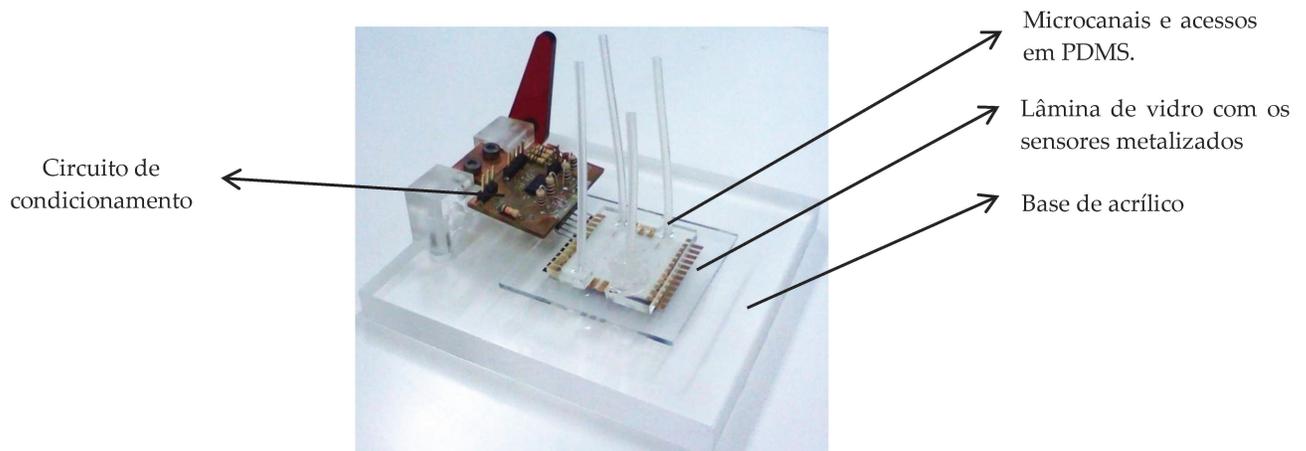


Figura 49 - Suporte para conexão do circuito de condicionamento com o sistema sensor.

6.3 Simulação do circuito

O projeto do circuito e sua validação foi feita através do software *OrCAD Capture* e *PSpice*, ambos da *Cadence® Design Systems*. O primeiro passo foi definir a melhor frequência para excitação do circuito. Para tanto, foi avaliado os sinais de saída do circuito antes e depois do amplificador de instrumentação. A resposta em frequência pode ser observada na Figura 50, a partir desta curva foi escolhido o valor de 100kHz para excitação do circuito.

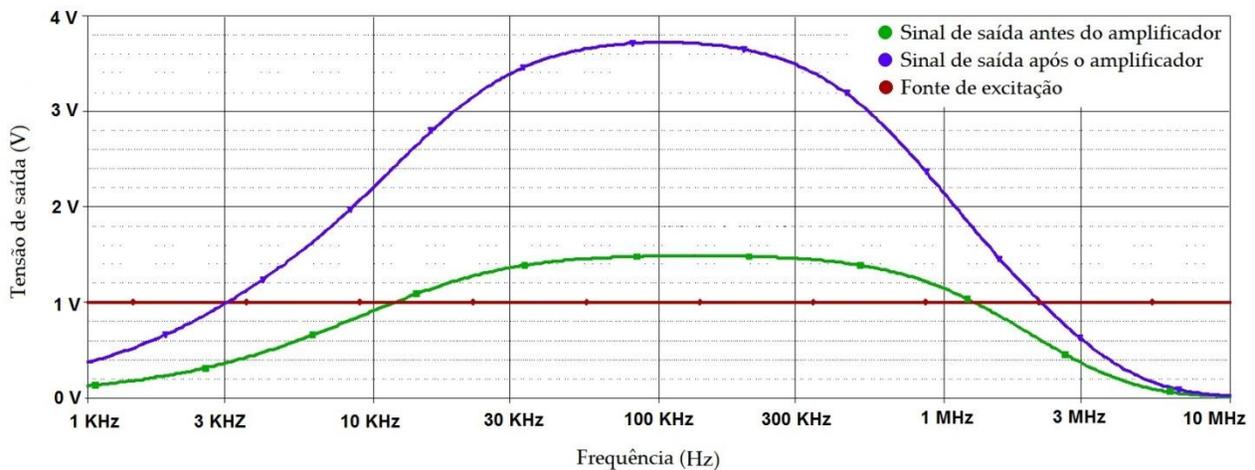


Figura 50 – Resposta em frequência do circuito.

Com uma capacitância estimada de 1,9 pF até 3,6 pF (valores típicos quando a ponte é exposta à água e etanol), percebe-se uma nítida variação na amplitude do sinal e quase nenhum deslocamento de fase. Por essa razão, consideramos suficiente medir as amplitudes dos sinais de saída através de um detector de pico e relacioná-las com a constante dielétrica do fluido. O sinal de saída para diferentes capacitâncias da ponte de impedâncias é mostrado no gráfico da Figura 51.

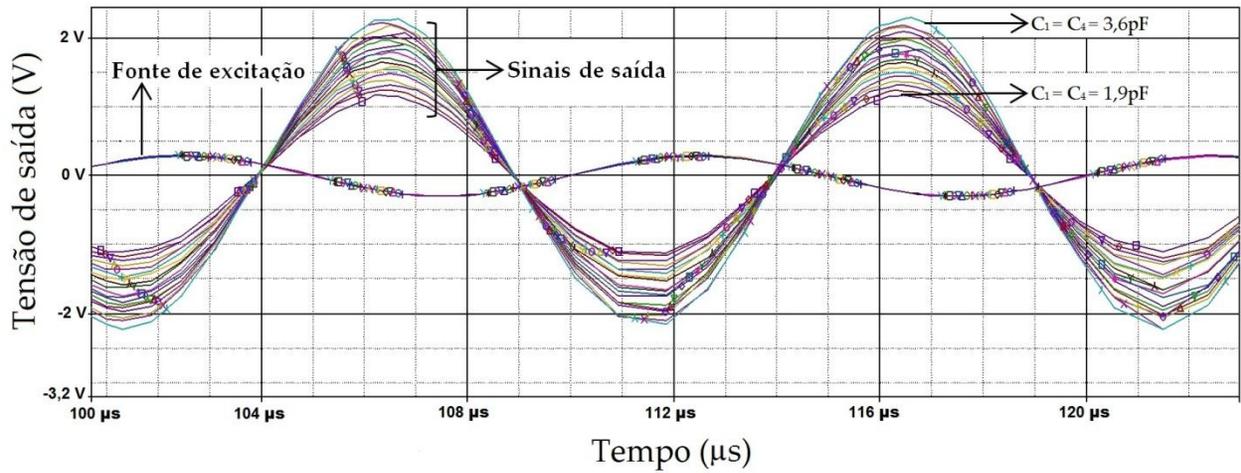


Figura 51 - Gráfico do sinal de saída da ponte de impedâncias.

O sinal de saída após o amplificador de instrumentação e o detector de pico com a capacitância da impedância sensora variando de 1,9 pF até 3,6 pF em passos de 0,1 pF é mostrado no gráfico da Figura 52. Com este gráfico percebe-se que a cada 0,1pF a amplitude é acrescida de aproximadamente 70mV.

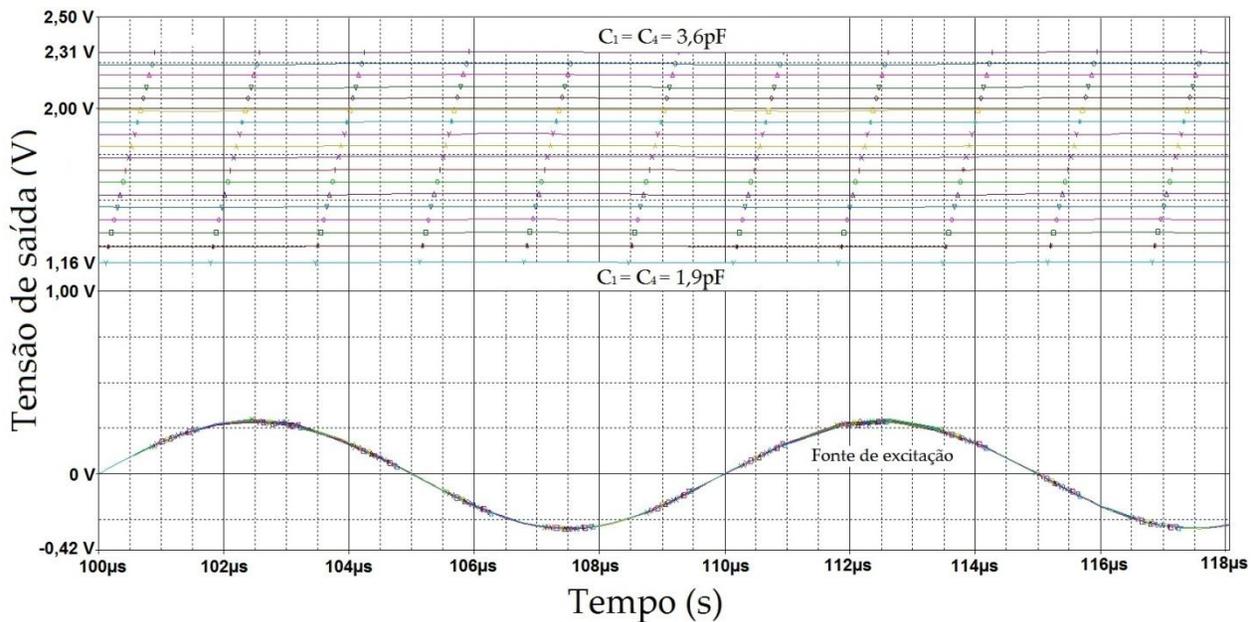


Figura 52 - Gráfico do sinal de saída do circuito completo, após detector de pico.

6.4 Aquisição do sinal do sensor de temperatura

A aquisição do sinal proporcional à temperatura foi feita através do método de quatro fios. Nessa configuração, dois terminais excitam o termistor com fonte de corrente e os outros dois medem a tensão que surge sobre o elemento. Como a fonte de corrente é constante, para quaisquer que sejam os valores da resistência do cabo e para qualquer valor da resistência do termistor, a corrente que passa por estes elementos não varia. Por outro lado, a tensão sobre o termistor é medida com um instrumento de alta impedância de entrada, a corrente drenada pelo mesmo é muito pequena comparada com as que circulam pelo resto do circuito. Desta forma, a resistência dos fios praticamente não interfere na medida de temperatura. O esquema de medida utilizando o método de quatro fios é mostrado na Figura 53.

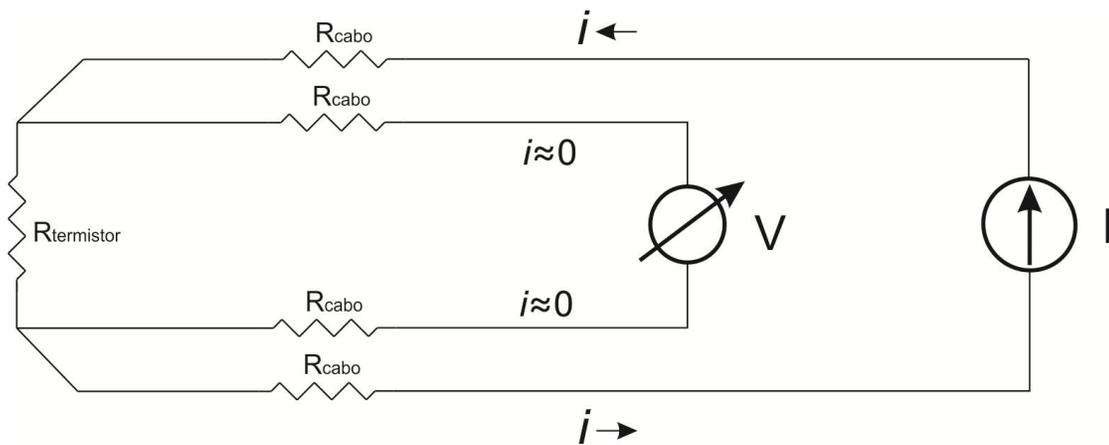


Figura 53 - Método quatro pontas.

O instrumento de medição foi o *multímetro 34401A* da *Agilent*. Esse equipamento possibilita exportar os dados para um programa *LabView* que compara a resistência do termistor com a temperatura no interior da câmara climática. O anexo B apresenta o painel frontal e diagrama do instrumento virtual criado especialmente para este propósito.

Capítulo 7

Resultados experimentais

Apresentamos, neste capítulo, os resultados experimentais obtidos com o sistema baseado em microponte de impedância que foi desenvolvido. Estes resultados foram obtidos utilizando uma solução de etanol e água preparada com diferentes concentrações. O capítulo apresenta na sequência os procedimentos experimentais, resultados e finaliza com as discussões acerca dos resultados obtidos.

7.1 Procedimentos Experimentais

Todo o procedimento foi elaborado dentro de sala limpa do Centro de Componentes Semicondutores (CCS) da Unicamp para evitar possíveis contaminações sobre os eletrodos. Os equipamentos utilizados foram:

- Fonte de tensão dual *Minipa MPC-303 DI*;
- Gerador de função *Tektronix CFG 280*;
- Multímetro *Agilent 34401A*;
- Osciloscópio *Tektronix DPO2014*.

O circuito da ponte foi alimentado pela fonte simétrica com +10V e -10V e a excitação senoidal de 300mV a 100kHz foi provida pelo gerador de função. O canal 1 do osciloscópio foi reservado para monitorar o sinal de excitação e o canal 2 para monitorar o sinal de saída do amplificador de instrumentação (saída alternada do circuito). O sinal contínuo do circuito (Figura 54) foi medido pelo multímetro que também transfere os dados para um programa desenvolvido em *LabView*® através de uma comunicação serial.

Nesta figura, Z_1 , Z_2 , Z_3 e Z_4 formam a microponte de impedância:

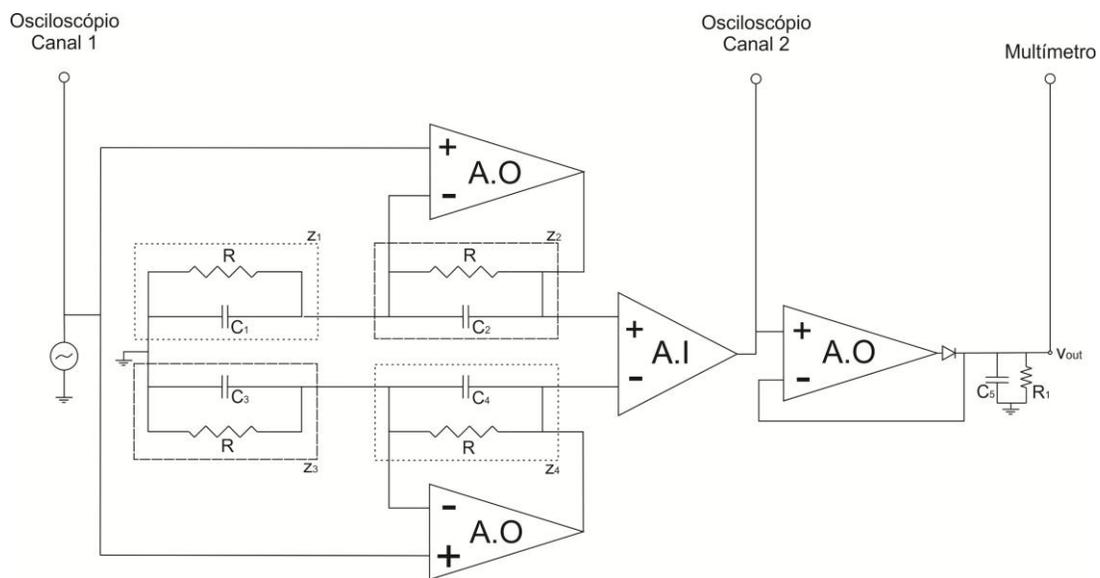


Figura 54 – Circuito de condicionamento destacando os sinais monitorados durante a realização dos experimentos.

Além disso, uma caixa metálica foi montada para alojar o dispositivo e minimizar a interferência eletromagnética durante as medições. Uma foto do aparato de teste é mostrada na Figura 55.

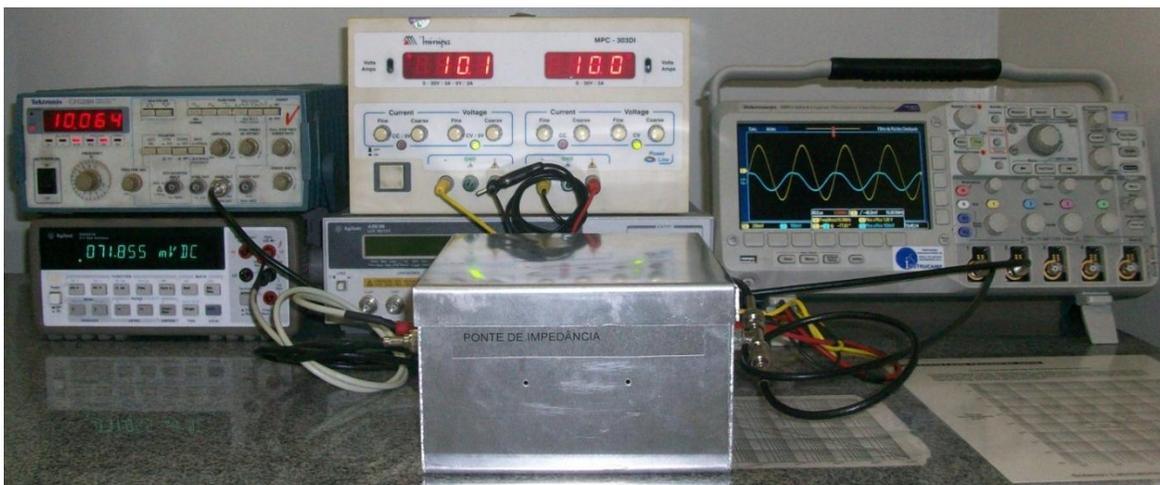


Figura 55 - Aparato de teste

No interior da caixa metálica foi fixado um suporte em acrílico que facilitou a conexão do circuito de medição com os contatos da lâmina onde foi fabricado o sensor (Figura 56).

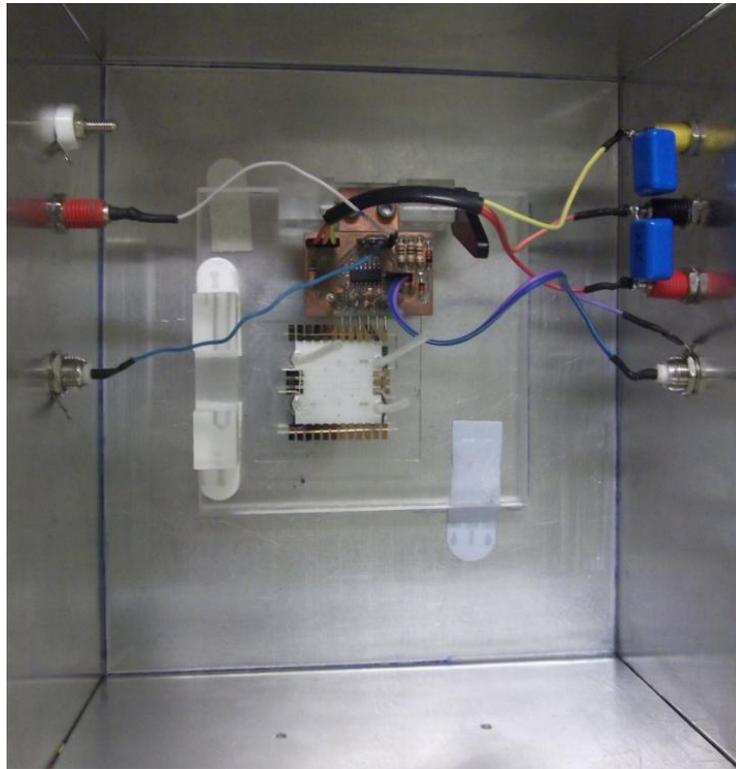


Figura 56 - Montagem no interior da caixa metálica.

7.1.1 PREPARO DAS SOLUÇÕES

Nos testes utilizamos soluções aquosas de etanol (C_2H_6O). Cada solução foi devidamente preparada no laboratório de química do grupo de eletroforese e microssistemas de análise (GEM) do Instituto de Química (IQ) da Unicamp. As concentrações são expressas em porcentagens de volume e foram preparadas com micropipetas. Seis diferentes concentrações foram elaboradas para cada solução analisada, sendo:

- Água deionizada pura;
- 20, 40, 60 e 80% em volume de etanol;
- Etanol sem diluição alguma, ou seja, 100%.

As soluções foram dispostas em frascos como mostrado na Figura 57.



Figura 57 - Diferentes concentrações de etanol distribuídas em frascos.

7.1.2 REALIZAÇÃO DO EXPERIMENTO

Durante os testes iniciais, percebeu-se que o contato com solução diminuía a aderência entre o fotoresiste e o SiO₂ e a pressão exercida pelo fluxo do fluido circulante dentro do microcanal removia o SU-8 fotogravado. Por esta razão, para validação do sistema sensor, as medidas foram feitas depositando a solução diretamente sobre os eletrodos interdigitados. Cada solução foi depositada dentro de um reservatório (Figura 58) feito em PDMS, para manter uma coluna de solução constante sobre o sensor.

A temperatura da sala foi mantida próxima a 20°C e a umidade relativa em 65% enquanto os experimentos eram realizados.

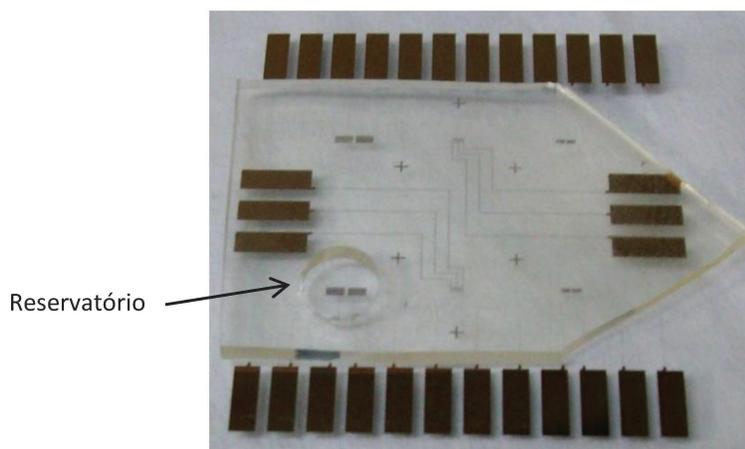


Figura 58 – Sensores e detalhe do reservatório feito em PDMS.

A dinâmica de realização dos testes consistia em:

- Energizar os equipamentos de alimentação: a fonte simétrica era calibrada inicialmente com o multímetro e o gerador de funções era constantemente monitorado pelo osciloscópio;
- Acoplar as saídas do circuito projetado ao multímetro e ao osciloscópio;
- Conectar a saída serial do multímetro ao computador e iniciar o programa *LabView®*;
- Iniciar a gravação dos dados adquiridos pelo multímetro em um arquivo de texto com o circuito ainda não conectado ao sensor;
- Conectar o circuito ao sensor sem fluido, ou seja, reservatório seco e sensor contato com ar;
- Depositar a solução a ser monitorada no sensor e coletar os dados por cerca de trinta segundos;
- Desconectar o sensor do circuito;
- Retirar a solução para que o sensor volte à sua condição inicial (sensor em contato com o ar).

7.2 Resultados experimentais

Os resultados experimentais (Figura 66) foram traçados com o programa *Origin* da *OriginLab®* a partir dos arquivos de texto criados pelo programa *LabView®*. Eles relacionam a tensão de saída do sensor com a concentração da solução e definem a função de transferência experimental de sensor. A variação da tensão durante os 30s de medição foi cerca de 10mV. Realizamos as medidas partindo da solução com baixa concentração (0% de etanol), crescendo a concentração em passos de 20%, até 100%. Na sequência, realizamos medidas decrescendo a concentração até novamente retornar à água deionizada (0% de etanol).

Os próximos gráficos exibem os sinais capturados pelos canais 1 e 2 do osciloscópio para o sensor em contato com o ar e em contato com a solução em concentração crescente de etanol. O canal 1, em amarelo, representa o sinal de excitação do circuito com amplitude de 150mV a 100kHz. E o canal 2, em azul, representa a saída do amplificador de instrumentação antes do detector de pico. Na Tabela 6 são relacionados os valores de pico-a-pico observados no osciloscópio para o sinal de saída de cada gráfico.

Tabela 6 - Tensão pico-a-pico de saída

Número da figura	Porcentagem de etanol	Tensão de saída (V)
59	-	0,30
60	0	2,36
61	20	1,80
62	40	1,68
63	60	1,60
64	80	1,56
65	100	1,36

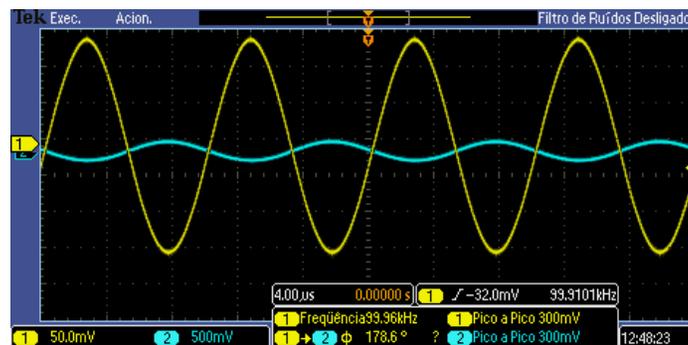


Figura 59 - Sensor em contato com ar.

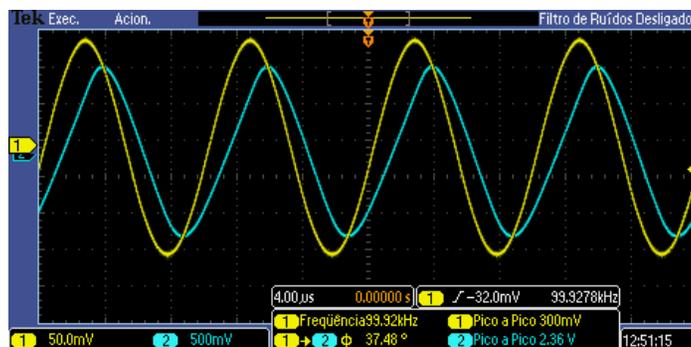


Figura 60 - Sensor em contato com água.

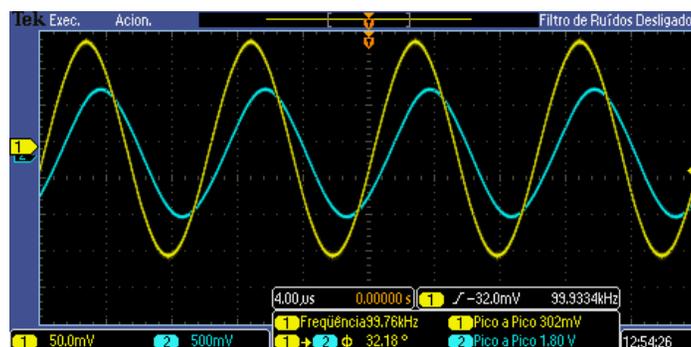


Figura 61 - Sensor em contato com solução de 20% de etanol.

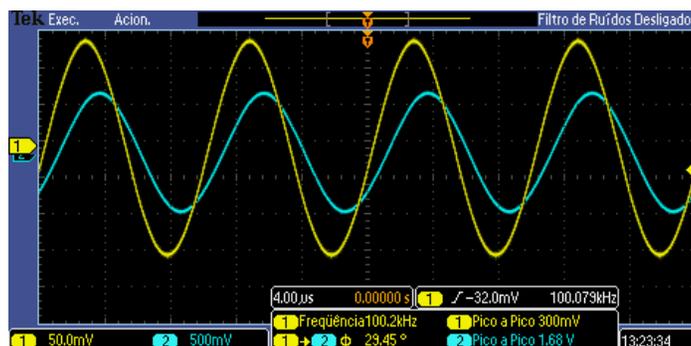


Figura 62 - Sensor em contato com solução de 40% de etanol

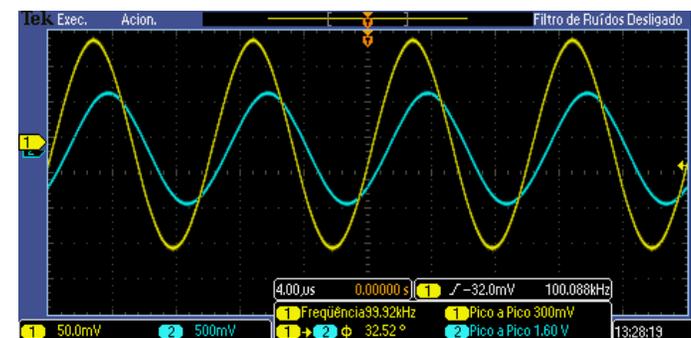


Figura 63 - Sensor em contato com solução de 60% de etanol

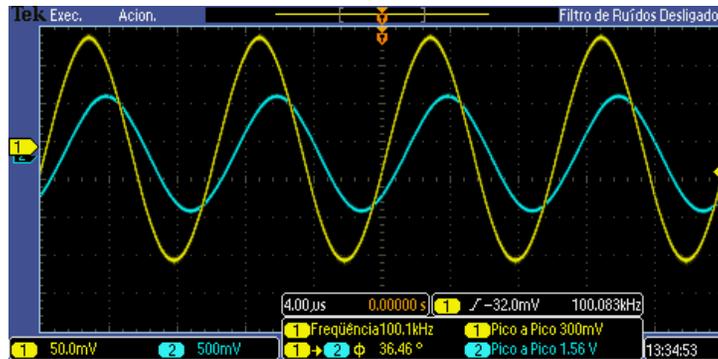


Figura 64 - Sensor em contato com solução de 80% de etanol

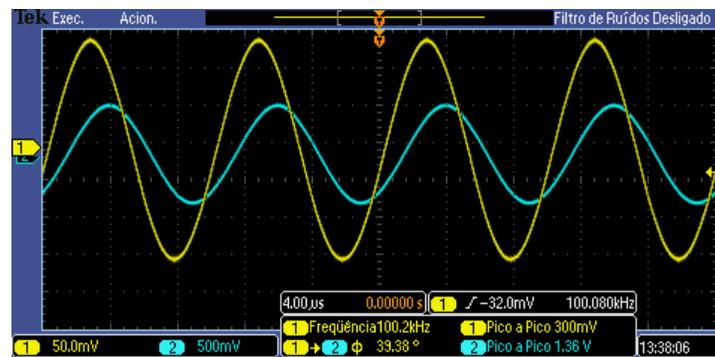


Figura 65 - Sensor em contato com etanol (100%).

A função de transferência é apresentada na Figura 66. A tensão de offset para o sensor seco (apenas em contato com o ar ambiente) foi de 150mV. A tensão de saída do circuito de condicionamento para o sensor exposto à água deionizada foi de 1,19V.

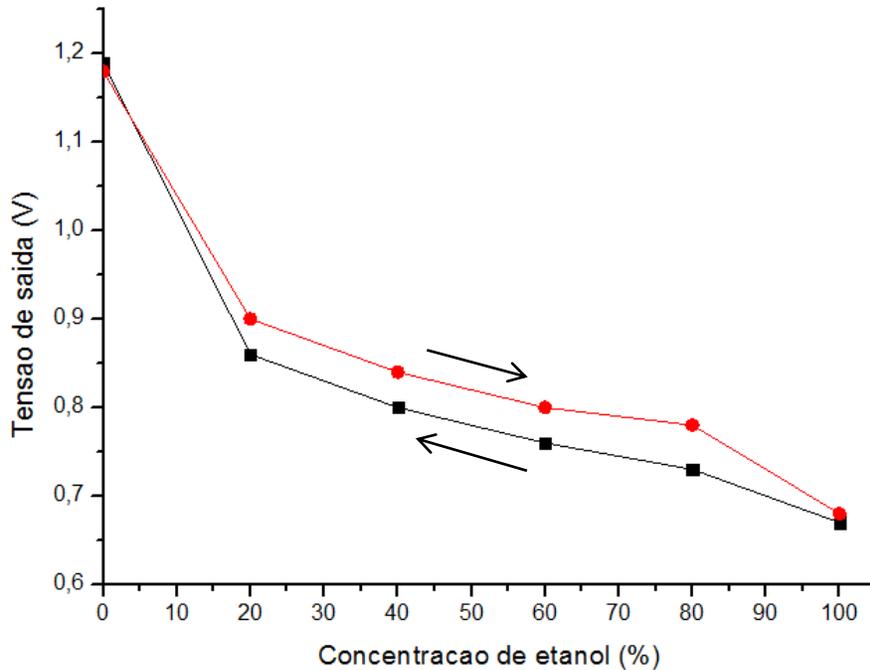


Figura 66 - Gráfico para o etanol.

Após levantar a função de transferência experimental, medimos também a resistência de cada impedância formada pelo capacitor interdigitado. A resistência sem fluido, assim como esperado, extrapolou o fundo de escala do aparelho de medição (acima de $900\text{M}\Omega$), porém, com fluido sobre o sensor a resistência chegou a atingir $15\text{M}\Omega$ para água e $80\text{M}\Omega$ para o etanol. O decréscimo da resistência devido à presença do fluido não foi previsto no projeto do circuito de condicionamento de sinais e, por isso, causou divergências entre a função de transferência teórica e a experimental.

7.3 Discussões

Pôde-se perceber que a tendência da tensão de saída (Figura 66) foi coerente com a constante dielétrica da solução. Pois, para a água deionizada (substância de maior permissividade) o circuito apresentou o maior sinal de saída. Enquanto que, acrescentando-se a substância de menor permissividade (etanol), a tensão foi gradualmente reduzida.

Entretanto, a diminuição da resistência entre os eletrodos notada quando havia presença de água ou etanol causou uma diminuição da sensibilidade do sensor, já que a variação da

resistência não acontece uniformemente entre os eletrodos sensores. Efeito que interferiu no balanceamento da ponte e, portanto, influenciou na medida da capacitância.

Nos pontos do caminho de decremento de concentração de etanol (curva em vermelho), que foram obtidos para medir a histerese do sensor, percebeu-se uma queda de tensão em relação à curva obtida pelos pontos do caminho de incremento de concentração. Observamos 10,4% de histerese na função de transferência do sensor. Este efeito deve-se principalmente a imperfeições dos filmes protetores (fotoreviste SU-8 e SiO₂).

A redução da resistência na presença de fluido e a provável absorção de solução pelo fotoreviste causou uma queda na tensão de saída do sensor em relação ao resultado esperado mostrado no gráfico da Figura 23. Estes efeitos indesejados também podem ser, em parte, atribuídos à camada de proteção de SiO₂ que foi permeável à solução. Com as facilidades disponíveis, não foi possível criar, até o momento, um filme fino uniforme e de boa qualidade para proteger os eletrodos do contato com o fluido. Mesmo na inspeção por microscópio pode-se notar pequenas falhas no filme de SiO₂ (Figura 67). Questão que só foi percebida durante os testes finais do sensor.

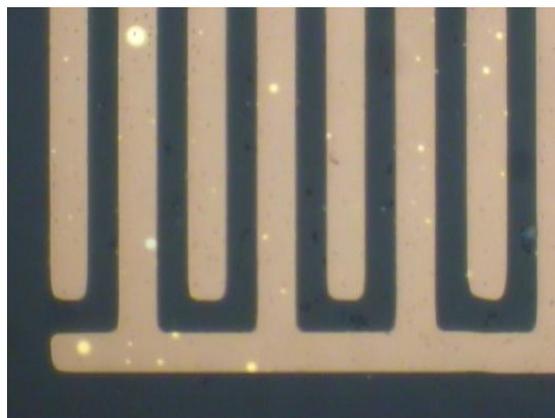


Figura 67 - Pequenas falhas observadas no filme de passivação.

Os experimentos validaram o funcionamento do sensor e mostraram que a constante dielétrica de uma solução pode ser estimada a partir de uma microponte de impedâncias. No entanto, a técnica de fabricação deve ser melhorada para que as características elétricas dos filmes finos usados como proteção e isolamento não variem com a presença da mistura a ser medida.

Capítulo 8

Conclusões

Um sistema sensor químico baseado em microponte de impedância fabricada sobre um substrato de vidro com eletrodos em ouro é a principal realização deste trabalho. O sinal de desbalanceamento desta ponte é condicionado e entregue à saída na forma de uma tensão contínua que é proporcional ao desbalanceamento provocado pela constante dielétrica do fluido em análise. A constante dielétrica é um parâmetro importante dos fluidos, que está relacionada à concentração de misturas. Esse sistema pode ser explorado para aplicações dentro da microfluídica, sendo parte integrante de dispositivos *lab-on-a-chip*.

A fabricação desse sistema foi completamente realizada em laboratórios nacionais sendo mais um esforço para a inserção do país na emergente tecnologia da microfluídica e dos *lab-on-a-chip*. Os materiais utilizados e as técnicas de fabricação visaram um dispositivo portátil e de baixo custo para produção em larga escala.

O sistema sensor foi validado para diferentes concentrações de etanol em água, uma vez que as curvas obtidas na caracterização foram condizentes com as variações da constante dielétrica das soluções. A saída em tensão facilita o acoplamento com outros circuitos de aquisição de dados e processamento de sinais, enquanto a ponte de impedância minimiza os efeitos indesejados que ocorrem uniformemente sobre a região sensora. Esses efeitos envolvem a variação dos parâmetros inerentes à fabricação (qualidade e espessura dos filmes depositados, por exemplo) e o desgaste uniforme do filme de isolamento durante o uso do sensor.

Porém, alguns refinamentos ainda devem ser realizados para que o sistema possa de fato ser parte integrante dos dispositivos microfluídicos. Os principais desafios encontrados foram a fabricação e a definição dos materiais dos filmes finos. A camada muito fina de óxido de silício

(cerca de 0,3 μm de espessura) é permeável a solução e deixa que a resistência entre eletrodos caia abaixo de 100 M Ω , resistência mínima para o correto funcionamento da ponte.

Também o isolamento de dois capacitores interdigitados com SU-8 apresentou baixa aderência ao óxido de silício quando estava imerso na solução. A absorção da solução pelo fotoresiste, além de alterar suas características elétricas, o fez se desprender do substrato quando um fluxo era aplicado no microcanal. Por essa razão, foi necessário utilizar um reservatório para o fluido.

A partir do método analítico apresentado por Rui Igreja [24] e pela tecnologia de fabricação disponível foi possível definir os parâmetros necessários para o projeto. Escolher uma distância entre eletrodos (10 μm) próxima ao limite da tecnologia de fabricação (1 μm). Esta definição geométrica colaborou para redução do tamanho final da ponte de impedância e na sua integração com os microcanais. Porém, muitas vezes, na inspeção com microscópio, percebiam-se pequenas falhas nos filmes finos depositados, tais como trilhas rompidas, o que invalidou vários sensores em etapa avançada de fabricação. O melhor aproveitamento das estruturas micro fabricadas dependendo do estudo e aprimoramento das técnicas de deposição.

8.1 Trabalhos futuros

Apresentamos os seguintes tópicos como sugestões para trabalhos futuros:

- Caracterização do termistor para uma faixa mais larga de temperatura e verificação da sua linearidade para essa nova faixa.
- Ajustar o desenho da ponte de impedância para facilitar o fluxo dos analitos pelo microcanal.
- Definir e depositar um filme fino de passivação menos poroso e inerte à substância em análise e que possa, de fato, evitar o contato do fluido com os eletrodos.
- Ajustar os parâmetros de fabricação do sensor e aperfeiçoar o circuito de condicionamento para uma aplicação específica.
- Desenvolver um circuito integrado compatível com a fabricação do sensor para garantir a completa portabilidade do sistema sensor.

Referências

- [1] W. K. T. COLTRO, E. PICCIN, E. CARRILHO, D. P. JESUS, J. A. F. DA SILVA, H. D. T. SILVA e C. L. DO LAGO, "Microsistemas de análises químicas. Introdução, tecnologias de fabricação, instrumentação e aplicações.," *Química Nova*, vol. 30, pp. 1986-2000, 2007.
- [2] G. M. WHITSIDES, "The origins and the future of microfluidics," *Nature*, vol. 442, pp. 368-373, 2006.
- [3] T. HOFMANN, K. SCHRÖDER, J. ZACHEJA e J. BINDER, "Fluid characterization using sensor elements based on interdigitated electrodes," *Sensors and Actuators B*, vol. 37, pp. 37-42, 1996.
- [4] L. G. D. MENDONÇA, D. TORIKAI, N. I. MORIMOTO e R. C. IBRAHIM, "Avaliação de Gasolina Utilizando um Micro-Sensor Interdigitado," *IBERSENSOR*, pp. 636-641, 2008.
- [5] J. KHANDURINA e A. GUTTMAN, "Bioanalysis in microfluidic devices," *Journal of Chromatography A*, pp. 159-183, 2001.
- [6] N. KIRCHNER, D. HORDERN, D. LIU e G. DISSANAYAKE, "Capacitive sensor for object ranging and material type identification," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 148, pp. 96-104, 2008.
- [7] Â. C. PERINOTO, R. M. MAKI, M. C. COLHONE, F. R. SANTOS, V. MIGLIACCIO, K. R. DAGHASTANLI, R. G. STABELI, P. CIANCAGLINI, F. V. PAULOVIK, M. C. F. D. OLIVEIRA, O. N. OLIVEIRA JR e V. ZUCOLOTTI, "Biosensors for Efficient Diagnosis of Leishmaniasis: Innovations in Bioanalytics for a Neglected Disease," *Analytical Chemistry*, vol. 82, pp. 9763-9768, 2010.
- [8] J. MAIRHOFER, K. ROPPERT e P. ERTL, "Microfluidic Systems for Pathogen Sensing: A Review," *Sensors*, vol. 9, 2009.
- [9] A. MANZ, N. GRABER e H. M. WILDMER, "Miniaturized Total Chemical Analysis Systems: a Novel Concept for Chemical Sensing," *Sensors and Actuators B*, pp. 244-248, 1990.
- [10] G. C. MEIJER, *Smart Sensor Systems*, Delft: Wiley, 2008.
- [11] A. D'AMICO e C. D. NATALE, "A Contribution os Some Basic Definitions of Sensors Properties," *IEEE Sensor Journal*, vol. 1, 2001.
- [12] BOSCH, *BMD040 analog pressure sensor data sheet*, 2008.
- [13] J. FRADEN, *Handbook of modern sensors: physics, designs, and applications*, vol. 3, New York: Springer, 2003.
- [14] R. P. FEYNMAN, R. B. LEIGHTON e M. SANDS, *Lectures on Physics*, California: Addison-Wesley, 1964.
- [15] R. P. W. SCOTT, *Liquid chromatography detectors*, Elsevier Scientific Publishing Company, 1977.
- [16] K. S. SURPRENANT, *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*, Wiley-VCH, 2000.
- [17] J. E. MARK, *Polymer Data Handbook*, Oxford University Press, 2009.
- [18] L. BINOTTO e G. F. PIACENTINI, "Analysis of Interdigitated Thin Film Capacitors," *Thin Solid Films*, vol. 12, pp. 325-333, 1972.
- [19] J. LIN, S. MÖLLER e E. OBERMEIER, "Two-dimensional and three-dimensional interdigital capacitors os basic elements for chemical sensors," *Sensors and acuator B*, pp. 223-226, 1991.
- [20] J. S. COSTA, A. FLACKER e F. FRUETT, "A new fabrication technique of planar metallic microstructures on alumina substrate," *24th Symposium on Microelectronics Technology and Devices*, vol. 23, pp. 327-334, 2009.
- [21] Y. DINGXIN, Z. XIAOFEI, H. ZHENG e Y. YONGMIN, "Oil Contamination Monitoring Based on Dielectric Constant Measurement," em *International Conference on Measuring Technology and Mechatronics Automation*, 2009.
- [22] V. F. LVOVICH, C. LIU e M. F. SMIECHOWSKI, "Optimization and fabrication of planar interdigitated impedance sensors for highly resistive non-aqueous industrial fluids," *Sensors and Actuators B*, vol. 119, pp. 490-496, 2006.

- [23] D. VOLPATI, P. H. B. AOKI, C. A. R. DANTAS, F. V. PAULOVICH, M. C. F. DE OLIVEIRA, O. N. OLIVEIRA JR., A. RIUL JR., R. F. AROCA e C. J. L. CONSTANTINO., "Toward the Optimization of an e-Tongue System Using Information Visualization: A Case Study with Perylene Tetracarboxylic Derivative Films in the Sensing Units.," *Langmuir*, vol. 28, pp. 1029-1040, 2010.
- [24] R. IGREJA e C. DIAS, "Analytical evaluation of the interdigital electrodes capacitance for a multi-layered structure," *Sensors and Actuators A*, vol. 112, 2004.
- [25] R. R. TUMMALA e V. K. MADISETTI, "System on Chip or System on Package?," *IEEE Design & Test of Computers*, pp. 48-56, 1999.
- [26] R. ESFANDIARI, D. MAKI e M. SIRACUSA, "Design of interdigitated capacitors and their application to gallium arsenide monolithic filters," *IEEE Transactions Microwave Theory Tech*, vol. 31, pp. 57-64, 1983.
- [27] G. GHIONE e C. NALDI, "Coplanar waveguides for MMIC applications: effect of upper shielding, conductor backing, finite-extent ground planes, and line-to-line coupling," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech*, pp. 260-267, 1987.
- [28] M. GILLICK, I. ROBERTSON e J. JOSHI, "An analytical method for direct calculation of E- and H-field patterns of conductor-backed coplanar waveguides," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech*, vol. 41, pp. 1606-1610, 1993.
- [29] E. CARLSSON e S. GEVORGIAN, "Conformal mapping of the field and charge distributions in multilayered substrate CPW's," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech*, vol. 47, pp. 1544-1552, 1999.
- [30] G. ÅKERLÖF, "Dielectric constants of some organic solvent-water mixtures at various temperatures," *The Journal of the American Chemical Society*, vol. 54, 1932.
- [31] L. K. BAXTER, *Capacitive Sensors: design and applications*, IEEE PRESS, 1997.
- [32] B. Z. KAPLAN, Y. SAGY e D. M. JACOBSON, "An Instrument for Continuously Measuring Capacitance Changes," *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, vol. 27, 1978.
- [33] N. H. MOREIRA, A. L. D. J. D. ALMEIDA, M. H. D. O. PIAZZETA, D. P. D. JESUS, A. DEBLIRE, Â. L. GOBBI e J. A. F. D. SILVA, "Fabrication of a multichannel PDMS/glass analytical microsystem with integrated electrodes for amperometric detection," *Lab Chip*, vol. 9, pp. 115-121, 2009.
- [34] C. LUO, F. MENG e A. FRANCIS, "Fabrication and application of silicon-reinforced PDMS masters," *Microelectronics Journal*, vol. 37, p. 1036-1046, 2006.

Publicações

Trabalho completo (Apêndice C):

L. E. B. RIBEIRO, M. H. PIAZZETTA, J. S. COSTA, A. L. GOBBI e 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. Microelectronics Technology and Devices - SBMicro 2010. v.31. p.155 – 163.

Resumo (Apêndice D):

L. E. B. RIBEIRO, M. H. PIAZZETTA, J. S. COSTA, A. L. GOBBI e F. FRUETT, Development of an Impedance Micro-Bridge for Lab-On-a-Chip Applications In: VI Workshop on Semiconductors and Micro & Nano Technology, 2011, Campinas. Seminatec 2011.

Apêndice A

O circuito detalhado para o condicionamento dos sinais da microponte de impedância é mostrado na figura abaixo. Os capacitores “Z01” e “Z04” simulam os capacitores sensíveis ao fluido com uma capacitância variando de 1,9pF a 3,6pF em passos de 0,05pF e os capacitores “Z02” e “Z03” completam a microponte com uma capacitância fixa de 0,6pF.

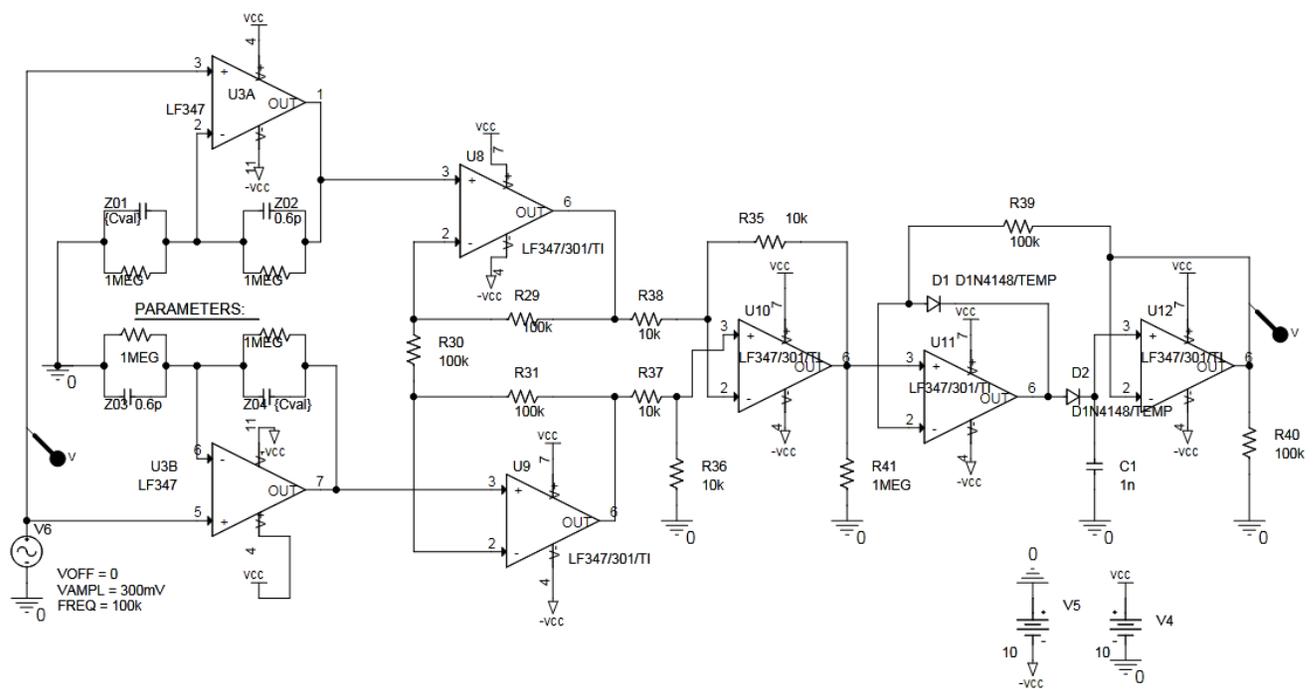


Figura 1 – Circuito condicionador de sinais para a microponte de impedância.

Apêndice B

O programa para aquisição dos dados de temperatura, desenvolvido em *LabView* configura remotamente o multímetro da *Agilent* através de uma placa de aquisição GPIB, processa os valores de resistência do PT100 e do termistor, montar os gráficos para os valores medidos e salva os dados em um arquivo de texto.

Nas próximas figuras é representado o painel frontal do instrumento virtual (Figura 1) e o seu diagrama (Figura 2 a 4).



Figura 1 – Painel frontal do instrumento virtual para aquisição do sinal proporcional à temperatura.

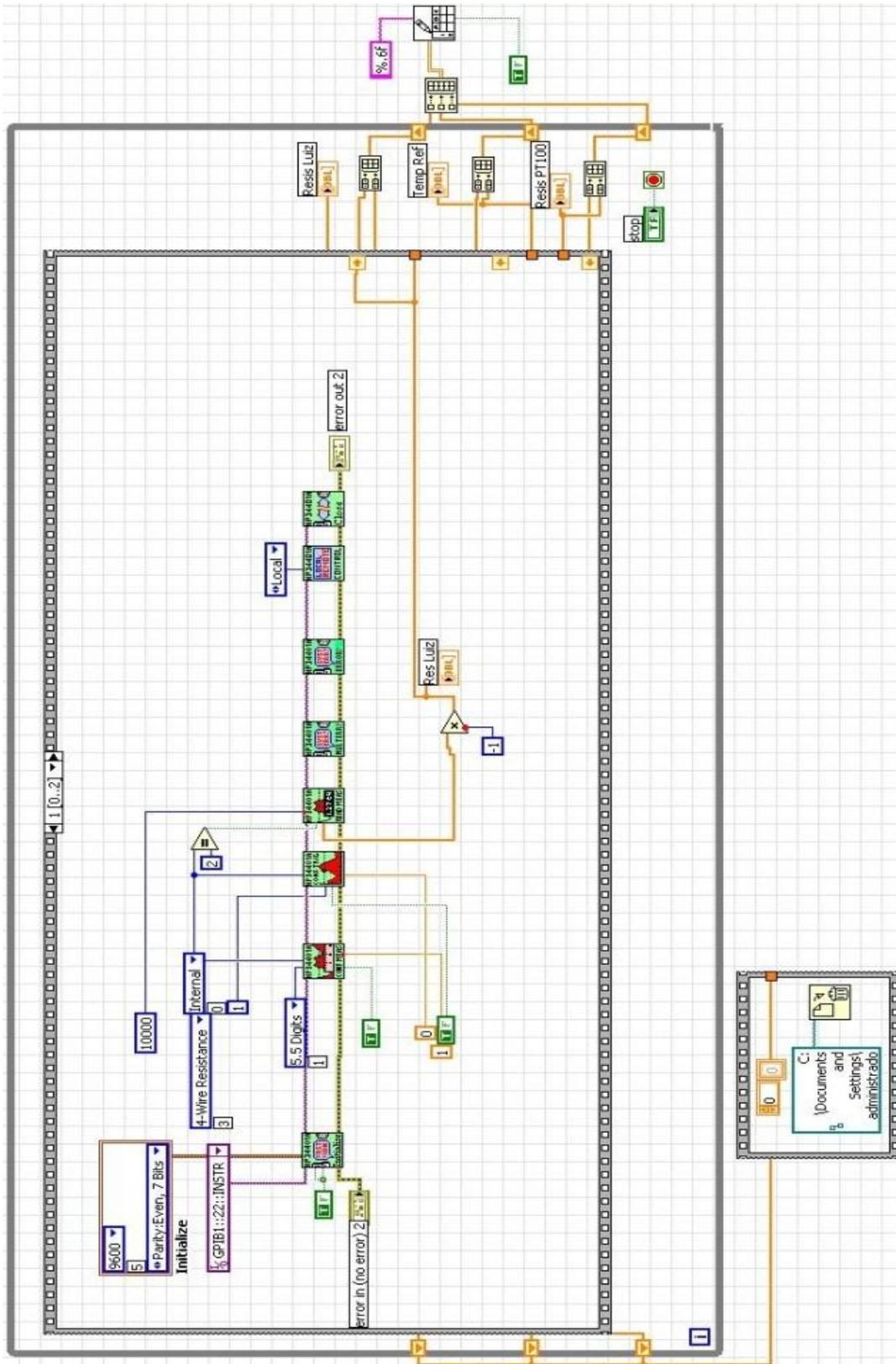


Figura 3 – O segundo quadro faz a aquisição dos valores de resistência para o termistor.

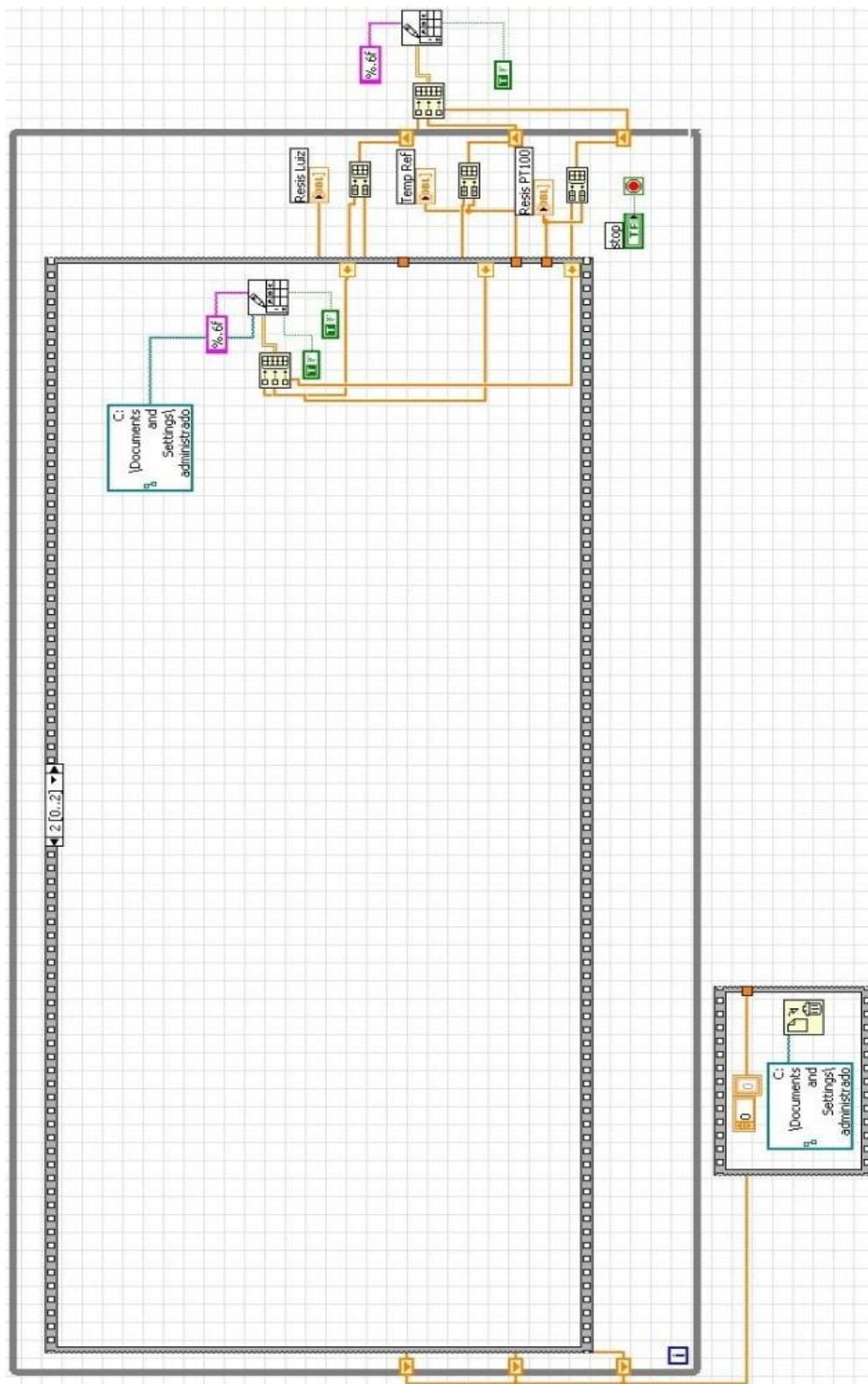


Figura 4 – O último quadro salva todos os dados obtidos em um único arquivo de texto.

Apêndice C

Fabrication and Characterization of an Impedance Micro-Bridge for Lab-on-a-Chip

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

^a School of Electrical and Computer Engineering, University of Campinas, UNICAMP, Campinas, SP, Brazil

^b Laboratory of Microfabrication, Brazilian Synchrotron Light Laboratory, LNLS, Campinas, SP, Brazil

^c 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 μm , 15 μm and 20 μm 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 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 measurements 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 μm , 15 μm and 20 μm 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 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 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.

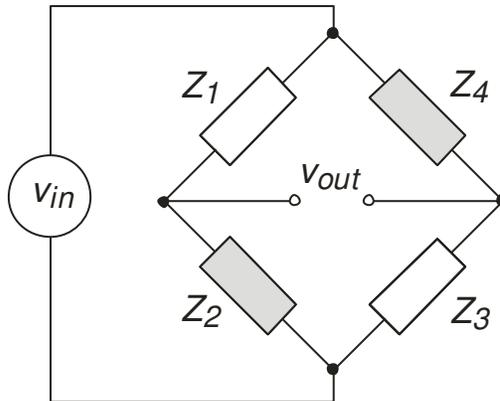


Figure 1. Impedance bridge.

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 ϵ , amounts to:

$$C_i = (n-1)\epsilon \frac{S}{y}$$

[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.

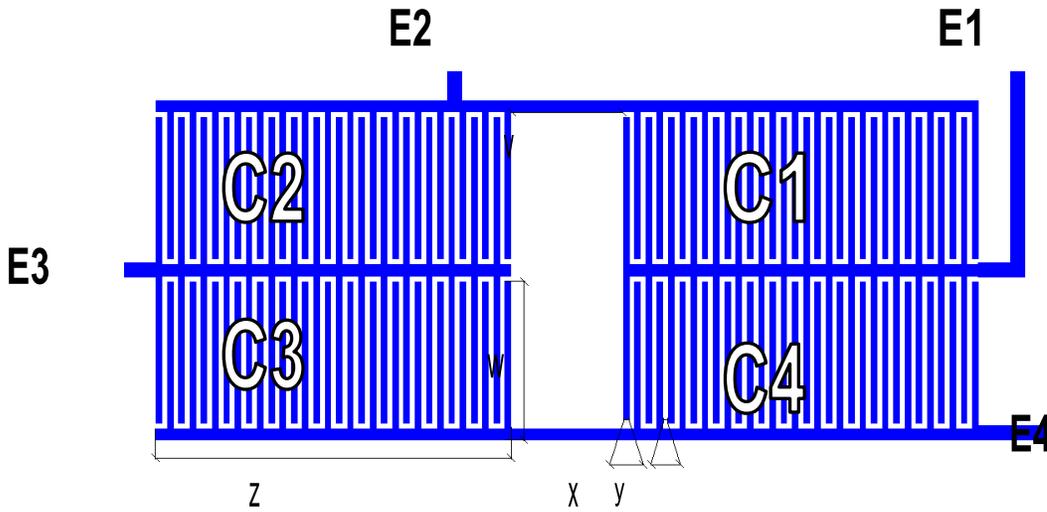


Figure 2. Bridge layout

Table I – Dimensions of the impedance bridge				
Bridge identification	x=y(μm)	z(μm)	w(μm)	v(μm)
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 polydimethylsiloxane (PDMS). A cross-section view of the microfluidic device is shown in Figure 3.

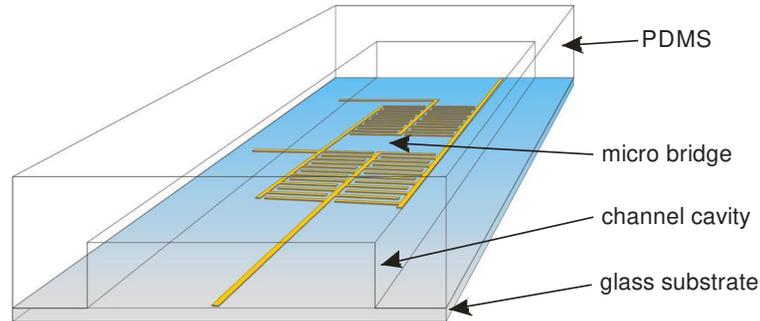


Figure 3. Cross-section view of the microfluidic device

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 μm . 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).

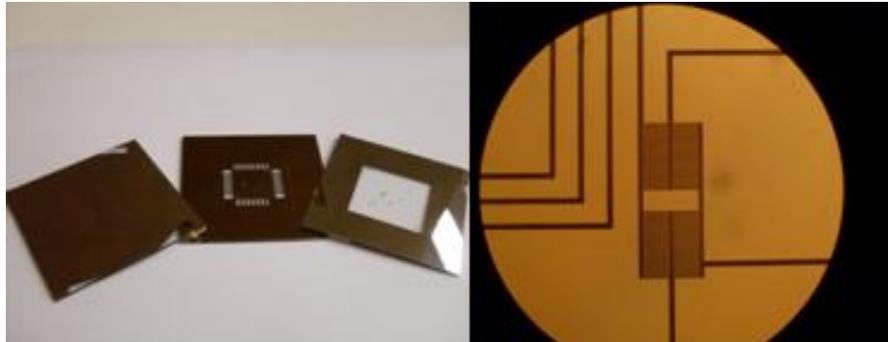


Figure 4. Set of fotomasks (left) and detail of the mask containing the bridge of capacitors (right).

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

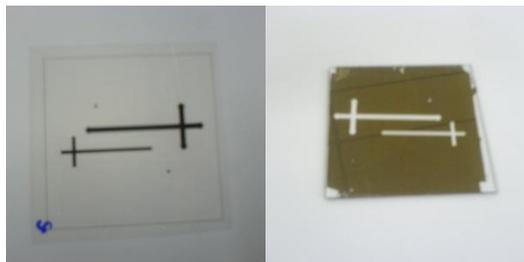


Figure 5. Set of fotomasks for PDMS microchannels.

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.

Lithographic process	Electrode building
Photoresist	Shipley Microposit S1811 (Marlborough, MA, USA)
Spin coating	6000 rpm (30s)
Thickness	~1 μm
Pre-exposure bake	95 °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 °C, and was followed by peeling off the PDMS layers.

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

Lithographic process	Master building
Photoresist	MicroChem SU-8 25 (Newton, MA, USA)
Spin coating	1000 rpm (30s)
Thickness	~50 μm
Pre-exposure bake	65 °C, 5 min 95 °C, 15 min 65 °C, 5 min
Exposure time	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) O₂ 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) O₂, 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 O₂ 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, SiO₂ thin-films were deposited over glass plates previously patterned with TiAuTi electrodes to give a TiSiO₂ bi-layer. Just like glass, SiO₂ surfaces present reactive silanol groups that can react with oxidized PDMS surfaces providing good seals between the electrodes and PDMS layer. The addition of TiSiO₂ 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 5μm 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.

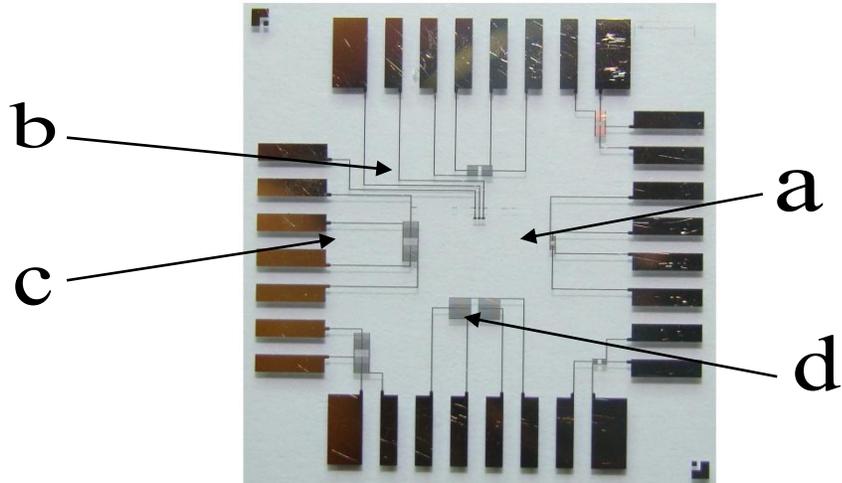


Figure 6. Layout of the glass with the fabricated capacitive bridges with distance between electrodes of 5 (a), 10 (b), 15 (c) and 20 μm (d).

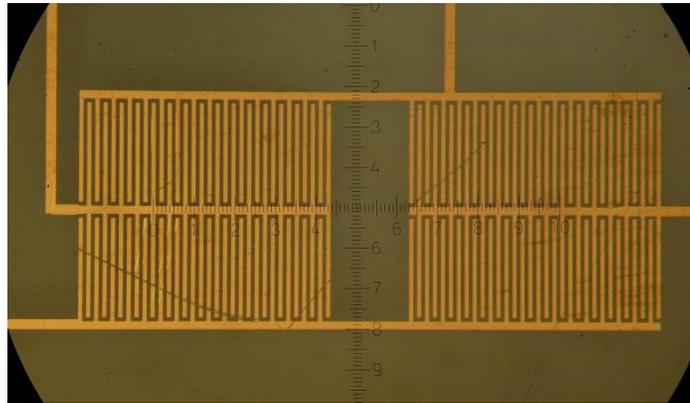


Figure 7. Fabricated capacitive bridge with distance of electrodes of 10 μm

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

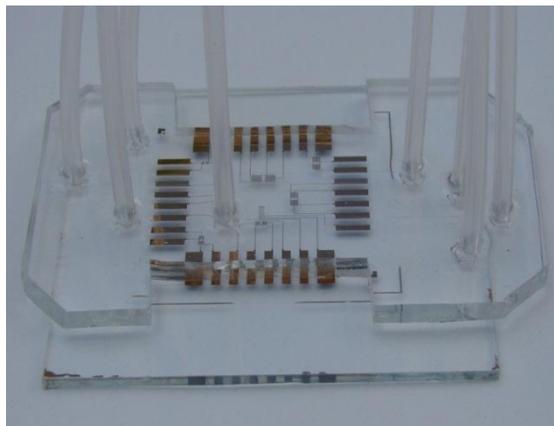


Figure 8. Photograph of the fabricated microfluidic device including the tubes for inlet and outlet the solutions.

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 M Ω and thus has no significant effect on the impedance.

TABLE IV. Capacitance measurements (pF).

Sample / Bridge		C1	C2	C3	C4
Sample 1	20 μm	1,43	1,36	1,35	1,32
	15 μm	1,50	1,42	1,54	1,85
	10 μm	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 μm	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 μm	1,57	1,46	1,63	1,68
Sample 4	20 μm	2,10	1,19	2,01	1,41
	10 μm	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 μm . The microscope inspection showed that the structures well reproduced the design of the masks, except for the interdigitated capacitors formed by 5 μm 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 O₂ 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. Aurooux, D. Iossifidis, D. R. Reyes and A. Manz, *Anal. Chem.*, **74** (2002).
4. T. Vilknér, D. Janásek 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. Stryjowski, 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).

Apêndice D

Development of an Impedance Micro-Bridge for Lab-on-a-Chip Applications

L.E. Bento Ribeiro^a, J.S. Costa^a, M. H. O. Piazzetta^b, A. L. Gobbi^b, J. A. Fracassi da Silva^c and F. Fruett^a

^a School of Electrical and Computer Engineering, University of Campinas, UNICAMP, Campinas, SP, Brazil

^b Laboratory of Microfabrication, Brazilian Synchrotron Light Laboratory, LNLS, Campinas, SP, Brazil
^c Institute of Chemistry, University of Campinas, UNICAMP, Campinas, SP, Brazil

This work reports the fabrication of planar impedance micro-bridge microstructures with electrodes gap of 10 μm , 15 μm and 20 μm on glass substrate. The use of impedance micro-bridge envisages the integration of microelectronic sensors with a lab-on-a-chip (LOC) system using microfluidics. Our device uses ultrathin films of gold and titanium forming interdigitated electrodes (IDE), therefore allowing the formation of impedances which change according to the solutions analyzed. Arranging the impedances in the bridge improves the device's signal-to-noise ratio (SNR) due to its differential output. Finally, micro channels were molded in PDMS and then aligned with micro-bridges. Using O_2 plasma we obtained an irreversible adhesion between PDMS and glass, also as the obtained between PDMS and the electrodes. With micro channels we can keep the device sealed allowing faster analyses, minimal exposure of the samples to contaminants, strong reduction in the volume of the samples analyzed and minimal waste. In a first test, a mixture of water and alcohol flowing through the micro channel was measured and was possible to observe the variation of the signal phase according with the alcohol concentration.

References

1. G.C. Meijer, in *Smart Sensor Systems*, John Wiley and Sons (2008). [book]
2. V. Dolnik, S. Liu and S. Jovanovich, *Electrophoresis*, **21**, 41 (2000). [article]
3. P. Auroux, D. Iossifidis, D. R. Reyes and A. Manz, *Anal. Chem.*, **74** (2002). [article]
4. T. Vilknær, D. Janásek and A. Manz, *Anal. Chem.*, **76** (2000). [article]
5. P. S. Dittrich, K. Tachikawa and A. Manz, *Anal. Chem.*, **78** (2006). [article]
6. P. S. Dittrich and A. Manz, *Nat. Rev. Drug Discovery*, **5** (2006). [article]
7. J. S. Costa, A. Flacker and F. Fruett, *ECS Trans.*, **327**, (2009). [article]
8. N.H. Moreira, A.L. De Jesus De Almeida, M.H. De Oliveira Piazzeta, D.P. De Jesus, A. Deblire, A.L. Gobbi, J.A. Fracassi Da Silva, *Lab on a Chip*, **115** (2009). [article]
9. B. H. Jo, L. M. Van Leberghe, K. M. Motsegood and D. J. Beebe, *J. Microelectromech. Sys.* **9** (2000). [article]