

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE A REDAÇÃO FINAL DA
TESE DEFENDIDA POR Camila Dalben Madeira...
Campos..... E APROVADA
PELA COMISSÃO JULGADORA EM 26 / 07 / 2011.....

Enilson Nóbrega
.....
ORIENTADOR

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
COMISSÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA**

Camila Dalben Madeira Campos

**Desenvolvimento de uma microbomba de
membrana com atuação magnética**

Campinas, 2011.

Camila Dalben Madeira Campos

Desenvolvimento de uma microbomba de membrana com atuação magnética

Dissertação apresentada ao Curso de Mestrado da Faculdade de Engenharia Mecânica da Universidade Estadual de Campinas, como requisito para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica.

Área de Concentração: Mecânica dos Sólidos e Projeto Mecânico

Orientador: Eurípedes Guilherme de Oliveira Nóbrega

Campinas
2011

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

C157d Campos, Camila Dalben Madeira
Desenvolvimento de uma microbomba de membrana
com atuação magnética / Camila Dalben Madeira
Campos. --Campinas, SP: [s.n.], 2011.

Orientador: Eurípedes Guilherme de Oliveira
Nóbrega.

Dissertação de Mestrado - Universidade Estadual de
Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica.

1. Microfabricação. 2. Microfluídico. 3. Filmes
magnéticos. 4. Modelo matemático. I. Nóbrega,
Eurípedes Guilherme de Oliveira. II. Universidade
Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia
Mecânica. III. Título.

Título em Inglês: Development of diaphragm micropump with magnetic
actuation

Palavras-chave em Inglês: Microfabrication, Microfluidics, Magnetic materials,
Mathematical models

Área de concentração: Mecânica dos Sólidos e Projeto Mecânico

Titulação: Mestre em Engenharia Mecânica

Banca examinadora: Luiz Otávio Saraiva Ferreira, Stanislav Moshkalev

Data da defesa: 26/07/2011

Programa de Pós Graduação: Engenharia Mecânica

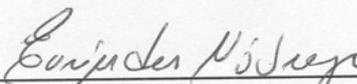
UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
COMISSÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA
DEPARTAMENTO DE MECÂNICA COMPUTACIONAL

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO ACADEMICO

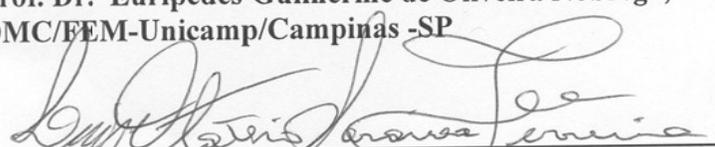
**Desenvolvimento de uma Microbomba de
Membrana com Atuação Magnética**

Autor: Camila Dalben Madeira Campos
Orientador: Eurípedes Guilherme de Oliveira Nóbrega

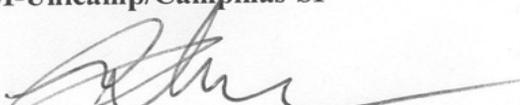
A Banca Examinadora composta pelos membros abaixo aprovou esta Dissertação:



Prof. Dr. Eurípedes Guilherme de Oliveira Nóbrega, Presidente
DMC/FEM-Unicamp/Campinas -SP



Prof. Dr. Luiz Otávio Saraiva Ferreira
DMC/FEM-Unicamp/Campinas-SP



Dr. Stanislav Moshkalev
CCS-Unicamp/Campinas-SP

Campinas, 26 de julho de 2011.

Dedico este trabalho a cada uma das pessoas,
muito queridas, que me ajudou a alcançá-lo.

Agradecimentos

Costumava brincar com alguns amigos que esta seção seria maior do que alguns capítulos da dissertação. Se me propusesse a citar nominalmente todas as pessoas importantes para este trabalho, isso certamente ocorreria. Além disso, estaria sujeita ao risco de esquecer um nome. Por isso, agrupo as pessoas queridas, que não executaram tarefas neste projeto, mas contribuíram muito com ele em minha família, meus amigos e meu namorado. A esses eu gostaria de agradecer pelo apoio, pelo carinho, pela compreensão de cada ausência em um fim de semana e de cada plano mudado às pressas. Pelos almoços às 10 da manhã e pela companhia na volta para casa às 11 da noite. Pelo oferecimento de hospedagem para um congresso, ou para testes feitos fora de Campinas. Pela indicação de alguém que poderia ajudar, e pelas diversas ofertas de ajuda.

A lista de pessoas que, de alguma forma, trabalharam diretamente no projeto, também não é pequena. Além do apoio do meu orientador, que apostou comigo neste projeto, e me ajudou a direcionar o trabalho, e da FAPESP, que o financiou, outras pessoas no Departamento de Mecânica Computacional se tornaram muito importantes em diversas etapas. O Nilson que trabalhou no desenvolvimento do filtro, tão importante nos resultados finais, do Juliano e do prof. Luis Otávio, que me ensinaram as técnicas de microfabricação.

Adicionalmente, as portas de outros laboratórios me foram abertas, com seus equipamentos, conhecimentos e pessoas, para que os resultados aqui apresentados se tornassem possíveis. Gostaria de agradecer o Laboratório de Microfabricação do Laboratório Nacional de Luz Síncrotron aberto por Maria Helena O. Piazzeta e Ângelo Gobbi, o Laboratório de Química Analítica no qual recebi ajuda do professor Ivo M. Raimundo Jr e de Alexandre Fonseca, o Centro de Componentes Semi-Condutores, onde quase todo o grupo me ajudou em um ou outro momento – Prof. Alexandre Diniz, Prof. Stanislav Moshkalev e Prof. Yoshiaki Dói, Alexsander Flacker, Alfredo Vaz, Márcia Rautemberg, José Godói, Mara A. Canesqui, Emilio C. Bortolucci e Raluca Savu, o Laboratório de Materiais e Baixas Temperaturas do Instituto de Física, na pessoa de Fanny Beron, e o Laboratório de Engenharia de Materiais na Engenharia Mecânica, por Claudenete Leal.

Somos o resultado de tudo o que vivemos
(Anônimo)

Resumo

Este trabalho teve como objetivo o desenvolvimento de uma microbomba de membrana acionada eletromagneticamente, tornando possível sua utilização futura em dispositivos que reúnam de maneira eficiente diversos processos microfluídicos. Para atingir este objetivo foi necessário o desenvolvimento do atuador, composto de uma membrana flexível e uma microbobina, e do modelo, aqui desenvolvido utilizando a técnica de grafos de conexão, que permita o planejamento futuro das aplicações deste dispositivo. A membrana flexível foi fabricada utilizando-se resina fotocurável de poliuretano-acrilato ou silício corroído em banho de KOH e recebeu filmes de níquel puro, depositados por processo à vácuo e eletroquímico e filmes depositados eletroquimicamente da liga CoNiMnP. Tais membranas atingiram deslocamentos próximos a 1 μm frente a campos magnéticos de aproximadamente 250 G. As microbobinas, produzidas por meio de deposição eletrolítica de ouro sobre alumina, foram capazes de gerar campos magnéticos ao redor de 50 G. A microbomba com câmara de bombeamento de 10 mm, fabricada com corpo em poliuretano-acrilato e com o atuador descrito apresentou um bom fluxo de líquido nos testes com água.

Palavras Chave: Microfabricação; Microfluídico, Filmes magnéticos, Modelo matematico

Abstract

This investigation was conducted to develop a new membrane micropump, magnetically actuated, able to be used in lab-on-a-chip devices. To reach this target, a new actuator was developed, containing a microcoil and a flexible diaphragm covered with metallic film, and a bond-graph model, leading future applications planning. The diaphragm was made using photocurable polyurethane acrylate resin or silicon etched in KOH bath, covered with pure nickel films, deposited by sputtering and electroplating techniques and electroplated CoNiMnP films. Diaphragms reached 1 μm displacement facing 250G magnetic fields. Microcoils, obtained by gold electroplating over alumina surfaces, produced magnetic fields close to 50G. Micropump with pumping chamber diameter of 10 μm , made using polyurethane acrylate and using the described actuator produced good water flow in the tests.

Key Words: Microfabrication, Microfluidics, Magnetic materials, Mathematical models.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Resumo dos tipos de microbombas encontrados na literatura, segundo Iverson e Garimella (2008).....	3
Figura 2. Projeto da microbomba pneumática apresentada em Nóbrega e Campos (2008). a) Vista tridimensional, cortes b) A-A' e c) B-B' e foto do dispositivo final.....	7
Figura 3. Detalhes do LOC fabricado. a) Projeto das câmaras, b) dispositivo pronto, e c) destaque da área do reator na mistura dois fluxos de água colorida com tinta.....	7
Figura 4. Espectro de infra-vermelho da resina de poliuretano-acrilato, extraída do trabalho de Ferreira e Fernandes (2006).....	13
Figura 5. Imagens do reator de KOH utilizado para obtenção das membranas de Si. (Biasotto, 2005; Coraucci, 2008)	17
Figura 6. Membrana de poliuretano-acrilato após o corte.....	24
Figura 7. Vista lateral de uma membrana em silício	24
Figura 8. Lâmina com o filme de nitreto depositado (Biasotto, 2005).....	25
Figura 9. Imagem usada para confecção do fotolito. As áreas escuras representam os locais onde o filme será removido.	26
Figura 10. Lâmina após a corrosão do nitreto. A diferença entre os dois níveis é de 60 nm	26
Figura 11. a) Lâmina de silício ao final da corrosão e b) destaque de uma abertura	27
Figura 12. Fotografia da imersão da amostra na solução de ácido durante o pré-tratamento.	28
Figura 13. Banho de deposição eletrolítica usado, com ímãs presos na lateral da célula de deposição eletrolítica	30
Figura 14. Esquema demonstrativo do filme fragmentado. As partes em preto representam as áreas na qual o metal foi depositado.....	32
Figura 15. Desenhos de bobinas projetadas a) quadrada com 40 μm de distância entre as trilhas, b) circular com a mesma distância, c) quadrada com 20 μm de distância e c) circular com a mesma distância.....	34
Figura 16. Ilustração das etapas do processo de construção da bobina.	35
Figura 17. Bobinas de ouro construídas sobre alumina.....	36

Figura 18. Comportamento da pressão do fluido nos difusores quando o volume da câmara a) aumenta e b) diminui	37
Figura 19. Máscaras utilizadas para fabricação das camadas da microbomba por processo de litografia profunda	38
Figura 20. Vista inferior do protótipo com câmara de bombeamento de 10 mm.	39
Figura 21. Modelo em grafo de conexões para representar a microbomba e o sistema de atuação utilizado.	41
Figura 22. Detalhe do descolamento (bolhas) decorrente da liberação de gases durante a deposição à vácuo de filmes de níquel sobre membranas de PA.	43
Figura 23. Espectros de IV para amostras de PA após a) 0s, b) 30s e c) 150s de pré-tratamento.	44
Figura 24. Reação do Sn com as carboxilas formadas no polímero Charbonnier <i>et. al.</i> (1996). ...	45
Figura 25. Imagens por MEV para amostras de Ni com pré-tratamentos de a) 0s (NM-000N-010), b) 15s (NM-015N-010), c) 30s (NM-030N-010), d) 60s (NM-060N-010) e e) 150s (NM-150N-010). Os destaques apresentam uma ampliação de 3x.	46
Figura 26. Imagens de MEV para amostras de Ni produzidas na ausência (esq.) e presença (dir.) de campo magnético. 2000x de aumento para a) TE-000N-020 e b) ME-000N-010, secção lateral não polida de c) TE-000N-020 e d) ME-000N-010 e superfície polida por FIB de e) TE-000N-020 e f) ME-000N-010. Ni-EP, Ni-EL, Pd e PA representam o níquel depositado eletrolítica e quimicamente, paládio e o polímero, respectivamente.	48
Figura 27. Imagens de MEV para amostras de CoNiMnP produzidas na ausência (esq.) e presença (dir.) de campo magnético. 2000x de aumento para a) TE-000N-020 e b) ME-000N-010, secção lateral não polida de c) TE-000N-020 e d) ME-000N-010 e superfície polida por FIB de e) TE-000N-020 e f) ME-000N-010. Ni-EP, Ni-EL, Pd e PA representam o níquel depositado eletrolítica e quimicamente, paládio e o polímero, respectivamente.	49
Figura 28. Espectros de EDS para filmes das amostras de a) Ni, b) CoNiMnP depositado por 8,5 min, c) CoNiMnP depositado por 10 min e d) CoNiMnP depositado por 20 min	51
Figura 29. Curva B vs. H. Permite calcular a remanência (M), a coercividade (Hc) e o produto BH.....	53
Figura 30. Resumo das propriedades observadas para cada uma das membranas	55

Figura 31. Motor com ímãs durante medida do campo magnético	56
Figura 32. Campo magnético resultante da rotação do motor em função do tempo para a) um ímã, b) dois ímãs, c) três ímãs e d) quatro ímãs	57
Figura 33. Velocidade da membrana em função do tempo para diferentes frequências do sinal gerado com quatro ímãs a) 40 Hz, b) 80 Hz, c) 120 Hz, d) 160 Hz.	58
Figura 34 Espectro da transformada rápida de Fourier para os três testes de núcleo. a) Sem núcleo, b) com núcleo de ferro e c) com núcleo de ferrite.	59
Figura 35. Programa desenvolvido em Simulink [®] para atuação da bancada de testes.....	60
Figura 36. Campo magnético gerado pela bobina com excitação a) senoidal; b) de Schroeder. ..	60
Figura 37. Espectros da transformada de Fourier para dois diafragmas diferentes. Os pontos indicam o pico normalmente presente, enquanto a linha tracejada marca a frequência de ressonância do diafragma	61
Figura 38. Frequência de ressonância para alguns diafragmas com filmes depositados por a) <i>sputtering</i> e b) eletroliticamente sem campo magnético	62
Figura 39. Espectro da transformada de Fourier de um diafragma sob excitação senoidal na frequência de 10 hz.	63
Figura 40. Sinal da velocidade obtido antes da instalação dos filtros para um diafragma sob excitação senoidal na frequência de 10 hz.	63
Figura 41. Componentes da instrumentação de teste das membranas	64
Figura 42. Espectro (acima), velocidade (meio) e deslocamento (abaixo) das membranas a) NS- 000N-10, b) NM-015N-01, c) CM-030N-004 e d) CM-SIL-030 para frequência de 5 Hz. .	65
Figura 43. Resultados do teste de vibração obtidos para a membrana fragmentada de a) CoNiMnP e b) Ni. Espectro (acima), velocidade vs. tempo (meio) e deslocamento vs. tempo (abaixo).	67
Figura 44. Visualização de uma bobina. Verifica-se camada de ouro não removida entre as trilhas da bobina	68
Figura 45. Vista de uma trilha da bobina com coloração avermelhada, resultante da reação com deplacante	68
Figura 46. Imagem das trilhas da bobina após tratamento final com solução ácida e água quente	69

Figura 47. Sinal da corrente e da tensão medidos para uma microbobina	70
Figura 48. Imagem do filme de ouro obtida por microscopia óptica.	71
Figura 49. Gráfico de volume acumulado em 5 minutos em função da frequência. Resultados experimentais e obtidos pelo modelo proposto. As barras verticais representam os erros em cada uma das medidas.	72
Figura 50. Reprodução da figura extraída de Nóbrega e Campos (2008). Vazão em função da pressão aplicada para cada frequência.....	73
Figura 51. Resultados teóricos produzidos pelo modelo em grafo de conexões para o atuador e comparação com o resultado experimental encontrado.....	75
Figura 52. Resultados teóricos obtidos pelo modelo de bond graph para a microbomba maior ...	76
Figura 53. Comparação entre valores experimentais e teóricos	77

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Equações constitutivas dos elementos	22
Tabela 2. Parâmetros da deposição do filme de nitreto	25
Tabela 3. Composição do banho de Ni-P <i>electroless</i>	29
Tabela 4. Composição do banho eletroquímico de níquel	30
Tabela 5. Banho eletroquímico de CoNiMnP	30
Tabela 6. Resumo das amostras feitas	31
Tabela 7. Resistência específica de alguns metais	34
Tabela 8. Resumo dos processos utilizados em cada amostra	35
Tabela 9. Conteúdo de Co e Ni nos filmes analisados por EDS.	51
Tabela 10. Resumo das propriedade magnéticas encontradas para as amostras	54

Lista de Abreviaturas e Siglas

Letras Latinas

B - campo magnético

(BH)_{max} - produto máximo de energia

C - elemento capacitivo nos grafos de conexão

DCS - dicloro-silana

DI - deionizada

E - campo elétrico

e - esforço nos grafos de conexão

E_i - energia do íon incidente

EDS - espectroscopia de energia dispersiva

F - taxa de *sputtering*

f - fluxo nos grafos de conexão

GY - giradores nos grafos de conexão

H_c - coercividade

I - elemento inercial nos grafos de conexão

IV - infravermelho

M - remanencia

m - módulo do transformador no grafo de conexão

m_a - massa do íon do alvo

m_i - massa do íon incidente

MSe - fonte de esforço modulada nos grafos de conexão

MSf - fonte de fluxo modulada nos grafos de conexão

p - integral de esforço nos grafos de conexão

q - integral de fluxo nos grafos de conexão

R - elemento resistivo nos grafos de conexão

r - módulo do transformador no grafo de conexão

r' - módulo do elemento resistivo no grafo de conexão

R^2 – coeficiente de determinação

S - rendimento da deposição por sputtering

S_e - fonte de esforço nos grafos de conexão

S_f - fonte de fluxo nos grafos de conexão

TF - transformadores nos grafos de conexão

U_0 - calor de sublimação do alvo

Z_i - número atômico do íon

Z_a - número atômico do alvo

Letras Gregas

α - função crescente monotônica de m_a/m_i

η - diferença entre o potencial de interface e o de equilíbrio na deposição eletrolítica

Superescritos

Subscritos

max – máximo

Abreviações

HMDS - hexa-dimetil-siloxana

LOC – Lab-on-a-chip

LPCVD - deposição química em fase vapor de baixa pressão

MEMS - sistemas micro-eleto mecanicos

MEV - microscopia eletrônica de varredura

MIF - livre de íons metálicos

PA - poliuretano-acrilato

PDMS - poli-dimetilsiloxana

PID - proporcional integral e derivado

UV - ultravioleta

VSM - magnetometro de amostra vibrante

Abreviações

MIT - Massachusetts Institute of Technology

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	1
2	TÉCNICAS TRADICIONAIS	12
3	PROCESSOS DE FABRICAÇÃO UTILIZADOS	23
4	RESULTADOS	42
1	CONCLUSÕES	78
	Referências	81
	ANEXO A - Projeto do filtro desenvolvido no laboratório	92
	ANEXO B - Código dos difusores utilizados no modelo por grafos de conexão	93
	ANEXO C - Trabalhos publicados como resultado deste projeto	94

1 INTRODUÇÃO

O primeiro dispositivo microfluídico foi construído na década de 1970 (Terry *et. al.*, 1979), e desde então sistemas deste tipo contribuem para a evolução da química, da biologia e da microeletrônica, com aplicações em genômica, proteômica, síntese química, análises químicas e biológicas, monitoramento ambiental, e aplicações biomédicas (Liu e Fan, 2011).

Geralmente fabricados utilizando técnicas derivadas da microfabricação e da microeletrônica, caracterizam-se por regime laminar, permitindo controle preciso de fluxo, e volumes menores, implicando em economia de reagentes e tempo necessários, principais responsáveis pelo interesse despertado por esses dispositivos, resultando na busca de tecnologias que favoreçam ainda mais a relação entre o volume processado e o volume do dispositivo (Chang *et. al.*, 2007; Iverson e Garimella, 2008; Christ e Turner, 2011).

Além disso, permitem a visualização e acompanhamento do fluido por meio de microscopia confocal (Hu *et. al.*, 2011) e a portabilidade dos sistemas de análise (Liu e Fan, 2011). Por serem sistemas fechados, microdispositivos oferecem proteção ao portador contra exposição química, e devido à sua minizaturização apresentam possibilidade de combinar diferentes dispositivos em um único substrato (Christ e Turner, 2011, Liu e Fan, 2011).

Embora bombas externas ainda sejam comuns nos sistemas de análise em microescala apresentados na literatura, a integração de microbombas ao sistema é fundamental para seu funcionamento na forma de Lab-on-a-chip (LOC) nos quais um único dispositivo reúne todos os processos necessários para o objetivo desejado (Yamahata *et. al.*, 2005; Iverson e Garimella, 2008). Um exemplo emblemático da tendência de acoplamento de microbombas é o trabalho de Liu *et. al.* (2011), que apresenta um *microchip* para identificação forense. Neste dispositivo, microbombas fabricadas no próprio *chip* são utilizadas para transferir o fluido analisado entre dois processos presentes no dispositivo.

1.1. Breve história das microbombas

Um dos primeiros documentos conhecidos sobre o desenvolvimento de microbombas é a patente depositada por Thomas e Bessman (1975), sobre uma microbomba acionada por dois discos piezoelétricos, para implante no corpo humano. Nove anos depois, a primeira microbomba construída em silício, com atuação peristáltica foi patenteada por Smits (1984), para uso na dosagem de insulina. Desde então, microbombas com diferentes projetos, capacidades e mecanismos de atuação tem sido apresentadas na literatura e alguns dispositivos comerciais já foram lançados no mercado, como a microbomba Dia-Vac[®] (Air Dimensions Inc., EUA).

Para maior eficiência quando acopladas a outros processos, microbombas devem ter um projeto planar, e baixo fluxo reverso. É interessante também que tenha baixo custo (Ni *et. al.*, 2010). A integração de microbombas em LOCs de baixo-custo também implica em restrições dos materiais, formas e técnicas empregadas na construção do sistema (Song & Lichtenberg, 2005), no entanto, alguns novos materiais têm sido propostos recentemente.

As microbombas podem ser classificadas quanto a sua atuação como mecânicas, quando exercem pressão oscilatória ou rotacional sobre o fluido, e não mecânicas, que transferem energia direta e continuamente. Um resumo dos dois tipos pode ser visto na Figura 1 (Iverson e Garimella, 2008, Lee e Chen, 2010). Enquanto as não-mecânicas, como eletro-osmóticas, eletromecânicas e magneto-hidrodinâmicas, são construídas para fins específicos e são sensíveis às propriedades do fluido, como pH, condutividade elétrica, variações de temperatura e viscosidade, embora atinjam mais facilmente volumes menores (Tsui e Lu, 2008). As microbombas mecânicas podem ter seu projeto reproduzido para condições diferentes, sem a necessidade de adaptações complicadas, encontrando uma gama de aplicações maiores (Kang *et. al.*, 2008).

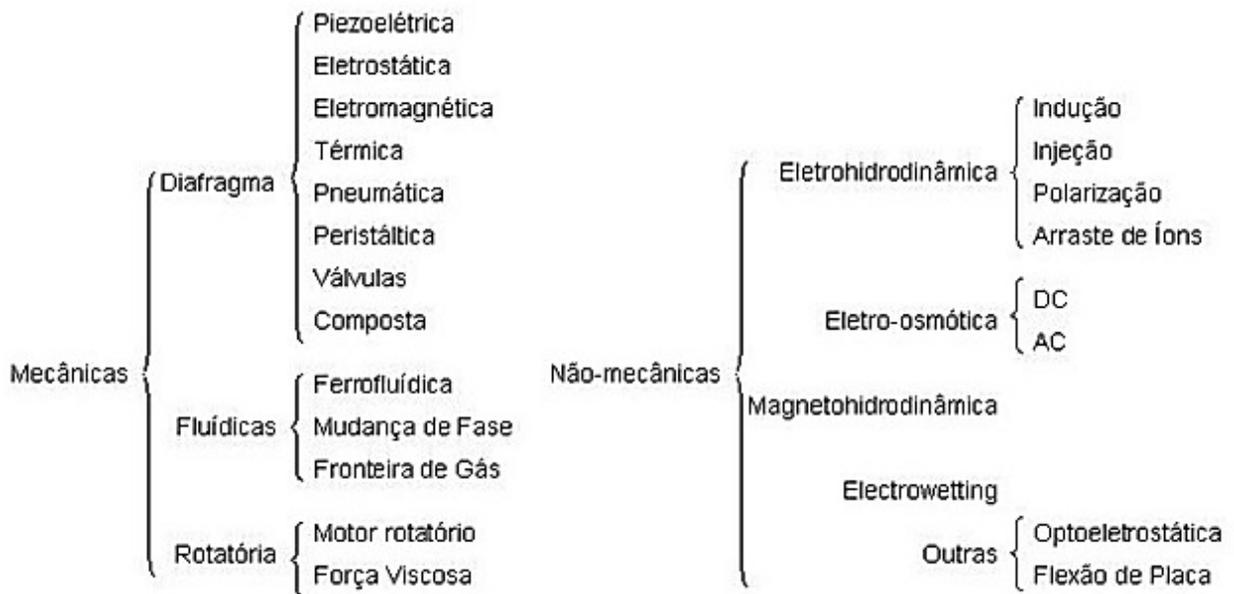


Figura 1. Resumo dos tipos de microbombas encontrados na literatura, segundo Iverson e Garimella (2008)

Dentre os vários métodos de atuação possíveis, a microbomba magnética desponta como alternativa viável por sua ampla faixa de trabalho, curto tempo de resposta, baixa voltagem de atuação e facilidade de controle. A atuação eletromagnética consiste usualmente em um material magnético preso ou depositado sobre o diafragma. O diafragma é posicionado de maneira que o material magnético fique próximo a uma bobina (Jeong *et. al.*, 2000; Gong *et. al.*, 2000; Santra *et. al.*, 2002, Atta, 2003; Su *et. al.*, 2004; Yamahata *et. al.*, 2004; Yamahata *et. al.*, 2005, Su *et. al.*, 2005, Getpreecharsawas *et. al.*, 2006; Su *et. al.*, 2006^a; Su *et. al.*, 2007, Chang *et. al.*, 2007b; Shen *et. al.*, 2008; Lee e Chen, 2010) ou, menos frequentemente ímãs, cujo movimento varia o fluxo magnético, (Ahn e Allen, 1995, Pan *et. al.*, 2005, Shen *et. al.*, 2011). Quando a corrente passa através da bobina, a interação entre os campos elétrico e magnético leva ao surgimento de forças de Lorentz. Com isso, o diafragma é expandido, modificando a pressão sobre o fluido. Se a pressão resultante na entrada da câmara é assimétrica, como no caso de uma bomba com difusores, nos quais um deles recebe uma pressão maior do líquido do que outro, o fluxo é impulsionado em um sentido específico. Este tipo de bomba demanda menores tensões de

trabalho e sistemas de controle mais simples (Chang *et. al.*, 2007a; Iverson e Garimella, 2008; Lee e Chen, 2009).

Nos primeiros anos, o uso de técnicas derivadas da microeletrônica determinou a escolha do silício como material base dos dispositivos (O'connor, 1992; Gerlach & Wurmus, 1995, Zengerle et al, 1995, Olsson et al, 1999, Jeong & Yang, 2000, Cao et al, 2001, Goldschmidtboeing et al, 2005 e Inman et al, 2007). Hoje o vidro e diversos materiais poliméricos são apresentados como alternativas, por possuírem resistência química, flexibilidade e transparência, qualidades necessárias para determinadas aplicações. Exemplos de LOCs produzidos com estes materiais são os dispositivos em poli-dimetilsiloxano (PDMS) (Song & Lichtenberg, 2005) e polímeros de ácido perfluorosulfônico (Guo e Asaka, 2003). Atualmente, um grande interesse tem sido demonstrado por dispositivos construídos em mais de um material, normalmente na forma de laminados, que usualmente agregam vantagens de seus materiais de origem (Chang *et. al.*, 2007a).

Alguns polímeros são particularmente atraentes para a produção de dispositivos comerciais, devido a sua facilidade de trabalho e o uso em processos já consolidados pela indústria (Liu e Fan, 2011). Neste sentido, a técnica utilizando poliuretano-acrilato (PA), desenvolvida por Fernandes e Ferreira (2006) apresenta-se como uma alternativa aos polímeros termoplásticos apresentados por (Liu e Fan, 2011), pois faz uso de materiais e técnicas já consolidados comercialmente para outras aplicações, adaptando-as para microfabricação, por meio de um processo simples.

No caso particular das microbombas magnéticas, um dos principais limitantes encontrados no que diz respeito à escolha de materiais é a dificuldade em encontrar técnicas que permitam a deposição de materiais magnéticos permanentes compatíveis com a fabricação de MEMS (Su *et. al.*, 2005). Embora muitos materiais permitam a obtenção de filmes finos, nem todos funcionam bem em MEMS. Inicialmente, altos valores de remanência, coercividade e o produto máximo de energia $(BH)_{max}$ são necessários. Além disso, deve ser possível depositar o filme a temperaturas próximas à temperatura ambiente e com pouca tensão residual (Grapes e Morris, 2010).

Os primeiros testes objetivando filmes finos magnéticos foram feitos com a deposição eletrolítica de materiais magnéticos moles, entre eles o níquel e o ferro. O uso de materiais

magnéticos duros em microbombas só teve início no ano 2000, devido à dificuldade de se obter esses materiais até então (Nagel *et. al.*, 2006). Atualmente a deposição eletrolítica ainda é a técnica mais comum de deposição (Grapes e Morris, 2010), pois é uma técnica rápida, não requer vácuo, apresenta baixo custo e permite a deposição de vários materiais (Guan e Nelson, 2005). Essa técnica foi aprimorada por Cho e Ahn (2002), com o uso de ímãs posicionados próximos à célula de deposição. As membranas produzidas por deposição eletrolítica foram aplicadas nas microbombas apresentadas por Chang *et. al.* (2007). Estes autores também apresentaram um modelo matemático para descrever o funcionamento da bomba.

1.2.Evolução dos modelos matemáticos

Modelos são uma ferramenta importante no desenvolvimento de um dispositivo por permitir que se preveja o desempenho de um sistema sem que seja necessária a construção de múltiplos protótipos. A área de modelagem é bastante antiga e pode ser dividida em modelos teóricos, experimentais e combinados. No primeiro caso, o modelo é desenvolvido tomando por base as leis da física e as relações de massa e energia, enquanto os modelos experimentais consideram apenas as condições aplicadas e os resultados obtidos, elaborando relações matemáticas entre eles (Zupancic e Sodja, 2011).

Os produtos que envolvem alta tecnologia, desenvolvidos recentemente, como ocorre com MEMS, robótica, aeronáutica, entre outros, demandam o uso de componentes de diferentes domínios para a obtenção de um modelo eficiente (Zupancic e Sodja, 2011).

Por exigir um grande volume de resultados, testes e estudos adicionais, a modelagem de microbombas nem sempre é feita. Autores como Schomburg *et. al.* (1994) Carrozza *et. al.* (1995), Olsson *et. al.* (1997), Honda *et. al.* (1998), Böhm *et. al.* (1999), Jeong e Yang (2000), Unger *et. al.* (2000), Yun *et. al.* (2002), Yoo *et. al.* (2006) optaram por não desenvolver modelos para seus dispositivos. Outros autores como Zengerle *et. al.* (1995), Ullmann (1998) e Zhang e Wang (2006) optaram por modelar suas microbombas através de equações que relacionam, de

forma mais simples, a vazão de saída com as propriedades do fluido, da frequência aplicada e das medidas da membrana.

Gerlach e Wurmus (1995), Guo e Asaka (2003) e Inman et al (2007), utilizaram, além das equações de fluido, um circuito elétrico equivalente para representar os difusores de sua microbomba, desconsiderando a perda de carga do dispositivo.

Uma metodologia que é utilizada em alguns casos, com analogias semelhantes às realizadas em circuitos elétricos equivalentes é a técnica de grafos de conexões (*bond graph*). Essa técnica foi criada pelo professor H Paynter, no MIT, em 1959 e apareceu pela primeira vez na literatura com o trabalho de Karnopp e Rosenberg (1968) que propuseram um modelo para equações de Euler (Borutzky, 2010).

A técnica de *bond graph* é uma boa opção para modelos multidomínios (Liu *et. al.*, 2010). O modelo de *bond graph* se inicia com uma abordagem física e intuitiva dividindo o sistema em subsistemas, componentes ou elementos básicos que interagem pela troca de energia (Borutzky, 2010), permitindo a captura e organização do conhecimento possuído sobre o sistema físico de forma sistemática, na elaboração de um modelo que combine a abordagem teórica com a experimental (Zupancic e Sodja, 2011).

1.3.Trabalhos anteriores ao projeto

O estudo que deu origem ao projeto de mestrado aqui apresentado teve início no ano de 2006. Nesta data, baseando-se na dissertação de mestrado de Costa (2006), e nas pesquisas que culminaram no artigo de Fernandes e Ferreira (2006), desenvolveu-se um projeto de uma microbomba para dosagens de 1 - 6 ml, em Poliuretano-Acrilato utilizando a tecnologia de litografia profunda. Os resultados desse trabalho pode ser visto no artigo publicado por Nóbrega e Campos (2008). A Figura 2 apresenta uma esquema da microbomba obtida inicialmente.

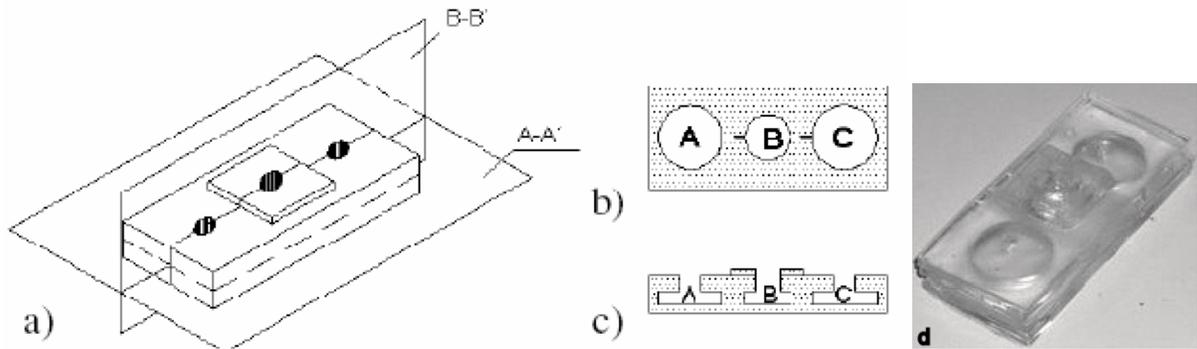


Figura 2. Projeto da microbomba pneumática apresentada em Nóbrega e Campos (2008). a) Vista tridimensional, cortes b) A-A' e c) B-B' e foto do dispositivo final.

projeto de iniciação científica que se seguiu estudou a viabilidade de diminuição de escala e o acoplamento das microbombas ao LOC projetado por Fonseca *et. al.* (2007). O dispositivo completo pode visto na Figura 3 além da modelagem com a técnica de bond graph, em substituição à modelagem por circuitos elétricos feitas por Costa (2006).

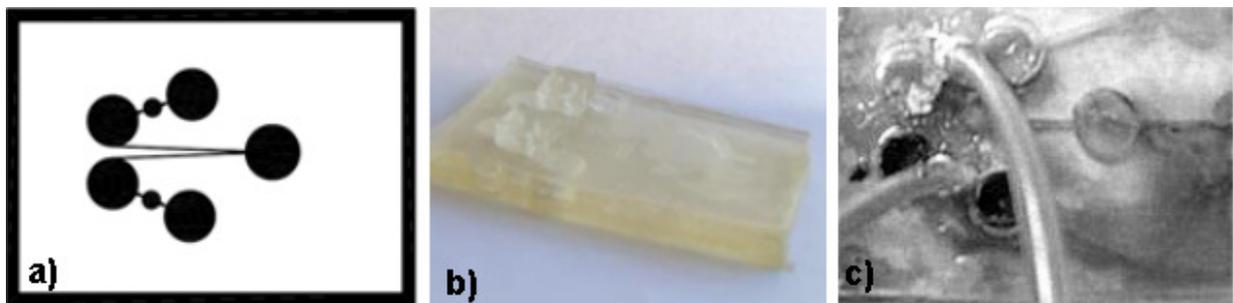


Figura 3. Detalhes do LOC fabricado. a) Projeto das câmaras, b) dispositivo pronto, e c) destaque da área do reator na mistura dois fluxos de água colorida com tinta.

Tanto a microbomba projetada quando o modelo atingiram o objetivo planejado, no entanto, o aparato necessário para atuação pneumática restringe a portabilidade do dispositivo.

1.4.Perspectiva atual

O trabalho de Cantwell *et. al.* (2011) e de Trenkle *et. al.* (2011) resumem os principais fatores limitantes da área de microbombas como sendo tamanho, custo, portabilidade, estanqueidade, peso, precisão, robustez, e faixa de trabalho. Além disso, os autores mencionam a vantagem de se ter um projeto modular, *i. e.* partes que possam ser integradas formando um LOC de acordo com a necessidade. Segundo estes autores os trabalhos recentes planejam desenvolver dispositivos que possam ser utilizados em aplicações comerciais, sendo que o principal objetivo desta linha de pesquisa é a redução do volume do dispositivo, bem como seu custo de fabricação.

Entre as diversas alternativas de atuação utilizadas atualmente para a obtenção de microbombas portáteis cita-se o trabalho de Tanaka *et. al.* (2011), que trabalhou no desenvolvimento de uma bio-microbomba, que utiliza a força de contração de tecidos animais para atuar a microbomba. Bio-microbombas também foram feitas utilizando a motilidade de bactérias (Darnton *et. al.*, 2004, Tung e Kim, 2006).

Outro tipo de microbombas que utilizam bactérias ou enzimas baseiam-se em reações promovidas por elas para gerar produtos na forma de gás, responsáveis pela variação do volume da câmara de bombeamento. A bomba apresentada por Mitsubayashi *et. al.* (2007) utiliza a formação de O₂.

Embora eficiente, o uso destes atuadores está sujeito à restrições de temperatura e concentração, uma vez que microorganismos têm faixas de crescimento e trabalho vinculadas às condições ambientes.

Algumas bombas ainda se baseiam em reações semelhantes, mas promovidas de forma eletrolítica, ocorrendo entre dois eletrodos, levando também ao desprendimento de gás na forma de bolhas que são utilizadas para acionar o dispositivo (Nestler *et. al.*, 2010; Lemmens e Meng, 2011).

Outro exemplo de bombas acionadas pela formação de gases, são aquelas termicamente acionadas pela evaporação de um líquido quando o dispositivo atinge a temperatura de ebulição. Esta temperatura pode ser atingida por meio do uso de aquecedores (Yang e Lin, 2011) ou através

do contato com o corpo, elevando a temperatura à aproximadamente 36°C (Mousoulis *et. al.*, 2011).

Embora não estejam sujeitos às condições ambientais, o mecanismo eletroquímico está sujeito a grandes variações no volume de gás gerado a cada ciclo, alto consumo de energia, dificuldade de controle do binômio tempo-potência, à demanda por difusores maiores e dificuldade de controlar a dissipação de energia (Bezuglyi e Ivanova, 2007; Cheng e Liu, 2007).

Devido à facilidade de controle, robustez, portabilidade, ampla faixa de trabalho e baixo custo, diversos autores têm apresentado microbombas baseadas em sistemas elétricos. Entre os trabalhos recentemente apresentados na literatura sobre microbombas utilizando este tipo de atuação pode-se citar o de Lemke *et. al.* (2011), Chao *et. al.* (2011) e Trenkle *et. al.* (2011), apresentando microbombas piezoelétricas, que apesar das muitas vantagens necessitam de tensões altas para sua atuação.

Os trabalhos de Lee e Chen (2010), Shen *et. al.* (2011), Lee *et. al.* (2011) e de Cantwell *et. al.* (2011), apresentam microbombas magnéticas com diferentes configurações e tipos de atuador e a vantagem comum de necessitar de menores tensões de atuação.

Na tentativa de obter atuadores magnéticos mais eficientes e de menor custo, despontou nos últimos anos a técnica de deposição de filmes metálicos sobre diafragmas poliméricos, como é o caso de Su *et. al.* (2006b) e Chang *et. al.* (2007b) e Lee e Chen (2010), que depositaram uma liga de CoNiMnP e Su *et. al.* (2007), que depositaram CoNiNdMnP.

1.5.Objetivos

Por todos os aspectos apresentados anteriormente, este trabalho está focado na obtenção de microbombas portáteis que requeiram uma estrutura de atuação adequada, permitindo seu acoplamento em *Lab-on-a-chip* portáteis. Neste sentido, a atuação magnética apresentou-se como uma alternativa viável e promissora, como discutido na seção 1.1.

O projeto de uma microbomba sem válvulas também permite a menor quantidade de partes móveis, a serem acionadas, reduzindo os requerimentos da microbomba, e conseqüentemente do LOC no qual ela esteja acoplada.

Para obter uma microbomba magnética eficiente é necessário uma atuação eficiente. Neste sentido, torna-se necessário estudar os componentes do atuador individualmente, particularmente o diafragma com material magnético e a microbobina.

No caso do diafragma, a demanda primordial é pelo desenvolvimento de membranas bastante elásticas e com altos valores de propriedades magnéticas, principalmente a retentividade, uma vez que esta é que mais influencia a amplitude do deslocamento da membrana.

Quanto à microbobina, é necessária a construção de bobinas com tamanho pequeno o suficiente para serem inseridas na microbomba, logo acima do diafragma, mas que sejam capazes de produzir o deslocamento esperado da membrana.

Além disso, será necessário desenvolver um modelo que permita a avaliação dos dispositivos e a previsão do comportamento de dispositivos futuros, em função de suas propriedades particulares.

1.6.Estrutura do texto

Este projeto aborda todas as etapas para o desenvolvimento da microbomba e seu modelo. Neste sentido, o Capítulo 1 apresenta um breve apanhado do que já foi feito na área de microbombas e o estado da arte. Apresenta também a motivação para o desenvolvimento deste trabalho e os objetivos traçados à partir desta motivação.

O segundo capítulo aborda os processos tradicionais utilizados no desenvolvimento e construção dos itens utilizados para o atuador e para a microbomba, bem como apresenta alguns conceitos sobre a técnica de *bond graph*.

No terceiro capítulo discutem-se as técnicas desenvolvidas ou alteradas durante este trabalho, sendo descritas as etapas necessárias para o desenvolvimento dos diafragmas com

propriedades desejadas e as microbobinas respectivas, além da construção da microbomba completa, e a elaboração do modelo matemático, utilizando-se a técnica de *bond graph*.

O quarto capítulo apresenta os resultados experimentais encontrados em cada etapa dos processos, bem como o desempenho da microbomba magnética obtida, em comparação com o protótipo anteriormente desenvolvido da microbomba pneumática. Apresentam-se aqui também os resultados obtidos para validação experimental do modelo matemático.

O último capítulo apresenta as conclusões encontradas a partir do desenvolvimento do trabalho, os resultados já publicados, e as propostas de trabalhos futuros, de maneira a complementar o conhecimento nesta área de pesquisa.

2 TÉCNICAS TRADICIONAIS

Este capítulo apresenta uma descrição sucinta das técnicas utilizadas neste trabalho. Descrevem-se os processos utilizados para fabricação das membranas, usadas como substratos para a deposição do filme metálico, gerando o diafragma magnético. Em seguida, apresentam-se informações sobre a deposição por *sputtering* e eletrolítica. Por fim, apresenta-se uma breve introdução à técnica de modelagem por grafos de conexões.

2.1.Litografia profunda

A técnica de litografia profunda foi apresentada no artigo de Fernandes e Ferreira (2006) e baseia-se na utilização de uma resina fotossensível, à base de poliuretano-acrilato. O poliuretano-acrilato (FlexLight M050), com densidade 1,030 g.ml⁻¹ e viscosidade 1,984 cps, tem sua fórmula patenteada, não sendo possível conhecer sua composição exata, no entanto, a maior parte das soluções de polímeros para cura através de luz UV é composta por fotoiniciadores, monômeros e oligômeros (Masson *et. al.*, 2000). O artigo de Fernandes e Ferreira (2006) apresenta o espectro infravermelho da resina utilizado, permitindo uma idéia mais clara da composição do material (Figura 4).

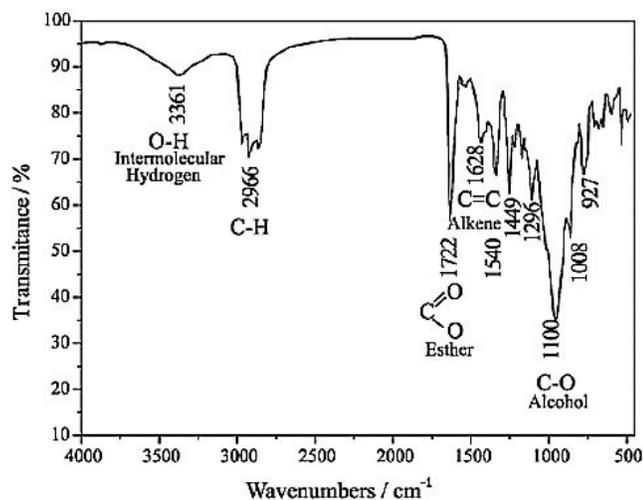


Figura 4. Espectro de infra-vermelho da resina de poliuretano-acrilato, extraída do trabalho de Ferreira e Fernandes (2006).

A litografia profunda é uma técnica de fotolitografia que utiliza a luz de emissão ultravioleta e dispensa a utilização de moldes, *i.e.*, as camadas são obtidas diretamente pela fotopolimerização da resina. Para obter-se uma camada com as características desejadas utiliza-se uma máscara que determina as áreas sobre as quais a luz incidirá. O PA é uma fotorresina negativa, e portanto a cura ocorre nas partes atingidas pela luz ultravioleta (UV). As máscaras são produzidas por impressão a laser em filmes para transparências (3M, Brasil).

A máscara é presa a uma lâmina de vidro, enquanto outra lâmina igual é coberta com filme plástico, para proteção, e recebe a resina líquida e os espaçadores, que determinam a espessura final da camada. O espaçador pode ser uma fita espuma auto-adesiva com espessura similar à desejada. Em seguida, a resina é coberta com a lâmina que contém a máscara, e o conjunto é exposto à luz ultravioleta, por um tempo proporcional à espessura da camada que se deseja.

Para unir duas camadas assim produzidas utiliza-se uma pequena quantidade de resina líquida, espalhada sobre as superfícies que devem ser aderidas. Em seguida, as camadas são posicionadas e o conjunto é exposto por cerca de 1000 segundos à luz UV (OSRAM 400 W, comprimento de onda de 350–430 nm). Para aumentar a qualidade da zona de contato entre duas camadas, utiliza-se a circulação de N₂ na câmara de exposição.

2.2. Corrosão de lâminas de silício

A corrosão das lâminas de silício foi feita seguindo as etapas de processo descritas no trabalho de Biasotto (2005) e Coraucci (2008).

2.2.1. Limpeza padrão RCA

Para a limpeza RCA, a lâmina é imersa em solução aquosa de HF (1:10) por 30 segundos para retirada de óxido nativo. Em seguida, é enxaguada em água deionizada por 3 minutos. A etapa seguinte da limpeza é feita primeiro por 10 minutos na solução 1:1:5 de NH_4OH , H_2O_2 e H_2O , seguida de 3 minutos em água deionizada, 10 minutos em 1:1:5 de HCl , H_2O_2 e H_2O e ao final enxágue em água deionizada por 3 minutos e secagem com N_2 .

2.2.2. Deposição de nitreto de silício.

Filmes de nitreto com 75% de Si_3N_4 (Si_xN_y) são obtidos por deposição química em fase de vapor a baixa pressão (LPCVD). Os parâmetros para deposição dos filmes variam de acordo com a espessura final desejada. Para a análise da espessura do filme protege-se quase toda a superfície da amostra, deixando apenas uma pequena parte para a sua corrosão e, após a remoção do filme sobre esta parte não protegida, mede-se a diferença de altura entre as duas áreas utilizando-se o perfilometro Dektak (Veeco, EUA).

2.2.3. Fotogravação para abertura da região da membrana

A máscara usada para fotogravação é negativa – transparente apenas na região a ser corroída. Para confeccioná-la utiliza-se, neste trabalho, uma fotorredutora que permite máscaras com 4” x 4” (101,6mm x 101,6mm), 2,5” x 2,5” (63,5 mm x 63,5 mm) ou 2” x 2” (50,8 mm x 50,8 mm) e espessura de 1,6 mm reduzindo dez ou vinte vezes a imagem negativa de um fotolito para a máscara. O campo útil da máscara fotorreduzida é de 85 mm x 42 mm (redução 10x) e linhas de 20 µm são obtidas com erro máximo de ± 2 µm.

Para a fotogravação é utilizado o fotorresiste Az3312, com uma camada intermediária de hexa-dimetil-siloxano (HMDS) para melhorar a aderência. O fotorresiste deve ser centrifugado a 4000 RPM por 40 s. Em seguida é feito um aquecimento à 90°C por 4 minutos em chapa aquecedora. A exposição feita a seguir é positiva, durando 15 s e a remoção do resiste não polimerizado é feita utilizando MIF 300 puro por 10 s. A revelação foi inspecionada através do microscópio óptico com luz verde. A corrosão do silício foi feita na janela aberta no fotorresiste, nas áreas expostas.

2.2.4. Remoção do nitreto de silício com plasma

Utiliza-se plasma de N₂ para remoção do filme de Si_xN_y. O tempo de exposição ao plasma varia de acordo com a espessura do filme de nitreto existente, mas deve ser suficiente para a remoção completa do nitreto. Caso restem resíduos de nitreto sobre as áreas de corrosão, a reação será retardada nestes pontos.

2.2.5. Limpezas orgânica e RCA

Introduz-se a lâmina em acetona à temperatura de ebulição por 10 minutos, seguida de 2-propanol à temperatura de ebulição por 10 minutos, repetindo-se o processo. Ao final, a água da lâmina é removida com jatos de nitrogênio seco. A limpeza RCA foi semelhante ao apresentado no item 2.

2.2.6. Aplicação de PDMS

Aplicam-se camadas finas de poli-dimetilsiloxano (PDMS – Sylgard 184, Dowcor, Brasil) em ambos os lados, sobre praticamente toda a área da superfície da lâmina, como proteção adicional contra corrosão indesejada, deixando exposta apenas a região que deverá sofrer a corrosão. Para que a resina cure, formando o filme protetor, a lâmina foi deixada por 30 min a 100 °C. O ar é retirado da resina por meio de vácuo antes de sua aplicação sobre a lâmina, para evitar a formação de bolhas.

2.2.7. Corrosão de silício em KOH

O aparato de corrosão química é um equipamento automatizado que permite o controle de temperatura, forma de agitação, pureza e circulação da solução, para fornecer uma taxa de corrosão bem controlada. A Figura 5 mostra o reator de KOH, o programa de controle implementado e o painel elétrico. O reator de KOH consiste de um computador e um painel elétrico para controle de parâmetros e do sistema físico de armazenagem e manipulação da solução de KOH. O fluxo da solução é controlado de duas maneiras: eletricamente, através do

acionamento da bomba de fluxo; e mecanicamente, através de uma válvula mecânica do tipo agulha. A temperatura é controlada através do acionamento e controle PID de um aquecedor e de uma resistência acoplada ao tanque. Este controle PID é feito monitorando sensores de temperatura do tipo PT-100 dentro do reator (recipiente onde a lâmina de silício sofre o processo de corrosão) e dentro do tanque. A rotação da amostra é controlada através de um motor de passo acoplado ao reator de KOH. A solução de KOH 12 molar é mantida a 90°C, para obter uma baixa rugosidade. Uma amostra teste foi usada para calcular a taxa de corrosão (2,18 $\mu\text{m}/\text{min}$). A espessura final das membranas foi de aproximadamente 102,5 μm , com uma rugosidade de 70 nm. O processo foi finalizado com solução de afinamento (KOH 33% m/v), por aproximadamente 20 minutos.

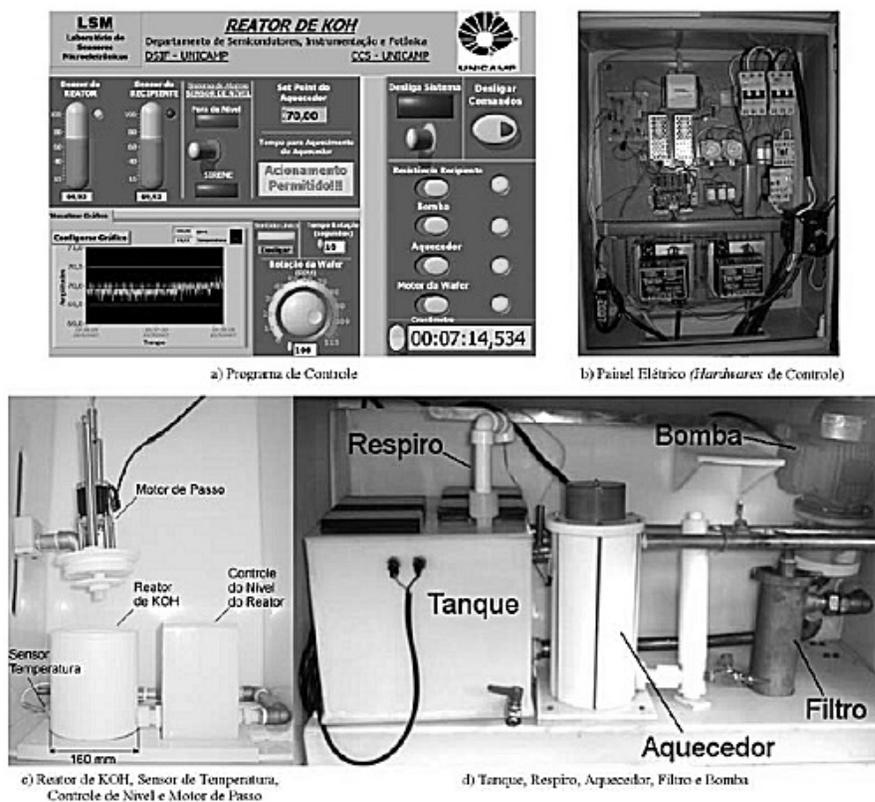


Figura 5. Imagens do reator de KOH utilizado para obtenção das membranas de Si. (Biasotto, 2005; Coraucci, 2008)

2.2.8. Remoção do PDMS e limpeza orgânica e RCA

A remoção é feita utilizando tricloroetileno em ebulição e toluol a 50°C até remoção total. As limpezas são feitas de maneira semelhante ao descrito no item 2.2.5.

2.3. *Sputtering*

Quando íons são acelerados contra um material sólido (alvo) podem ocorrer vários processos: implantação iônica, emissão de elétrons secundários, reflexão de íons, rearranjo da estrutura cristalina do alvo, e por fim, ejeção de átomos ou moléculas (Rhode, 1994). Esse último processo é conhecido como *sputtering* e uma das suas principais aplicações é a deposição de filmes.

A técnica de deposição a vácuo por *sputtering* é geralmente utilizada para produzir coberturas uniformes sobre polímeros, vidros, metais, entre outros materiais. Resumidamente, pode-se dizer que a formação de um filme se dá quando átomos (ou moléculas) ejetados do alvo atingem uma superfície e se condensam sobre ela. Nos equipamento de deposição por *sputtering*, um plasma é colocado sob baixa pressão em gases inertes – no caso particular do Sputtron II utilizado neste trabalho, argônio. Os íons do plasma com alta energia chocam-se com o alvo, uma placa sólida ou cilindro com material que será depositado. Os alvos deste trabalho eram de Ni puro. Os átomos desprendidos do alvo acabam por depositar-se nas superfícies próximas, incluindo o substrato, na forma de um filme uniforme (Depla e Mahieu, 2008). O equipamento utilizado neste trabalho possui também uma bobina que, ao gerar um campo magnético, direciona o feixe de íons removidos do alvo, de maneira a concentrar a deposição na região do substrato.

Para estudar o processo de *sputtering*, um parâmetro útil e frequentemente encontrado é o rendimento de *sputtering* (*yield*), S , definido como a razão entre o número de átomos (ou moléculas) ejetados do alvo e o número de íons incidentes. Espera-se que S dependa das massas

do íon incidente, m_i , e do átomo do alvo, m_a , e da energia do íon incidente, E (Chapman, 1980), de acordo com a equação (1), onde α é uma função crescente monotônica de m_a/m_i ; Z_i e Z_a são os números atômicos do íon e do átomo do alvo, respectivamente; $S_n(E)$ é uma função dependente da energia do íon incidente; e U_0 é o calor de sublimação do alvo.

$$S = 3,56\alpha \frac{Z_i Z_a}{\left(Z_i^{2/3} + Z_a^{2/3}\right)^{1/2}} \frac{m_i}{(m_i + m_a)} \frac{S_n(E)}{U_0} \quad (1)$$

Outro parâmetro útil é a taxa de *sputtering*, f , definida como o número de átomos ejetados por unidade de área por unidade de tempo. Ambos os parâmetros, S e f , auxiliam nas escolhas dos materiais que se deseja fazer *sputtering* e na determinação das condições de deposição, como pressão, potência e tempo (Gadioli, 2006).

Num sistema convencional de *sputtering* de corrente contínua, o alvo constitui uma placa metálica justaposta, numa câmara de vácuo, à outra placa metálica onde são colocados os substratos (porta-substratos). Nesse sistema, o alvo se torna o catodo do circuito elétrico onde é aplicada voltagem negativa, V , e o substrato sobre o qual se deseja depositar o filme é o anodo do mesmo circuito, geralmente aterrado. O alvo e o porta-substratos são colocados numa câmara onde existe um gás (geralmente argônio) em baixa pressão. O campo elétrico existente entre o alvo e o porta-substratos ioniza o gás, formando um plasma. Os íons positivos desse plasma são os responsáveis pelo processo de *sputtering*, quando colidem com o alvo após serem acelerados pelo campo (Gadioli, 2006).

2.4. Deposição eletrolítica

A deposição eletrolítica é uma técnica muito difundida na fabricação de dispositivos usados em MEMS. A maioria dos métodos de deposição eletrolítica é compatível com técnicas de

fabricação de microdispositivos, com relativo baixo custo, e possibilitando a deposição de filmes menores do que 2 μm (Ruythooren *et. al.*, 2000). Os maiores desafios dessa técnica são a tensão residual nos filmes depositados e o controle dos diversos parâmetros que podem influenciar as características do filme depositado. Filmes com boa coercividade, retentividade e máximo produto de energia podem ser produzidos por essa técnica, utilizando ouro, cobre e níquel, entre outros (Guan e Nelson, 2005).

A deposição eletrolítica baseia-se nas células eletroquímicas e por isso demanda um anodo externo, enquanto o substrato utilizado comporta-se como um catodo. Usualmente as amostras são processadas individualmente. A solução eletrolítica, na qual os eletrodos estão imersos contém os íons metálicos apropriados para o filme que se deseja, assim como outros componentes necessários para a boa qualidade do material depositado (Schwartz, 2006).

A reação de deposição é controlada pela diferença entre o potencial de interface (entre o metal e a solução) e o potencial de equilíbrio (no qual não há movimentação do íon). Esta diferença é denominada η e está diretamente relacionada com a densidade de corrente (corrente aplicada por área de deposição). Ao aplicar-se um potencial entre os eletrodos, por meio de uma fonte contínua, gera-se uma corrente entre os dois eletrodos, e com isso induz-se a reação de deposição. Densidades de corrente muito baixas serão insuficientes para promover a reação, enquanto densidades acima do limite indicado para cada solução eletrolítica utilizada podem provocar a queima da amostra, por um fluxo excessivo de elétrons. Ao trabalhar com a menor densidade de corrente especificada para determinada solução, reduz-se a taxa de deposição, mas aumenta a qualidade do filme (Dennis e Such, 1993; Schwartz, 2006).

2.5. Bond graph

A técnica de *bond graph*, ou grafo de conexões, considera os fluxos de potência entre os diversos componentes de sistemas de engenharia e permite que se construa um modelo gráfico consistente com o princípio de conservação de energia sem a necessidade de estabelecer e

reformular equações. As resoluções matemáticas podem ser deixadas a cargo de *softwares* especializados, permitindo que o usuário foque a elaboração do modelo (Karnopp e Rosenberg, 1968; Borutzky, 2010). Resumidamente, um grafo de conexão consiste em subsistemas unidos por linhas representando ligações por onde a potência é transmitida. Cada processo é descrito por um par de variáveis, esforço (e) e fluxo (f), e seu produto representa a potência. (Roman *et. al.*, 2009). O fluxo de potência entre dois componentes é representado por um arpão, indicando sua direção de referência.

Uma classificação possível para elementos é pelo número de portas – locais através dos quais ocorre interação com outros processos, ou seja, ocorre o fluxo de energia. Elementos capacitivos (C), inerciais (I), resistivos (R) e fontes de esforço (Se) e fluxo (Sf) possuem apenas uma porta, enquanto transformadores (TF), que transformam esforço em esforço e fluxo em fluxo, e giradores (GY), que transformam esforço em fluxo e vice-versa, possuem duas portas, e junções que representam o componente de ligação de esforço (1) e fluxo (0) podem possuir múltiplas portas. É conveniente complementar que transdutores são normalmente representados por transformadores ou giradores, por converterem energia entre campos diferentes. Por outra classificação, I, C e R são elementos passivos, porque convertem a energia recebida em armazenada ou dissipada, enquanto as fontes são elementos ativos, por fornecerem potência ao sistema, e os demais são elementos de junção, pois conectam os diversos tipos de elementos desses dois tipos (Roman *et. al.*, 2009).

Por sua vez, Borutzky (2010) divide os elementos em cinco categorias: fontes e absorvedores de energia, na qual inclui as fontes, que podem gerar fluxo ou esforço positivos ou negativos, e as fontes moduladas (MSf ou MSe); armazenadores de energia, incluindo aqui os elementos I, C; transformadores irreversíveis de energia em calor, o elemento R; transformadores reversíveis de energia, incluindo os elementos GY e TF; e distribuidores conservativos, que inclui as junções 1 e 0. Cada elemento possui equações constitutivas características, que representam o comportamento dessas junções. A Tabela 1 apresenta um resumo dessas equações.

Tabela 1. Equações constitutivas dos elementos

Elemento	Representação	Equações Constitutivas
Junção 0		$\begin{cases} e_1 = e_2 = \dots = e_n \\ f_1 = f_2 + \dots + f_n \end{cases} \quad (2)$
Junção 1		$\begin{cases} e_1 = e_2 + \dots + e_n \\ f_1 = f_2 = \dots = f_n \end{cases} \quad (3)$
Transformadores		$\begin{cases} e_1 = m e_2 \\ m f_1 = f_2 \end{cases} \quad (4)$
Transdutores		$\begin{cases} e_1 = R f_2 \\ R f_1 = e_2 \end{cases} \quad (5)$
Capacitivos		$\begin{cases} \dot{q} = f \\ E(t) = \int_0^t e(\tau) \times f(\tau) d\tau \\ q = C e \end{cases} \quad (6)$
Inerciais		$\dot{p} = e \quad (7)$
Resistência		$e = r f \quad (8)$

3 PROCESSOS DE FABRICAÇÃO UTILIZADOS

Este capítulo trata dos processos utilizados para o desenvolvimento das duas principais partes do atuador. Inicialmente, foca-se no desenvolvimento dos diafragmas magnéticos tendo membranas de poliuretano-acrilato e silício como substrato. São descritos os processos necessários para fabricação das membranas, bem como aqueles necessários para a deposição do filme metálico sobre as mesmas, resultando em diafragmas magnéticos com bom desempenho. Na segunda parte do capítulo abordam-se as etapas necessárias para fabricar a microbobina, desde a escolha do substrato a ser utilizado até os tratamentos finais visando a melhor aderência da bobina à solda. Na terceira parte, apresenta-se o processo de fabricação dos protótipos de microbomba magnética, enquanto a parte final descreve o modelo desenvolvido.

3.1. Diafragmas magnéticos

Os diafragmas desenvolvidos constituem-se de uma membrana, polimérica ou em silício, recoberta com filme magnético de níquel ou uma liga de cobalto-níquel-mangânês-fósforo, que possibilita a resposta a um campo magnético aplicado.

3.1.1. Membranas de poliuretano-acrilato

Para obter filmes quadrados de poliuretano-acrilato (PA), não se utilizou máscara, apenas filmes transparentes sem padrão desenhado para proteção e isolamento da resina. Cada camada foi exposta à luz UV por 120 s, de ambos os lados. O filme resultante foi depois cortado de acordo com o tamanho esperado para a produção das membranas. A Figura 6 apresenta uma foto

de um dos diafragmas obtidos após este processo. Pode-se observar que o filme é transparente e fino.

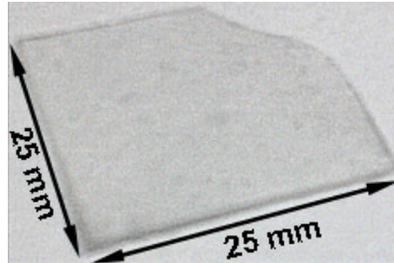


Figura 6. Membrana de poliuretano-acrilato após o corte

3.1.2. Membranas de silício

Membranas de silício de cerca de 6 x 6 mm foram obtidas pela corrosão de uma lâmina de resistividade superior a 5000 Ω .cm e espessura de 385 μ m, com dupla face polida, orientação <100> e dopagem P, seguindo o processo apresentado por Biasotto (2005) e Coraucci (2008), descrito na Seção 2.2..

A Figura 7 apresenta a vista lateral esperada de uma membrana. A distância “b” (10,2 mm) é ligeiramente maior do que “a” (10 mm), devido ao ângulo da corrosão. A distância “c” (80 μ m) representa a espessura final de cada membrana. Foram construídas deste modo apenas membranas quadradas.

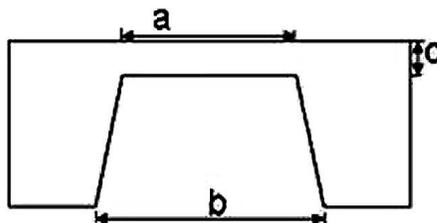


Figura 7. Vista lateral de uma membrana em silício

Os filme de nitreto utilizado com foi obtido por LPCVD por 30 minutos obtendo uma espessura média de 600 Å. Os parâmetros para deposição dos filmes são apresentados na Tabela 2 a seguir.

Tabela 2. Parâmetros da deposição do filme de nitreto

Temperatura (°C)	735	DCS (sccm)	22
Índice de refração	1,99	NH₃ (sccm)	60
Espessura (nm)	60	Pressão (mTorr)	700

A espessura do filme foi medida em 3 locais diferentes da amostra, resultando numa média de 51,33 µm. Na Figura 8 temos o filme depositado, uniforme, na face polida.



Figura 8. Lâmina com o filme de nitreto depositado (Biasotto, 2005)

A Figura 9 apresenta a imagem utilizada para confecção do fotolito que foi utilizado para gerar a máscara usada na fotogravação. Observa-se que com cada lâmina produz-se quatro membranas.

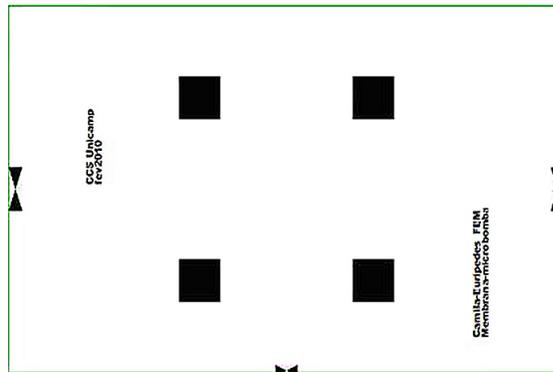


Figura 9. Imagem usada para confecção do fotolito. As áreas escuras representam os locais onde o filme será removido.

A amostra de teste foi exposta ao plasma por 2 min para a remoção do nitreto depositado, mas foi observado que após esse período havia Si_xN_y não removido sobre a superfície da membrana. A mesma amostra foi novamente exposta até remoção completa (totalizando 6 minutos), e o tempo obtido foi mantido para as demais amostras. A Figura 10 mostra a lâmina após corrosão.

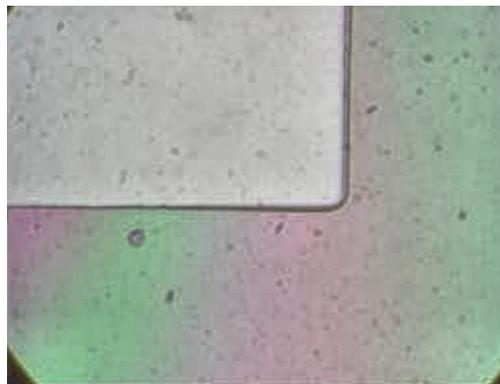


Figura 10. Lâmina após a corrosão do nitreto. A diferença entre os dois níveis é de 60 nm

Na Figura 11 é possível observar a lâmina ao final do processo, com destaque em uma das aberturas. Pela Figura 11.b, é possível avaliar o ângulo de corrosão e a profundidade da mesma.

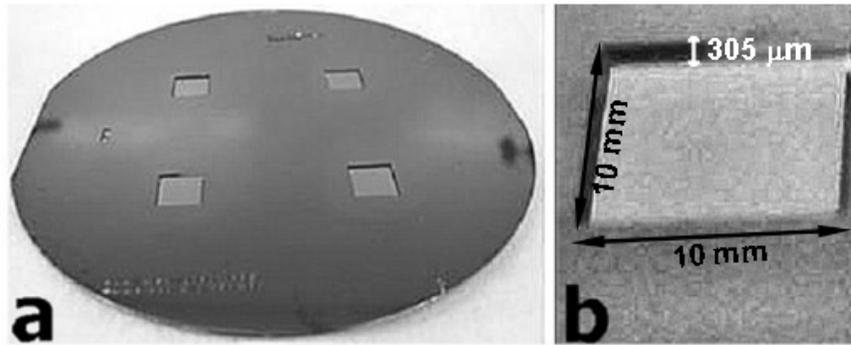


Figura 11. a) Lâmina de silício ao final da corrosão e b) destaque de uma abertura

3.1.3. Deposição de metais

3.1.3.1. Deposição a vácuo

Inicialmente planejou-se o uso de deposição à vácuo utilizando o equipamento Sputtron II (Balzers, EUA), disponível no Laboratório de Microfabricação do Laboratório Nacional de Luz Síncrotron. Dentre os alvos metálicos disponíveis no laboratório para uso nesta etapa, optou-se pelo uso do níquel como metal do filme devido às suas boas propriedades magnéticas e sua resistência química e mecânica.

A deposição foi feita por *sputtering*, à temperatura ambiente, pressão base de 5-8 Torr e pressão de trabalho do argônio de 2 mTorr.

3.1.3.2. Deposição eletrolítica e pré-tratamentos necessários

A deposição eletrolítica dos filmes foi feita inicialmente de acordo com o descrito na seção 2.4. No entanto, devido à baixa aderência dos filmes assim produzidos, e à não condutibilidade

elétrica dos filmes, desenvolveu-se um processo de pré-tratamento que permitiu a melhoria desta condição. Além disso, o processo foi adaptado de maneira a ser possível a produção dos diafragmas completamente por via úmida. Por fim, o uso de campo magnético durante a deposição eletrolítica foi incorporado ao processo para melhorar as propriedades magnéticas do diafragma resultante. Nas seções seguintes, descrevem-se as etapas do processo por via úmida adaptado.

3.1.3.2.1. Pré-tratamento

A deposição de metais sobre silício é uma técnica bastante consolidada, e consiste de um pré-tratamento com limpeza RCA, imersão rápida ("*dip*") de HF e nucleação com solução ácida contendo íons de paládio. Esse processo está descrito em detalhes na literatura (Grawilov, 1979). No caso das membranas de PA, um pré-tratamento ácido foi estudado para garantir a aderência do filme sobre o substrato. O pré-tratamento consiste em limpeza com detergente em ultrassom por 10 min, seguida por imersão em uma solução de H_2SO_4 e HNO_3 concentrados (1:19) por tempos variados (Figura 12).



Figura 12. Fotografia da imersão da amostra na solução de ácido durante o pré-tratamento.

A nucleação para amostras de PA é feita com imersão por 30 s em uma solução aquosa contendo íons de Sn^{2+} , enxaguada com água DI, imersa por 30 s em uma solução contendo íons Pd^{2+} e novamente enxaguada em água DI. Esse processo é repetido 3 vezes.

3.1.3.2.2. Camada de contato

Como o substrato, seja poliuretano-acrilato ou silício, não é condutor, todas as amostras receberam uma camada de contato, de Ni-P depositado quimicamente (*electroless*), para que pudessem ser espessadas com níquel eletrolítico. Para isso, elas foram imersas por 1,5 min na solução resumida na Tabela 3.

Tabela 3. Composição do banho de Ni-P *electroless*

Componente	Função	Concentração(g L-1)
$\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	Fonte de Íon	15
$\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	Agente Redutor	30
$\text{CH}_3\text{C}_2\text{OONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	Agente Complexante	10
NH_4Cl	Buffer/ Agente Complexante	50
$\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$	Estabilizante	4ppm

3.1.3.2.3. Deposição eletrolítica

As amostras receberam filmes de Ni puro (Tabela 4) ou CoNiMnP (Cho e Ahn, 2002) (Tabela 5). A deposição por cada uma destas soluções foi feita de duas maneiras: com ou sem orientação magnética. Para obter a orientação do filme, dois ímãs de Ferrite (3900 G na superfície) foram posicionados, um de cada lado da célula de deposição. Com esse arranjo, um

campo magnético incidindo normalmente à superfície da amostra e a Figura 13 apresenta a foto do banho de deposição eletrolítica. Na Tabela 6 encontra-se um resumo das amostras feitas.

Tabela 4. Composição do banho eletroquímico de níquel

Componente	Concentração(g L-1)
NiSO ₄	300
NiCl ₂	60
H ₃ BO ₃	50



Figura 13. Banho de deposição eletrolítica usado, com ímãs presos na lateral da célula de deposição eletrolítica

Tabela 5. Banho eletroquímico de CoNiMnP

Componentes	Concentração (g L-1)
CoCl ₂ .6H ₂ O	24
NiCl ₂ .6H ₂ O	24
MnCl ₂ .H ₂ O	4
NaH ₂ PO ₂ .H ₂ O	4,5
Lauril Sulfato de Sódio	0.2
NaCl	23
H ₃ BO ₃	25
Temperatura (°C)	Ambiente
Densidade de Corrente (A/dm ²)	0,5

Tabela 6. Resumo das amostras feitas

Código	Método	Pré-tratamento	Tempo Deposição (s)
Poliuretano-Acrilato			
NM-000N-010	Ni eletrodepositado com campo magnético	Sem ativação	90
NM-015N-010		15s ativação	
NM-030N-010		30s ativação	
NM-060N-010		60s ativação	
NM-150N-010		150s ativação	
NM-150S-010		150s ativação + Ultrassom	
NT-000N-020	Ni eletrodepositado sem campo magnético	Sem ativação	90
NT-000N-100			450
NT-000N-150			675
NT-000N-200			900
NS-000N-100	Ni depositado por <i>sputtering</i>		Até 10 μm
NS-000N-150			Até 15 μm
NS-000N-200			Até 20 μm
CM-030N-004	CoNiMnP eletrodepositado com campo magnético	30s ativação	510
CM-030N-005			600
CM-030N-010			1200
CT-030N-010	CoNiMnP eletrod. s/ mag.	30s ativação	1200
Silício			
CM-SIL-030	CoNiMnP c/ mag.	Dip HF	Até 3 μm
NT-SIL-020	Ni eletrodepositado sem campo magnético		Até 2 μm
NT-SIL-030			Até 3 μm
NT-SIL-050			Até 5 μm
NM-SIL-030	Ni eletrodepositado c/ campo magnético		Até 3 μm
NM-SIL-050			Até 5 μm

3.1.3.3. Filmes fragmentados

Na tentativa de aumentar a elasticidade das membranas e diminuir a tensão dos filmes depositados, testes foram feitos depositando a última camada, de níquel ou CoNiMnP depositado de maneira fragmentada, eletroliticamente na presença de campo magnético. O filme foi cortado em quadrados de 0,2 x 0,2 mm. A Figura 14 apresenta um esquema do filme.

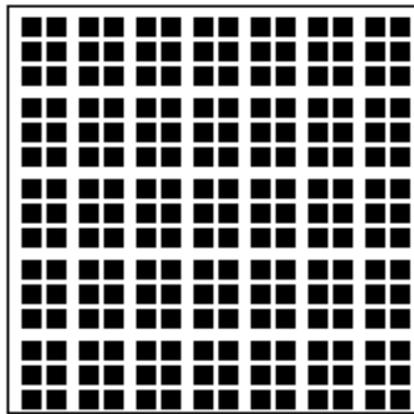


Figura 14. Esquema demonstrativo do filme fragmentado. As partes em preto representam as áreas na qual o metal foi depositado.

A camada de Ni-P foi mantida contínua para permitir o contato elétrico necessário durante a deposição eletrolítica para garantir que toda a extensão do filme seria preenchida pelos quadrados.

O filme obtido com a deposição de níquel puro foi colocado em uma das microbombas produzidas posteriormente, a ser excitada com a microbobina. Embora a fragmentação do filme tenha a tendência de aumentar a flexibilidade do dispositivo, a fragmentação diminui o volume de material magnético.

3.2. Microbobinas

Visando integrar no dispositivo final a excitação eletromagnética, planejou-se construir uma microbobina planar. Bobinas semelhantes foram apresentadas por Woytasik *et. al.* (2006) e Lee e Chen (2010). O primeiro apresenta técnicas de fabricação de microbobinas em duas e três dimensões, enquanto o segundo apresenta uma microbomba que utiliza a microbobina em sua atuação. Cabe aqui a ressalva de que enquanto o trabalho de Woytasik *et. al.* (2006) apresenta uma técnica que utiliza o processo de plasma como pré-tratamento e a deposição à vácuo para obtenção do filme de contato, neste trabalho focamos o uso de processos por via úmida, mais baratos e menos dependentes de equipamentos sofisticados.

Para utilizar a técnica de deposição eletrolítica, o ouro é o material que melhor reúne a disponibilidade, a resistência química e a baixa resistência elétrica, que permite um melhor campo magnético. A Tabela 7 apresenta as resistências específicas de alguns materiais (Hoffman, 1985). Entre os materiais com menor resistência do que o ouro poder-se-ia utilizar cobre ou prata. O primeiro é rapidamente oxidado enquanto a prata, além de também estar sujeita à oxidação se depositada sem camada de proteção, não estava disponível. A oxidação ou o uso de filmes de proteção pode criar problemas para o uso futuro da bobina.

Todas as bobinas foram calculadas para ter aproximadamente os mesmos parâmetros. Foram variadas a forma geométrica das bobinas e a distância entre as trilhas, que foi de 40 μm para as maiores e 20 μm para as menores. Todas possuem 20 espiras. As trilhas foram contruídas com 20 μm de largura e espessadas até 5 μm . A Figura 15 apresenta os projetos das bobinas planejadas.

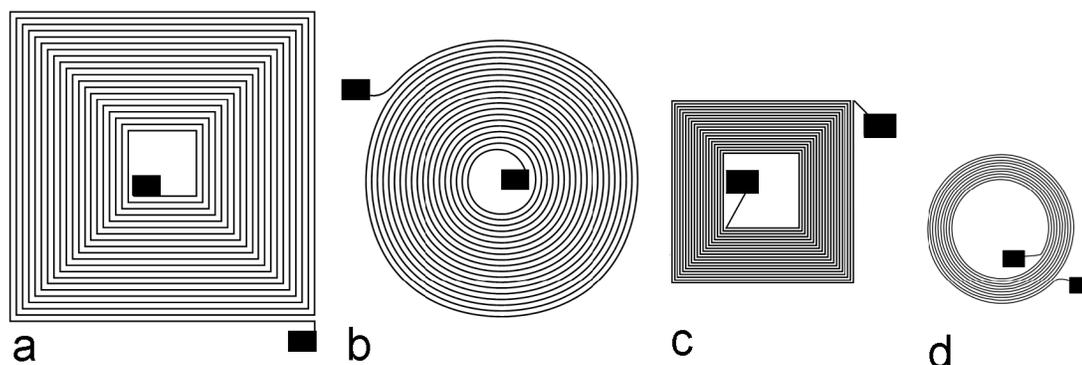


Figura 15. Desenhos de bobinas projetadas a) quadrada com 40 μm de distância entre as trilhas, b) circular com a mesma distância, c) quadrada com 20 μm de distância e c) circular com a mesma distância.

Como substrato testou-se inicialmente lâminas de silício. No entanto, a aderência do filme eletrodepositado sobre esse substrato é muito baixa, e as bobinas foram arrancadas ao secar as lâminas com N_2 ou com a tração ao conectá-las à fonte.

Tabela 7. Resistência específica de alguns metais

Metal	Resistência Específica ($\mu\text{Ohm.cm}$)	Metal	Resistência Específica ($\mu\text{Ohm.cm}$)
Ag	1,59	W	5,65
Cu	1,67	Zn	5,92
Au	2,35	Co	6,24
Al	2,65	Ni	6,84
Mo	5,20	Pd	10,80
Ir	5,30	Sn	11,00

Para solucionar essa dificuldade, planejou-se o uso de alumina como substrato. Nesse caso os resultados foram muito mais positivos. Foram analisadas 5 amostras, 3 com ouro eletrodepositado por 15, 20 e 25 segundos, 1 com ouro depositado quimicamente e um apenas com Ni-P (Tabela 8). O processo pode ser resumido como o apresentado na Figura 16. Na figura, o processo está exemplificado para silício, mas o mesmo processo é utilizado para a alumina.

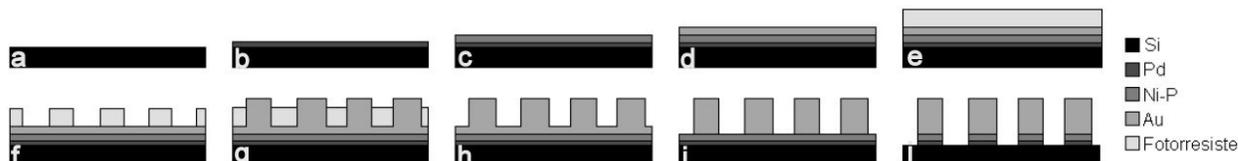


Figura 16. Ilustração das etapas do processo de construção da bobina.

A lâmina limpa e pré-tratada com ácido (Figura 16.a) é imersa na solução de nucleação, retendo paládio (Pd) ao final desta etapa (Figura 16.b). A lâmina é então submetida à deposição química de uma camada fina de Ni-P a temperatura constante de 60°C por um tempo de três minutos, igual para todas as amostras (Figura 16.c). Essa amostra recebe uma fina camada de ouro, de acordo com o descrito na Tabela 8 (Figura 16.d). O ouro químico foi depositado à temperatura constante de 79°C, enquanto a solução eletrolítica, de pH neutro, foi mantida à 69°C.

Tabela 8. Resumo dos processos utilizados em cada amostra

Amostra	Camada de contato	Material depositado na lâmina toda	Tempo de deposição da camada inferior (s)	Material da Bobina
01	Ni-P	Au eletrodepositado	25	Au eletrodepositado
02	Ni-P	Au eletrodepositado	20	Au eletrodepositado
03	Ni-P	Au químico	15	Au eletrodepositado
04	Ni-P	Au químico	120	Au eletrodepositado
05	Ni-P	Nenhum	0	Au eletrodepositado

A seguir, a amostra recebe o fotorresiste (Figura 16.e). A amostra é então fotografada para abertura do fotorresiste (Figura 16.f). A seguir, a amostra recebe o filme de metal depositado eletroliticamente. Como a aderência do metal ao fotorresiste é muito baixa, o ouro só é depositado nas áreas abertas pela fotografação (Figura 16.g). O ouro exposto é espessado eletroliticamente por 30 min (~2,5 μm). Uma vez que a espessura desejada de ouro é atingida, a amostra é retirada da solução eletrolítica, lavada com água e o fotorresiste é removido, de maneira similar ao descrito na seção 2.2.3 (Figura 16.h). A amostra é então imersa em solução

comercial corrosiva de ouro (Umicore, Brasil), por alguns segundos. Essa solução removerá completamente a camada mais fina de ouro, até então protegida. Como consequência, removerá também uma pequena fração do ouro espessado (Figura 16.i). Por fim, o Ni-P é removido por imersão em solução de ácido nítrico e ácido fosfórico 1:4,5, à temperatura de 60 °C durante tempos entre 10 e 50 s, até remoção completa desta camada. (Figura 16.j).

Depois deste processo, é feita uma microsolda de fios de ouro de 25 μm , e pingos de cola de cianoacrilato de alta viscosidade são utilizados para proteger a solda. A Figura 17 apresenta uma lâmina de alumina com as bobinas depositadas.

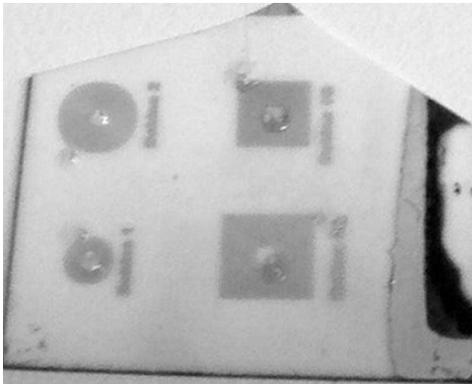


Figura 17. Bobinas de ouro construídas sobre alumina

Comparando-se as amostras obtidas pelos diversos processos observou-se que a amostra sem uma camada intermediária de ouro tem melhor adesão. A explicação para este fato está na corrosão lateral (*underetching*) que ocorre durante a imersão para remover a camada intermediária.

No entanto, o uso de Ni-P sem camada intermediária tem a desvantagem de demandar que o processo todo seja feito em um curto intervalo de tempo. Isto porque esta camada está sujeita à oxidação se não houver nenhuma camada de proteção, função que é realizada pela camada de ouro nas demais amostras. Empiricamente sabe-se que a amostra pode ser guardada por 24h sem problemas significativos de oxidação, no entanto testes de vida útil não foram realizados.

Também foi testada a deposição de bobinas sobre Si, que apresenta superfície menos rugosa do que a alumina, minimizando a formação de relevo no filme final. No entanto, a aderência do

filme sobre o substrato é muito baixa, e as bobinas são removidas da lâmina durante o processo de secagem com N_2 ou durante a solda.

Devido à alta flexibilidade, o PA não foi considerado como substrato possível para a deposição do filme, uma vez que as fraturas poderiam levar ao rompimento da bobina.

3.3. Fabricação dos protótipos de microbombas

Difusores possuem configuração mais simples e maior facilidade de fabricação do que microválvulas e por isso foram escolhidos como solução para controle do fluxo nestes protótipos. São posicionados na entrada e saída da câmara de bombeamento. Seu princípio de funcionamento pode ser visto na Figura 18. Quando o volume da câmara aumenta, fazendo com que a pressão dentro dela diminua, o fluido tende a entrar na câmara pelas duas aberturas. No entanto, como a energia cinética do líquido, na forma de velocidade, é convertida em potencial, na forma de pressão sobre o difusor, o fluxo na entrada é maior do que na saída, uma vez que a perda de energia neste difusor é menor, devido à sua geometria. Quando o volume da câmara diminui, o fluido é expulso, e a geometria dos difusores favorece o esvaziamento do reservatório (Liu *et. al.*, 2011).

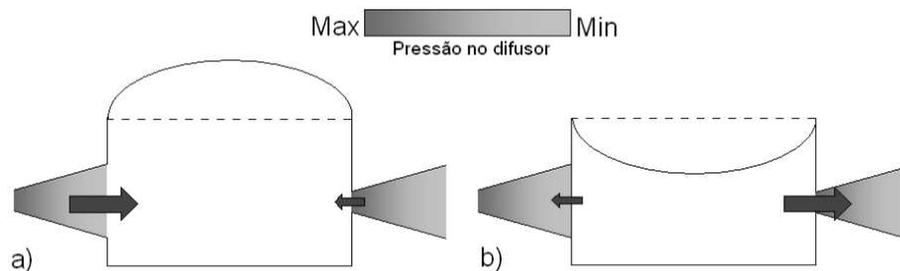


Figura 18. Comportamento da pressão do fluido nos difusores quando o volume da câmara a) aumenta e b) diminui

Como material de fabricação dos dispositivos optou-se pelo uso de poliuretano-acrilato, devido ao conhecimento acumulado em trabalhos anteriores e às vantagens associadas ao uso de um polímero de uso comercial. O PA apresenta boa resistência mecânica e a temperatura e alta aderência (Wu *et. al.*, 2002). O processo de fabricação escolhido foi a litografia profunda, apresentada por Fernandes e Ferreira (2006) e descrita na seção 2.1. Neste caso, a exposição foi por um tempo de 700s e as máscaras utilizadas durante a gravação, permitindo a obtenção com camadas diferentes, estão expostas na Figura 19.

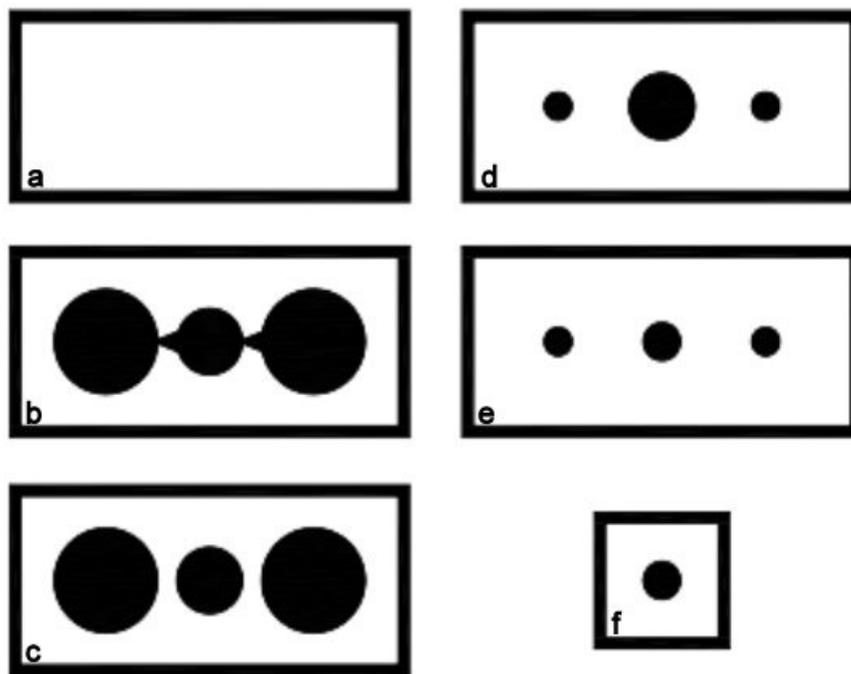


Figura 19. Máscaras utilizadas para fabricação das camadas da microbomba por processo de litografia profunda

A camada representada na Figura 19.a representa a camada utilizada como base do dispositivo. Sobre ela, insere-se a camada vista na Figura 19.b, nas quais estão formadas a parte inferior das câmaras e os difusores. Esta camada é sobreposta por aquela apresentada na Figura 19.c, que apresenta a camada superior das câmaras. Sobre ela é posicionado o diafragma, de maneira a fechar a câmara central, de bombeamento. A Figura 19.d traz a camada responsável

pelo fechamento das câmaras de entrada e saída, nas quais resta apenas a abertura necessária para a passagem das mangueiras que conectarão as câmaras ao ambiente externo. A microbobina foi posicionada entre esta camada e a seguinte (Figura 19.e). A peça da Figura 19.f é usada para reforçar as aberturas para entradas das mangueiras, ajudando a fixar as mesmas. São feitas ao menos duas cópias desta camadas, uma para a entrada e outra para a saída da microbomba.

Para comparar o desempenho da atuação magnética em comparação com a atuação pneumática, duas microbombas foram construídas com as mesmas medidas da desenvolvida no trabalho que deu origem a este projeto (Nóbrega e Campos, 2008). A Figura 20 permite visualizar um dos protótipos construídos. Por esta imagem, é possível observar de que forma o diafragma é preso à microbomba, colocada entre duas camadas, de maneira a cobrir uma superfície um pouco maior do que a cavidade da câmara. A parte mais escura da foto é o diafragma magnético, preso entre duas camadas da microbomba.

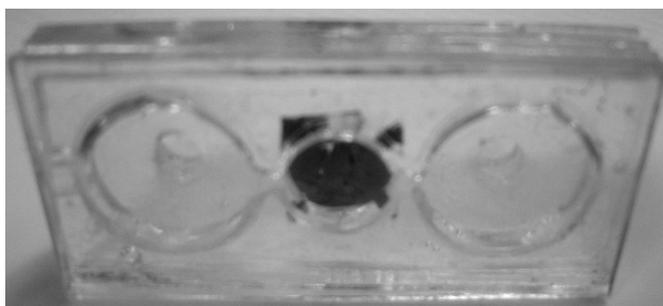


Figura 20. Vista inferior do protótipo com câmara de bombeamento de 10 mm.

Como prova de princípio, uma outra microbomba foi construída utilizando uma microbobina circular com espaçamento entre trilhas de $40\ \mu\text{m}$ e uma membrana com o filme depositado na forma de quadrados de $0,2 \times 0,2\ \text{mm}$. Esta microbomba teve suas medidas reduzidas, possuindo uma câmara de bombeamento de 6 mm, de maneira que o menor deslocamento absoluto da membrana acionada pela microbobina represente maior mudança de volume proporcional da câmara. Ambos os protótipos construídos têm o mesmo aspecto visual. Por isso suprimiu-se a foto da microbomba menor.

3.4. Elaboração do modelo matemático

Um modelo em grafo de conexões foi criado para modelar a microbomba. A Figura 21 apresenta o modelo projetado. A fonte senoidal (DSPACE) representa o sinal gerado pela placa DSPACE, o primeiro TF (Amplificador) é o amplificador que aplica a corrente à bobina, o primeiro R (Resistencia_Fios) representa a resistência dos fios que se ligam à bobina, representada por GY (Bobina). O segundo transformador (Material_Magnetico) representa o filme magnético, que transforma campo magnético em força aplicada sobre o diafragma. O resistor Resiliencia_Diafragma é a resiliência do diafragma, que acaba por dissipar um pouco da energia aplicada sobre o diafragma, e a capacitância (Armazenamento_Ep) representa o armazenamento de energia potencial devido à deformação do diafragma. O último transformador (Diafragma) representa a conversão da força exercida pelo diafragma em pressão sobre o fluido. As fontes Liquido_Entrada e Liquido_Saida representam a pressão da coluna de líquido. Os dois resistores finais (Difusor_Entrada e Difusor_Saida) representam a resistência dos difusores. Essa resistência é variável, em função do esforço, de maneira a se comportar como um diodo, *i.e.*, quando a pressão da membrana for menor do que zero, indicando que a membrana está distendida para fora, o fluido entra na câmara, ou seja, Difusor_Entrada deve ter então uma resistência baixa e Difusor_Saida alta, e quando a pressão for positiva, a situação se inverte, evitando o surgimento de contrafluxo. Isso pode ser obtido com o uso de cláusulas condicionais no modelo. Por fim Resistencia_microbomba representa a perda de carga do fluxo devida ao corpo da microbomba.

Os parâmetros foram ajustados de maneira a corresponder às condições particulares de cada membrana, uma vez que Resiliencia_Diafragma e Armazenamento_Ep, bem como Diafragma, são dependentes das propriedades do filme e da membrana como um todo. Entre as propriedades que influenciam, pode-se mencionar a retentividade do filme, a elasticidade do conjunto, o volume do filme depositado, entre outros.

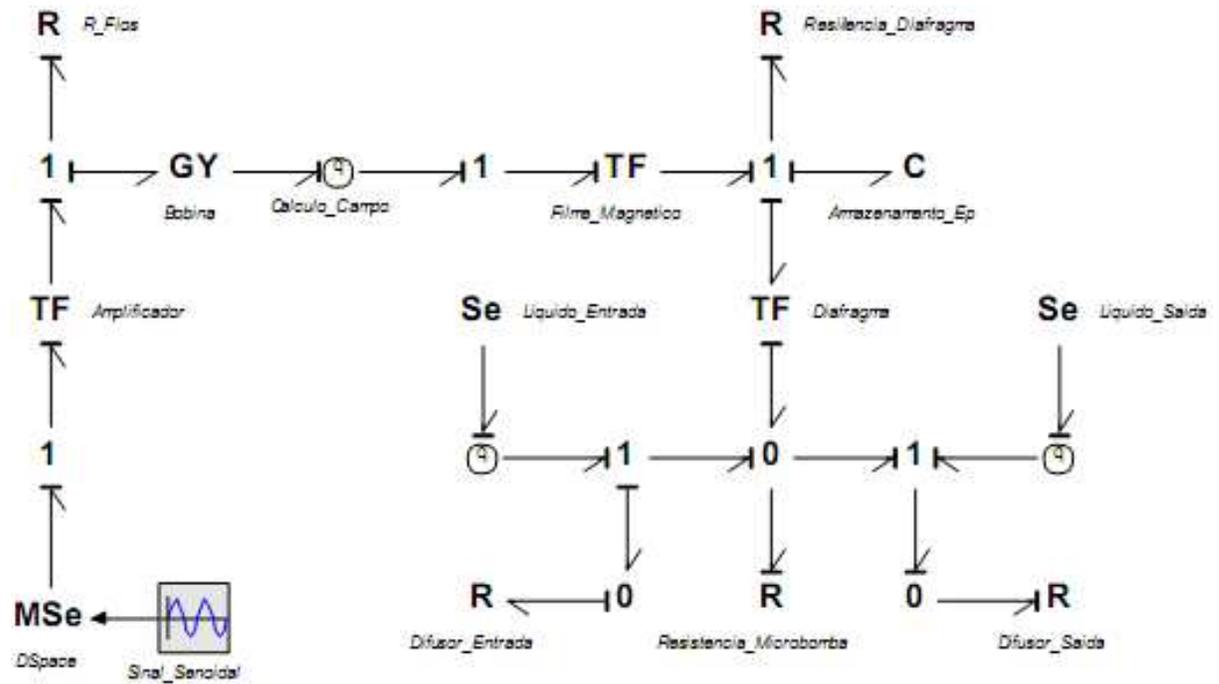


Figura 21. Modelo em grafo de conexões para representar a microbomba e o sistema de atuação utilizado.

4 RESULTADOS

Este capítulo é dedicado à exposição dos resultados obtidos ao longo o trabalho. A primeira seção apresenta os resultados da caracterização dos diafragmas produzidos. São tratados os efeitos dos processos utilizados sobre as membranas, através do estudo de algumas de suas propriedades físicas e magnéticas durante e após os processos. A segunda seção é dedicada aos testes de desempenho dos diafragmas magnéticos, concluindo-se com a escolha dos diafragmas a serem utilizados na construção das microbombas. Para isso, descrevem-se as bancadas experimentais utilizadas, e apresentam-se os resultados mais significativos das membranas que apresentaram melhor desempenho. A Seção 4.3 descreve os testes feitos com as microbobinas construídas e apresenta os resultados encontrados em cada um deles. A Seção 4.4 apresenta os testes feitos com os protótipos de microbombas magnéticas construídos, seus resultados e a comparação do desempenho destas microbombas com o protótipo pneumático desenvolvido anteriormente. Por fim, a última seção apresenta a validação do modelo proposto em grafo de conexões, através da comparação de seus resultados com os obtidos experimentalmente, descritos na seção precedente.

4.1. Avaliação das propriedades dos diafragmas magnéticos

4.1.1. Influência do processo de deposição a vácuo na aderência do filme magnético sobre o polímero

No processo de cura da membrana de PA, os oligômeros se ligam formando um polímero reticulado, aprisionando gás entre suas cadeias. Ao serem colocadas no equipamento de *sputtering* e iniciar a diminuição da pressão, ocorre a liberação do gás aprisionado, dificultando a

obtenção de vácuo e aumentando o tempo de processo necessário. Adicionalmente, em algumas membranas, a continuidade da saída de ar após o início da deposição levou ao aprisionamento do ar entre o polímero e o filme formado, gerando zonas de descolamento no filme, que podem ser vistas na Figura 22. Ao redor dessas regiões a aderência ficou bastante prejudicada. O fenômeno não é comum, e independe das propriedades do filme depositado.



Figura 22. Detalhe do descolamento (bolhas) decorrente da liberação de gases durante a deposição à vácuo de filmes de níquel sobre membranas de PA.

4.1.2. Efeitos do pré-tratamento ácido na estrutura do polímero e nas propriedades do filme magnético depositado

A etapa de pré-tratamento ácido é responsável pelo aumento da aderência entre a camada metálica de contato e o filme polimérico, resultando na melhor aderência do total depositado. Foram feitas análises por espectrometria de infravermelho (IV) para detectar alterações na superfície da membrana após a etapa de pré-tratamento ácido (Figura 23), permitindo compreender as mudanças qualitativas que ocorrem nos filmes durante esta etapa. Esta figura apresenta o espectro para a amostra sem pré-tratamento e após 30 e 150 s de pré-tratamento. A escolha destes dois tempos se deve a observações visuais da mudança de cor na amostra. A amostra fica ligeiramente amarelada ao ser imersa na solução de pré-tratamento. Após 30 s esta coloração é removida com água. Após 150 s a imersão em água não é capaz de remover a coloração da amostra.

Pelos espectros, é possível observar o surgimento de uma banda larga entre 3500 e 2700 cm^{-1} , aproximadamente. Esta banda é característica de estiramentos de hidroxilas de grupos carboxílicos, responsáveis por aumentar a aderência dos filmes depositados sobre PA. As alterações observadas após 30 ou 150 s de imersão em solução ácida foram similares, indicando que não há mudanças qualitativas na composição da superfície do material.

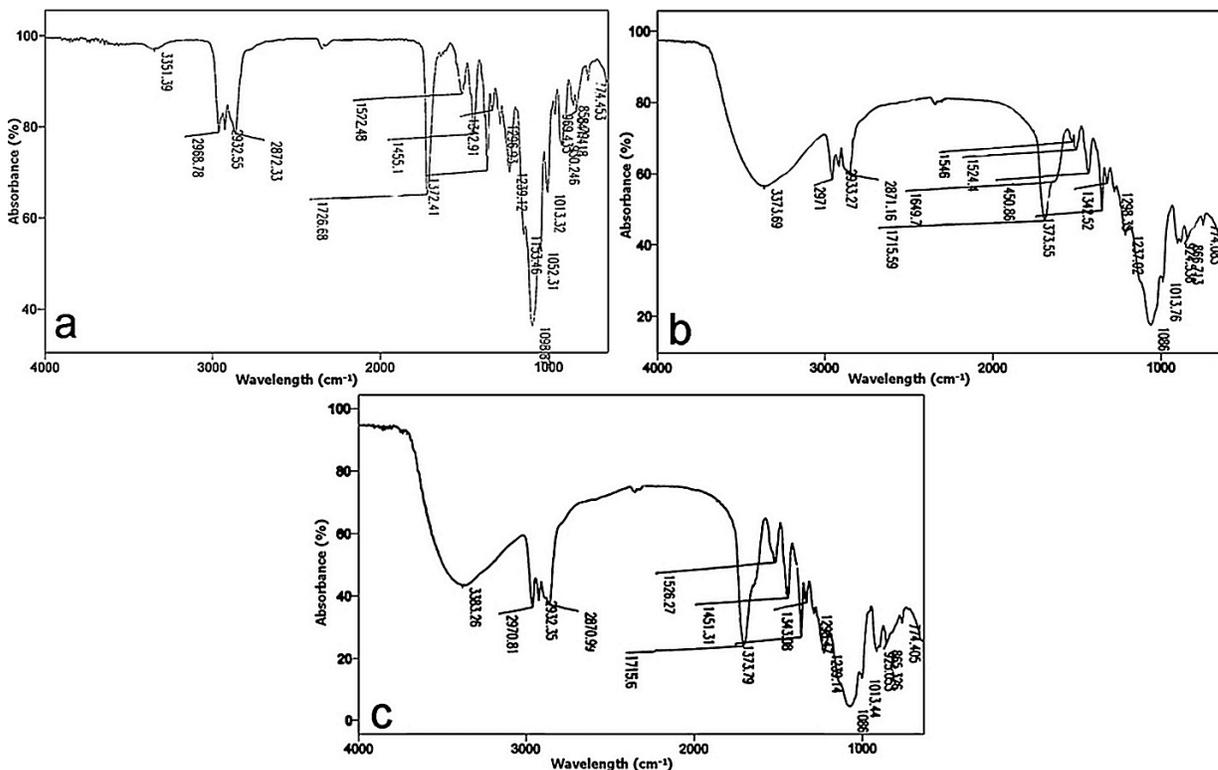


Figura 23. Espectros de IV para amostras de PA após a) 0s, b) 30s e c) 150s de pré-tratamento

Estruturas semelhantes são formadas durante o tratamento com plasma de O_2 . Sabe-se que o Pd não é diretamente ligado ao polímero tratado, portanto uma reação preliminar deve ocorrer entre a hidroxila e o Sn (Charbonnier *et. al.*, 1998). A reação entre o Sn e os grupos de oxigênio foi apresentada por Charbonnier *et. al.* (1996), e pode ser visto na Figura 24.

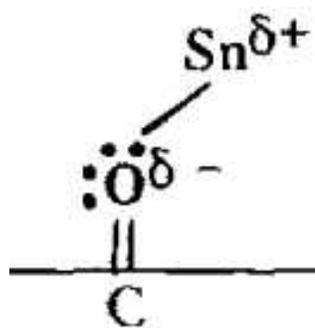


Figura 24. Reação do Sn com as carboxilas formadas no polímero Charbonnier *et. al.* (1996).

Os íons de Sn^{2+} ligados à superfície reduzem os íons de Pd^{2+} , de acordo com a reação (8). Os átomos de Pd metálico formam aglomerados que dão origem à camada que servirá como base na deposição de Ni-P (Monk e Soane, 1993).



Apesar dos IVs não evidenciarem alterações significativas com o aumento do tempo de imersão em solução ácida, imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV) foram feitas para avaliar o comportamento do filme final obtido após cada pré-tratamento e demonstraram que ocorrem pequenas mudanças nos filmes depositados após diferentes tempos de pré-tratamento (Figura 25) sendo possível observar que a qualidade do filme é melhor entre 30 e 60s.

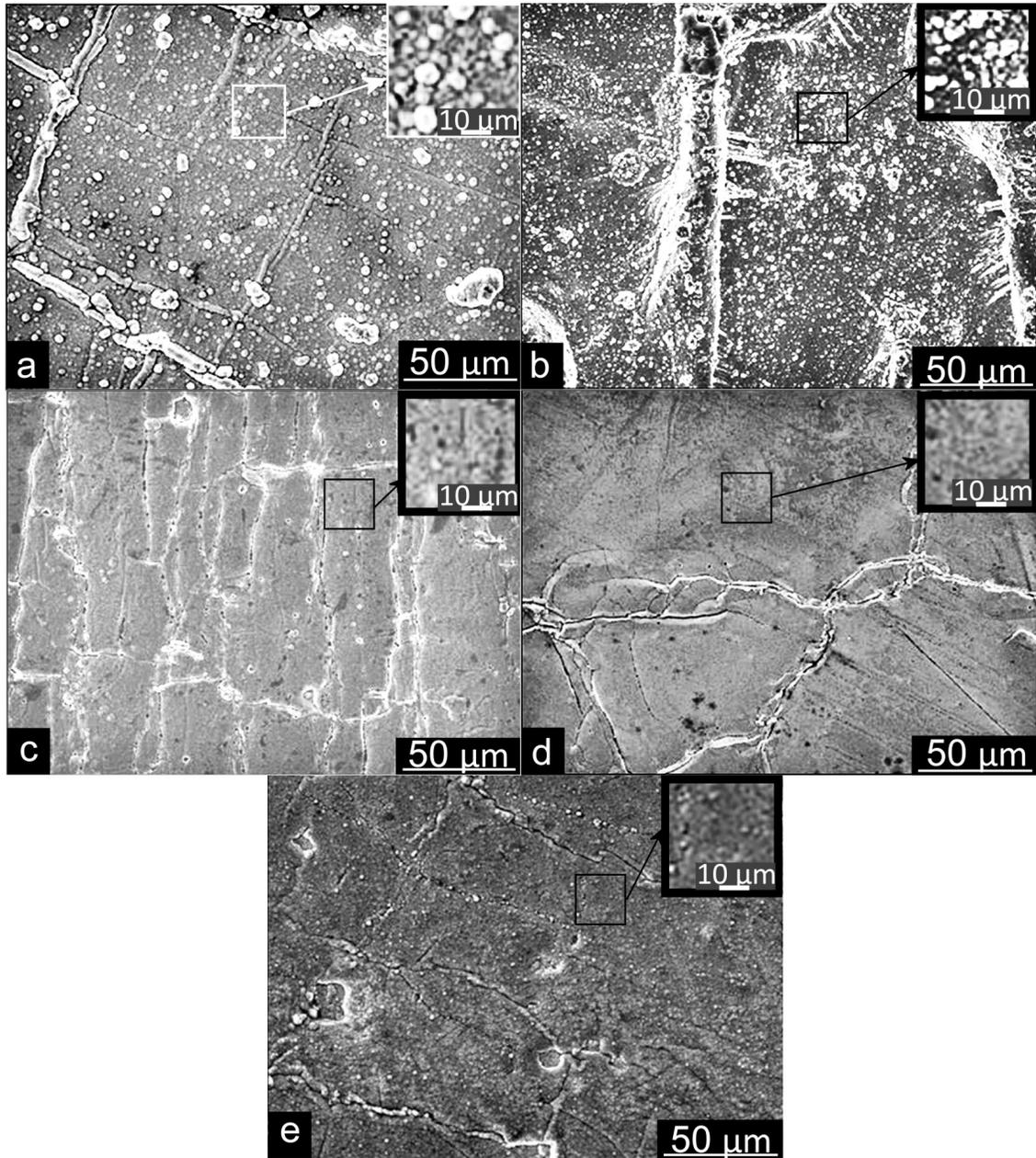


Figura 25. Imagens por MEV para amostras de Ni com pré-tratamentos de a) 0s (NM-000N-010), b) 15s (NM-015N-010), c) 30s (NM-030N-010), d) 60s (NM-060N-010) e e) 150s (NM-150N-010). Os destaques apresentam uma ampliação de 3x.

4.1.3. Avaliação visual dos efeitos do uso de ímãs durante a deposição eletrolítica sobre os filmes resultantes

Para analisar o aspecto visual dos filmes depositados, e comparar o efeito de cada uma das condições, foram feitas imagens em microscopia eletrônica de varredura (MEV). A Figura 26 apresenta as imagens produzidas para membranas com e sem campo magnético, enquanto a Figura 27 apresenta as imagens obtidas para as membranas com filmes de CoNiMnP. As diferenças nas escalas são necessárias para a visualização dos detalhes de cada imagem.

Observando-se estas figuras, é possível perceber que, em ambos os filmes, a quantidade de fraturas é maior para amostras produzidas na presença do campo magnético, reflexo de maior tensão interna. A tensão também é maior nos filmes de CoNiMnP, como era esperado (Koch, 1994; Liakopoulos *et. al.*, 1996). As protuberâncias (“hillocks”) do filme de Ni são maiores, mas em ambos os casos são reduzidos com a presença do campo magnético durante a deposição.

Embora o mecanismo não seja muito bem compreendido (Ganesh *et. al.*, 2005), um paralelo pode ser feito com o efeito ocorrido nos plasmas. Quando não há campo magnético, a deposição eletrolítica é coordenada pelo campo elétrico local, normal à superfície. Assim, a deposição ocorre reproduzindo o relevo das camadas inferiores, como pode ser visto na Figura 26.e. Nesse caso, a rugosidade formada durante a deposição química é reproduzida no filme eletrodepositado. Quando o campo magnético está presente, a força de Lorenz causa o movimento da partícula em direção normal a este campo. O produto dos campos elétrico e magnético (E.B) resulta em um movimento na direção dos vales na rugosidade, resultando na diminuição desta rugosidade e em filmes mais compactos (Figura 26.f). Essa compactação pode explicar também o aumento nas fraturas. Esta consideração só pode ser feita porque a membrana tem uma pequena área e está posicionada no centro do campo magnético.

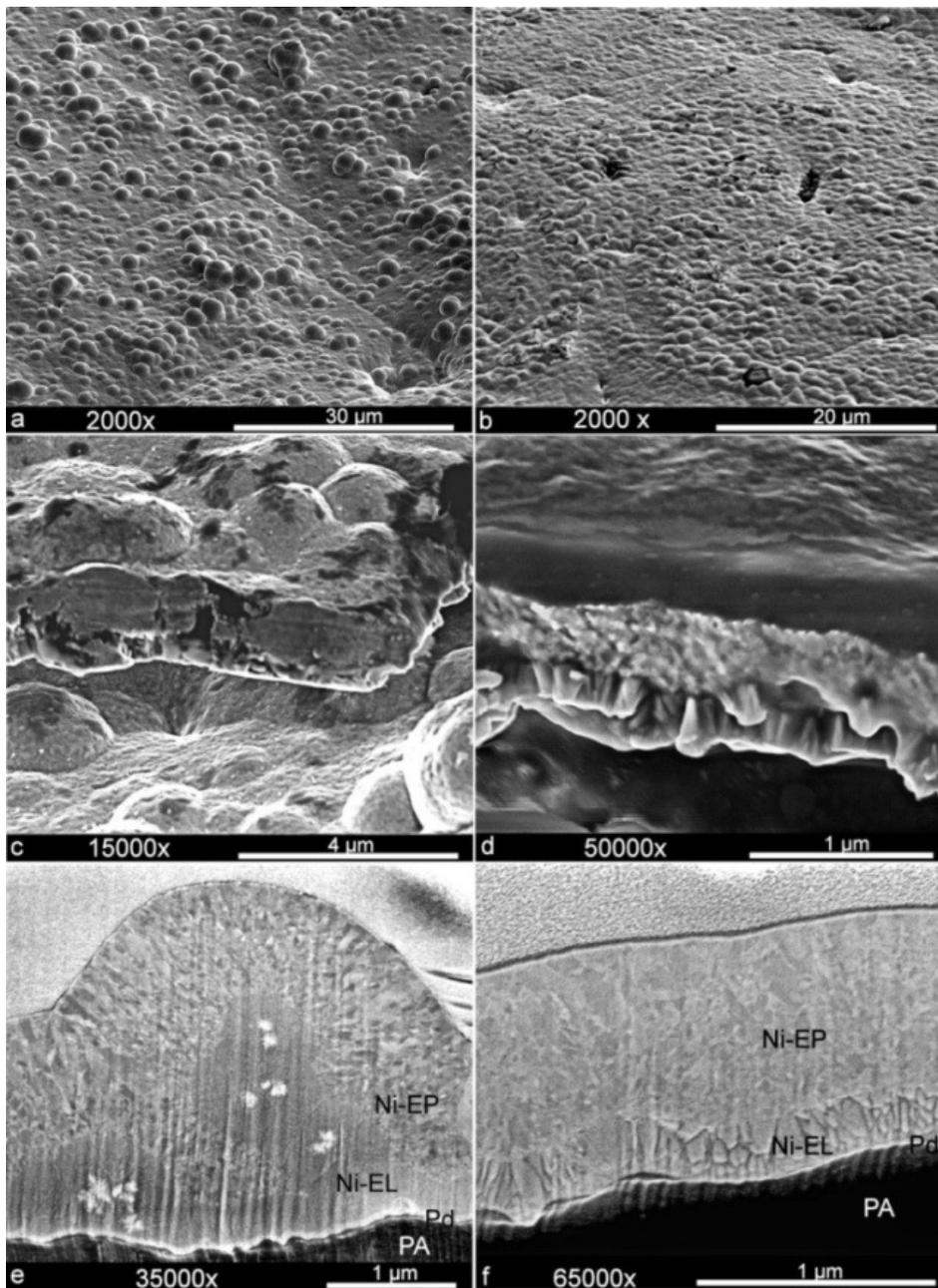


Figura 26. Imagens de MEV para amostras de Ni produzidas na ausência (esq.) e presença (dir.) de campo magnético. 2000x de aumento para a) TE-000N-020 e b) ME-000N-010, secção lateral não polida de c) TE-000N-020 e d) ME-000N-010 e superfície polida por FIB de e) TE-000N-020 e f) ME-000N-010. Ni-EP, Ni-EL, Pd e PA representam o níquel depositado eletrolítica e quimicamente, paládio e o polímero, respectivamente.

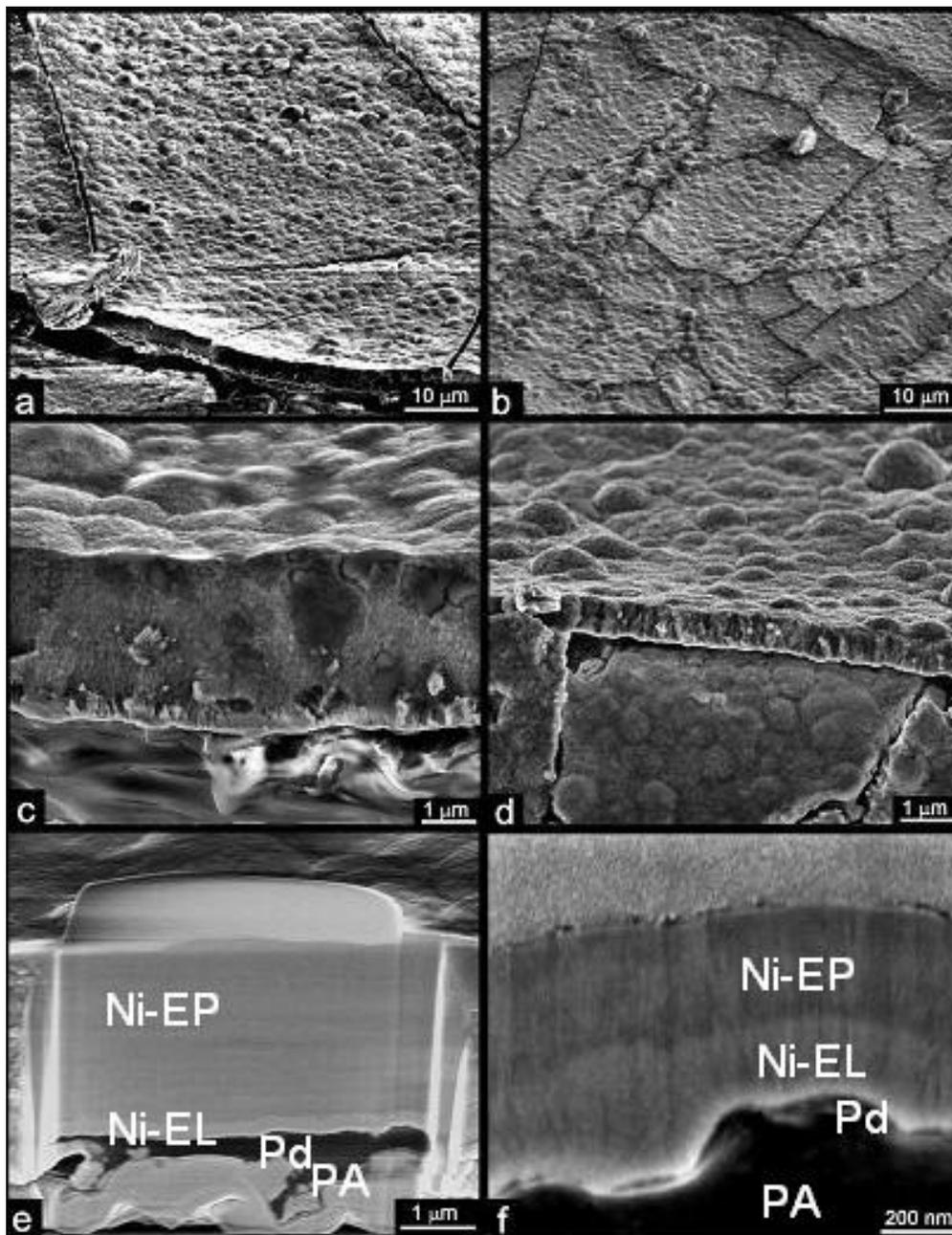


Figura 27. Imagens de MEV para amostras de CoNiMnP produzidas na ausência (esq.) e presença (dir.) de campo magnético. 2000x de aumento para a) TE-000N-020 e b) ME-000N-010, secção lateral não polida de c) TE-000N-020 e d) ME-000N-010 e superfície polida por FIB de e) TE-000N-020 e f) ME-000N-010. Ni-EP, Ni-EL, Pd e PA representam o níquel depositado eletrolítica e quimicamente, paládio e o polímero, respectivamente.

4.1.4. Efeito dos tempos de deposição eletroquímica sobre a composição dos filmes resultantes

Para verificar a composição dos filmes depositados, foi realizada uma análise por dispersão de energia (*energy dispersive spectroscopy* – EDS, Philips, Holanda). Este equipamento mensura a quantidade de energia liberada em função da energia fornecida à superfície. Com isso é possível identificar o átomo e a camada que liberou energia e com isso determinar a composição da camada superficial de cada diafragma. Os espectros obtidos nessa análise podem ser vistos na Figura 28, enquanto as proporções de Ni e Co indicadas pelo equipamento para cada um dos filmes estão resumidas na Tabela 9. Por esses dados, é possível perceber que o aumento do conteúdo de cobalto com o aumento do tempo de deposição, enquanto o conteúdo de níquel é reduzido. As proporções de Mn e P não variam entre as amostras. Essas variações na composição podem ser responsáveis por mudanças nas propriedades físicas e magnéticas do filme.

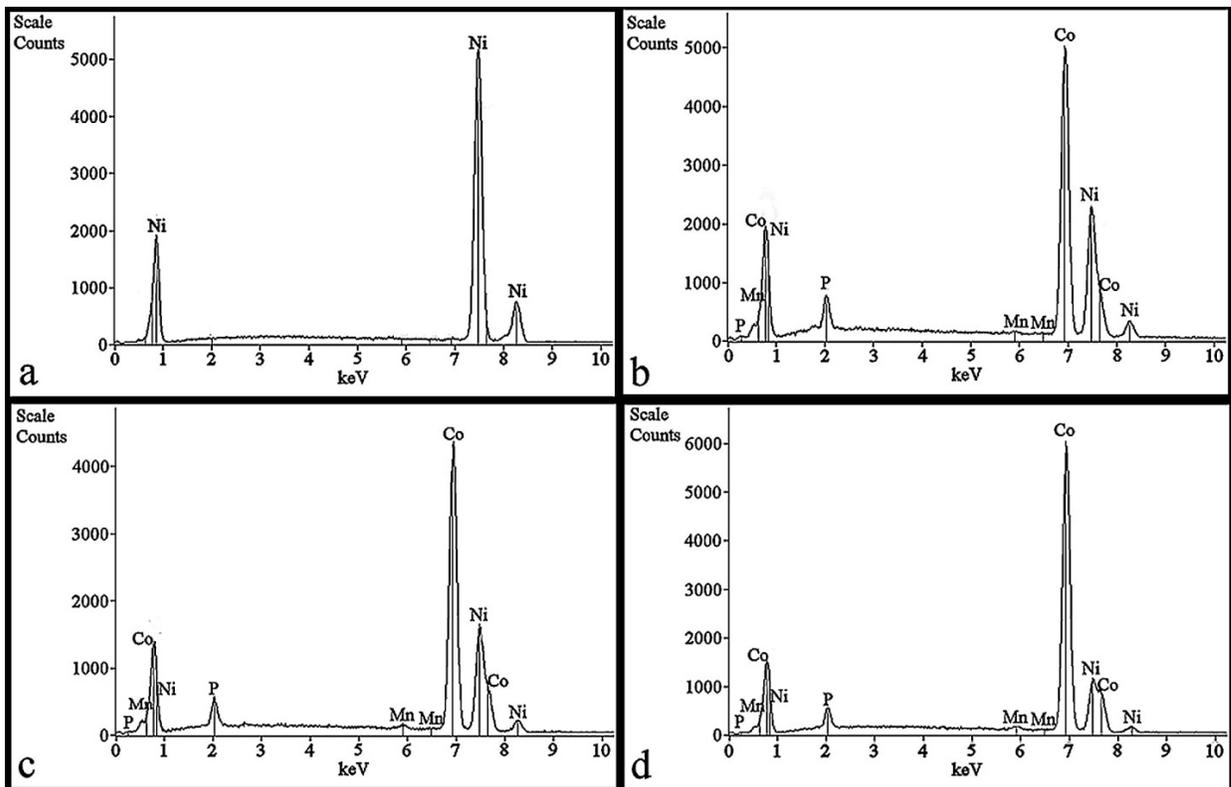


Figura 28. Espectros de EDS para filmes das amostras de a)Ni, b)CoNiMnP depositado por 8,5 min, c) CoNiMnP depositado por 10 min e d) CoNiMnP depositado por 20 min

Tabela 9. Conteúdo de Co e Ni nos filmes analisados por EDS.

Samples	Metal	Nickel Content	Cobalt content
Ni	Ni	100	0
CoNiMnP – 8,5	CoNiMn	31	60
CoNiMnP – 10	CoNiMn	26	66
CoNiMnP – 20	CoNiMn	14	78

Uma das amostras de Ni apresentou traços de P, provavelmente oriundo da migração a partir da camada de Ni-P.

4.1.5. Caracterização magnética dos diafragmas fabricados

As amostras de PA foram submetidas a testes em um VSM (*vibrating sample magnetometer* - modelo 7400 – Lake Shore) de maneira a avaliar as propriedades magnéticas. Devido à dificuldade de clivagem, esses testes não foram feitos nas amostras de Si, mas espera-se que o substrato não interfira no filme magnético e que, portanto, os resultados para as amostras de Si sejam semelhantes ao observado para o PA. Os resultados podem ser vistos na Tabela 10. Pelos testes de VSM é possível medir a coercividade, a retentividade e o produto máximo de energia.

Coercividade (H_c) é a intensidade do campo magnético necessário para reduzir a magnetização do material a zero depois que essa foi levada à saturação. O valor é encontrado na curva de histerese no momento em que esta atravessa o eixo x (Figura 29). Para obter-se o valor da propriedade, toma-se a média entre os módulos do valor positivo e negativo. A retentividade é a capacidade do material de se manter magnetizado quando o campo externo cessa. É calculado como $4\pi M$, onde M é a remanência, obtida da curva de histerese do material, quando esta cruza o eixo y (Figura 29). De maneira similar ao que é feito com a coercividade, toma-se a média dos módulos. O produto máximo de energia é o ponto ótimo de funcionamento do dispositivo, no qual o maior deslocamento da membrana seria obtido com o mesmo campo magnético. É calculado como valor máximo atingido pelo produto (BH) no segundo quadrante da curva de histerese. Essas propriedades e sua relação com a curva de histerese podem ser vistas no gráfico apresentado na Figura 29. Os valores encontrados para cada uma das propriedades magnéticas de cada uma das membranas pode ser visto na Tabela 10.

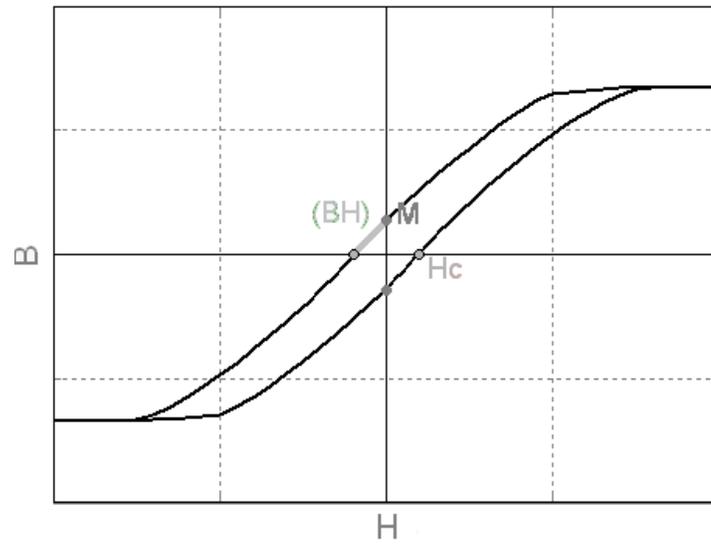


Figura 29. Curva B vs. H . Permite calcular a remanência (M), a coercividade (H_c) e o produto BH .

Tabela 10. Resumo das propriedades magnéticas encontradas para as amostras

Método	Amostra	Espessura (μm)	Hc (kA/m)	Hc/h (kA/m/ μm)	R (mT)	R/h (mT/ μm)	MEP (J/m ³)	MEP/h (J/ m ³ / μm)
Ni eletrodepositado com campo magnético (NM)	NM-000N-01	1,05	6,91	6,58	629,11	599,17	262,98	250,40
	NM-015N-01	1,30	9,15	7,04	753,98	580,04	97,15	74,73
	NM-030N-01	0,95	6,27	6,60	745,26	784,48	213,97	225,22
	NM-060N-01	1,00	6,40	6,40	222,54	222,54	66,39	66,39
	NM-150N-01	0,90	6,04	6,72	282,81	314,19	72,77	80,87
	NM-150S-01	1,10	7,30	6,64	291,46	264,96	282,49	256,77
Ni eletrodepositado sem campo magnético (NT)	NT-000N-02	1,35	4,78	3,54	132,16	97,90	12,74	10,62
	NT-000N-10	10	4,57	0,46	128,08	12,81	11,01	1,10
	NT-000N-15	15	4,43	0,30	122,64	8,17	9,83	0,63
	NT-000N-20	20	2,84	0,14	113,91	5,68	8,65	0,47
<i>Sputtering</i> (NS)	NS-000N-10	10	5,70	0,57	997,31	99,73	251,7	25,17
	NS-000N-15	15	3,87	0,26	574,33	38,29	85,97	5,73
	NS-000N-20	20	3,82	0,19	1582,20	79,11	109,10	5,45
CoNiMnP eletrodep. c/ mag. (CM)	CM-030N-004	0,45	112,28	249,44	283,12	629,15	132,96	295,46
	CM-030N-005	0,53	149,62	282,30	366,44	691,32	144,65	272,92
	CM-030N-010	1,02	153,75	150,73	547,39	536,65	283,54	277,98
CoNiMnP s/ mag. (CT)	CT-030N-010	2,04	72,36	35,47	303,48	148,76	22,21	10,88

4.1.6. Resumo da influência dos processos em cada uma das propriedades avaliadas

O quadro na Figura 30 apresenta um resumo dos resultados obtidos para todas as membranas, e permite avaliar em conjunto o desempenho de cada técnica.

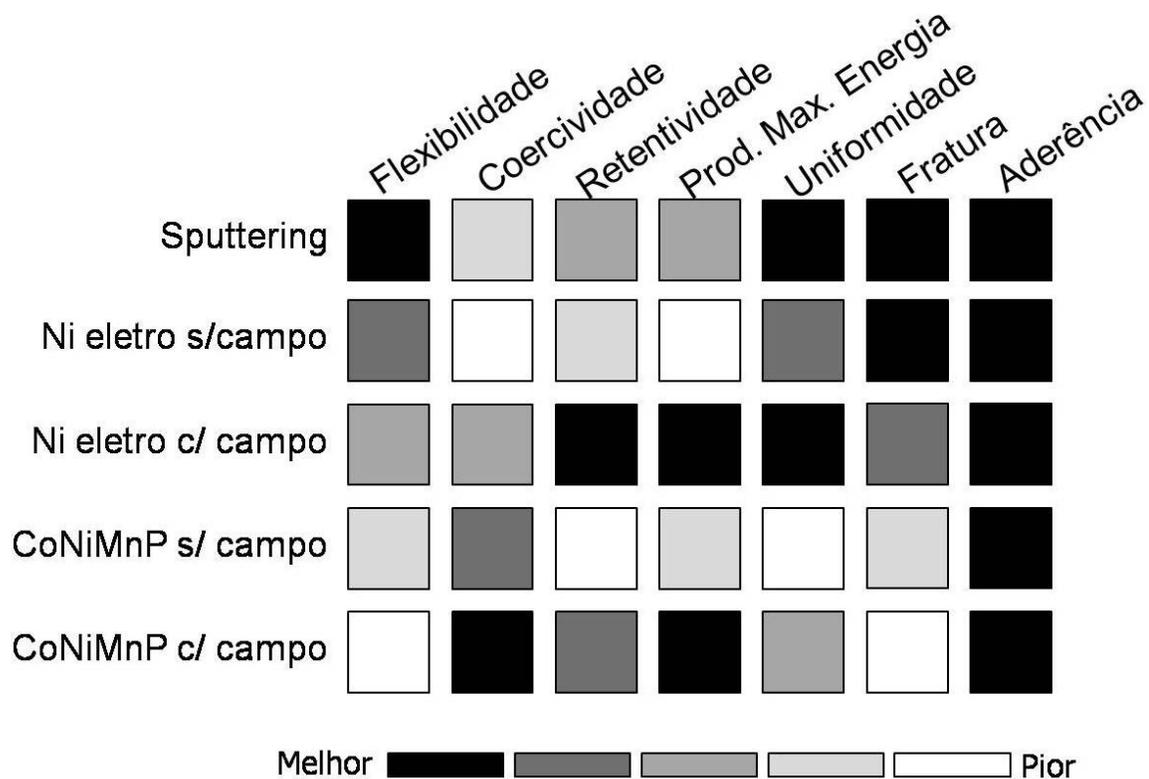


Figura 30. Resumo das propriedades observadas para cada uma das membranas

Por esse gráfico observa-se que todos os processos resultam em amostras com boa aderência. Sobre a influência de cada uma dessas propriedades sobre a amplitude do deslocamento do diafragma, Chang *et. al.* (2009) demonstraram que a retentividade é mais importante do que a coercividade. No entanto, observa-se que a técnica que possui melhores valores de retentividade – mais altos – não são as mesmas nas quais se encontra a maior flexibilidade.

Por fim, observou-se em microscópio óptico a menor incidência de fraturas nos diafragmas com filmes fragmentados, quando comparados com os filmes contínuos de mesmo material. A

incidência de fratura não influencia o deslocamento da membrana, mas pode impactar na sua durabilidade. Até o momento, com um ano de armazenamento em condições ambientes, as membranas não apresentaram sinais de descolamento do filme ou perda de eficiência. A uniformidade pode ter impacto na incidência de fraturas, uma vez que os contatos entre os diferentes materiais são os locais de maior tensão interna no filme (Koch, 1994).

4.2. Avaliação do desempenho dos diafragmas

4.2.1. Bancada experimental com motor rotativo

O trabalho de Shen e Gijs (2009) apresenta um modelo de atuador baseado em um motor rotativo com ímãs presos. Este trabalho deu origem ao primeiro modelo de atuador utilizado. Um motor de corrente contínua recebeu prolongamento de seu eixo e ímãs de neodímio foram presos em sua volta. De um a quatro ímãs foram testados, posicionados de forma equidistante, conforme a Figura 31, para verificar qual das configurações seria mais adequada. A rotação do motor com o conseqüente deslocamento dos ímãs provoca a variação no campo magnético. Os resultados obtidos podem ser vistos na Figura 32.

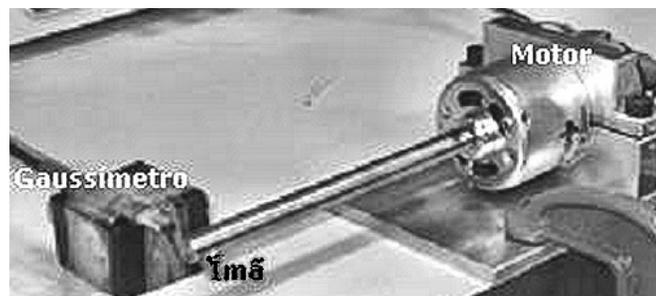


Figura 31. Motor com ímãs durante medida do campo magnético

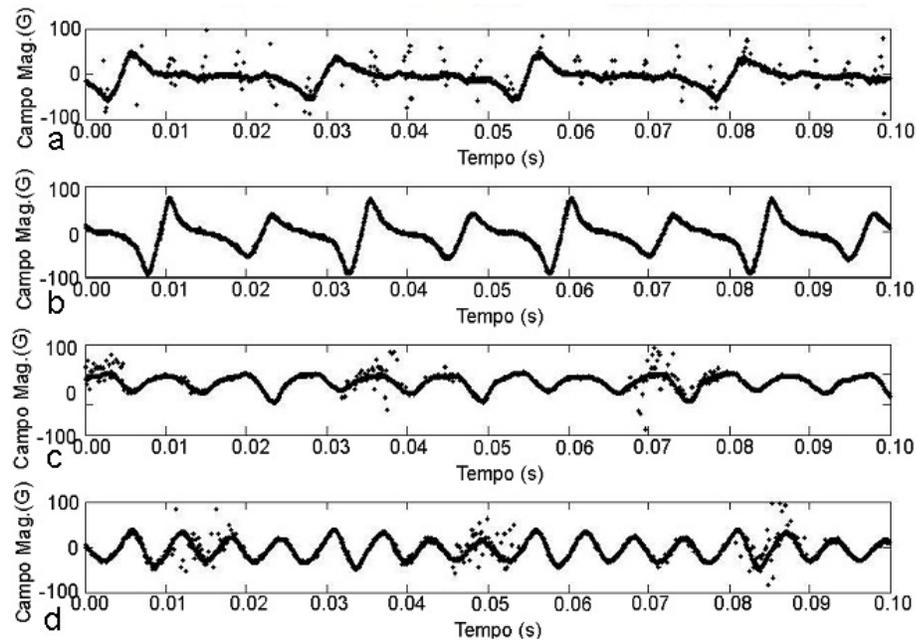


Figura 32. Campo magnético resultante da rotação do motor em função do tempo para a) um ímã, b) dois ímãs, c) três ímãs e d) quatro ímãs

Por esses gráficos é possível perceber que a disposição mais próxima de um sinal senoidal é a com 4 ímãs. No entanto observa-se que a incidência de ruídos ainda é grande, embora concentrada em alguns pontos, de maneira periódica. Devido à sua semelhança com o sinal senoidal, o arranjo com quatro ímãs foi escolhido para os testes. A Figura 33 apresenta o resultado de um diafragma com esse arranjo. Nesta figura, a frequência do sinal gerado, equivalente a quatro vezes a frequência de rotação do motor, está indicada no canto de cada gráfico. Por esses gráficos verifica-se que não é possível trabalhar a baixas frequências, uma vez que o sinal de resposta torna-se bastante irregular. Da mesma forma, altas frequências devem ser evitadas pois a vibração do eixo faz com que a distância entre o ímã e o diafragma varie a cada instante, provocando novamente um sinal bastante irregular. Em função disso, passou-se a utilizar uma bobina, excitada com uma frequência senoidal.

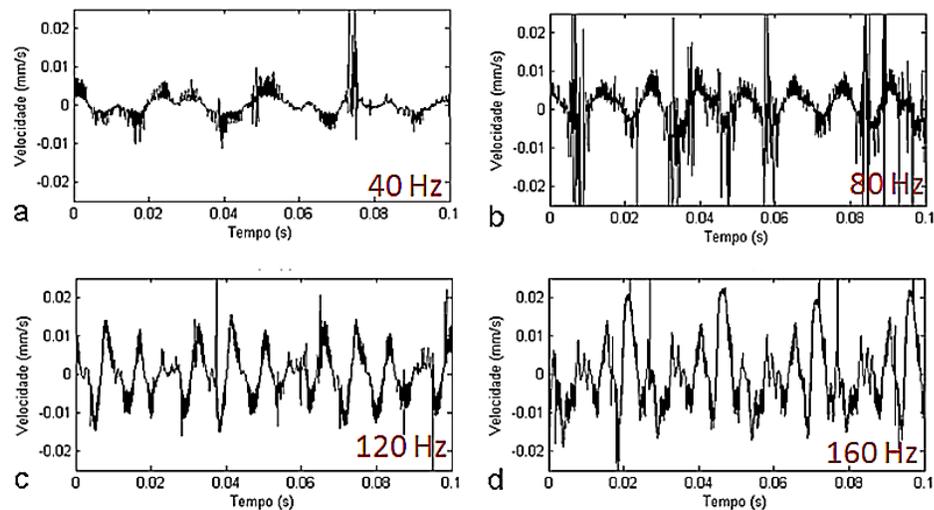


Figura 33. Velocidade da membrana em função do tempo para diferentes frequências do sinal gerado com quatro ímãs a) 40 Hz, b) 80 Hz, c) 120 Hz, d) 160 Hz.

Os sinais apresentados na Figura 32 e na Figura 33 apresentam baixa qualidade de medição devido à presença de ruído. Como este método de excitação do diafragma não foi considerado satisfatório, não se perseguiu uma melhoria destas medições.

4.2.2. Bancada de testes com bobinas

Esta bancada baseia-se no uso de uma bobina, que recebe um sinal senoidal entre 0 e 20 V, produzindo um campo magnético, que provoca o deslocamento do diafragma. A primeira etapa foi a escolha do núcleo. Três possibilidades foram testadas: O uso da bobina sem núcleo, o uso de um núcleo de ferro e um núcleo de ferrite. Aplicou-se um sinal com frequência de 5 Hz. Na Figura 34 pode-se ver o campo resultante do uso de cada um dos núcleos. Ao comparar os três gráficos, observa-se que o núcleo de Ferrite é o que apresenta um pico com maior amplitude, sendo portanto a melhor das três alternativas para seguir os testes.

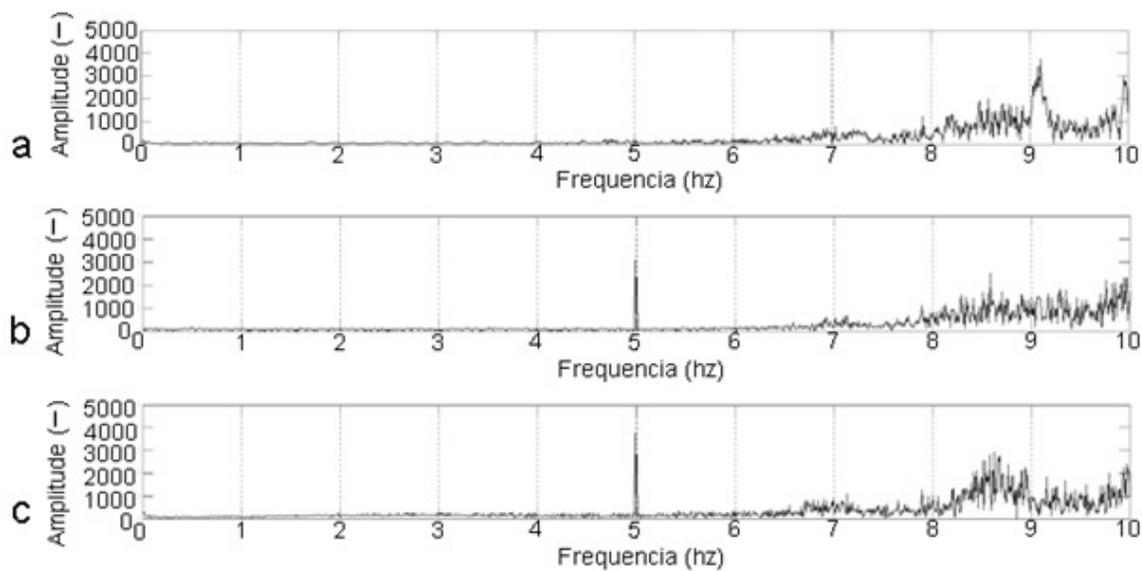


Figura 34 Espectro da transformada rápida de Fourier para os três testes de núcleo. a) Sem núcleo, b) com núcleo de ferro e c) com núcleo de ferrite.

Nesta nova bancada, um programa desenvolvido em Simulink[®], e associado a uma placa DSpace gera um sinal senoidal de 0 a 5V (Figura 35). Neste modelo os blocos ADC e DAC representam as conexões com a DSpace. Dois sinais podem ser aplicados à bobina (24 V, 2,5 W, Festo, Brasil), um gerador que foi usado com saída senoidal, cuja frequência variou-se entre 4 e 12 Hz (Figura 36.a), e a fonte de sinal repetitivo, usada para aplicar um sinal de Schroeder de varredura (Figura 36.b). Este sinal é amplificado e deslocado para cima, de maneira a resultar nos sinais identificados na Figura 36.

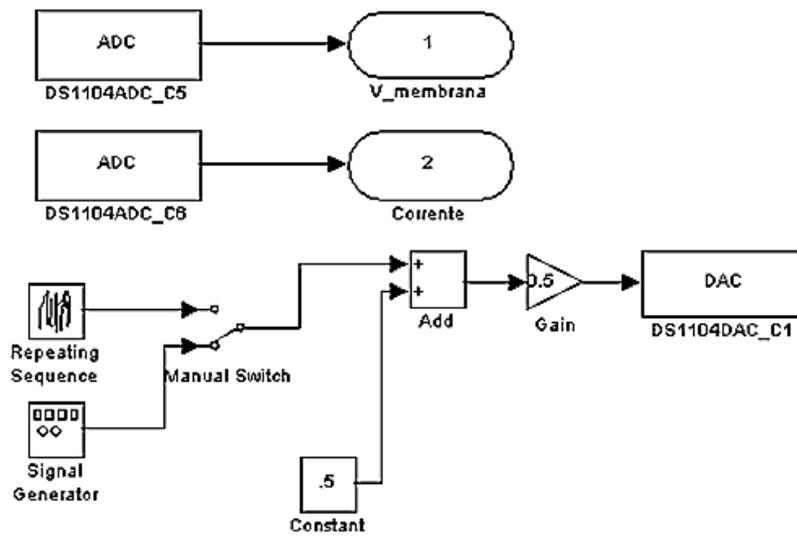


Figura 35. Programa desenvolvido em Simulink[®] para atuação da bancada de testes

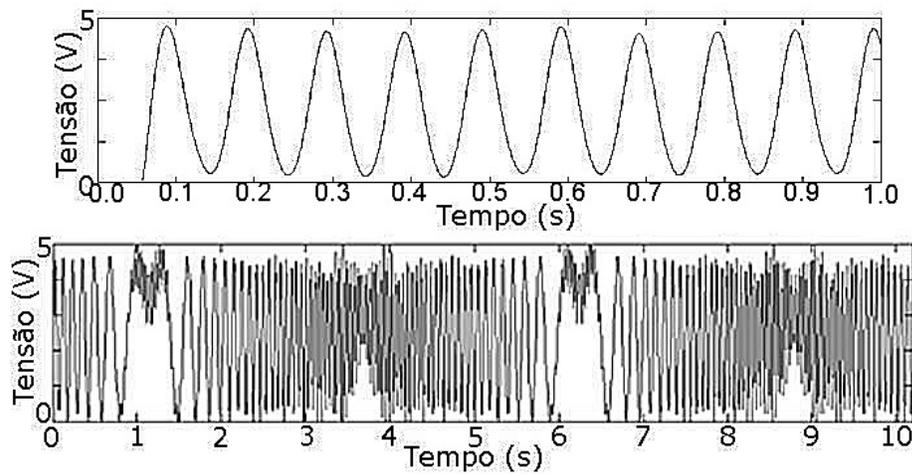


Figura 36. Campo magnético gerado pela bobina com excitação a) senoidal; b) de Schroeder.

4.2.2.1. Teste com o sinal de Schroeder

O sinal de Schroeder se caracteriza por possuir baixo fator de pico, baixa autocorrelação e espectro plano numa dada faixa (Jacobina *et. al*, 1996). Com ele é possível encontrar a frequência

de ressonância de cada membrana, *i.e.*, o ponto ótimo de trabalho, através de um espectro da transformada de Fourier.

Para verificar o comportamento de cada membrana, o deslocamento foi medido usando um vibrômetro laser por efeito *doppler*. O diafragma e a bobina foram presos em bastidores acrílicos fixos em uma estrutura metálica. O sinal do vibrômetro e a corrente aplicada sobre a bobina são lidos pela DSpace e armazenado na forma de arquivos “.mat”, lidos e processados com o auxílio do programa Matlab®.

Para estudar o comportamento do dispositivo gerou-se, com o auxílio do mesmo programa, o espectro, através da transformada rápida de Fourier, da velocidade do diafragma analisado. Além disso, o mesmo sinal foi integrado, permitindo-se encontrar o deslocamento da membrana

Inicialmente, buscou-se a frequência natural de cada diafragma, utilizando-se o sinal de Schroeder. Durante esta etapa observou-se que, além do pico esperado, um outro pico podia ser visto e estava sempre presente, mesmo quando os testes eram realizados sem acionamento, como pode ser visto na Figura 37.

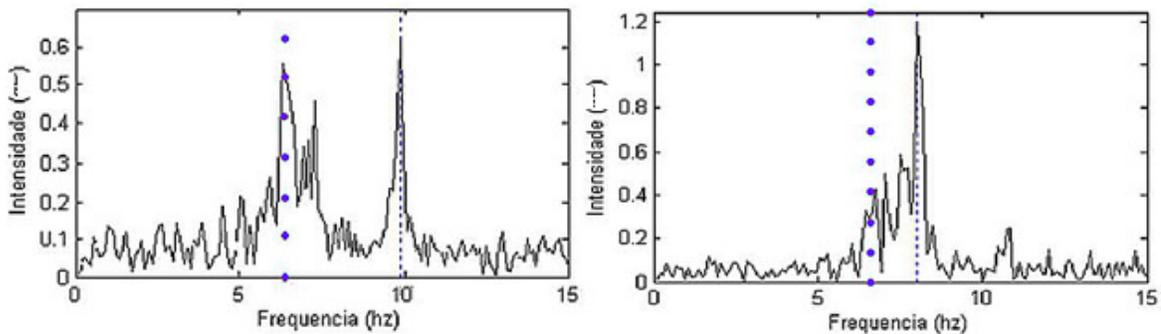


Figura 37. Espectros da transformada de Fourier para dois diafragmas diferentes. Os pontos indicam o pico normalmente presente, enquanto a linha tracejada marca a frequência de ressonância do diafragma

Decidiu-se não levar em conta o pico indesejado e prosseguir os testes com outros diafragmas, considerando-se que o mesmo não se deve aos diafragmas e sim é oriundo de uma frequência natural da estrutura, excitada pelo sinal de Schroeder ou por interferência ambiental. A

Figura 38 apresenta o valor de frequência de ressonância encontrado para alguns diafragmas. Os códigos de identificação foram contraídos para o gráfico, para facilitar a visualização. Neste gráfico, as linhas escuras são os valores médios de ressonância e o polígono mais claro indica a margem de erro. Por esta figura, verifica-se que alguns diafragmas têm a frequência fundamental próximas à frequência do pico indesejável. Devido a esta proximidade e ao fato de que a intensidade dos dois picos é muito semelhante, adotou-se um sinal senoidal tonal, variando-se a frequência quando necessário.

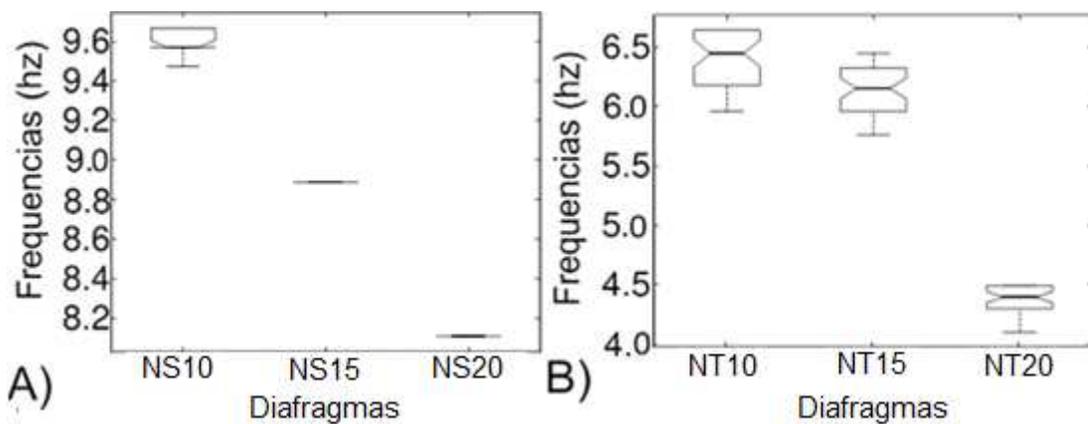


Figura 38. Frequência de ressonância para alguns diafragmas com filmes depositados por a) *sputtering* e b) eletroliticamente sem campo magnético

4.2.2.2. Sinal senoidal

Ao aplicar o sinal senoidal, e verificar o espectro da transformada de Fourier de uma das membranas, apresentada na Figura 39, percebe-se que o pico na frequência aplicada de 10 Hz é muito maior do que o pico de ruído indesejado. Esta relação se mantém ao observar outros diafragmas.

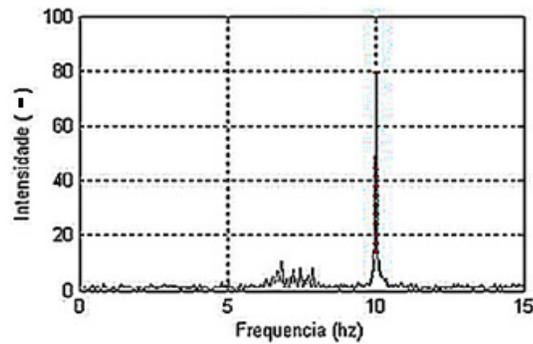


Figura 39. Espectro da transformada de Fourier de um diafragma sob excitação senoidal na frequência de 10 Hz.

No gráfico de velocidade da Figura 40 é possível observar que o ruído, apesar de menor do que o visto no sinal de Schroeder, ainda é grande. Efeito semelhante foi observado para todos os outros diafragmas, o que levou à busca de soluções capazes de diminuir estes ruídos.

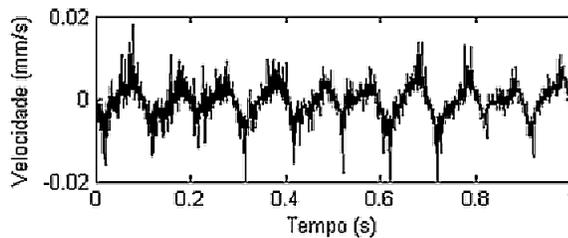


Figura 40. Sinal da velocidade obtido antes da instalação dos filtros para um diafragma sob excitação senoidal na frequência de 10 Hz.

Para isso, algumas modificações na instrumentação foram feitas. Foram projetados e montados no laboratório um filtro e amplificador para a medida da corrente e uma estrutura similar para a medida do laser, ambos contidos em uma caixa, que pode ser vista na Figura 41. Os filtros têm como frequência de corte 50 Hz, enquanto a amplificação do sinal é de quatro vezes e da corrente de 3,8 vezes. Além disso, uma câmara de vidro, semelhante a um aquário, forrada com espuma, foi criada para diminuir o impacto dos ruídos externos nas medidas. O conjunto todo pode ser visto na Figura 41.

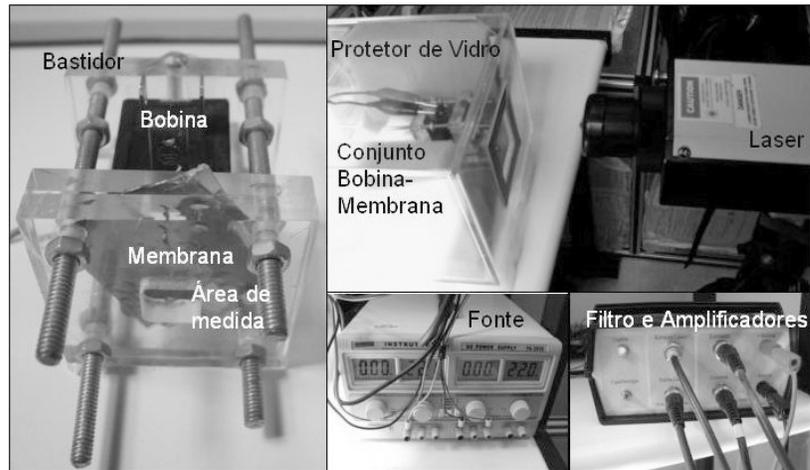


Figura 41. Componentes da instrumentação de teste das membranas

Com ele, é possível verificar a velocidade de deslocamento da membrana. Os gráficos contidos na Figura 42 apresentam os resultados de algumas das membranas que apresentaram maior deslocamento frente ao campo senoidal de frequência 5 Hz, para as membranas de poliuretano acrilato com Ni depositado por *sputtering* e eletroliticamente com campo magnético, com CoNiMnP e para uma membrana de Si. Elas apresentam o espectro de Fourier, a velocidade, conforme medida pelo vibrômetro e o deslocamento, resultante da integral do sinal de velocidade.

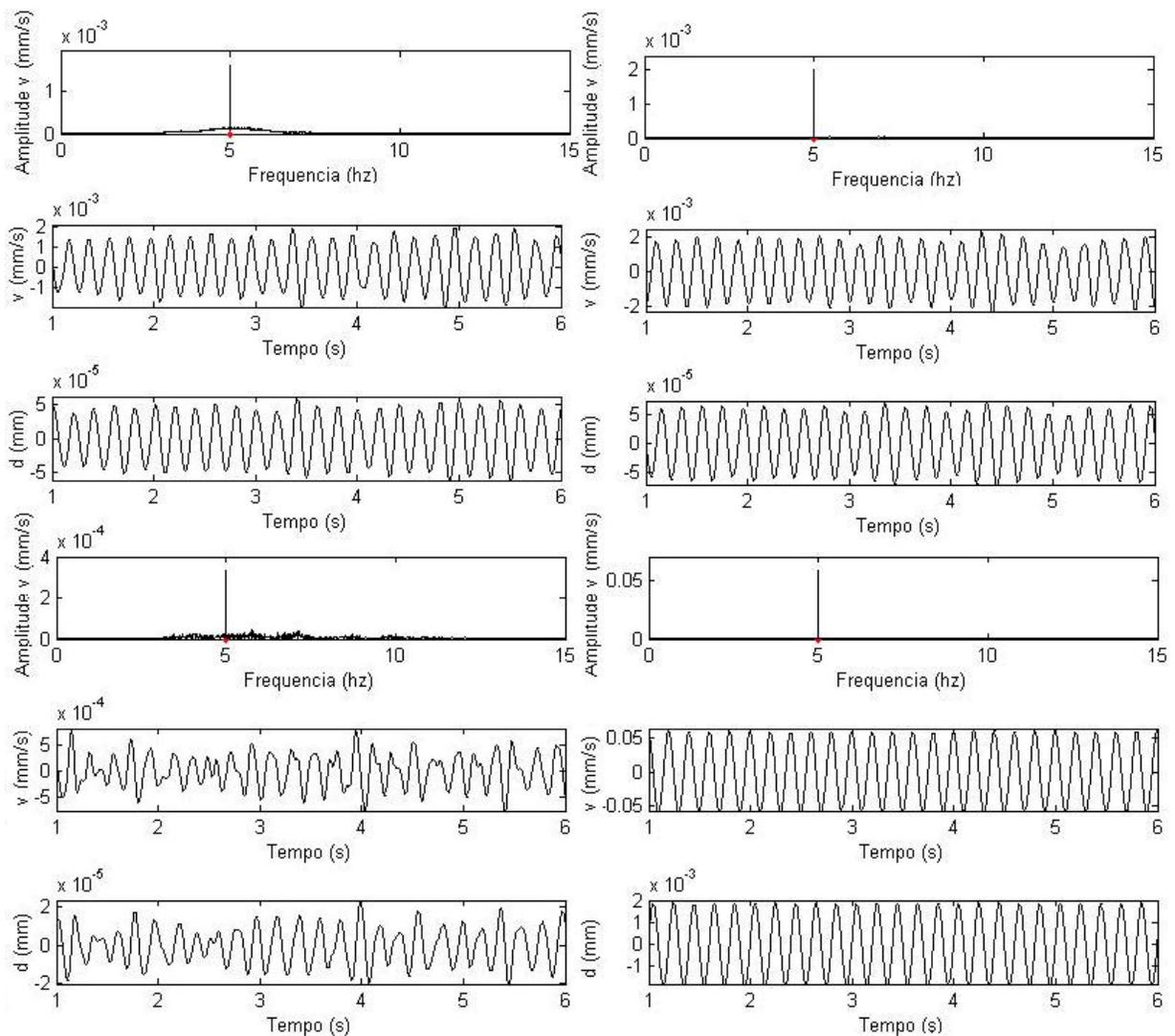


Figura 42. Espectro (acima), velocidade (meio) e deslocamento (abaixo) das membranas a) NS-000N-10, b) NM-015N-01, c) CM-030N-004 e d) CM-SIL-030 para frequência de 5 Hz.

Ao comparar estes gráficos, verifica-se que os maiores deslocamentos são encontrados nos diafragmas fabricados a partir das membranas de Si. Entre os diafragmas resultantes de membranas de PA, como esperado ao avaliar as propriedades magnéticas, os maiores deslocamentos são encontrados naquelas que receberam filmes de Ni. Entre esses, os filmes depositados eletroliticamente na presença de campo magnético apresentaram maiores deslocamentos, condizendo com sua maior retentividade.

Apesar de apresentar bons resultados as membranas de Si rompem com maior facilidade, todas elas sofreram fratura no engaste, a região mais frágil e sujeita a maior oscilação, com a lâmina de Si antes do final dos testes.

Os filmes fragmentados foram submetidos aos mesmos testes de vibração que os filmes anteriores, frente à bobina. Na Figura 43 é possível visualizar o resultado encontrado para os filmes de níquel puro e de CoNiMnP. Ambos os testes foram feitos excitando-se a bobina com um sinal de 5 Hz. Como os resultados foram similares para outras frequências, os gráficos referentes às mesmas foram omitidos.

Por meio da análise destas figuras, verifica-se que a intensidade do pico em 5 Hz é maior para o filme que recebeu o metal puro do que para aquele que recebeu a liga. Observa-se que a velocidade, e conseqüentemente o deslocamento instantâneo da membrana são maiores para esta membrana. Isto reproduz os resultados obtidos para membranas de filmes contínuos e é decorrente da maior retentividade observada em filmes de níquel do que naqueles com CoNiMnP.

No entanto, ao comparar os resultados obtidos por ambos os filmes com aqueles resultantes dos testes com filmes depositados continuamente, verifica-se que estes filmes têm resultados com menos ruído, mas com menor intensidade. Isso ocorre porque os dois parâmetros mais importantes no deslocamento do diafragma são a flexibilidade do conjunto e a retentividade total. Por ser mais rígido, o filme depositado diminui a elasticidade do diafragma. Ao diminuir o volume de material magnético, através da fragmentação, aumentou-se a flexibilidade, no entanto, diminui-se a retentividade do diafragma, diminuindo sua resposta ao campo magnético.

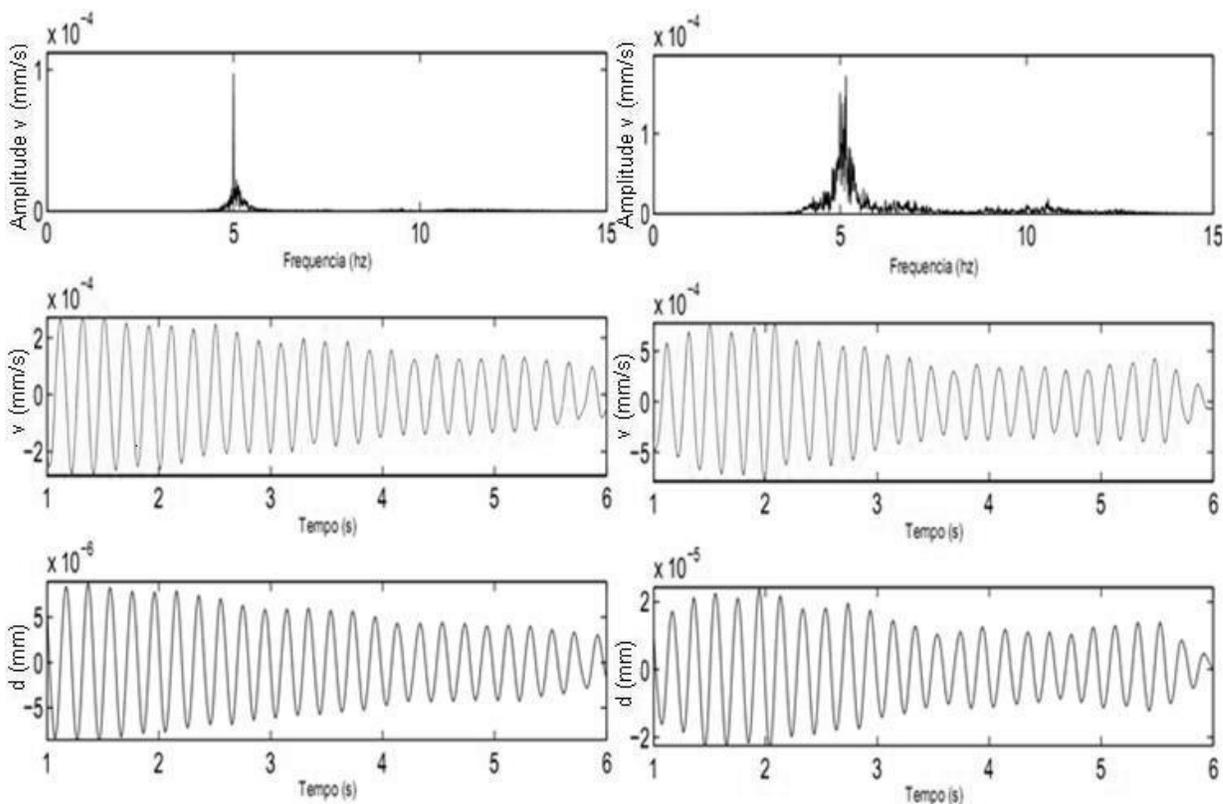


Figura 43. Resultados do teste de vibração obtidos para a membrana fragmentada de a) CoNiMnP e b) Ni. Espectro (acima), velocidade vs. tempo (meio) e deslocamento vs. tempo (abaixo).

4.3. Observações sobre o processo de fabricação da microbobina e desempenho dos protótipos

4.3.1. Observações sobre o processo

Cada lâmina de alumina possui uma bobina de cada tipo. Durante as variações dos processos testadas, observou-se que nas bobinas circulares menores o pouco espaço entre as espiras e sua geometria não permitiram a remoção completa do ouro depositado como camada de contato

inicialmente (Figura 44). A presença desta camada de ouro leva a geração de curto-circuitos quando a bobina é energizada. Por esse motivo, este modelo só pôde ser testado na lâmina que não recebeu a camada fina de ouro.

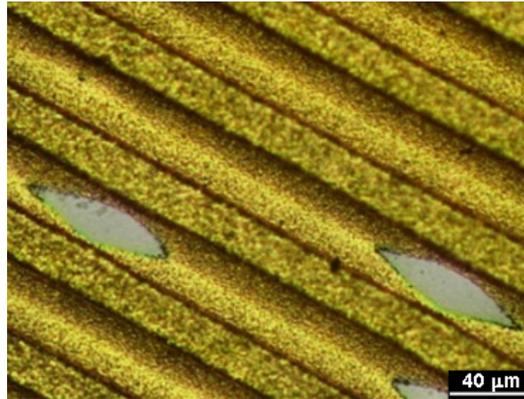


Figura 44. Visualização de uma bobina. Verifica-se camada de ouro não removida entre as trilhas da bobina

Ao imergir a lâmina de alumina na solução deplacante, para remoção da camada fina de ouro, a superfície das camadas mais espessas também reage, ganhando um aspecto avermelhado (Figura 45).

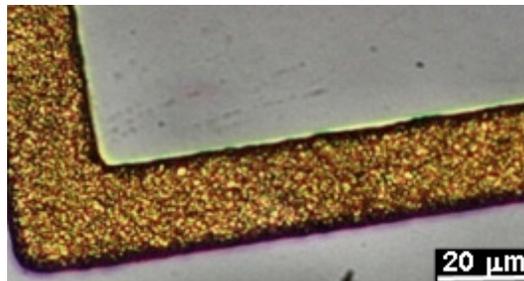


Figura 45. Vista de uma trilha da bobina com coloração avermelhada, resultante da reação com deplacante

Quando com este aspecto, a camada de ouro não apresenta boa aderência à solda. Para remover esta camada a lâmina foi rapidamente imersa em solução ácida e, em seguida, lavada em

água quente. Com isso, a amostra recupera a coloração amarela normal e a aderência a solda (Figura 46).

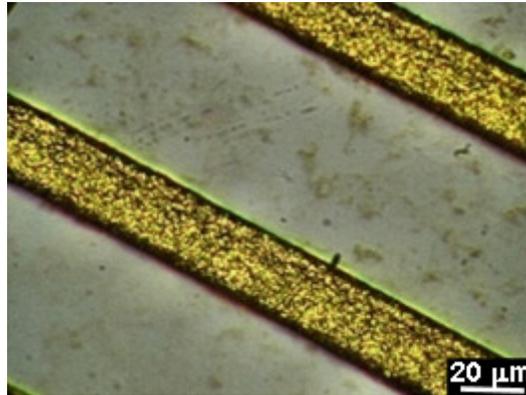


Figura 46. Imagem das trilhas da bobina após tratamento final com solução ácida e água quente

4.3.2. Desempenho dos protótipos

Para estimar a resistência teórica da microbobina calculou-se o volume das espirais, e multiplicou-se pela resistividade. Considerando-se o volume de metal depositado, e a resistividade apresentada na Tabela 7, a resistência teórica das microbobinas deveriam ser próximas à 60Ω .

As bobinas foram submetidas a tensões senoidais até 20V, sem que ocorresse sobrecarga ou superaquecimento. Mediu-se o campo magnético e a corrente produzidos por essa bobina com frequências entre 4 e 12 Hz. Considerando a tensão aplicada e a corrente medida, verificou-se a resistência das microbobinas construídas. Ao medir a resistência experimental das bobinas observou-se que a resistências estavam ao redor de 110Ω .

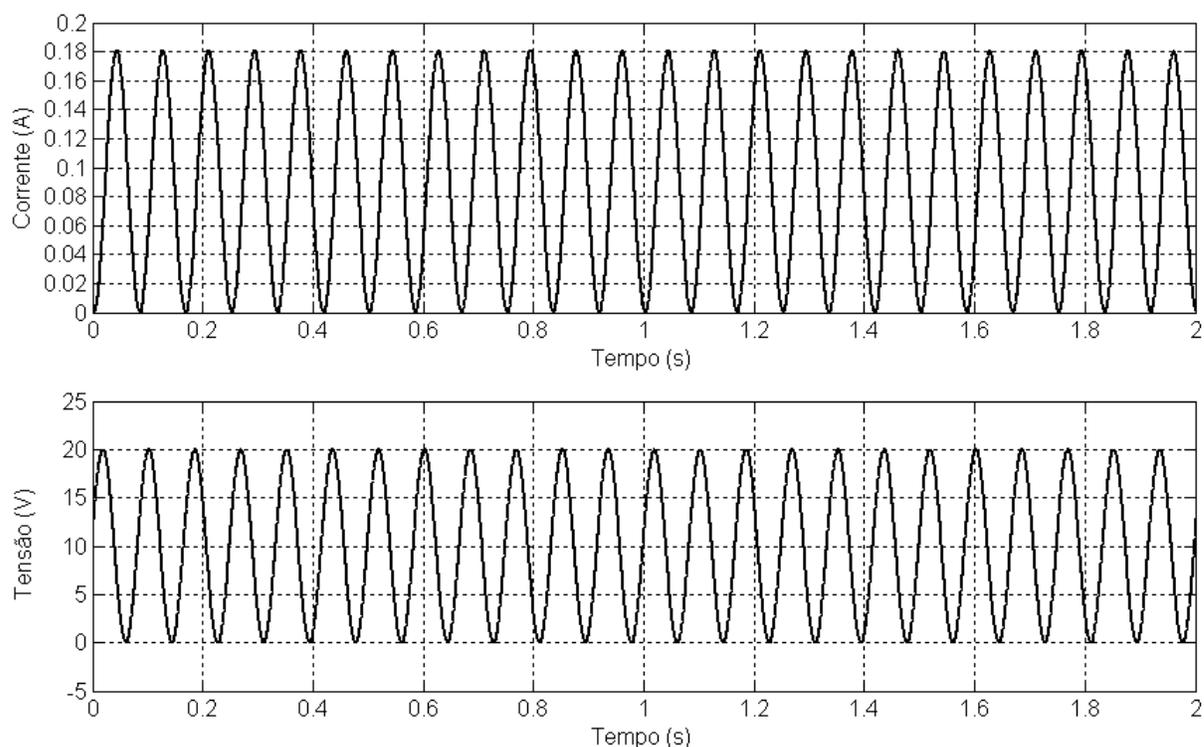


Figura 47. Sinal da corrente e da tensão medidos para uma microbobina

Com essa resistência e nessas condições de teste o campo obtido foi de 50 G, menor do que o esperado, e próximo ao limiar de resposta da membrana (30 G), de acordo com testes feitos. Por isso, deverão ser utilizadas em bombas com dimensões menores que as planejadas inicialmente. Entre as possíveis causas para esta diferença, podem estar pequenas variações na composição do banho e a formação de pequenos grãos de ouro sobre a lâmina (Figura 48). Esses grãos são provavelmente formados devido à reprodução da rugosidade das camadas inferiores, tanto o polímero quanto o Ni-P, e da variação de densidade da solução. A rugosidade do Ni-P é oriunda da liberação de H_2 durante o processo de deposição.

Para verificar a rugosidade em cada etapa foram feitas medidas de profilometria. Observou-se que a alumina utilizada como substrato possui uma rugosidade média de 1985 Å, enquanto o Ni-P depositado apresenta rugosidade média de 2160 Å e o ouro depositado por cima tem sua rugosidade elevada à cerca de, em média, 2520 Å.

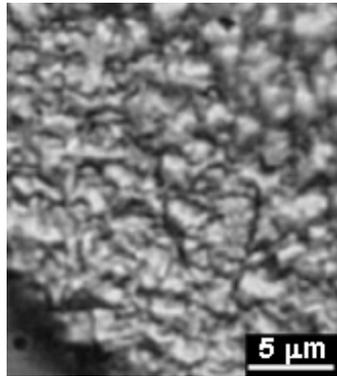


Figura 48. Imagem do filme de ouro obtida por microscopia óptica.

4.4. Testes de funcionamento dos protótipos de microbomba

Os dois protótipos de microbomba construídos foram testados com água. Para isso, mangueiras comerciais de plástico de diâmetro 1/8", foram conectadas à entrada e à saída de cada um dos protótipos e a recipientes de plástico, usados para fornecer e recolher a água ao sistema. O recipiente posicionado na entrada da microbomba, contendo água, enquanto o segundo, com o qual a balança semi-analítica de precisão 0,001 g foi calibrada, estava vazio. A altura das mangueiras foi ajustada para que o desnível compensasse a perda de carga dos tubos. A partir daí, a bobina, posicionada acima da microbomba maior, ou a microbobina acoplada à bomba menor foram acionadas por cinco minutos, com uma tensão de 20 V e frequências variando de 5 a 12 Hz. Ao final deste tempo, o líquido presente no reservatório de saída foi pesado na balança semi-analítica. Considerando-se a densidade da água como 1 g/ml é possível encontrar o volume bombeado, e com ele a vazão da microbomba.

O protótipo menor, acionado pela microbobina, não respondeu com a excitação gerada. A possível causa disso foi a perda de carga provocada pelo corpo da bomba, maior do que a pressão gerada sobre o fluido pelo movimento do diafragma.

Para o protótipo maior, o procedimento repetido para as diferentes frequências resultou no gráfico na Figura 49. Este gráfico apresenta a relação entre o volume bombeado em 5 minutos de

teste em função da frequência aplicada. As barras verticais representam o erro do modelo. Optou-se por utilizar o tempo total neste gráfico. Verifica-se que a influência da frequência é maior para sinais com frequência acima de 8 Hz. A partir desta frequência, o comportamento passa a ser linear.

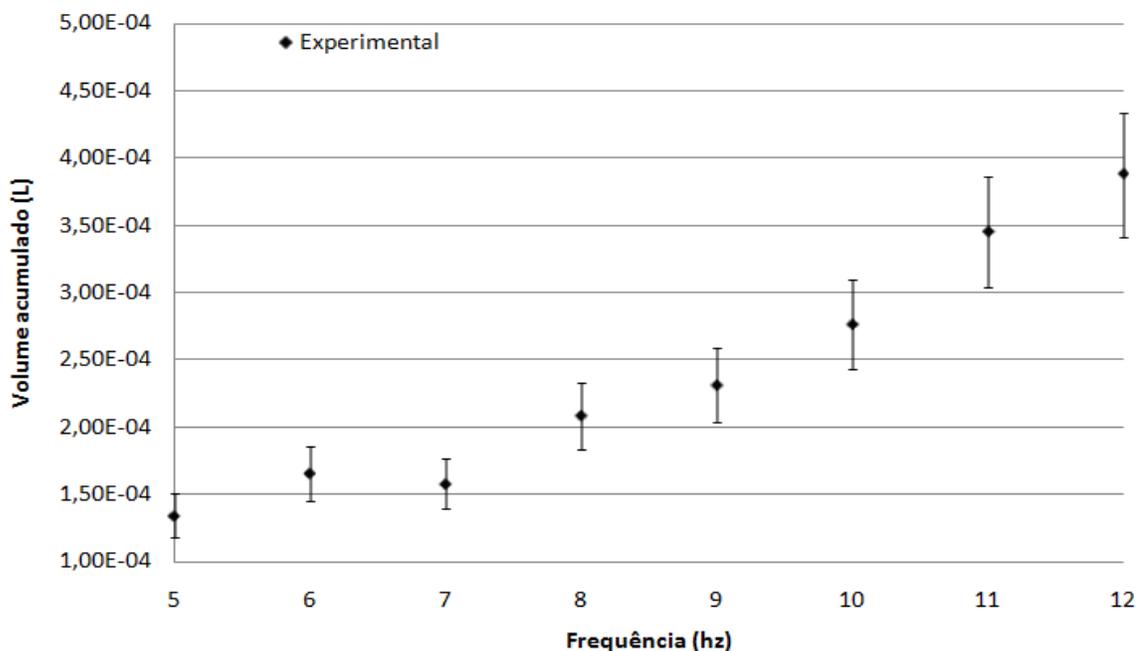


Figura 49. Gráfico de volume acumulado em 5 minutos em função da frequência. Resultados experimentais e obtidos pelo modelo proposto. As barras verticais representam os erros em cada uma das medidas.

A diferença dos resultados obtidos em cada uma das diversas replicatas feitas para cada frequência foi consideravelmente alta, com um coeficiente de variância para algumas frequências chegando a 15%. Isso pode ser resultado do pequeno fluxo obtido, no qual as variações em função dos ruídos ou de frequências de ressonância provocam maiores variações.

A microbomba menor não apresentou bons resultados, a vibração provocada pela microbobina no diafragma utilizado não foi capaz de vencer a resistência ao deslocamento do fluido, não gerando fluxo significativo.

O primeiro protótipo foi comparado com aquele apresentado por Nóbrega e Campos (2008), de acionamento pneumático, como forma de validar os resultados obtidos. Para facilitar a comparação, a Figura 50 apresenta os resultados encontrados neste trabalho, conforme publicado pelos autores.

A principal diferença entre as duas microbombas é que a pneumática permite variar diretamente a pressão aplicada sobre o diafragma. No gráfico mencionado verifica-se que, ao contrário do protótipo eletromagnético, a vazão do dispositivo pneumático é influenciada pela frequência da excitação desde 2 Hz, e que com 6 Hz, o dispositivo apresenta sua vazão máxima, enquanto o projeto eletromagnético apresenta valores crescentes até a frequência de 12 Hz, e pode apresentar valores maiores se a faixa de testes for ampliada.

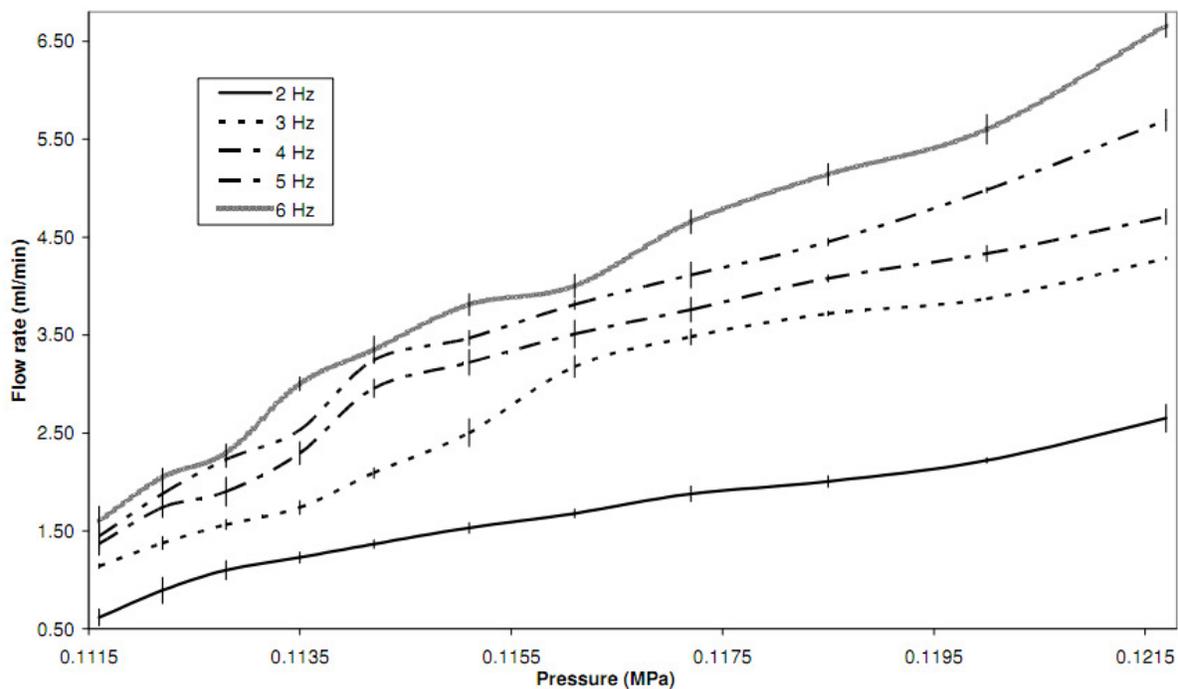


Figura 50. Reprodução da figura extraída de Nóbrega e Campos (2008). Vazão em função da pressão aplicada para cada frequência

Ao observar os resultados apresentados em cada uma das figuras, percebe-se que a vazão da microbomba pneumática é cerca de 50 x maior do que a microbomba magnética, quando se

considera a menor pressão aplicada sobre o dispositivo pneumático. O resultado imediato disso é a escolha da atuação magnética quando há necessidade de fluxos menores, como é o caso da dosagem de medicamentos e de “Lab-on-a-cell”, cujas análises são processadas com volumes muito baixos – uma célula por vez.

Além disso, a microbomba pneumática é dependente do sistema de ar comprimido e de instrumentos de controle de grande porte, tornando-a inapropriada para a maior parte dos usos planejados para LOC.

4.5. Validação do modelo

O modelo em grafo de conexões foi criado objetivando a modelagem da microbomba maior, que teve melhor desempenho. Os resultados foram divididos para análise entre os que representam o atuador (até os valores de entrada de TF2), e os resultados para a microbomba em si, avaliando o comportamento do fluido nos dispositivos. Os testes foram feitos para o protótipo maior, para as mesmas frequências testadas nos testes com água. Para evitar repetições desnecessárias, são apresentadas nas figuras a seguir os resultados para 5 Hz.

A Figura 51 apresenta o comportamento de cada um dos parâmetros do atuador, de acordo com o mencionado. Nessa figura, “U Fonte” é a tensão gerada pela fonte, “I amp” é a corrente na saída do amplificadores. O “Fluxo Magnético” apresentado é gerado pela bobina ao receber esta corrente, enquanto a “velocidade” e “deslocamento” apresentados são os encontrados para a membrana. Observa-se que a cada pulso a membrana desloca-se no máximo aproximadamente 0,1 μm , quando exposta a uma variação de fluxo magnético de aproximadamente 200 G. Ao analisar os resultados reais, projetados sobre as curvas teóricas, nota-se uma aproximação razoável entre os dois resultados.

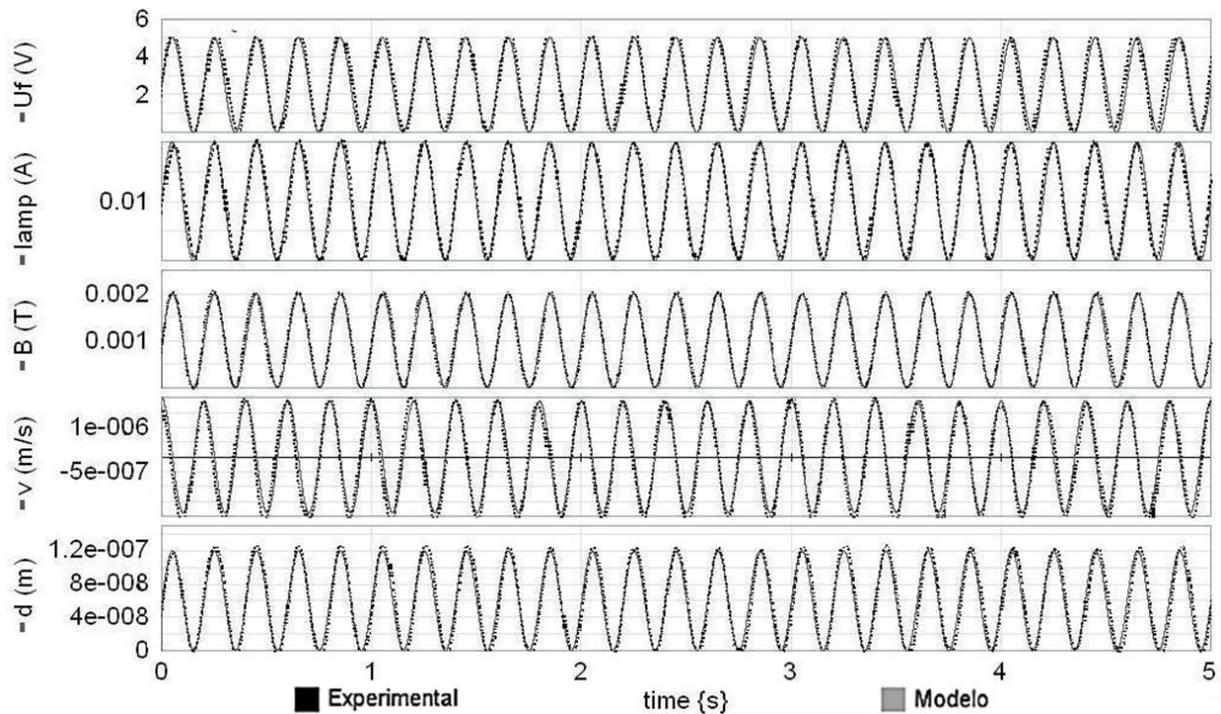


Figura 51. Resultados teóricos produzidos pelo modelo em grafo de conexões para o atuador e comparação com o resultado experimental encontrado

A Figura 52 apresenta o resultado esperado pelo modelo. Nestes gráficos são vistos os valores da pressão exercida sobre cada difusor (P_{n1} e P_{n2}), bem como o fluxo resultante em cada um (F_{n1} e F_{n2}). Ao final, observa-se o volume de líquido acumulado ($Q1$ e $Q2$). Ao observar estes resultados, verifica-se que a vazão é da ordem de $0,4 \mu\text{L/s}$ nas condições de atuação utilizadas.

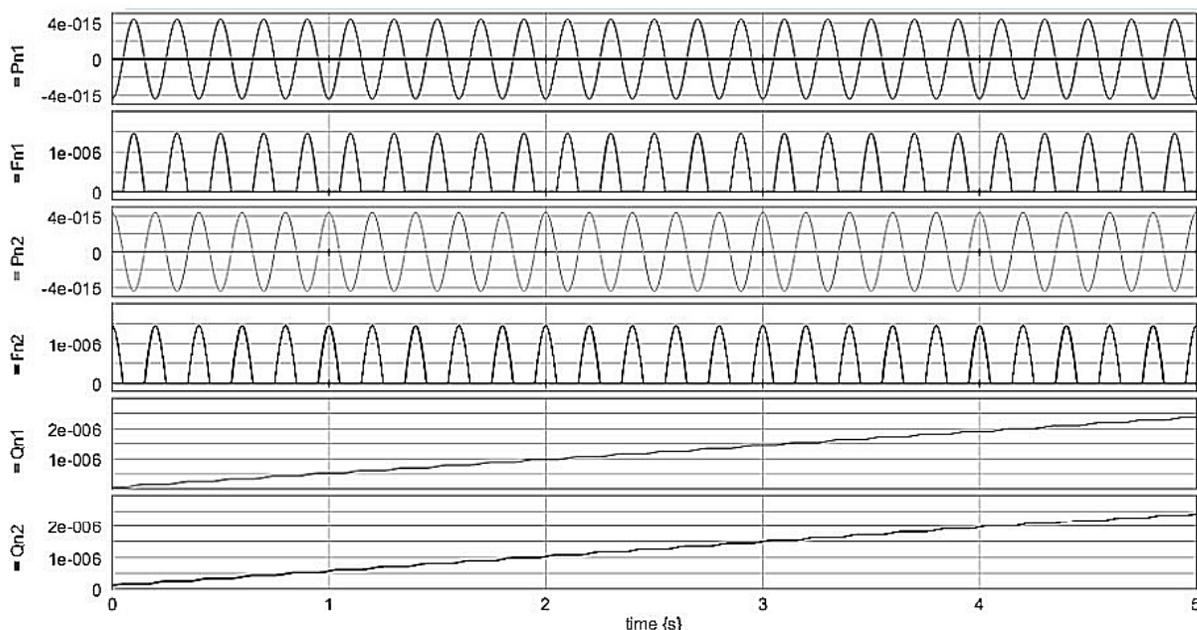


Figura 52. Resultados teóricos obtidos pelo modelo de bond graph para a microbomba maior

Para validar o modelo, estimou-se a vazão encontrada depois de 5 min para cada frequência, e os resultados foram comparados com o valor experimental, discutido no capítulo anterior. O resultado desta comparação pode ser vista na Figura 53. Neste gráfico verifica-se que o modelo (linha contínua) representa bem o resultado experimental encontrado (pontos), embora indique um comportamento linear desde as frequências mais baixas. Uma maneira de avaliar numericamente a qualidade de um modelo em relação à sua habilidade de prever o comportamento de uma variável é o coeficiente de determinação (R^2). Quanto mais próximo da unidade for esse valor, melhor o modelo pode ser considerado. O valor de R^2 foi calculado entre o modelo e os valores experimental e o valor encontrado foi de 0,94, um valor alto.

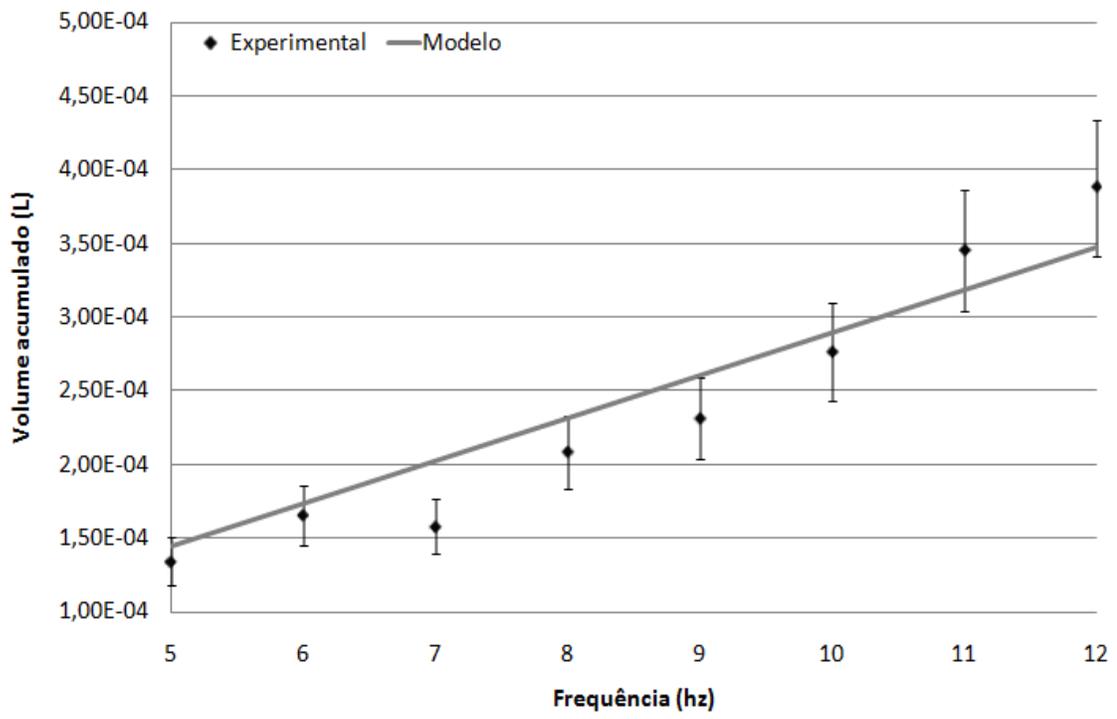


Figura 53. Comparação entre valores experimentais e teóricos

1 CONCLUSÕES

Este trabalho apresentou a proposta do projeto de uma microbomba sem válvulas, acionada eletromagneticamente. Este objetivo foi alcançado através do desenvolvimento de protótipos de um diafragma magnético e de uma microbobina, de ensaios para levantamento de suas propriedades e da elaboração de um modelo matemático usando grafos de conexões.

O diafragma foi obtido através da fabricação de membranas por meio da corrosão de lâminas de silício ou por fotopolimerização de resinas de poliuretano acrilato. As membranas assim formadas receberam pré-tratamento ácido de maneira a aumentar a aderência do filme metálico. Após a adição de uma camada de filme de contato de Ni-P por deposição química (autocatalítica), o filme magnético, de Ni puro ou de CoNiMnP foi depositado utilizando-se uma célula eletrolítica. Alternativamente, filmes de Ni puro foram depositados diretamente sobre a membrana por processo a vácuo (*sputtering*).

Os diafragmas resultantes dos diversos processos foram analisados quanto a suas propriedades magnéticas, composição do filme superficial e comportamento mecânico frente a um campo magnético. Filmes depositados sob a ação de um campo magnético tiveram desempenho superior em testes magnéticos àqueles depositados na ausência do campo. Maior uniformidade e menor rugosidade da superfície também foram observadas nos primeiros através das imagens obtidas por FIB/SEM, no entanto a incidência de fraturas é maior nestes filmes.

Para obter uma boa atuação magnética durante os testes de vibração, foram testados diferentes modelos de acionador, optando-se pelo uso de uma bobina com núcleo de ferrite acionada por meio de sinais senoidais tonais, devido a sua estabilidade, boa relação sinal/ruído e facilidade de atuação. A interação entre propriedades magnéticas e mecânicas é responsável pelo desempenho do diafragma nos testes de vibração. Nesse caso, as membranas com boas propriedades magnéticas são menos flexíveis, devido à compactação do filme resultante da deposição realizada na presença do campo magnético. Por isso, os filmes com melhor desempenho nestes testes apresentam propriedades intermediárias em cada um dos outros parâmetros analisados.

Adicionalmente foram feitas análises de espectrometria de infravermelho para avaliar os efeitos do pré-tratamento, observando-se que tempos de pré-tratamento entre 30 e 60 s melhoram a aderência e a uniformidade dos filmes depositados. Tempos superiores resultam em diminuição da uniformidade. O efeito do tempo excessivo pode ser diminuído com o uso de ultrassom.

Para completar o projeto do atuador foram desenvolvidas microbobinas. Bobinas com desenhos quadrados e circulares, na forma de espirais planas foram testadas. As bobinas foram depositadas sobre lâminas de alumina, devido à melhor aderência ao filme quando comparada à Si. As bobinas foram feitas de maneira similar à técnica utilizada para obtenção dos diafragmas. A solução eletrolítica de Ni ou CoNiMnP foi substituída por uma solução de ouro. Além disso, a lâmina foi fotogravada de maneira a concentrar a deposição apenas na área desejada. Observou-se que o filme depositado apresentava alta rugosidade, o que prejudicou o desempenho das microbobinas. Ainda assim, o campo gerado foi de aproximadamente 50 G. Este campo ainda está acima do limiar de resposta da microbomba, mas é muito baixo.

Dois protótipos foram criados para testar os atuadores obtidos. No primeiro caso, a microbomba foi projetada para reproduzir as condições da microbomba pneumática que deu origem a este trabalho. Neste caso, o sistema de atuação utilizado nos testes de vibração foi utilizado, uma vez que o campo gerado pela microbobina não é suficiente para atuar a microbomba. O segundo protótipo, construído como prova de princípio, foi feito utilizando-se o filme fragmentado desenvolvido posteriormente e a microbobina. O desempenho deste protótipo não foi satisfatório, não sendo o campo magnético suficiente para vencer a resistência do fluido.

Por fim desenvolveu-se um modelo em grafo de conexões que permite prever o comportamento do dispositivo em situações futuras. Este modelo foi capaz de representar de forma eficiente o protótipo construído, em suas diferentes condições de trabalho, com um coeficiente de determinação (R^2) de 0,94.

Com todos estes resultados é possível concluir que o dispositivo proposto atualmente apresenta vazões menores do que atuado de forma pneumática, podendo ser utilizada em aplicações que demandem o bombeamento de quantidades menores de líquidos. Além disso apresenta a vantagem da portabilidade, impossível de ser alcançada com a dependência de ar comprimido. A atuação magnética se apresenta como uma técnica eficiente e de baixo custo,

permitindo sua aplicação em válvulas ou outros dispositivos similares. A microbomba resultante necessita de pouco espaço, sendo facilmente integrada a LOC.

5.1. Sugestão de trabalhos futuros

Alguns estudos podem ser realizados futuramente, derivados dos resultados aqui obtidos. Com relação aos diafragmas magnéticos, é necessário um estudo mais aprofundado na tentativa de otimizar a relação área depositada/área livre e a geometria dos magnetos nos filmes fragmentados. Adicionalmente, podem-se testar outros filmes magnéticos de maneira a encontrar aquele com desempenho ótimo nas aplicações necessárias. Como alternativa, menciona-se o uso de filmes de alta retentividade transferíveis por técnicas de *silk screen*.

Para a deposição de filmes contínuos, pode-se variar o campo magnético durante a deposição e verificar o efeito desta variação nas propriedades do filme. Outra alternativa é o estudo do efeito da deposição pulsada.

A microbobina aqui desenvolvida pode ser considerada apenas como prova de princípio, sendo necessários novos estudos no sentido de compreender e minimizar o efeito da rugosidade antes que o dispositivo desenvolvido possa ser aplicado no uso de amostras com aplicação prática em LOC ou para fins comerciais. O uso de outros metais com menor resistividade também deve ser considerado. Para isso será necessária a otimização do processo de deposição e a busca por processos ou tratamentos que minimizem a oxidação do cobre depositado, de maneira a aumentar o tempo de vida do dispositivo.

O protótipo da microbomba apresentou bons resultados nos testes com água, o que abre as portas para o teste com outros fluidos, com diferentes propriedades reológicas, bem como para a integração em LOC com diversas aplicações.

Referências

AHN, C. H.; ALLEN, M. G. Fluid micropumps based on rotary magnetic actuators. **Proceedings of the 1995 IEEE Micro Electro Mechanical Systems Conference**. p. 408-412, 1995.

ATTA, R. M. Micro-fluid pump in brass with a built-in magnetic driver. **Proceedings of SPIE** **3990**, p. 272-280, 2000.

BIASOTTO, C. **Obtenção e caracterização de filmes finos de óxido, nitreto e oxinitreto de silício por deposição ecr-cvd**. 2005. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Engenharia Elétrica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

BEZUGLYI, B. A.; IVANOVA, N. A. Pumping of a Fluid through a Microchannel by Means of a Bubble Driven by a Light Beam. **Fluid Dynamics**. v. 42, p. 91-96, 2007.

BÖHM, S., OLTHUIS, W., BERGVELD, P. – A plastic micropump constructed with conventional techniques and materials – **Sensors and Actuators A**. v. 77, p. 223-228, 1999.

BORUTZKY, W. **Bond graph methodology**: Development and analysis of multidisciplinary dynamic system models. Londres: Springer, 2010. 660p.

CAMPOS, C. D. M.; FLACKER, A.; VAZ, A. R.; MOSHKALEV, S. A.; NÓBREGA, E. G. O. Electroplated Nickel Permanent Magnetic Films over Polymeric Membranes. **Journal of The Electrochemical Society**. v. 158, p. D330-D333, 2011.

CAMPWELL, M. L.; AMIROUCHE, F., CITERIN, J. - Low-cost high performance disposable micropump for fluidic delivery applications. **Sensors and Actuators A**, v. 168, p. 187-194, 2011.

CAO, L., MANTELL, S., POLLA, D. Design and simulation of implantable medical drug delivery system using microelectromechanical system technology. **Sensors and Actuators A**, v. 94, p. 117-125, 2001.

CAROZZA, M. C., CROCE, N., MAGNANI, B., DARLO, A. A piezoelectric-driven stereolithography-fabricated micropump **Journal of Micromechanics and Microengineering**. v. 5, p. 177-179, 1995.

CHANG, H. T.; LEE, C. Y.; WEN, C. W. Design and modeling of electromagnetic actuator in mems-based valveless impedance pump. **Microsystem Technology**, v.13, p.1615-1622, 2007.a

CHANG, H. T.; LEE, C. Y.; WEN, C. Y.; HONG, B. S. Theoretical analysis and optimization of electromagnetic actuation in a valveless microimpedance pump. **Microelectronics Journal**. v. 38, p. 791-799, 2007.b

CHANG, H. T.; WEN, C. Y.; LEE, C. Y. Design, analysis and optimization of an electromagnetic actuator for a micro impedance pump. **Journal of Micromechanics and Microengineering**, v. 19, artigo 08502, 2009.

CHAO, C. S.; HUANG, P. H.; CHEN, M. K.; JANG, L. S. Design and analysis of charge-recovery driving circuits for portable peristaltic micropumps with piezoelectric actuators. **Sensors and Actuators A**. v. 168, p. 313-319, 2011.

CHAPMAN, B. N. **Process of Glow Discharge**, 432p. John Wiley & Sons, EUA, 1980.

CHARBONNIER, M.; ALAMI, M.; ROMAND, M. Electroless plating of polymers: XPS study of the initiation mechanisms. **Journal of Applied Electrochemistry**. v. 28, p. 449-453, 1998.

CHARBONNIER, M.; ALAMI, M.; ROMAND, M. Plasma Treatment Process for Palladium Chemisorption onto Polymers before Electroless Deposition. **Journal of Electrochemical Society**. v. 143, p. 472-480, 1996.

CHENG, C. M.; LIU, C. H. An electrolysis-bubble-actuated micropump based on the roughness gradient design of hydrophobic surface. **Journal of Microelectromechanical Systems**. v. 16, p. 1095-1105, 2007.

CHO, H. J; AHN, C. H. A bidirectional magnetic microactuator using electroplated permanent magnet arrays. **Journal of Microelectromechanical Systems**, v. 11, p. 78-84, 2002.

CHRIST, K. V; TURNER, K. T. Design of hydrodynamically confined microfluidics: controlling flow envelope and pressure. **Lab-on-a-chip**, v. 11, p. 1491-1501, 2011.

CORAUCCI, G. O. **Sensor de pressão microeletrônico baseado no efeito piezoresistivo transversal em silício**. 2008. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Engenharia Elétrica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

COSTA, J. N. **Projeto e Teste de uma Microbomba sem Válvulas**. 2006. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

DARNTON, N.; TURNER, L.; BREUER, K.; BERG, H. C. Moving Fluid with Bacterial Carpets. **Biophysical Journal**, v. 86, p. 1863-1870, 2004.

DENNIS, J. K.; SUCH T. E. **Nickel and chromium plating**. p. 87, Woodhead Publishing, EUA, 1993.

DEPLA, D.; MAHIEU, S. **Reactive Sputtering Deposition – Springer Series in Materials Science – volume 109**, 572p. Springer, Alemanha, 2008.

FERNANDES, J. C. B., FERREIRA, L. O. S. Manufacturing of miniature fluidic modules for lab-on-a-chip using UA photoresin from flexographic platemaking process. **Journal of Brazilian Chemistry Society**, v.17, p. 643-647, 2006.

FONSECA, A.; RAIMUNDO JR, I. M.; ROHWEDDER, J.; FERREIRA, L. O. S. Construction and evaluation of a flow injection micro-analyser based on urethane–acrylate resin. **Analytical Chimica Acta**, v. 603, p. 159-166, 2007.

GADIOLI, G. Z. **Efeito magnetocalórico em filmes nanocompósitos sintetizados por sputtering**. 2006. Dissertação (mestrado). – Instituto de Física, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

GANESH, V.; VIJAYARAGHAVAN, D.; LAKSHMINARAYANAN, V. Fine grain growth of nickel electrodeposit: effect of applied magnetic field during deposition. **Applied Surface Science**, v. 240, p. 286-295, 2005.

GAWRILOV, G. G. **Chemical (Electroless) Nickel-Plating, Londres**, Portcullis Press, 1979, p. 16-17.

GERLACH, T.; WURMUS, H. Working principle and performance of the dynamic micropump. **Sensors and Actuators A**, v. 50, p. 135-140, 1995.

GETPREECHARSAWAS, J.; PUCHADES, I.; HOURNBUCKLE, B.; FULLER, L.; PEARSON, R.; LYSHEVSKI, S.; An Electromagnetic MEMS Actuator for Micropumps. **Perspective Technologies and Methods in MEMS Design, 2006. MEMSTECH 2006. Proceedings of the 2nd International Conference on**. p. 11-14, 2006.

GOLDSCHIMDTBÖEING, F.; DOLL, A.; HEINRICHS, M.; WOIAS, P.; SCHRAG, H.J.; HOPT, U. T. A feneric analytical model for diaphragm pumps with active valves. **Journal of Micromechanics and Microengineering**, v. 15, p. 673-683, 2005.

GONG, Q.; ZHOU, Z.; YANG, Y.; WANG, X. Design, optimization and simulation on microelectromagnetic pump. **Sensors and Actuators A**, v. 83, p. 200-207, 2000.

GRAPES, M. D.; MORRIS, C. J. Improving the CoNiMnP electrodeposition process using Taguchi design of experiments. **Journal of Electrochemical Society**, v. 157, p. D642-D647, 2010.

GUAN, S.; NELSON, B. J. Electrodeposition of low residual stress CoNiMnP hard magnetic thin films for magnetic MEMS actuators. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 292, p. 49-58, 2005.

GUO, S.; ASAKA, K. Polymer-based new type of micropump for bio-medical application. **Proceedings of the 2003 IEEE International Conferences on Robotics and Automation**, p. 14-19, 2003.

HOFFMAN, R. K., SEIDEL, J. P., SELE, G. L., TSCHUOR, R. A comparative look at contact systems used in thin films technology. **Hybrid Circuit Technology**, 13, 1985.

HONDA, T., YAMASAKI, J., ARAI, K. I. – Fabrication and testing of a small pump composed of a magnetic and an elastic plate – **IEEE Transactions on Magnetics** – 34 (4), 2102-2104, 1998.

HU, X.; BOUKANY, P. E.; HEMMINGER, O. L.; LEE, L. J. – The use of microfluidics in rheology. **Macromolecular Materials and Engineering**, v. 296, p. 308-320, 2011.

INMAN, W.; DOMANSKY, K.; SERDY, J.; OWENS, B.; TRUMPER, D.; GRIFFITH, L. G. – Design, modeling and fabrication of a constant flow pneumatic micropump. **Journal of Micromechanics and Microengineering**, v. 17, p. 891-899, 2007.

IVERSON, B. D.; GARIMELLA, S. V. Recent advances in microscale pumping technologies: a review and evaluation. **Microfluid Nanofluid**, v.5, p.145–174, 2008.

JACOBINA, C. B., LIMA, A. M. N., RIBEIRO, L. A. S. Estimação linear de parâmetros e velocidade da máquina assíncrona usando um modelo dinâmico discreto corrente-tensão. **SBA Controle e Automação**, v. 7, p. 147-155, 1996.

JEONG, H.; JEONG, O.; YANG, S. S. Fabrication of an electromagnetic actuator with the planar coil. **Proceedings of SPIE 5116**, p. 278-284, 2003.

JEONG, O. G.; YANG, S. S. Fabrication and test of a thermopneumatic micropump with a corrugated p+ diaphragm. **Sensors and Actuators A**, v. 83, p. 249-255, 2000.

KARNOPP, D. C., ROSENBERG, R. C., - **Analysis and Simulation of Multiport Systems – The Bond Graph Approach to Physical System Dynamics**, MIT Press, 1968.

KOCH, R. The intrinsic stress of polycrystalline and epitaxial thin metal films. **Journal of Physics of Condensed Matter**, v. 6, p. 9519-9550, 1994.

LEE, C. Y.; CHEN, Z. H. Valveless impedance micropump with integrated magnetic diaphragm. **Biomedical Microdevices**, v. 12, p. 197-205, 2010.

LEE, S. M.; KUAN, Y. D.; SUNG, M. F. Design and fabrication of a magnetic fluid micropump for applications in direct methanol fuel cells. **Journal of Power Sources**. Article in Press, 2011.

LEMMENS, R. J.; MENG, D. D. A comparative study on bubble-driven micropumping in microchannels with square and circular cross sections. **Sensors and Actuators A**. Article in press, 2011.

LEMKE, T.; BIANCUZZI, G; FEHT, H.; HUBER, J.; GOLDSHIMITBOING, F.; WOIAS, P. Fabrication of normally-closed bidirectional micropumps in silicon-polymer technology featuring photopatternable silicone valve lips. **Sensors and Actuators A**. v. 168, p. 213-222, 2011.

LIAKOPOULOS, T. M., ZHANG, W., AHN, C. H. Micromachined thick permanent magnet arrays on silicon wafers. **Proceedings of Ieee 9th International Workshop In Mems**, p. 74-84, 1996.

LIU, K.; FAN, Z. H. - Thermoplastic microfluidic devices and their applications in protein and DNA analysis. **Analyst**, v. 136, p. 1288-1297, 2011.

LIU, P., LI, X., GREENSPOON, S. A., SCHERER, J. R., MATHIES, R. M. - Integrated DNA purification, PCR, sample cleanup, and capillary electrophoresis microchip for forensic human identification – **Lab-on-a-Chip**, v. 11, p. 1041-1048, 2011.

LIU, Y.; BAO, F.; CAI, Q. Research on Bond-graph simulation for dynamic performance analysis of MEMS. **2010 International Conference on Intelligent Computation Technology and Automation, ICICTA 2010**, v. 2, p. 1106-1109, 2010.

LIU, Y.; KOMATSUZAKI, H.; IMAI, S. Planar diffuser/nozzle micropumps with extremely thin polyimide diaphragms. **Sensors and Actuators A**, Article in Press, 2011.

MASSON, F.; DECKER, C.; JAWOREK, T.; SCHWALM, R. UV-radiation curing of waterbased urethane-acrylate coatings. **Progress in Organic Coatings**, v. 39, p. 115-126, 2000.

MITSUBAYASHI, K.; WAKABAYASHI, Y.; OKAMOTO, T. Biochemical-powered pump with an asymmetric enzyme membrane. **Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems Conference, TRANSDUCERS**, p. 2211-2214, 2007.

MONK, D. J.; SOANE, D. S. A review of the chemical reaction mechanism and kinetics for hydrofluoric acid etching of silicon dioxide for surface micromachining applications. **Thin Solid Films**, v. 232, p. 1-12, 1993.

MOUSOULIS, C.; OCHOA, M., PAPAGEORGIOU, D.; ZIAIE, B. A Skin-Contact-Actuated Micropump for Transdermal Drug Delivery. **IEEE Transactions on Biomedical Engineering**. v. 58, p. 1492-1498, 2011.

NAGEL, J. J.; MIKHAIL, G.; NOH, H. M.; KOO, J. Magnetically Actuated Micropumps Using an Fe-PDMS Composite Membrane. **Proceedings of SPIE**, v. 6172, artigo 617213, 2006.

NESTLER, J.; MORSCHHAUSER, A.; HILLER, K.; OTTO, T.; BIGOT, S.; AUERSWALD, J.; KNAPP, H. F.; GAVILLET, J.; GESSNER, T. Polymer lab-on-chip systems with integrated electrochemical pumps suitable for large-scale fabrication. **International Journal of Advanced Manufacture Technology**. v. 47, p. 137-145, 2011.

NI, J.; LI, B.; YANG, J. A MEMS-based PDMS micropump utilizing electromagnetic actuation and planar in-contact check valves. **Advanced Materials Research**, v. 139-141, p. 1574-1577, 2010.

NOBREGA, E. G. O.; CAMPOS, C. D. M. Deep UV lithography valveless micropump design and test. **ABCMS Symposium Series in Mechatronics**. v. 3, p. 586-594, 2008.

O'CONNOR, L. MEMS: Microelectromechanical Systems. **Mechanical Engineering**, v. 114, p. 40-48, 1992.

OLSSON, A.; ENOKSSON, P.; STEMME, G.; STEMME, E - Micromachined flat-walled valveless diffuser pumps. **Journal of Microelectromechanical Systems**, v. 6, p. 161-166, 1997.

PAN, T.; MCDONALD, S. J.; KAI, E. M.; ZIAIE, B. A magnetically driven PDMS micropump with ball check-valves. **Journal of Micromechanics and Microengineering**, v. 15, p. 1021-1026, 2005.

RODHE, S. L. em FRANCOMBE, M. H; VOSSSEN. **Physics of Thin Films – volume 18**. 328p. J. L., Academic Press, EUA, 1994

ROMAN, M.; BOBAŞU, E.; PETRE, E.; SELIŞTEANU, D.; ŞENDRESCU, D., Pseudo bond graph modelling of some prototype bioprocess, **Control Engineering and Applied Informatics**, v. 11, p. 22-29, 2009.

RUYTHOOREN, W., ATTENBOROUGH, K., BEERTEN, S., MERKEN, P., FRANSAER, J., BEYNE, E., VAN HOOFF, C., DE BOECK, J., CELIS, J. P. Electrodeposition for the synthesis of Microsystems. **Journal of Micromechanics and Microengineering**, v. 10, p. 101-107, 2000.

SANTRA, S.; HOLLOWAY, P.; BATICH, C. D. Fabrication and testing of a magnetically actuated micropump. **Sensors and Actuators B**. v. 87, p. 358-364, 2002.

SATI, S. C.; KANASKAR, A. S.; KAJALE, S. R.; MUKHERJEE, A. Modeling, simulation and analysis of aircraft arresting system using bond graph approach. **Simulation Modelling Practice and Theory**, v. 19, p. 936-958, 2011.

SCHOMBURG, W. K., VOLLMER, J., BIISTGENS, B., FAHRENBERG, J., HEIN, H., MENZ, W. - Microfluidic components in LIGA technique. **Journal of Micromechanics and Microengineering**. v. 4, p. 186-191, 1994.

SHEN, M.; DOVAT, L.; GIJS, M. A. M. A high-performance compact electromagnetic actuator for a PMMA ball-valve micropump. **Journal of Micromechanics and Microengineering**. – v. 18, artigo 025031, 2008.

SHEN, M.; DOVAT, L.; GIJS, M. A. M. Magnetic active-valve micropump actuated by a rotating magnetic assembly. **Sensors and Actuators B**. v. 154, p. 52-58, 2011.

SHEN, M.; GIJS, M. A. M. High performance magnetic active-valve micropump. **Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems Conference**, p. 1234-1237, 2009.

SCHWARTZ, G. C. em SRIKRISHNAN, K. S.; SCHWARTZ, G. C. **Handbook of Semiconductor Interconnection Technology**, 536p. CRC Press, EUA, 2006.

SMITS J. G. **Piezoelectrical micropump**, European patent EP0134614, Netherlands, 1984.

SONG, W. H.; LICHTENBERG J. Thermo-pneumatic, single-stroke micropump. **Journal of Micromechanics and Microengineering**, v. 15, p. 1425-1432, 2005.

SU, Y.; CHENG, W.; CUI, F.; ZHANG, W. Parallel valveless micropump with two flexible diaphragms. **Proceedings of SPIE 5641**, p. 276-282, 2004.

SU, Y.; CHEN, W.; CUI, F.; ZHANG, W. Analysis and fabrication process of an electromagnetically actuated valveless micropump with two parallel flexible diaphragms. **Proceedings of the Institution of Mechanical Engineering Science**, v. 219, p. 1007-1014, 2005.

SU, Y.; CHEN, W.; CUI, F.; ZHANG, W. Electro-magnetically actuated valveless micropump with two flexible diaphragm. **The International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, v. 30, p. 215-220, 2006.a

SU, Y.; WANG, H.; DING, G.; CUI, F.; ZHANG, W.; CHEN, W. Electroplating of CoNiMnP-based permanent magnet and its application in bidirectionally actuated micro-electro-mechanical systems. **Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part L: Journal of Materials Design and Applications**. v. 220 p. 139-145, 2006.b

SU, Y.; CHENG, W.; CUI, F.; ZHANG, W. Design and fabrication process of electromagnetically actuated valveless micropump with two parallel flexible diaphragms. **Journal of Shanghai University**. v. 11, p. 79-83, 2007.

TANAKA, Y.; YANAGISAWA, Y.; KITAMORI, T. Fluid actuation for a bio-micropump powered by previously frozen cardiomyocytes directly seeded on a diagonally stretched thin membrane. **Sensors and Actuators B**, v. 156 , p. 494-498 , 2011.

TERRY, S. C.; JERMAN, J. H.; ANGELL, J. B. A gas chromatographic air analyzer fabricated on a silicon wafer. **IEEE Transactions on Electron Devices**. v. 26, p. 1880-1886, 1979.

THOMAS, L. J.; BESSMAN, S. P. **Micropump powered by piezoelectric disk benders**, US patent 3,963,380, USA, 1975.

TRENKLE, F.; HAEBERLE, S.; ZENGERLE, R. Normally-closed peristaltic micropump with re-usable actuator and disposable fluidic chip. **Sensors and Actuators B**. v. 154, p. 137-141, 2011.

TUNG, S.; KIM, J. W. Microscale hybrid devices powered by biological flagellar motors. **IEEE transactions on automation science and engineering**. v. 3, p. 260-263, 2006.

ULLMANN, A. - The piezoelectric valve-less pump-performance enhancement analysis – **Sensors and Actuators A** – 69, 97-105, 1995.

UNGER, M. A., CHOU, H. P., THORSEN, T., SCHERER, A., QUAKE, S. R. –Monolithic microfabricated valves and pumps by multiplayer soft lithography - **Science** – 288, 113-116, 2000.

WOYTASIK, M.; GRANDCHAMP, J.P.; DUFUOR-GERMAN, E.; GILLES, J. P.; MEGHERBY, S.; MARTINIC, E.; MATHIAS, H.; CROZAT, P. Two- and three-dimensional microcoil fabrication process for three-axis magnetic sensors on flexible substrates. **Sensors and Actuators A**, v.132, 2–7, 2006.

WU, L.; YOU, B.; LI, D. Synthesis and Characterization of Urethane/Acrylate Composite Latex. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 84, p. 1620–1628, 2002.

YAMAHATA, C.; LOTTO, C.; AL-ASSAF, E.; GIJS, M. A.M. A PMMA valveless micropump using electromagnetic actuation. **Microfluidics and Nanofluidics**. v. 1., p. 197-207, 2004.

YAMAHATA, C.; LACHARME, F.; BURRI, Y.; GIJS, M. A. M. A ball valve micropump in glass fabricated by powder blasting. **Sensors and Actuators B**, v.110, 1–7, 2005.

YANG, L. J.; LIN, T. Z. A PDMS-based thermo-pneumatic micropump with Parylene inner walls. **Microelectronic Engineering**. Article in press. 2011.

YOO, J.C., MOON, M. C., CHOI, Y.J., KANG, C.J., KIM, Y. S., - A high performance microfluidic system integrated with the micropump and microvalve on the same substrate. – **Journal of Microeletronic Engineering** – 83, 1684-1687, 2006.

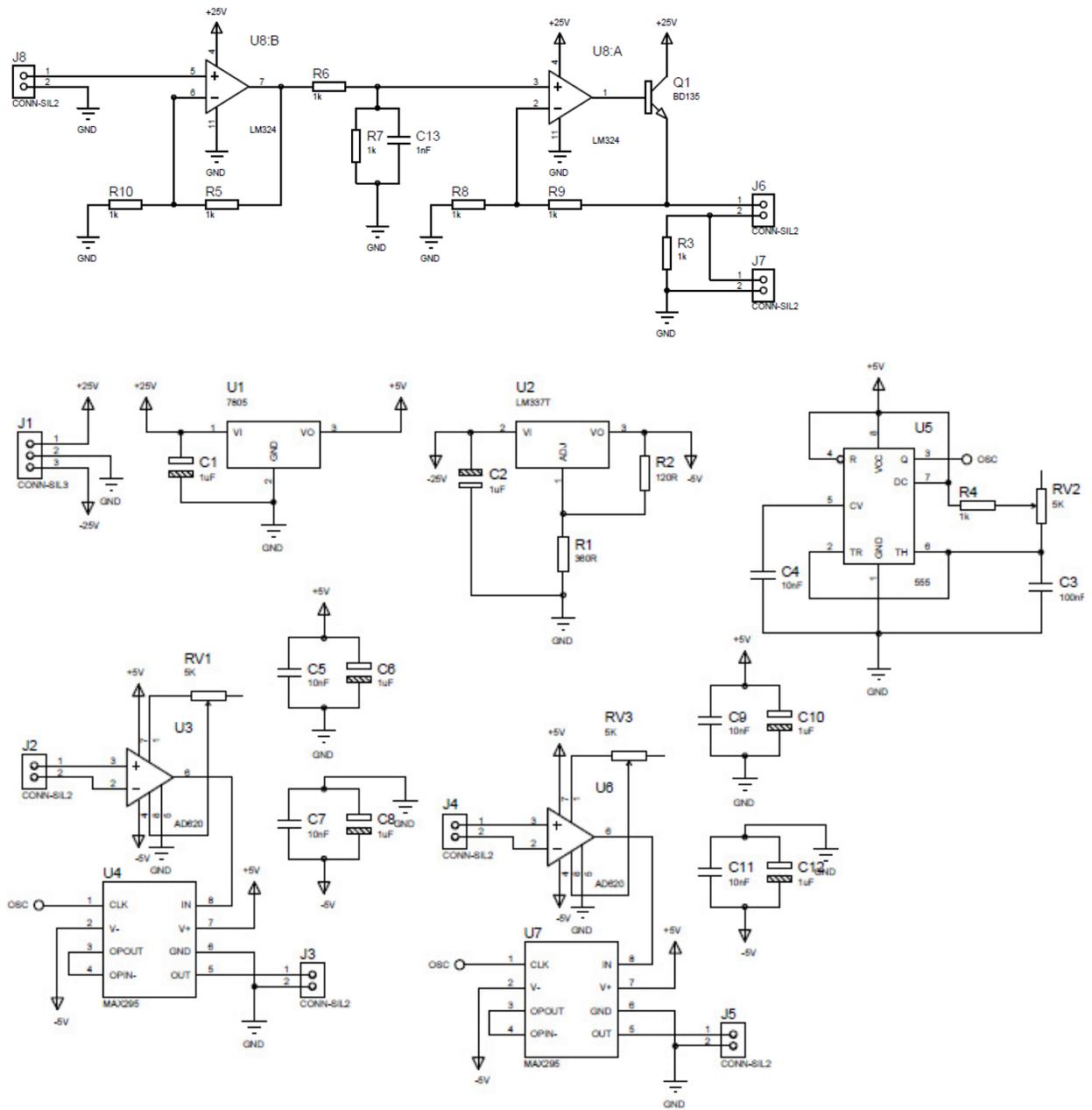
YUN, K. S., CHO, I. J., BU, J. U., KIM, C. J., YOON, E. - A surface-tension driven micropump for low-voltage and low-power operations - **Journal of Microelectromechanical Systems** - 11, 454-461, 2002.

ZHANG, T., WANG, Q. M. – Perfrmance evaluaton of a valveless miropump driven by a ring-type piezoelectric actuator. – **Transactions on ultrasonics ferroeletrics and frequency control** – 53, 463-473, 2006.

ZENGERLE, R.; ULRICH, J.; KLUGE, S.; RICHTER, M.; RICHTER, A. A bidirectional micropump. **Sensors and Actuators A**, v. 50, p. 81-86, 1995.

ZUPANCIC, B.; SODJA, A., Advanced multi-domain modeling: Advantages and danges., UKSim 13th International Conference on Modelling and Simulation, p. 260-265, 2011.

ANEXO A - Projeto do filtro desenvolvido no laboratório



ANEXO B - Código dos difusores utilizados no modelo por grafos de conexão

```
parameters
  real Rinf = 1000.0;
  real R0 = 1.0;
variables
  real r1;
equations
  r1 = R0;
  if (p.e > 0.000) then r1 = R inf; else r1 = R0; end;
  p.f = p.e/r1;
```

ANEXO C - Trabalhos publicados como resultado deste projeto

Trabalhos publicados

O trabalho realizado durante esta pesquisa gerou algumas publicações, que se encontram resumidas abaixo.

Trabalhos oriundos do trabalho prévio

Nóbrega, E.G.O, Campos, C.D.M. - Deep Lithography Valveless Micropump Design and Test – **ABCM Symposium Series in Mechatronics** – III, 586-594, ISBN 978-85-85769-47-5, 2008.

Nóbrega, E.G.O, Campos, C.D.M. - Deep Lithography Valveless Micropump Design and Test – **Congresso Brasileiro de Engenharia Mecânica, Brasília** – Nov/2007. – Apresentação Oral.

Trabalhos resultantes deste trabalho

Campos, C. D. M., Flacker, A., Moshkalev, S. A., Nóbrega, E. G. O. - Comparative analysis of Ni and NiCoMnP magnetic films – **Thin Solid Film** - Submetido

Campos, C. D. M., Flacker, A., Vaz, A. R., Moshkalev, S. A., Nóbrega, E. G. O. – Electroplated Magnet Membranes for MEMS Applications – **ECS Transactions** – Aceito.

Campos, C. D. M., Flacker, A., Vaz, A. R., Moshkalev, S. A., Nóbrega, E. G. O. - Electroplated Magnet Membranes for MEMS Applications – **SBMicro**, João Pessoa, Ago/2011. – Aceito para apresentação oral.

Campos, C. D. M., Flacker, A., Vaz, A. R., Moshkalev, S. A., Nóbrega, E. G. O. - Electroplated Nickel Permanent Magnet Membranes for MEMS Applications – **Journal of Electrochemical Society** – 158, D330-D333, 2011.