

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS FACULDADE DE ENGENHARIA ELÉTRICA E DE COMPUTAÇÃO

LUIZ EDUARDO BENTO RIBEIRO

CONTRIBUIÇÕES PARA O DESENVOLVIMENTO DE ELETRODOS INTERDIGITADOS E ATUADORES ELETROMAGNÉTICOS COM APLICAÇÕES EM DISPOSITIVOS MICROFLUÍDICOS PORTÁTEIS

CONTRIBUTIONS TO THE DEVELOPMENT OF INTERDIGITATED ELEC-TRODES AND ELECTROMAGNETIC ACTUATORS WITH APPLICATIONS IN PORTABLE MICROFLUIDIC DEVICES

UNICAMP

LUIZ EDUARDO BENTO RIBEIRO

CONTRIBUIÇÕES PARA O DESENVOLVIMENTO DE ELETRODOS INTERDIGI-TADOS E ATUADORES ELETROMAGNÉTICOS COM APLICAÇÕES EM DISPO-SITIVOS MICROFLUÍDICOS PORTÁTEIS

CONTRIBUTIONS TO THE DEVELOPMENT OF INTERDIGITATED ELEC-TRODES AND ELECTROMAGNETIC ACTUATORS WITH APPLICATIONS IN PORTABLE MICROFLUIDIC DEVICES

Tese de Doutorado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Elétrica da Faculdade de Engenharia Elétrica e de Computação da Universidade Estadual de Campinas para obtenção do título de Doutor em Engenharia Elétrica, na área de Eletrônica, Microeletrônica e Optoeletrônica.

Thesis presented to the School of Electrical and Computer Engineering of the University of Campinas in partial fulfillment of the requirements for the degree of Doctor in Electrical Engineering, in the area of Electronics, Microelectronics and Optoelectronics.

Orientador: Prof. Dr. Fabiano Fruett

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE À VERSÃO FINAL DA TESE DEFENDIDA PELO ALUNO LUIZ EDUARDO BENTO RIBEIRO E ORIENTADO PELO PROF. DR. FABIANO FRUETT.

Agência(s) de fomento e nº(s) de processo(s): CAPES

Ficha catalográfica Universidade Estadual de Campinas Biblioteca da Área de Engenharia e Arquitetura Elizangela Aparecida dos Santos Souza - CRB 8/8098

Ribeiro, Luiz Eduardo Bento, 1987-

R354c

Contribuições para o desenvolvimento de eletrodos interdigitados e atuadores eletromagnéticos com aplicações em dispositivos microfluídicos portáteis / Luiz Eduardo Bento Ribeiro. - Campinas, SP: [s.n.], 2016.

Orientador: Fabiano Fruett.

Tese (doutorado) - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Elétrica e de Computação.

1. Microfluídica. 2. Sensores. 3. Detectores. 4. Eletrodos. 5. Válvulas. I. Fruett, Fabiano, 1970-, II. Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Elétrica e de Computação. III. Título.

Informações para Biblioteca Digital

Título em outro idioma: Contributions to the development of interdigitated electrodes and electromagnetic actuators with applications in portable microfluidic devices

Palavras-chave em inglês:

Microfluidics

Sensors

Detectors

Electrodes

Valves

Área de concentração: Eletrônica, Microeletrônica e Optoeletrônica

Titulação: Doutor em Engenharia Elétrica

Banca examinadora:

Fabiano Fruett [Orientador]

Eduardo Mathias Richter Paulo Estevão Cruvinel

José Alexandre Diniz

Leandro Tiago Manera

Data de defesa: 30-09-2016

Programa de Pós-Graduação: Engenharia Elétrica

COMISSÃO JULGADORA - TESE DE DOUTORADO

Candidato: Luiz Eduardo Bento Ribeiro RA:098408

Data da Defesa: 30 de setembro de 2016

Título da Tese: "Contribuições para o desenvolvimento de eletrodos interdigitados e atuadores eletromagnéticos com aplicações em dispositivos microfluídicos portáteis"

Prof. Dr. Fabiano Fruett (presidente, FEEC/UNICAMP)

Prof. Dr. Eduardo Mathias Richter (IQ/UFU)

Prof. Dr. Paulo Estevão Cruvinel (CNPDIA/EMBRAPA)

Prof. Dr. José Alexandre Diniz (FEEC/UNICAMP)

Prof. Dr. Leandro Tiago Manera (FEEC/UNICAMP)

A ata de defesa, com as respectivas assinaturas dos membros da Comissão Julgadora, encontra-se no processo de vida acadêmica do aluno.



AGRADECIMENTOS

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

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

Agradeço ao meu orientador, professor Dr. Fabiano Fruett, pela solicitude, pela paciência e pela confiança em mim depositada. Aos amigos e padrinhos Flávio e Cris, Heilordt e
Carol, Juan e Carla, Cecília e Glauco pelas opiniões e auxílio dentro e fora da Unicamp. A
todos os colegas e amigos do laboratório LSM que sempre acrescentaram, com seus olhares
críticos, melhorias ao projeto de doutorado: Carlo Giuliano, Ramirez, Salomão, Vitor, Juvenil,
Juan Diego, Guilherme, Erasmo, Carol e Luciane. Agradeço à equipe do laboratório de microfabricação do LNLS, em especial, Angelo Gobbi e Maria Helena pela disposição em ajudar a
realizar o trabalho. Aos colegas e amigos do DEMIC: Bacural, Aldiane, Alex, Tárcio e Reinaldo. Aos colegas do Centro de Componentes Semicondutores da Unicamp. Aos colegas do
DSIF: Alexandre Kume e Jaque (melhor secretária do mundo). Agradeço ao Richard, doutorando do instituto de química, pelo auxílio nas preparações, medidas e discussões.

Finalmente, agradeço à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) e ao INCT NAMITEC pelo apoio financeiro.



RESUMO

O laboratório em um chip (*lab-on-a-chip*) é um dispositivo microfluídico desenvolvido com a finalidade de realizar análises químicas tradicionais em apenas alguns centímetros quadrados de um único chip. A redução de tamanho possibilita análises químicas mais rápidas, com menor custo, mais confiáveis e portáteis. Os principais desafios desta integração estão na manipulação de pequenas quantidades de fluido (bombeamento), na mistura adequada (misturador) e no sensoriamento das diversas atividades do fluido, como a detecção da proporção e tipo de fluido existente. Portanto, os micromisturadores, as microbombas e os microsensores integrados são unidades básicas e essenciais para o desenvolvimento e viabilização de diversas aplicações dos laboratórios em um chip.

Neste contexto, nós desenvolvemos um atuador e um sensor capacitivo interdigitado capaz de avaliar a permissividade elétrica de fluidos dentro de um *lab-on-a-chip*. A fabricação desses componentes emprega técnicas compatíveis com a microeletrônica e com a microfluídica resultando em dispositivos com substrato de vidro e microcanais em polidimetilsiloxano (PDMS). Propomos um atuador eletromagnético baseado na integração de um ímã permanente de liga de neodímio, ferro e boro (NdFeB) com uma membrana PDMS, enquanto um eletroímã, externo ao dispositivo, foi utilizado para promover o deslocamento do ímã. O atuador, que pode ser utilizado no bombeamento de fluidos em microcanais, foi apresentado e avaliado por meio de simulação e fabricação.

Investigamos ainda as vantagens e desvantagens de diferentes morfologias para os eletrodos interdigitados planares com o objetivo de aumentar a sua sensibilidade por área ocupada. Comparada aos eletrodos interdigitados tradicionais, os eletrodos interdigitados em forma de anel, utilizando a mesma área, fornecem um incremento de capacitância de até 30fF. Enquanto a capacitância devido a permissividade do fluido varia na ordem de unidades de femto Faraday. Além de aprimorarem a sensibilidade, os eletrodos em forma de anel são mais adequados a aplicações que exigem gotejamento uniforme de compostos ou substâncias seletivas ao analito alvo.

Após a simulação utilizando o método de elementos finitos (FEM), nós detalhamos a caracterização e aplicação dos protótipos do microsensor e dos atuadores. Os resultados da caracterização dos atuadores provaram que sua atuação magnética é adequada para os microssistemas de laboratório em um chip uma vez que são capazes de promover pressões superiores

a 700Pa no interior dos microcanais. Além disso, demonstramos que a fabricação utilizada é um método de baixo custo e eficiente para a prototipagem rápida de dispositivos biocompatíveis e descartáveis, uma vez que utiliza materiais inertes e técnicas convencionais da microeletrônica.

Finalmente, apresentamos componentes microfluídicos preparados para integração em *lab-on-a-chip* capaz de bombear, misturar e medir a permissividade de fluidos em microcanais. O circuito de condicionamento proposto para o sensor, alimentado por uma bateria, é capaz de comunicar sem fio com um hardware instalado na porta serial de um computador, garantindo sua portabilidade, enquanto os dados são apresentados por um Instrumento Virtual (IV) desenvolvido em *LabView*®.

Palavras-chave: Microfluídica, sensor capacitivo, eletrodos interdigitados, microatuador, microválvula, micro-bomba, dispositivo microfluídico, *lab-on-a-chip*.

ABSTRACT

Lab-on-a-chip is a microfluidic device intended to bring traditional chemical analysis on the few square centimeters of a single chip. The miaturization enables faster chemical analysis at lower costs, with more reliable and portable devices. The main challenges of this integration are on manipulating small amounts of fluid (pumping), on the adequate mixing and sensing the proportion and type of the existing fluid. Therefore, micromixers, micropumps and integrated microsensors units are essential for the development and viability of various lab-on-a-chip applications.

In this context, we have developed a micropump, a micromixer, and an interdigitated capacitive sensor capable to evaluate the electric permittivity of fluids in a lab-on-a-chip. The manufacture of these components employs techniques compatible with microelectronics and microfluidics, resulting in devices based on glass substrate and polydimethylsiloxane (PDMS) microchannels. We propose electromagnetic actuators integrating neodymium, iron and boron (NdFeB) permanent magnet with PDMS elastomer while an electromagnet, external to the device, was used to perform the displacement of the magnet. The actuator, which can be used for pumping fluids in microchannels was presented and evaluated by simulation, and fabrication.

We also investigate the advantages and disadvantages of some planar interdigitated electrodes morphologies in order to increase their sensitivity by occupied area. Compared to traditional interdigitated electrodes, interdigitated ring-shaped electrodes provide a capacitance increment up to 30fF. While the capacitance due to the permittivity of the fluid varies in the range of femto Faraday. In addition, the ring-shaped electrodes are more suitable for applications requiring uniform drip compounds or substances selective to the target analyte.

After present the finite element method simulation (FEM), we have shown the characterization and application of microsensor and actuators prototypes. The results of the magnetic actuators characterization have proved that their performance is adequate for lab-on-achip microsystems since they are capable of generating pressures greater than 700Pa inside the microchannel. Furthermore, we demonstrated that the fabrication uses an efficient and low cost method for rapid prototyping of disposable biocompatible devices since it uses inert materials and conventional microelectronic techniques.

Finally, we show that the microfluidic components are prepared for the lab-on-a-chip integration being capable of pumping, mixing and measuring the permittivity of fluids in mi-

crochannels. The sensor conditioning circuit, powered by a battery, is able to communicate wirelessly with a hardware installed on the serial port of a computer, ensuring its portability, while the data is presented in a Virtual Instrument (IV) developed in LabView®.

Keywords: Microfluidics, capacitive sensor, interdigitated electrode, micro-actuator, microvalve, micro-pump, microfluidic device, lab-on-a-chip.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1-1 - Diagrama de blocos de um dispositivo de injeção, mistura e sensoriamento de
fluidos
Figura 2-1 - Eletrodos interdigitados.
Figura 2-2 - Eletrodos interdigitados em forma de ponte de impedância
Figura 2-3 - Resposta da corrente senoidal em um sistema linear
Figura 2-4 - Exemplo de diagrama de Nyquist
Figura 2-5 - Circuito equivalente com uma constante de tempo.
Figura 2-6 - Representação em módulo e fase do diagrama de Bode
Figura 2-7 - Célula puramente capacitiva
Figura 2-8 - Circuito elétrico equivalente para a célula de <i>Randles</i>
Figura 3-1 - Parâmetros geométricos. 43
Figura 3-2 - Seção transversal dos eletrodos interdigitados destacando planos equipotenciai
com <i>V</i> =0
Figura 3-3 - Associação de capacitâncias internas e externas.
Figura 3-4 - Camadas com valores de permissividade decrescente sobre os eletrodos44
Figura 3-5 - Camadas com valores de permissividade crescente sobre os eletrodos
Figura 3-6 - Leiaute do Eletrodo Interdigitado convencional (IDE).
Figura 3-7 - Leiaute do Eletrodo em forma de Serpentina (SRE)
Figura 3-8 – Leiaute do Eletrodo em forma de Anel (RSE)
Figura 4-1 - Geometrias estudadas na simulação: (a) RSE, (b) SRE, (c) IDE53
Figura 4-2 - Distribuição do campo de potencial elétrico na superfície do RSE54
Figura 4-3 - Contribuição do número de dígitos para a capacitância total55
Figura 4-4 - Eletrodos interdigitados convencionais simulados
Figura 4-5 – Simulação da capacitância total em função da constante dielétrica da substância
sobre o eletrodo
Figura 5-1 - Conjunto de fotomáscaras dos eletrodos interdigitados
Figura 5-2 - Processo de metalização dos eletrodos: (a) limpeza do substrato de vidro polido
(b) aplicação de fotoressiste AZ5406; (c) transferência do desenho da fotomáscara para o
fotoresiste; (d) metalização da amostra por sputtering; (e) remoção do excesso de metal com
técnica de lift-off.
Figura 5-3 - Detalhe dos eletrodos fabricados: (a) RSE, (b) SRE e (c) IDE64

Figura 6-1 - Esquema da montagem do circuito de condicionamento.	66
Figura 6-2 - Protótipo do circuito de condicionamento de sinais	66
Figura 6-3 - Circuito de condicionamento no vidro.	67
Figura 6-4 - Esquema do sistema de interrogação sem fio.	68
Figura 6-5 - Painel frontal do software de aquisição de dados	68
Figura 7-1 – Secção transversal evidenciando as camadas do dispositivo	72
Figura 7-2 - Imagem do dispositivo fabricado para análise (a) em batelada e (b) em fluxo.	72
Figura 7-3 - Aparato experimental utilizado para o monitoramento de células	73
Figura 7-4 - Variação da capacitância em função da concentração de células para medida	a em
batelada	74
Figura 7-5 - Variação da capacitância em função da concentração de células para medida	a em
fluxo	74
Figura 7-6 - Aparato utilizado no monitoramento de gotas	76
Figura 7-7 - Variação da capacitância no tempo devido a passagem de gotas de óleo	77
Figura 7-8 – Instantâneo do vídeo sincronizados com o gráfico.	78
Figura 7-9 – Microscopia da passagem de gotas menores que o comprimento do sensor	79
Figura 7-10 - Diagrama de blocos do sistema IDE e Circuito Integrado.	80
Figura 7-11 - Micrografia do Circuito Integrado	81
Figura 7-12 - Circuito integrado e bondwires dentro do encapsulamento.	81
Figura 7-13 - Diagrama de Nyquist para umidade de 25 e 85%	82
Figura 7-14 - Magnitude e fase da admitância para a frequência de 630kHz: a variação	em
fase é dominate na análise da umidade relativa do ar	83
Figura 8-1 - Classificação dos microatuadores segundo M. Tabib-Azar [107]	85
Figura 8-2 - Curva de histerese para materiais magnéticos duros	88
Figura 8-3 – Esquema de funcionamento da válvula bico-difusora.	92
Figura 8-4 - Classificação dos tipos de bombeamentos em microcanais.	92
Figura 9-1 - Geometria e dimensões do microcanal da válvula.	96
Figura 9-2 - Ilustração dos componentes e camadas da válvula microfluídica	97
Figura 9-3 - Detalhe construtivo do misturador ativo.	98
Figura 9-4 - Detalhe do microcanal, do bico-difusor e do reservatório.	99
Figura 10-1 - Simulação do deslocamento do diafragma em função da força de 2mN apli	cada
sobre o ímã	.101
Figura 10-2 - Distribuição do campo magnético em volta do ímã e da bobina	.102
Figura 11-1 - Atuador eletromagnético fabricado.	.104

Figura 11-2 - Processo de fabricação do atuador eletromagnético
Figura 11-3 - Imagem da válvula eletromagnética fabricada
Figura 11-4 - Misturador com ímã e eletroímã alinhados com o diafragma de PDMS 107
Figura 11-5 - Imagens do misturador fabricado: (a) visto de cima, (b) visto de baixo e (c) em
conjunto com eletroímã
Figura 11-6 - Válvula bico difusor para bombeamento de fluidos em microcanais108
Figura 12-1 - Esquema do aparato experimental
Figura 12-2 - Estudo da pressão de nitrogênio suportada pela válvula proposta110
Figura 12-3 - Aparato para avaliação do misturador
Figura 12-4 - Avaliação da mistura dentro do reservatório de acordo com a frequência
aplicada112
Figura 12-5 - Avaliação da linha de difusividade antes (A) e após (B) mistura a 10Hz113
Figura 13-1- Dispositivo microfluídico proposto
Figura 13-2 - Diagrama de blocos do dispositivo proposto
Figura 0-1 - Painel Frontal do programa LabView de aquisição de capacitância, resistência e
temperatura. 132
Figura 0-2 - Diagrama de Blocos do programa LabView de aquisição de capacitância,
resistência e temperatura
Figura 0-1 - Esquemático do circuito elétrico do módulo de condicionamento de sinais 134
Figura 0-1 - Diagrama de Blocos do programa LabView para apresentação e gravação dos
dados

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Equações necessárias para o cálculo de C_I e C_E [25].	46
Tabela 2 - Parâmetros geométricos dos eletrodos simulados.	54
Tabela 3 - Comparação entre a capacitância obtida por simulação e experimentalmente	56
Tabela 4 - Permissividade relativa dos materiais utilizados na simulação	58
Tabela 5 - Comparação do deslocamento e do tempo de resposta entre os principais n	nicro
atuadores [109].	87

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

PDMS Polidimetilsiloxano

NdFeB Neodímio Ferro Boro

FEM Método de Elementos Finitos

IV Instrumento Virtual

MEMS Micro Electro-Mechanical Systems

IDE Eletrodos Interdigitados

SRE Eletrodos em Forma de Serpentina

RSE Eletrodos em Forma de Anel

LNLS Laboratório Nacional de Luz Síncrotron

CCSnano Centro de Componentes Semicondutores

LAMULT Laboratório Multiusuário do Instituto de Física da Unicamp

EFC Elemento de Fase Constante

CPP Capacitância Parcial em Paralelo

CPS Capacitância Parcial em Série

IDS Sensor Interdigitado

MIF Metal Ion Free

HDMS Hexadimetilsiloxano

I²C Protocolo *Inter-Integrated Circuit*

SPI Protocolo Serial Peripheral Interface

PCB Printed Circuit Board

ISM Bandas de rádio Industrial, Scientific e Medical

GEM Grupo de Eletroforese e Microssistemas de Análise

ATI Amplificador de Transimpedância

SMA Shape Memory Alloys

NiTi Liga de *Nitinol*

PZT Titanato zirconato de chumbo

LISTA DE SÍMBOLOS

t	Tempo
ω	Frequência angular
E_t	Potencial elétrico no tempo t
E_0	Amplitude do potencial elétrico
ϕ	Defasagem em radianos
I_t	Corrente elétrica no tempo t
I_0	Amplitude da corrente elétrica
Z	Impedância
Z_0	Magnitude da impedância
R	Resistência
κ	Condutividade
A	Área
l	Comprimento
Z_c	Impedância de dupla camada
C	Capacitância
Z_w	Impedância de Warburg
σ	Coeficiente de Warburg
${\cal R}$	Constante dos gases
T	Temperatura
N	Número de elétrons
C_{ox}	Concentração do agente oxidante
D_{ox}	Coeficiente de difusão do redutor
δ	Espessura da camada de difusão
D	Valor médio dos coeficientes de difusão
Z_{EFC}	Impedância do elemento de fase constante
α	Coeficiente dos elemento de fase constante
R_{el}	Resistência do eletrólito
C_{dl}	Capacitância de dupla camada
R_{ct}	Resistência de transferência de carga
ε	Permissividade elétrica
\mathcal{E}_r	Permissividade elétrica relativa
L	Comprimento dos dígitos

W Largura dos dígitos

G Espaço entre os dígitosh Espessura do filme fino

 h_m Espessura do filme metálico

λ Comprimento de onda do sensor

η Taxa de metalização

r Espessura do filme fino pelo comprimento de onda do sensor

V Potencial elétrico

 C_E Capacitância devido aos eletrodos Externos C_I Capacitância devido aos eletrodos Internos

C_{st} Capacitância Superior Total

Número de eletrodos

 C_{up} Capacitância paralela total do plano superior

 C_h Capacitância da camada sobre o capacitor

Φ Potencial elétrico de Neumann

 η Vetor normal a superfície

 C_{us} Capacitância série total do plano superior

 ε_0 Permissividade do vácuo

K(k) Integral elíptica de primeira ordem com módulo k

 k_I Módulo k interno

 k'_I Módulo complementar k' interno

 k_E Módulo k externo

 k'_E Módulo complementar k' externo

v Funções teta de Jacobi

sn(z, k) Função elíptica de Jacobi de módulo k

 C_{IDS} Capacitância total do sensor R^2 Coeficiente de determinação

 C_{06} Concentração em massa de células em água

 C_{ap} Capacitância medida do eletrodo em forma de anel

 V_{IN} Tensão de entrada do chip

 V_x Tensão senoidal sobre os eletrodos

 V_c Tensão DC sobre os eletrodos

Q Sinal de onda quadrada

 V_I Parte real da saída em tensão

 V_Q Parte imaginária da saída em tensão

Y(w) Admitância dos eletrodos na frequência w

 A_t Ganho de transimpedância total do sistema

 F_e Força eletrostática

E Campo elétrico

 F_m Força magnética

B Indução magnética

H Campo magnetizante

Hc Intensidade de campo coercitivo

μ Permeabilidade magnética

Reynolds

ρ Massa específica do fluido,

v Velocidade média do fluido,

θ Viscosidade absoluta do fluido e

Diâmetro hidráulico

BH Produto de energia magnética

SUMÁRIO

AGRADECIMENTOS	5
RESUMO	7
ABSTRACT	9
LISTA DE FIGURAS	11
LISTA DE TABELAS	14
LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS	15
LISTA DE SÍMBOLOS	16
SUMÁRIO	19
1 INTRODUÇÃO	24
1.1 APLICAÇÕES	
1.2 OBJETIVO E JUSTIFICATIVA	
1.2.1 Dispositivo Proposto	
1.3 METODOLOGIA	
2 SENSOR CAPACITIVO	29
2.1 INTRODUÇÃO	29
2.2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	30
2.3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	32
2.3.1 Sensores químicos e bioquímicos	32
2.3.2 Espectroscopia de Impedância	33
2.3.2.1 Modelamento de Processos Eletroquímicos	36
2.3.2.2 Circuito Equivalente	39
3 PROJETO DO SENSOR CAPACITIVO	42
3.1 MÉTODO ANALÍTICO	42
3.1.1 Técnica da Capacitância Parcial Paralela	44
3.1.2 Técnica da Capacitância Parcial Serial	45
3.1.3 Técnica do Mapeamento Conforme	45
3.2 MORFOLOGIA DOS ELETRODOS	48
3.2.1 Eletrodos Interdigitados Convencionais	48
3.2.2 Eletrodos em Forma de Serpentina (SRE)	49
3 2 3 Fletrodos em Forma de Anel	40

3.3 CONCLUSÕES PARCIAIS	50
4 SIMULAÇÃO DO SENSOR CAPACITIVO	52
4.1 SIMULAÇÃO DOS IDE, SRE E RSE	52
4.1.1 Estudo da morfologia dos interdigitados	53
4.1.2 Verificação Experimental dos Resultados da Simulação	56
4.1.3 Discussão	
4.2 SIMULAÇÃO DO IDE PARA ESPECTROSCOPIA DE IMPEDÂN	
4.3 CONCLUSÃO PARCIAL	58
5 FABRICAÇÃO DO SENSOR CAPACITIVO	60
5.1 FOTOMÁSCARA	60
5.2 PREPARAÇÃO DO SUBSTRATO	61
5.3 FOTOLITOGRAFIA	
5.4 METALIZAÇÃO	62
6 INSTRUMENTAÇÃO DO SENSOR CAPACITIVO	65
6.1 CIRCUITO CONDICIONADOR DE SINAIS	65
6.2 MÓDULO DE RECEPÇÃO	67
6.3 INTERFACE COM USUÁRIO	
6.4 CONCLUSÃO PARCIAL	69
7 APLICAÇÕES DO SENSOR CAPACITIVO	70
7.1 MEDIDA DE CONCENTRAÇÃO DE CÉLULAS	70
7.1.1 Procedimentos Experimentais	72
7.1.2 Resultados e Discussão	
7.2 MONITORAMENTO NA FORMAÇÃO DE GOTAS	75
7.2.1 Resultados e Discussão	
7.3 ESPECTROSCOPIA DE IMPEDÂNCIA	
7.3.1 Circuito Integrado	
7.3.2 Medida de umidade relativa do ar	82
8 ATUADORES ELETROMAGNÉTICOS PARA MICROFLUÍDICA	84
8.1 TIPOS DE ATUADORES	
8.1.1 Comparação entre os métodos:	
8.2 ÍMÃ PERMANENTE	
8.3 MECÂNICA DOS FLUIDOS	
8.3.1 Fluxo laminar e turbulento	
8.3.2 O Número de Revnolds	90

8.3.3 Válvula Bico-difusora	91
8.3.4 Bombeamento em microcanais	92
8.3.4.1 Bombeamento Hidrodinâmico	93
8.3.4.2 Bombeamento de Deslocamento Positivo ou Bombea	
	93
9 PROJETO DO ATUADOR ELETROMAGNÉTICO	94
9.1 VÁLVULA ELETROMAGNÉTICA	94
9.1.1 Revisão bibliográfica	94
9.1.2 Projeto da Válvula Eletromagnética	96
9.2 MISTURADOR	97
9.2.1 Projeto do Misturador	98
9.3 BOMBA	99
10 SIMULAÇÕES DOS ATUADORES	100
10.1 DESLOCAMENTO DA MEMBRANA	
10.2 FORÇA ELETROMAGNÉTICA	
10.3 CONCLUSÕES PARCIAIS	
11 FABRICAÇÃO DO ATUADOR ELETROMAGNÉTICO	103
11.1 MICROCANAL	
11.2 BOBINA	104
11.3 SELAGEM	104
11.4 VÁLVULA ELETROMAGNÉTICA	106
11.5 MISTURADOR	106
11.6 VÁLVULA BICO-DIFUSOR PARA BOMBEAMENTO EM	
11.7 CONCLUSÕES PARCIAIS	108
12 APLICAÇÕES DO ATUADOR ELETROMAGNÉTICO	109
12.1 VÁLVULA	
12.2 MISTURADOR	111
12.2.1 Discussão	113
12.3 BOMBA	113
13 CONCLUSÕES E PERSPECTIVAS	115
13.1 TRABALHOS FUTUROS	116
13.2 PUBLICAÇÕES	118
REFERÊNCIAS	120

APÊNDICES	132
APÊNDICE A – INSTRUMENTO VIRTUAL PARA AQUISIÇÃO DOS DADOS PONTE LCR	
APÊNDICE B – ESQUEMA ELÉTRICO DO MÓDULO DE CONDICIONAMENTO DE SINAIS	134
APÊNDICE C – FIRMWARE DO MÓDULO DE CONDICIONAMENTO DE SINAIS	135
APÊNDICE D – INSTRUMENTO VIRTUAL DO MÓDULO DE RECEPÇÃO	138

1 INTRODUÇÃO

A Microfluídica é a ciência que estuda os sistemas fluídicos com pelo menos uma dimensão inferior a 100µm. Nessas dimensões, o comportamento dos fluidos se diferencia do comportamento observado no domínio macroscópico uma vez que a proporção da superfície pelo volume do líquido passa a ser muito maior, valorizando as interações que ocorrem nas regiões de contato entre as superfícies [1].

O movimento dos fluidos pode ser explorado para uma variedade de aplicações científicas e tecnológicas e em diversas áreas de conhecimento já que a microfluídica possibilita o desenvolvimento de produtos de baixo custo e portáteis além de processos altamente automatizados e reprodutíveis. Devido as suas particularidades, um dispositivo microfluídico é desejável pois reúne algumas das seguintes características [2]:

- É muito menor que os instrumentos convencionais. Isso abre novas possibilidades para sua utilização em campo.
 - Consome menos energia, facilitando a portabilidade e a autonomia dos dispositivos.
- Minimiza o consumo de amostra e consome menos reagentes. Menor consumo significa um produto com menor custo de fabricação quando os reagentes são caros e um maior tempo de autonomia em campo.
- Facilita a automação tornando-se mais simples de operar e manter. Assim, os operadores necessitam de menos tempo de treinamento e também menos tempo manipulando o dispositivo.
- Realiza análises completas, quando integrado num único chip. Não há transferência de amostras entre os instrumentos, e os riscos de erro do operador e de contaminação da amostra são reduzidos.
- Ensaios mais rápidos pois realiza várias análises em paralelo. Neste caso o rendimento aumenta, o custo e o tempo por amostra diminui, facilitando replicar medidas para fornecer resultado estatisticamente mais confiáveis.
- Pode ser descartável para eliminar a contaminação do instrumento. A limpeza depois de analisar uma amostra potencialmente perigosas é simples, basta substituir o cartucho contaminado.

Além disso, o coeficiente de Reynolds de um líquido que flui em um dispositivo microfluídico é baixo, devido ao diâmetro dos microcanais. Isso permite explorar características particulares da micro escala: o fluxo laminar, a mistura por difusão, a formação de gotículas, e muitas outras características que são considerados efeitos de segunda ordem na escala macro.

O desenvolvimento de microssensores de fluxo, microbombas e microválvulas no final dos anos 80 dominou os primeiros estágios da microfluídica. A utilização de técnicas para o processamento de silício, desenvolvidos para a indústria microeletrônica, permitiu a fabricação do primeiro dispositivo contendo microelementos móveis integrados em um "wafer" de silício [3].

Esta nova tecnologia chamada de MEMS (*Micro Electro-Mechanical Systems*) deram origem a aplicações industriais, especialmente na área de sensores de pressão e cabeças de impressão. A primeira microbomba apresentada em 1988 por Van Lintel *et al*, explorou a microusinagem em silício associada a atuadores piezoelétricos sendo seguida por plataformas que realizavam a fabricação de microssistemas baseada em vidro, quartzo e silício [4]. Atualmente, plataformas de menor custo e fácil acesso estão sendo cada vez mais empregadas na microfluídica, incluindo polímeros elastoméricos, como o polidimetilsiloxano, e materiais descartáveis como papel e filmes de transparência [5].

Na década de 90, muitos pesquisadores investigaram as aplicações dos MEMS em biologia, química e na biomedicina. Em muitas dessas aplicações fazia-se necessário controlar o movimento de líquidos em micro-canais. Um grande esforço de pesquisa foi feito para desenvolver laboratórios em um chip para permitir a integração de quase todas as operações de diagnóstico realizados em um hospital em um único chip de microfluídica. Esses esforços contribuíram significativamente para o desenvolvimento da microfluídica. Nessa época, a maioria dos microcanais eram usinados em silício ou vidro necessitando portanto, de uma tecnologia de ponta da indústria microeletrônica [6].

No início dos anos 2000, ano no qual começou a ser desenvolvida também no Brasil, a microfluídica fez uso de tecnologias baseadas na moldagem de microcanais em polímeros, tais como PDMS, experimentando um forte crescimento a cada ano [7]. Essa tecnologia reduziu o custo e tempo de produção desses dispositivos viabilizando, para um grande número de laboratórios, a realização de pesquisas em microfluídica.

Hoje, milhares de pesquisadores estão trabalhando em microfluídica para ampliar seus campos de aplicação, especialmente através de *lab-on-a-chip* voltados para aplicações médicas [8].

1.1 APLICAÇÕES

Atualmente, sistemas microfluídicos podem ser utilizados em áreas como Química, Biologia, Medicina, Engenharia de Alimentos dentre outras. Alguns exemplos de aplicações de dispositivos microfluídicos envolvem determinação de pH [9], monitoramento de cinética de reações [10], bem como interações biomoleculares [11], separações eletroforéticas [12], imunoensaios [13], [14], citometria de fluxo [15], análise proteica e metabólica através da espectrometria de massas, análise de DNA [16], manipulação de células [17], detecção de contaminantes em alimentos e outras [18]–[23].

1.2 OBJETIVO E JUSTIFICATIVA

O objetivo deste trabalho é desenvolver, para um sistema microfluídico de um único chip, ferramentas que possibilitem o controle, a mistura e a detecção dos fluidos com permissividades distintas. O sistema deve ser compatível com as técnicas de fabricação da microeletrônica e visar a integração de microsensores, microcanais, válvulas, atuadores e bombas em uma única plataforma garantindo a sua portabilidade. O domínio destas tecnologias permitirá o projeto e fabricação de sistemas microfluídicos feitos sob medida para aplicações específicas.

As principais contribuições desta pesquisa são:

- Estudo dos eletrodos interdigitados (IDE) como estruturas capacitivas para detecção da permissividade elétrica de fluidos;
- Aprimoramento da geometria dos eletrodos interdigitados com objetivo de aumentar a capacitância por área e consequentemente a sensibilidade por área.
- Projeto e fabricação de micro-válvulas eletromagnéticas para controlar e limitar o fluxo através dos microcanais;
- Projeto e fabricação de micromisturador eletromagnético ativo para acelerar a mistura;
 - Estudo e fabricação de microbombas com atuação eletromagnética
- E, por fim, desenvolvimento de sistema de aquisição de sinais sem fio para garantir portabilidade ao sistema microfluídico.

Estes tópicos convergem para um sistema microfluídico portátil que incorpora sensores, atuadores e circuito de condicionamento de sinal.

1.2.1 Dispositivo Proposto

As ferramentas desenvolvidas nesta tese propõem a construção de um dispositivo onde acontece o bombeamento controlado, a mistura e a análise do fluido. O sensoriamento é realizado através de sensor capacitivo baseado em eletrodos interdigitados e a atuação baseada em atuador eletromagnético. Como exemplo de aplicação pode-se citar a mistura de álcool e água, a suspensão controlada de células em água, ou mesmo a geração de gotas através de misturas bifásicas. O controle da injeção acontece a partir da medida da permissividade elétrica na superfície do elemento sensor. Os atuadores eletromagnéticos respondem de forma a injetar a quantidade necessária de fluido para manter a proporção de mistura desejada. O diagrama de blocos do dispositivo proposto é apresentado na *Erro! Autoreferência de indicador*

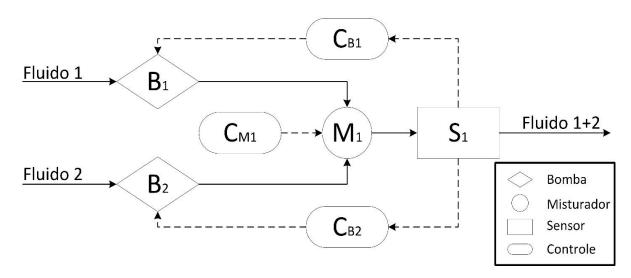


Figura 1-1 – Diagrama de blocos de um dispositivo de injeção, mistura e sensoriamento de fluidos. não válida..

É desejável que o bombeamento de fluidos em microcanais possibilite a portabilidade dos dispositivos microfluídicos através do uso de técnicas de fabricação e materiais compatíveis com a microfluídica e com a microeletrônica. Isso permitirá a integração do atuador com sistemas anteriormente reportados na literatura, como o sensor de permissividade elétrica [24].

1.3 METODOLOGIA

O primeiro passo do desenvolvimento do dispositivo foi a elaboração do projeto das microestruturas capacitivas em dimensões baseadas em trabalhos da literatura. Além disso, os procedimentos para fabricação especificada no projeto utiliza técnicas e materiais disponíveis nos laboratórios nacionais. Em seguida, as dimensões foram avaliadas e otimizadas em simulação de elementos finitos realizadas no software *COMSOL Multiphisycs (COMSOL inc.)*.

No laboratório de microfabricação do Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS) e no Centro de Componentes Semicondutores (CCSnano), as técnicas de fabricação foram testadas e aprimoradas segundo a disponibilidade das instalações. Montamos bancadas de teste para avaliação dos dispositivos fabricados e os resultados experimentais foram usados na otimização do projeto e das novas rodadas de fabricação. Por fim, apresentamos um protótipo de cada ferramenta visando a construção de um dispositivo microfluídico que reúne sensores e atuadores para realizar análises em tempo real em aplicações que exijam o controle de injeção e/ou mistura de fluidos.

2 SENSOR CAPACITIVO

O sensor desenvolvido neste trabalho é baseado na medida da capacitância de eletrodos interdigitados de diferentes morfologias. Uma vez que as dimensões dos eletrodos e a distância entre os dígitos é mantida constante, a variação da capacitância depende majoritariamente da permissividade elétrica do fluido que o circunda, possibilitando a detecção de misturas de fluidos com diferentes permissividades. Os eletrodos interdigitados são compatíveis com as técnicas de fabricação de dispositivos microfluídicos pois são formados de um filme metálico muito fino na superfície de um substrato de vidro. Por possuírem geometria planar, os eletrodos interdigitados (IDEs) produzem um campo elétrico com "franjas" que vão além da superfície na qual foram fabricados possibilitando a detecção de substâncias que estão sobre o substrato.

A fundamentação teórica dos eletrodos interdigitados e sua utilização como sensor químico são apresentadas neste capítulo. Também serão apresentados neste capítulo os conceitos básicos da espectroscopia de impedância para um melhor entendimento das aplicações detalhadas posteriormente no Capítulo 7.

2.1 INTRODUÇÃO

Os eletrodos interdigitados são estruturas capacitivas formadas por pares de trilhas metálicas ordenadas em forma de pente e encaixadas entre si, como mostrado na Figura 2-1.

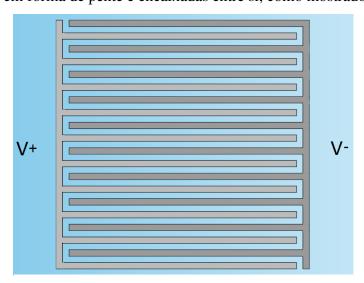


Figura 2-1 - Eletrodos interdigitados.

As técnicas de detecção de diferentes fluidos utilizando IDEs, se mostraram promissoras dentro da microfluídica devido ao seu processo de fabricação de baixo custo e sua facilidade de projeto. A modelagem e cálculo da sensibilidade dos IDEs é bem descrita na literatura [25]. Além disso, os IDEs podem detectar múltiplos efeitos físicos em diferentes domínios, tais como: elétrico, magnético e acústico e podem trabalhar em um largo espectro em frequência. Os IDEs são fabricados em diversos materiais e podem ser construídos com diferentes processos em substratos de vidro, silício ou até mesmo em substratos flexíveis. Os dispositivos que utilizam IDEs podem ser compactos e possuir boa autonomia, garantindo sua portabilidade [26].

2.2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

As estruturas interdigitadas microfabricadas têm sido amplamente utilizadas como: dispositivos de ondas acústicas de superfície [27], transdutores acústicos [28], dispositivos sintonizáveis [29], dispositivos para espectroscopia dielétrica [30], em estudos de filmes finos dielétricos [26], em sensores químicos e de umidade [31], [32]. Os primeiros eletrodos interdigitados foram estudados como elementos passivos de circuito integrados de alta e baixa frequência [33], [34]. Eles possuem características interessantes, tais como: controle de profundidade de detecção apenas alterando suas dimensões (parâmetros explorado no capítulo seguinte), detecção de múltiplos efeitos físicos na mesma estrutura, modelagem simplificada em duas dimensões quando a relação de aspecto entre comprimento do eletrodo e o comprimento de onda do IDE é grande, e podem ser utilizados numa vasta gama de frequências [31]. Além disso, podem ser fabricados utilizando substratos inertes tais como vidro e silício, com diferentes processos de fabricação, sendo compatíveis com a microfluídica.

As microestruturas capacitivas utilizadas como sensor químico, muitas vezes possuem uma camada sensível depositada ao longo dos eletrodos, isto é, um filme fino que facilita a sorção do analito alvo sobre os eletrodos. Os polímeros têm sido utilizados para a detecção de vapor orgânico, porque apresentam absorção rápida e reversível de vapor e são fáceis de aplicar, graças a uma variedade de técnicas, como filmes finos sobre os eletrodos [35]. A camada de polímero pode ser escolhida de acordo com a sua afinidade a uma molécula particular ou a um conjunto de moléculas que se pretenda detectar. Vários sensores com diferentes camadas de polímero são utilizados para fazer uma matriz de sensores com objetivo de avaliar amostras de vapor orgânico complexas [36]. Estas matrizes de sensores podem ser parte principal

de sensores complexos normalmente conhecidos com nariz eletrônico [37]. Outra possibilidade é o uso de substratos flexíveis como elemento de detecção. Como exemplo, temos a utilização de poliamida [38] e folha de plástico [39] como elementos sensíveis e substratos.

Igreja e colaboradores desenvolveram um modelo teórico para estimar a capacitância dos eletrodos interdigitados a fim de melhorar a sua capacidade de detecção e explorar seus parâmetros geométricos [25]. Estes capacitores também foram simulados usando diferentes tipos de ferramentas computacionais. Alguns autores analisaram outras morfologias de interdigitados, como os eletrodos em serpentina [31], espirais e em anéis concêntricos com objetivo de aumentar a densidade das linhas de campo utilizando a mesma área de contato [40]. O estudo detalhado dessas estruturas tem como objetivo facilitar o projeto dos eletrodos na medida em que identifica os parâmetros que mais influenciam na sua sensibilidade. Além das diferentes morfologias, várias estratégias têm sido empregadas para aprimorar a sensibilidade e projetar de maneira mais adequada o sensor para sua aplicação, por exemplo, a deposição de uma camada seletiva através de compostos tais como zeólita para a detecção da humidade do ar ou de gases [41].

Quershi e colaboradores desenvolveram biossensores para detecção de marcadores de risco cardiovascular e de múltiplos biomarcadores utilizando matrizes de IDE fabricados em ouro [42]. A técnica é versátil e pode ser empregada para a detecção de níveis elevados de *Creactive protein*, uma proteína que em humanos pode indicar a inflamação cardíaca e levar o diagnóstico precoce de doença cardiovascular. O biossensor capacitivo pode também ser aplicado para a detecção de várias outras doenças, utilizando novos biomarcadores para o diagnóstico ou detecção de contaminantes ambientais [43].

Os eletrodos interdigitados também são capazes de detectar a concentração de diferentes tipos de fluidos. Em trabalho anterior conseguimos detectar a concentração de etanol diluído em água através de IDE fabricado em ouro sobre substrato de vidro, utilizando a técnica de ponte de impedâncias para o condicionamento de sinais do sensor [24]. A Figura 2-2 mostra a fotografia dos IDEs fabricados em ponte de impedância.

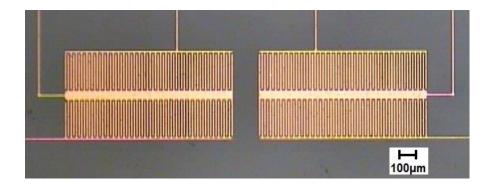


Figura 2-2 - Eletrodos interdigitados em forma de ponte de impedância.

2.3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Nesta seção serão apresentadas as definições para o entendimento da utilização dos eletrodos interdigitados como sensor químico e os conceitos básicos da espectroscopia de impedância necessários para esclarecer as aplicações dos IDEs.

2.3.1 Sensores químicos e bioquímicos

Os dispositivos de medição que utilizam reações químicas ou biológicas para detectar e quantificar um evento ou um analito específico são definidos como sensores químicos ou biossensores. Ainda, de acordo com o *National Materials Advisory Board*, os sensores químicos são instrumentos que determinam a presença ou a concentração de um dado analito [44].

Os sensores físico-químicos detectam propriedades de um fluido através da medição direta de fenômenos ou propriedades físicas sem a necessidade de interface bio-química para sorção das moléculas do fluido em análise. O aspecto mais atraente deste tipo de sensor é o seu projeto menos complexo, reduzindo assim seu tempo de desenvolvimento. Alguns sensores físico-químicos são seletivos enquanto outros não são. Neste último caso, são aplicadas técnicas preliminares de separação para atingir a seletividade necessária.

Neste trabalho, empregamos os eletrodos interdigitados para fabricar sensores químicos dotados de uma interface entre transdutor e analito. Neste caso, as moléculas do fluido em análise (analito alvo) aderem a um local de reconhecimento (um produto químico ou interface bioquímica), que está localizado sobre um transdutor. A interface geralmente é uma camada

seletiva quimicamente sensível. A aderência do fluido à camada faz com que a mudança da interface seja convertida em um sinal elétrico pelo transdutor. Posteriormente, um circuito eletrônico de condicionamento de sinais modifica a saída do transdutor em um sinal elétrico adequado.

2.3.2 Espectroscopia de Impedância

O estudo da impedância elétrica de um sistema ou de um material como função da frequência é chamado de espectroscopia de impedância. De uma maneira mais geral, essa técnica de medida consiste em colocar a amostra sob investigação entre dois eletrodos, aplicar um estímulo elétrico e observar a resposta resultante. Usualmente, utiliza-se uma tensão alternada do tipo senoidal como estímulo elétrico e observar-se as partes real e imaginária da impedância complexa em função da frequência, que pode variar na faixa de 10 µHz a 32 MHz [45], [46].

Em muitas áreas essa técnica tem sido utilizada como uma ferramenta analítica promissora [46]. A análise das propriedades de materiais aplicando sinal elétrico de diferentes frequências para avaliar o comportamento do sinal elétrico de saída, viabiliza aplicações importantes na medicina [47], biologia [48], engenharia de alimentos [49], [50], geologia [51], engenharia civil [52] e eletroquímica [53]. A espectroscopia de impedância eletroquímica também é utilizada no estudo de vários parâmetros físicos e químicos em líquidos, gases e sólidos, como condutividade, permissividade e propriedades interfaciais. Ainda, a espectroscopia de impedância aliada a microfluídica pode ser uma ferramenta muito útil e valiosa para a detecção de microrganismos em biochips [54].

A análise da impedância no espectro da frequência reflete características pertinentes do material em si: como condutividade, constante dielétrica, mobilidade de cargas, concentração de cargas, taxa de geração e recombinação de cargas e também reflete características pertinentes a interface entre o material e o eletrodo: como capacitância da região interfacial, coeficiente de difusão, injeção e acúmulo de carga. A interpretação dos resultados obtidos pode ser baseada no modelamento do sistema em circuitos equivalentes [55], no tratamento dos dados do ponto de vista macroscópico [56]–[58] ou na correlação das propriedades e comportamentos observados em sistemas microscópicos, seja no interior da amostra ou na sua interface [59]–[61].

Na maioria dos equipamentos comerciais, a impedância eletroquímica é realizada aplicando-se uma tensão senoidal em uma célula eletroquímica e, em seguida, medindo-se a corrente que atravessa a célula [62]. A resposta a esta tensão é um sinal de corrente alternada que pode ser analisada como uma soma de funções senoidais numa série de Fourier. Para simplificar a análise, aplica-se um sinal de excitação pequeno o suficiente de modo que a resposta da célula seja praticamente linear, isto é, a resposta de corrente será senoidal, com a mesma frequência, mas com atraso de fase, como exemplificado na Figura 2-3.

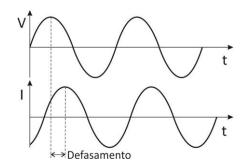


Figura 2-3 - Resposta da corrente senoidal em um sistema linear.

O sinal de excitação em tensão pode ser expresso como uma função do tempo, segundo a equação:

$$E_t = E_0 \operatorname{sen}(\omega t) \tag{1}$$

Sendo que E_t é o potencial no tempo t, E_0 é a amplitude do sinal, e ω é a frequência angular. A relação entre ω em radianos por segundo e a frequência de oscilação do sinal senoidal f em Hertz é:

$$\omega = 2\pi f \tag{2}$$

O sinal de resposta em corrente pode ser expresso como uma função do tempo deslocada de ϕ radianos, segundo a equação:

$$I_t = I_0 \operatorname{sen}(\omega t + \phi) \tag{3}$$

Através de uma expressão análoga à lei de Ohm pode-se calcular a impedância medida do sistema como:

$$Z = \frac{E_t}{I_t} = \frac{E_0 \operatorname{sen}(\omega t)}{I_0 \operatorname{sen}(\omega t + \phi)} = Z_0 \frac{\operatorname{sen}(\omega t)}{\operatorname{sen}(\omega t + \phi)}$$
(4)

Como resultado, obtemos a impedância Z expressa em termos da magnitude Z_0 e do deslocamento de fase ϕ . Ainda, utilizando a relação de Euler, podemos expressar a impedância em forma de número complexo, segundo a equação:

$$Z = Z_0(\cos\phi + j \sin\phi) \tag{5}$$

Se a parte real da impedância Z for plotada no eixo X e a parte imaginária no eixo Y de um gráfico, com a frequência variando de zero a infinito, tem-se o diagrama de Nyquist. Neste diagrama, representado na Figura 2-4, o conjunto de pontos resultantes da medida de impedância complexa é utilizado para modelagem RLC do sistema. A representação da parte imaginária no eixo Y é negativa e cada ponto na curva do gráfico representa a impedância em uma só frequência.

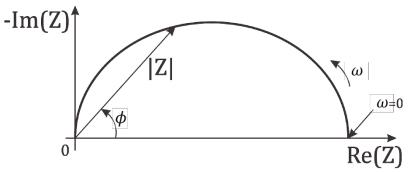


Figura 2-4 - Exemplo de diagrama de Nyquist.

Não se pode identificar a frequência para qualquer ponto do gráfico de Nyquist, por essa razão, nos pontos de interesse, a frequência deve ser explicitada, com por exemplo no ponto onde $\omega=0$. Além disso, a impedância em determinado ponto pode ser representada como um vetor de comprimento |Z| e ângulo de fase ϕ entre este vetor e o eixo X.

O gráfico de Nyquist da Figura 2-4 é resultado da análise do circuito elétrico da Figura 2-5. O semicírculo no diagrama de Nyquist é característica de uma única constante de tempo no circuito modelado.

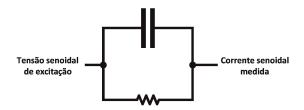


Figura 2-5 - Circuito equivalente com uma constante de tempo.

Outra maneira de apresentação da impedância complexa é através do diagrama de Bode. Neste diagrama a impedância é representada, no eixo *Y*, pelo seu módulo ou pela sua fase como função do logaritmo da frequência, no eixo *X*. Em geral dois gráficos de Bode, módulo e fase, são utilizados para facilitar a visualização dos dados. A Figura 2-6 possui os diagramas de Bode para o circuito apresentado na Figura 2-5.

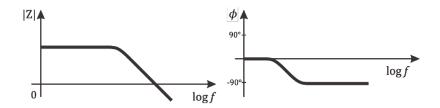


Figura 2-6 - Representação em módulo e fase do diagrama de Bode.

2.3.2.1 Modelamento de Processos Eletroquímicos

Alguns processos eletroquímicos da célula sob investigação possuem características que podem ser modeladas, para efeito de análise, por um componente elétrico convencional, como resistores, indutores e capacitores ou por um componente elétrico modificado como elemento de fase constante (EFC) e o elemento de *Warburg*. O principais elementos estão destacados abaixo [46].

Resistência do eletrólito - A resistência da solução é muitas vezes um fator significativo para a impedância de uma célula eletroquímica. Em uma solução iônica, a condutividade de uma solução depende da concentração iônica, dos tipo de íons, da temperatura, e da geometria da área na qual a corrente é transportada. Em uma área delimitada com área A e comprimento l conduzindo uma corrente uniforme, a resistência R é definida como:

$$R = \frac{l}{\kappa A} \tag{6}$$

Sendo que, κ é a condutividade solução dada em Siemens. O principal desafio no cálculo direto de condutividade da solução refere-se a determinação do percurso do fluxo de corrente e da geometria do eletrólito que transporta a corrente. Porém, ajustando os dados experimentais a um modelo elétrico, exemplificado na próxima seção, a condutividade pode ser calculada de maneira mais prática.

Capacitância de dupla camada - Uma dupla camada elétrica aparece na interface entre o eletrodo e o eletrólito circundante quando é aplicada uma tensão de polarização no eletrodo. Esta camada dupla é formada pois íons da solução são adsorvidos na superfície do eletrodo. O valor da capacitância de dupla camada depende de muitas variáveis: potencial elétrico, temperatura, concentração iônica, tipo de íon, camada de óxido, rugosidade do eletrodo e adsorção de impurezas. Eletricamente a capacitância de dupla camada é modelada como impedância Z_C do capacitor convencional devido a sua forte dependência com a tensão de polarização dos eletrodos.

$$Z_C = \frac{1}{j\omega C} \tag{7}$$

Resistência de polarização - Quando um eletrodo é polarizado, pode surgir uma corrente resultante de reações eletroquímicas que ocorrem na superfície do eletrodo. A intensidade da corrente é controlada pela cinética das reações e pela difusão dos reagentes no eletrodo. Nas células em que existe um potencial elétrico em circuito aberto, antes mesmo da polarização do eletrodo, esse potencial é controlado pelo equilíbrio entre as reações eletroquímicas catódicas e anódicas oferecem uma resistência de polarização ao sistema. O equilíbrio do potencial elétrico de circuito aberto com o potencial aplicado é chamado de potencial misto. Se o eletrodo se corroer ativamente, o valor da corrente para qualquer uma das reações é chamada de corrente de corrosão.

Resistência de transferência de carga - Uma resistência semelhante é formada por uma única reação eletroquímica, controlada cineticamente. Neste caso, não existe um potencial misto, mas sim uma única reação em equilíbrio. Esta reação de transferência de carga tem uma certa velocidade que depende do tipo de reação, da temperatura, da concentração dos produtos da reação e do potencial oferecendo uma resistência a passagem de corrente.

Difusão – a difusão das espécies no fluido pode criar uma impedância chamada de impedância *Warburg*. Esta impedância depende da frequência da tensão de excitação aplicada ao eletrodos.

Em altas frequências, a impedância Warburg é pequena, uma vez que difusão de reagentes se movem em distâncias curtas. Em baixas frequências, os reagentes tendem a se difundir mais, aumentando a impedância de Warburg. A equação para a impedância de Warburg Z_W para uma camada de difusão infinita pode ser expressa por [63]:

$$Z_W = \frac{\sigma}{\omega^{1/2}} + \frac{\sigma}{i\omega^{1/2}} \tag{8}$$

Sendo que, σ é o coeficiente de *Warburg* definido como [63]:

$$\sigma = \frac{RT}{n^2 F^2 A \sqrt{2}} \left(\frac{1}{C_{OX} \sqrt{D_{OX}}} + \frac{1}{C_{re} \sqrt{D_{re}}} \right) \tag{9}$$

No qual, \mathcal{R} é a constante dos gases, T é a temperatura, n é o número de elétrons envolvidos, F é a constante de Faraday, A é a área do eletrodo, C_{ox} é concentração do agente oxidante, D_{ox} é o coeficiente de difusão do oxidante, C_{re} é concentração do agente redutor, D_{ox} é o coeficiente de difusão do redutor. Em um diagrama de Nyquist a impedância Warburg aparece como uma linha diagonal com 45° de inclinação.

Esta equação para impedância *Warburg* só é válida quando a camada de difusão tem uma espessura infinita. Muitas vezes, no entanto, a camada de difusão é limitada e a impedância para frequências mais baixas não obedece à equação acima. Nestes casos, para uma camada finita, utiliza-se uma equação mais geral [63]:

$$Z_W = \frac{\sigma}{\omega^{1/2}} (1 - j) \tanh\left(\delta \left(\frac{j\omega}{D}\right)^{1/2}\right)$$
 (10)

Sendo que, δ é a espessura da camada de difusão, e D é o valor médio dos coeficientes de difusão das espécies envolvidas [46].

Capacitância de revestimento - um capacitor é formado quando duas placas condutoras são separados por um meio não condutor, chamado de dielétrico. O valor da capacitância depende do tamanho das placas, da distância entre as placas e das propriedades do dielétrico caso se tenha eletrodos de placas paralelas. Para os eletrodos interdigitados, a capacitância é calculada através de software de elementos finitos ou através de métodos analíticos como exemplificado na seção anterior deste trabalho.

Elemento de fase constante - capacitores muitas vezes não se comportam idealmente nos experimentos de espectroscopia de impedância. Comumente, estes capacitores são mode-

lados como elementos de fase constante (EFC). A impedância elétrica (Z_{EFC}) resultante deste elemento pode ser calculada pela equação:

$$Z_{EFC} = \frac{1}{(j\omega)^{\alpha}C} \tag{11}$$

Sendo que, C é a capacitância do elemento e α o coeficiente do EFC, que varia de 0,9 a 1. Existem várias teorias para o surgimento dos efeitos causados pelo elemento de fase constante: rugosidade da superfície, distribuição não uniforme, entre outras mas ainda se trata α como uma constante empírica.

Indutor virtual - A impedância de uma célula eletroquímica, por vezes, pode apresentar um comportamento indutivo. O comportamento indutivo é atribuído a formação de uma camada superficial condutora causada por espécies adsorvidas na superfície do eletrodo ou também, pode ser resultado de erros na medição, como a utilização de potenciostato em condições não ideais.

2.3.2.2 Circuito Equivalente

Os processos eletroquímicos descritos anteriormente podem ser hipoteticamente modelados por um circuito elétrico equivalente composto por componentes elétricos. Com a análise dos dados experimentais de um sistema eletroquímico é possível modelar o comportamento do sistema por um circuito composto por elementos passivos arranjados em série e paralelo, como resistores, capacitores, indutores, EFC e elemento de *Warburg* na descrição de fenômenos eletroquímicos [64].

O circuito equivalente mais simples encontrado em modelos de sistemas eletroquímicos é o da célula puramente capacitiva. Este modelo representa um par de eletrodos de metal coberto com um revestimento isolante formando uma impedância muito alta. O circuito equivalente da célula puramente capacitiva é ilustrada na Figura 2-7.



Figura 2-7 - Célula puramente capacitiva

O modelo inclui uma resistência devido ao eletrólito e uma capacitância de revestimento em série. O valor da resistência pode ser determinada pela intersecção da curva com o

eixo real no diagrama de *Nyquist*. A absorção de água pelo isolante geralmente é um processo bastante lento mas pode ser determinado realizando a espectroscopia em intervalos de tempo pré-determinados. O aumento na capacitância do filme é normalmente resultado da absorção de água [46].

O circuito equivalente mais comumente encontrado em modelos de sistemas eletroquímicos é o circuito elétrico da célula de *Randles* mostrado na Figura 2-8.

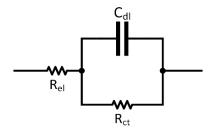


Figura 2-8 - Circuito elétrico equivalente para a célula de *Randles*.

Através destes circuito pode-se modelar comportamentos eletroquímicos como a resistência do eletrólito R_{el} , a capacitância de dupla camada C_{dl} e a resistência de transferência de carga R_{ct} .

No diagrama de Nyquist, a célula de Randles é representada por um semicírculo, como apresentado na Figura 2-4. Em altas frequências, a impedância de C_{dl} é muito baixa fazendo a impedância medida tender a R_{el} . Por outro lado, em frequências baixas a impedância de C_{dl} se torna muito alta e a medida de impedância tende para a soma das duas resistências. Desta forma, o diâmetro do semicírculo do diagrama de Nyquist equivale a resistência de transferência de carga e a capacitância de dupla camada é encontrada através da equação:

$$C_{dl} = \frac{1}{\omega_c R_{ct}} \tag{12}$$

Embora simples, esta célula tem grande utilidade no modelamento de sistemas mais complexos, pois serve como ponto de partida para a inserção de elementos que modelam efeitos conhecidos conforme o comportamento do sistema eletroquímico.

Para sistemas mais complexos, a análise dos elementos eletroquímicos pode ser feita através de modelos gerados a partir da análise das curvas extraídas. Este é um método simples e suficientemente preciso se auxiliado por métodos computacionais de regressão não-linear dos mínimos quadrados [65], [66]. Dentre os softwares mais conhecidos para o ajuste de curvas de espectroscopia de impedância estão o *ZView* e o *ZPlot* da *Scribner Associates* e o *LEVM/LEVMW* desenvolvido pelo professor James R. Macdonald da Universidade da Caroli-

na do Norte. O modelamento é consistente com o sistema físico quando o circuito equivalente do sistema eletroquímico é o mais simples possível mantendo o compromisso de se ajustar aos dados experimentais.

A técnica de espectroscopia de impedância é uma ferramenta analítica promissora e muito utilizada para o estudo e desenvolvimento de sistemas eletroquímicos. Ela torna possível a modelagem do sistema na medida em que correlaciona muitas variáveis das células eletroquímicas, como transporte de massa, velocidade de reações químicas, corrosão, propriedades do dielétrico, microestrutura de sólidos, entre outros sem a necessidade do cálculo ou conhecimento profundo de todos parâmetros da célula em análise. No entanto, podem existir ambiguidades na interpretação dos resultados experimentais devido ao uso de elementos ideais nos circuitos equivalentes que não representam adequadamente o comportamento microscópico das células [46].

3 PROJETO DO SENSOR CAPACITIVO

Este capítulo trata do método de modelamento analítico dos eletrodos interdigitados utilizado como base para o projeto da geometria do sensor capacitivo. O entendimento da influência de cada parâmetro geométrico através do método analítico facilita o desenvolvimento da melhor estrutura capacitiva para cada aplicação específica. A estrutura é refinada após a simulação computacional de elementos finitos apresentada no próximo capítulo.

3.1 MÉTODO ANALÍTICO

O método analítico utilizado como referência neste trabalho é baseado no modelo proposto por Rui Igreja e C. J. Dias [25]. O modelo apresenta expressões analíticas para a capacitância entre os dois eletrodos interdigitados com base no mapeamento conforme e de capacitância parcial em paralelo (CPP). Este modelo foi formulado para sensores que utilizam eletrodos com qualquer largura e espaço entre dígitos, e também para um dispositivo com várias camadas de filmes finos com espessuras e permissividade diferentes. Posteriormente, uma extensão do modelo foi publicada por Rui Igreja [67] para melhorar o cálculo da capacitância em dispositivos nos quais a permissividade pode diminuir de camada para camada. A extensão do modelo utiliza a técnica de capacitância parcial em série (CPS), e portanto, é mais adequado quando a relação entre a permissividade dos filmes empregados é menor 1 ($\varepsilon_1/\varepsilon_2<1$), sendo que ε_1 é a permissividade do filme de proteção e ε_2 é a permissividade do filme ativo.

A estimativa da capacitância é realizada através dos seguintes parâmetros: permissividade elétrica relativa (ou constante dielétrica) dos materiais utilizados ε_r , o comprimento dos dígitos L, largura W, espaço entre os dígitos G e espessura do filme fino h. A Figura 3-1 identifica alguns dos parâmetros geométricos no leiaute dos eletrodos interdigitados.

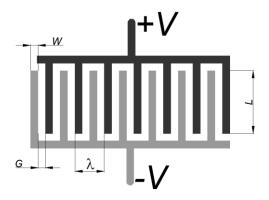


Figura 3-1 - Parâmetros geométricos.

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

$$\lambda = 2(W + G) \tag{13}$$

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

$$\eta = \frac{W}{W+G} = \frac{2W}{\lambda} \tag{14}$$

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

$$r = \frac{h}{\lambda} \tag{15}$$

Considerando que os eletrodos internos estão sempre carregados com tensões opostas, podemos imaginar um plano de equipotencial zero entre eles, como mostra a Figura 3-2:

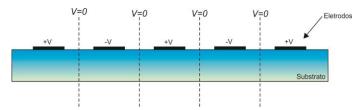


Figura 3-2 - Seção transversal dos eletrodos interdigitados destacando planos equipotenciais com V=0

O comprimento dos eletrodos é considerado infinito já que, a distância G entre eles é geralmente muito pequena em relação ao seu comprimento. A capacitância para uma camada superior é calculada fazendo a análise da malha para a capacitância superior, como mostrado na Figura 3-3. Sendo que, C_E e C_I representa o valor para a capacitância devido aos eletrodos externos e internos, respectivamente.

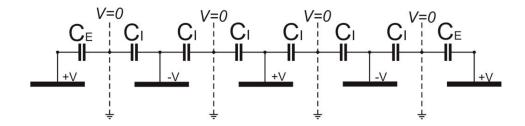


Figura 3-3 - Associação de capacitâncias internas e externas.

Considerando estruturas com mais de três eletrodos a capacitância superior total (C_{st}) é calculada por [24]:

$$C_{st} = (N-3)\frac{c_I}{2} + 2\frac{c_I c_E}{c_I + c_E}$$
 (16)

Sendo que *N* é o número de eletrodos. O cálculo da capacitância devido ao plano inferior (substrato) é feita de forma análoga e depois somada à capacitância do plano superior.

3.1.1 Técnica da Capacitância Parcial Paralela

Utilizando a técnica da capacitância parcial pode-se calcular a capacitância total do plano superior de um sensor com mais de uma camada dielétrica finita com valores de permissividade decrescente a medida que se afasta do plano do sensor [67]. As espessuras das camadas dielétricas podem possuir diferentes espessuras como mostrado na Figura 3-4.

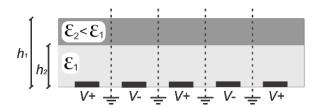


Figura 3-4 - Camadas com valores de permissividade decrescente sobre os eletrodos.

Vários autores têm utilizado essa técnica que, apesar de incorporar algumas aproximações, seus resultados tem sido bastante precisos [68]–[71]. Para um sensor com duas camadas a capacitância paralela total é a soma das capacitâncias parciais:

$$C_{up} = C_{h=\infty} + (\varepsilon_1 - 1)C_{h1} + (\varepsilon_2 - \varepsilon_1)C_{h2}$$
(17)

Sendo que, C_{up} é a capacitância total do plano superior do capacitor e C_h é a capacitância de uma camada, que depende da sua altura e da geometria do eletrodo (interno ou externo). Neste modelo, assume-se a condição de contorno de Neumann [67]:

$$\frac{\partial \Phi}{\partial \eta} = 0 \tag{18}$$

Sendo que, Φ é o potencial elétrico de Neumann e η é o vetor normal a superfície das camadas dielétricas. Assim, a contribuição da permissividade relativa da camada superior pode ser calculada como a diferença das permissividades das camadas dielétricas [67].

3.1.2 Técnica da Capacitância Parcial Serial

Utilizando a técnica da capacitância parcial serial pode-se também calcular a capacitância do plano superior para um sensor com mais de uma camada dielétrica finita com permissividades que aumentam a medida que se afasta do plano do sensor como mostrado na Figura 3-5.

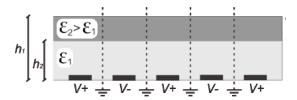


Figura 3-5 - Camadas com valores de permissividade crescente sobre os eletrodos.

A capacitância total é a soma das capacitâncias parciais em série:

$$C_{us} = \frac{1}{C_{h=\infty}} + \left(1 - \frac{1}{\varepsilon_1}\right)C_{h1} + \left(\frac{1}{\varepsilon_1} - \frac{1}{\varepsilon_2}\right)C_{h2}$$
(19)

Sendo que, C_{us} é a capacitância série total do plano superior do capacitor e C_h é a capacitância de uma camada, que depende da sua altura e da geometria do eletrodo. Neste caso, o campo elétrico próximo à superfície da interface entre duas camadas dielétricas tende a ser normal à interface. Pode-se, assim, assumir a condição de contorno de Dirichlet onde o potencial elétrico Φ é considerado constante [67].

3.1.3 Técnica do Mapeamento Conforme

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

$$C_I = \varepsilon_0 \varepsilon_r L \frac{K(k_I)}{K(k_I)} \tag{20}$$

Sendo que, ε_0 é a permissividade do vácuo, L o comprimento dos eletrodos, $K(k_I)$ a integral elíptica de primeira ordem com módulo k e $K(k'_I)$ a integral elíptica de primeira ordem com o módulo complementar k'. Para a capacitância externa temos:

$$C_E = \varepsilon_0 \varepsilon_r L \frac{K(k_E)}{K(k_E')} \tag{21}$$

O passo a passo para o cálculo do mapeamento conforme de C_I e de C_E é indicado na Tabela 1. As equações para a condições de contorno de Dirichlet utilizada na CPS e as equações para a condição de contorno de Neumann utilizada no cálculo da CPP estão destacadas na tabela. Os detalhes matemáticos da construção do mapeamento conforme podem ser obtidos nas referências [25], [67], [72].

Tabela 1 - Equações necessárias para o cálculo de C_I e C_E [25].

	Eletrodos internos	Eletrodos externos
Para uma camada finita	$C_I = \varepsilon_0 \varepsilon_r L \frac{K(k_I)}{K(k'_I)}$	$C_E = \varepsilon_0 \varepsilon_r L \frac{K(k_E)}{K(k'_E)}$
	$k'_I = \sqrt{1 - k_I^2}$	$k'_E = \sqrt{1 - k_E^2}$
	$k_I = t_2$ (CPS);	$k_E = \sqrt{\frac{t_4 - t_3}{t_4 - 1}} (\mathbf{CPS});$
	$k_I = t_2 \sqrt{\frac{t_4^2 - 1}{t_4^2 - t_2^2}} $ (CPP)	$k_E = \frac{1}{t_3} \sqrt{\frac{t_4^2 - t_3^2}{t_4^2 - 1}} $ (CPP)
	$t_2 = sn(K(k)\eta, k)$	$t_3 = \cos h \left(\frac{\pi(1-\eta)}{8r} \right) (CPS);$
		$t_3 = \cos h \left(\frac{\pi(1-\eta)}{8r} \right) (\mathbf{CPP})$
	$t_4 = \frac{1}{k}$	$t_4 = \cos h \left(\frac{\pi(\eta + 1)}{4r} \right) (CPS);$
	· k	$t_4 = \cos h \left(\frac{\pi(\eta + 1)}{8r} \right) (\mathbf{CPP})$
	$k = \left(\frac{v_2(0,q)}{v_3(0,q)}\right)^2$	
	$q = exp(-4\pi r)$	

Para uma camada infinita	$C_I = \varepsilon_0 \varepsilon_r \frac{K(k_{I\infty})}{K(k'_{I\infty})}$	$C_E = \varepsilon_0 \varepsilon_r \frac{K(k_{E\infty})}{K(k'_{E\infty})}$	
	$k_{I\infty} = \sin\left(\frac{\pi}{2}\eta\right)$	$k_{E\infty} = rac{2\sqrt{\eta}}{1+\eta}$	

Sendo que, v_2 e v_3 são funções teta de Jacobi e sn(z,k) é a função elíptica de Jacobi de módulo k.

Capacitância interna e externa do sensor

O sensor desenvolvido neste trabalho possui apenas uma camada de proteção de PDMS acima dos eletrodos. Assim, a capacitância interna total do sensor interdigitado (IDS) é dado pela soma da parcela da capacitância no ar $C_{I,AR}$, na camada protetora de SiO₂ $C_{I,1}$ e no substrato $C_{I,S}$.

$$C_{LIDS} = C_{LAR} + C_{L1} + C_{LS} (22)$$

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

$$C_{I,IDS} = \varepsilon_0 L \left(\frac{K(k_{I\infty})}{K(k'_{I\infty})} + (\varepsilon 1 - 1) \frac{K(k_{I,1})}{K(k'_{I,1})} + \varepsilon_S \frac{K(k_{I\infty})}{K(k'_{I\infty})} \right)$$
(23)

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

$$C_{E,IDS} = \varepsilon_0 L \left(\frac{K(k_{E\infty})}{K(k'_{E\infty})} + (\varepsilon 1 - 1) \frac{K(k_{E,1})}{K(k'_{E,1})} + \varepsilon_S \frac{K(k_{E\infty})}{K(k'_{E\infty})} \right)$$
(24)

Capacitância total do sensor

A associação de capacitâncias internas e externas com mostrado na Figura 3-3 é utilizada para o cálculo da capacitância total do sensor (C_{IDS}):

$$C_{IDS} = (N-3)\frac{c_{I,IDS}}{2} + 2\frac{c_{I,IDS}c_{E,IDS}}{c_{I,IDS} + c_{E,IDS}}$$
(25)

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

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

3.2 MORFOLOGIA DOS ELETRODOS

A contribuição de cada parâmetro geométrico (taxa de metalização, largura dos dígitos, comprimento dos dígitos, comprimento de onda do sensor e altura do filme de proteção), segundo o método analítico apresentado anteriormente, foi utilizada como guia para o projeto das morfologias do eletrodos. Os leiautes foram desenvolvidos em software de *CAD 2D* e posteriormente refinados por simulação utilizando o método de elementos finitos (FEM). As simulações *FEM* serão abordadas no Capítulo 4. Esta metodologia permite ajustar o projeto às especificidades de cada aplicação.

3.2.1 Eletrodos Interdigitados Convencionais

A estrutura básica dos eletrodos interdigitados é apresentada na Figura 3-6. Esta é a estrutura utilizada na maioria das aplicações descritas na literatura até então. O modelamento matemático apresentado anteriormente foi desenvolvido para essa estrutura.

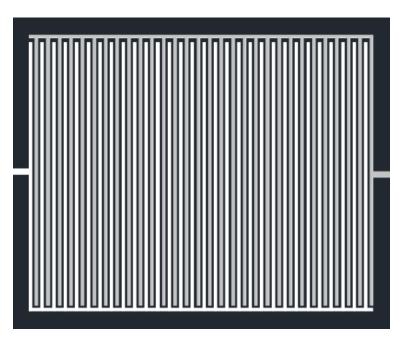


Figura 3-6 - Leiaute do Eletrodo Interdigitado convencional (IDE).

3.2.2 Eletrodos em Forma de Serpentina (SRE)

O trabalho de Rivadeneyra [31] indica uma nova estrutura que mescla a estrutura interdigitada com a serpentina, como pode ser observado na Figura 3-7. A estrutura, chamada de *Sepentine electrode* ou eletrodos em forma de serpentina (SRE), foi projetada com o objetivo de aumentar o valor da capacitância total mantendo área utilizada pelos eletrodos. Por consequência, o sensor que utiliza essa estrutura possui maior sensibilidade à permissividade do meio sem necessidade de ocupar uma área maior no dispositivo [31].

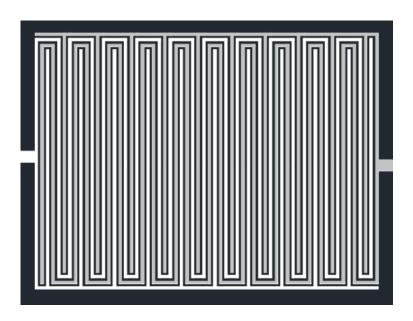


Figura 3-7 - Leiaute do Eletrodo em forma de Serpentina (SRE).

3.2.3 Eletrodos em Forma de Anel

Apresentamos uma alternativa ao trabalho de Rivadeneyra utilizando eletrodos interdigitados em forma de anel, chamados de *Ring-Shaped Electrodes* ou eletrodos em forma de anel (RSE), para aprimorar ainda mais a capacitância por área. Estrutura similar aos RSE foram utilizadas para avaliação da mistura de concreto [73]. No entanto, sua caracterização, comparação e utilização como estrutura de alta relação capacitância por área foi relatada pelo nosso trabalho apresentado em [40].

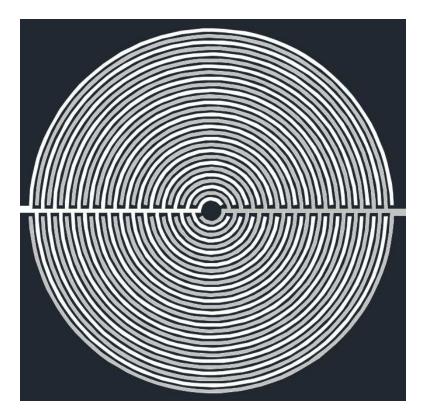


Figura 3-8 – Leiaute do Eletrodo em forma de Anel (RSE).

Devido à geometria circular, os RSE diminuem a dispersão do campo elétrico que acontece nas quinas das geometrias retangulares. Isto resulta em um melhor aproveitamento da região ocupada pelos eletrodos uma vez que o campo elétrico fica confinado à área de interesse. Além disso, os RSE possibilitam maior uniformidade na distribuição do analito em aplicações que envolvem gotejamento de camada sensível (a exemplo da zeólita) ou no gotejamento do fluido a ser analisado (análise em batelada).

3.3 CONCLUSÕES PARCIAIS

O entendimento da contribuição de cada parâmetro geométrico para a capacitância total do interdigitado é fundamental para o projeto da estrutura interdigitada de cada aplicação, pois a capacitância total influencia diretamente na sensibilidade e na profundidade sensível em relação ao plano do sensor. Esse entendimento inicia com o método analítico matemático proposto por Rui Igreja [25], [67] e é a base para os leiautes apresentados na seção 3.2.

A altura de sensibilidade e a área ocupada são os parâmetros mais importantes para adequar o projeto a sua aplicação. Através do método analítico tem-se uma noção da geometria necessária e, com ajuda da simulação por elementos finitos, consegue-se fazer o refina-

mento desejado ao projeto. Conforme será constatado na simulação numérica e nos resultados experimentais, os eletrodos em forma de anel apresentam maior capacitância por área ocupada.

4 SIMULAÇÃO DO SENSOR CAPACITIVO

As simulações a seguir foram realizadas com objetivo de compatibilizar a geometria projetada com a aplicação desejada. Ainda, a simulação fornece uma estimativa dos parâmetros elétricos esperados para o sensor fabricado facilitando o projeto prévio do circuito de condicionamento de sinais.

4.1 SIMULAÇÃO DOS IDE, SRE E RSE

Alguns estudos têm sido desenvolvidos para incrementar a relação de capacitância por área dos eletrodos interdigitados [31]. Com o aumento da capacitância, a sensibilidade de um dispositivo baseado em eletrodos interdigitados também aumenta desde que o analito se mantenha dentro da área sensível. Assim, o tamanho do dispositivo pode ser reduzido enquanto o valor da sensibilidade é mantida constante. Uma característica desejada em dispositivos microfabricados, em especial em sistemas microfluídicos.

Visto essa necessidade, conduzimos um estudo de como a mudança da morfologia dos IDE pode influenciar na sua capacitância total e, portanto, a sensibilidade do sensor capacitivo. Realizou-se a análise de três arranjos de interdigitados e o estudo de como as principais variáveis geométricas (relacionadas na Tabela 2) influenciaram na capacitância total. As morfologias foram simuladas utilizando o software de elementos finitos: *COMSOL Multiphysics* (*Comsol Inc.*). Este software, com base em equações diferenciais parciais e com o método dos elementos finitos tem sido utilizado na literatura para calcular a distribuição do campo de potencial elétrico.

Os principais parâmetros geométricos analisados são o comprimento do eletrodo, a distância entre os eletrodos, a largura do eletrodo (mantida sempre como mesmo valor da distância entre eletrodos), a espessura dos eletrodos e o número de dígitos. As propriedades elétricas do substrato e da camada sobre os eletrodos também são incluídos no simulador. Devido às diferenças entre as dimensões verticais e horizontais (milímetros para micrômetros) aplicamos o método de extrapolação apresentado no trabalho de Rivadeneyra [74]. Realizar a simulação com as dimensões reais exige um enorme esforço computacional. Portanto, modifica-se a espessura do filme fino para uma fração da largura do dígito e posteriormente traça-se

uma curva que, extrapolada, revela o resultado para as dimensões reais da estrutura simulada. O método é crítico para reduzir o tempo total de simulação.

A fabricação dos eletrodos e a caracterização elétrica final foi realizada e comparada com os resultados simulados. Posteriormente, desenvolvemos aplicações para os sensores baseados na morfologia com maior relação de sensibilidade por área.

4.1.1 Estudo da morfologia dos interdigitados

Segundo o trabalho de Rivadeneyra [31], a geometria convencional dos eletrodos interdigitados pode ser aprimorada para fornecer uma maior sensibilidade final ao sensor mantendo a mesma área ocupada. A estrutura proposta por Rivadeneyra foi aprimorada neste trabalho através de simulação e comprovada experimentalmente após a fabricação e caracterização da estrutura proposta.

Os eletrodos interdigitados convencionais (IDE), os eletrodos em forma de serpentina (SRE) [31] e os eletrodos em forma de anel (RSE) foram simulados e fabricados em diferentes dimensões e comparados após caracterização elétrica. Por fim, estabelecemos uma relação de capacitância por área para cada dispositivo e relacionamos cada parâmetro com a taxa de crescimento da capacitância total. Na Figura 4-1 pode-se observar o desenho simplificado de cada estrutura.

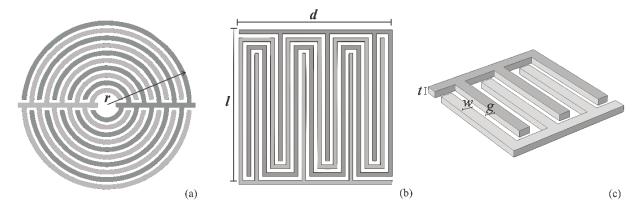


Figura 4-1 - Geometrias estudadas na simulação: (a) RSE, (b) SRE, (c) IDE.

Efetuamos diferentes simulações numéricas comparando a capacitância do IDE, SRE e do RSE nas quais alguns parâmetros foram mantidos constantes, tais como distância entre dígitos, área de superfície e materiais de fabricação. Existem múltiplos fatores geométricos que podem ser variados nas simulações, mas por uma questão de clareza, nos concentramos

em alguns deles, mantendo o resto fixo. Uma vez que o objetivo é manter reduzida a área da superfície de eletrodos, definimos diferentes larguras e distâncias entre os dígitos das estruturas levando em conta que a menor distância segura para o nosso processo de fabricação é de 10 µm. Portanto, utilizou-se o número, comprimento e largura dos dígitos e a espessura do filme de metal depositado como parâmetros de simulação. As linhas de campo de potencial elétrico devido à polarização do RSE com 10 dígitos aparecem no gráfico de estilo multicorte da Figura 4-2.

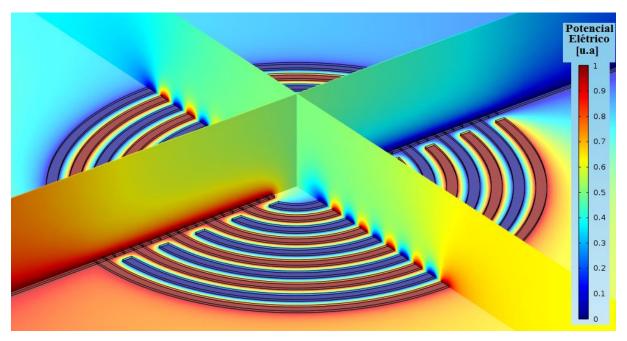


Figura 4-2 - Distribuição do campo de potencial elétrico na superfície do RSE.

A Tabela 2 é um resumo dos parâmetros geométricos utilizados para a simulação. As estruturas fabricadas para cada tipo de eletrodo, SRE, IDE e RSE, foram desenhadas com três distâncias entre dígitos (10μm, 20μm e 50μm), mas o número de eletrodos e a espessura do filme fino de metal foi mantida constante.

Tabela 2 - Parâmetros geométricos dos eletrodos simulados.

Parâmetros	Tipo de eletrodo		do	Docericão
Parametros	RSE	SRE	IDE	Descrição
W	10-50μm	10-50μm	10-50μm	Largura do dígito
G	10-50μm	10-50μm	10-50μm	Distância entre dígitos
h_m	2-10μm	2-10μm	2-10μm	Espessura do filme metálico
l	600-800μm	600-800μm	=	Comprimento da estrutura
d	600-800μm	600-800μm	-	Largura da estrutura
r	-	-	0.6-3.02mm Raio externo da estrutura	
n	20-50	20-50	20-50	Número de eletrodos

O primeiro resultado importante mostra que a capacitância do RSE foi a mais alta em todas as comparações. Por exemplo, simulando o capacitor com $w = 10\mu m$, $h_m = 2\mu m$ e 20 eletrodos obtemos 2,466pF para RSE enquanto a capacitância para o SRE foi 2,444pF e a capacitância do IDE foi 2,436pF. O aumento de capacitância de 30fF entre o RSE e o IDE é significativo pois as variações de capacitância nas aplicações propostas ocorrem na ordem de unidades de femto Faraday. Considerando que os eletrodos são utilizados como transdutores capacitivos, o fato de o RSE apresentar, por sua geometria, maior capacitância que em outras estruturas significa que a sensibilidade do sensor será sempre maior usando a mesma área. Isto é, com o aumento da capacitância a sensibilidade aumentará proporcionalmente. Depois disso, relacionamos cada parâmetro geométrico com a taxa de crescimento da capacitância.

A influência da largura dos eletrodos (10 a 50 μm) com uma relação de largura de eletrodo pela espessura do filme fino de metal de 5 para 1 foi utilizada para avaliar o RSE, SRE e IDE com 20 dígitos. Os resultados mostraram uma taxa de 161,1fF para cada micrometro adicionado à largura dos eletrodos para o RSE, uma taxa de 160,7fF/μm para o SRE e 159,3fF/μm para o IDE. Lembrando que a área de superfície de cada estrutura foi mantida a mesma para cada largura de eletrodo.

A contribuição do comprimento do eletrodo (400 a 800μm) foi avaliado para o IDE e o SRE com 20 dígitos e 10μm de largura de eletrodo. Os resultados mostraram a inclinação de 4,99fF/μm para o SRE e 4,74fF/μm para o IDE.

Realizou-se também o estudo da contribuição do números de dígitos em cada estrutura. Os resultados são apresentados na Figura 4-3, uma vez que esta contribuição é não-linear.

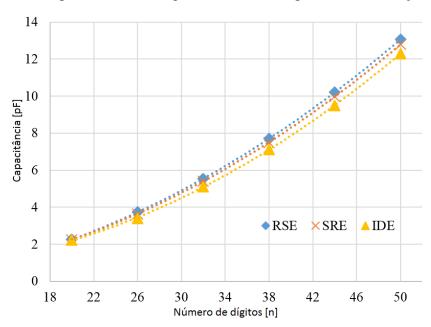


Figura 4-3 - Contribuição do número de dígitos para a capacitância total.

4.1.2 Verificação Experimental dos Resultados da Simulação

As simulações computacionais são importantes na medida que facilitam e agilizam o projeto de novas estruturas e a extração de suas características elétricas. No entanto, a modelagem e os parâmetros de simulação escolhidos devem ser compatíveis com o sistema real. Para verificar se a simulação estava adequada, foi realizada uma comparação entre os valores simulados com a caracterização elétrica dos eletrodos previamente fabricados. O processo de fabricação e o aparato de caracterização serão detalhados no Capítulo 5.

O valor da capacitância foi extraído com a ponte LCR *HP 4284A* na frequência de 100kHz e amplitude de 1V. As medidas foram tomadas dentro de câmara climática para manter a umidade em 50%Rh e a temperatura em 25°C. Os valores simulados e medidos são compatíveis conforme mostra a Tabela 3.

A maior diferença entre a capacitância simulada e medida é de 12%. Essa diferença está associada às conexões entre a ponte LCR e os contatos dos eletrodos, que não foram levados em consideração nas geometrias simuladas, além da variabilidade no processo de fabricação.

Tabela 3 - Comparação entre a capacitância obtida por simulação e experimentalmente.

Langua da dígita (um)	Simulação numérica (fF)		
Largura de dígito (µm)	RSE	SRE	IDE
10	2466	2444	2436
20	4090	4065	4034
50	8912	8872	8809
	Medida experimental (fF)		
	RSE	SRE	IDE
10	2233	2214	2192
20	4295	4267	4241
50	10538	9998	9711

4.1.3 Discussão

A geometria do RSE faz com que as linhas de campo se concentrem mais próximo da superfície do eletrodo. Com essa característica, o sensor RSE fica imune a variações de permissividade para distâncias de cerca de metade de comprimento de onda do sensor, isto é,

distância de duas vezes a largura de dígito. Um efeito desejável para manter a sensibilidade confinada às dimensões de um microcanal, porém deve-se utilizar um filme de passivação fino o suficiente para não reduzir drasticamente a sensibilidade do sensor RSE.

Em todos os cenários a morfologia do RSE apresentou maior capacitância quando comparado ao SRE e ao IDE. Apesar do baixo aumento relativo de capacitância, a sensibilidade pode ser aumentada consideravelmente após a deposição de filmes sensíveis, como relatado em trabalho que estuda a deposição de filme fino de zeólita para monitoramento da umidade de ar [40]. Além disso, o RSE apresenta uma geometria que permite um melhor aproveitamento de sua área em aplicações que necessitam de gotejamento da substância em análise ou de substâncias seletivas sobre os eletrodos para a funcionalização do sensor.

4.2 SIMULAÇÃO DO IDE PARA ESPECTROSCOPIA DE IMPEDÂNCIA

Desenvolvemos também um eletrodo interdigitado para ser acoplado ao circuito integrado projetado por Erasmo Chiappetta [75]. A análise de elementos finitos foi realizada com o software de simulação *CST EM Studio* da *Computer Simulation Tecnology*. Na Figura 4-4 a micrografia da estrutura simulada é apresentada. O processo de fabricação será detalhado nas seções subsequentes.

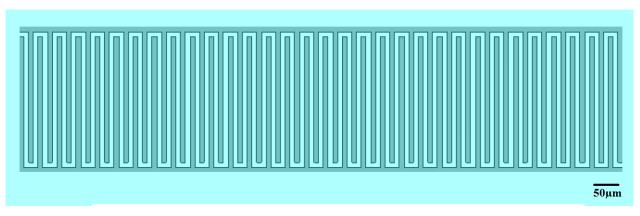


Figura 4-4 - Eletrodos interdigitados convencionais simulados.

Com esta ferramenta computacional foi possível analisar a capacitância e a resistência entre os eletrodos independentes microfabricados sobre o vidro. As simulações foram realizadas para obter a capacitância dos eletrodos quando estão sob materiais com permissividade relativa ε_r variando entre 25 a 80. Esses valores simulam a permissividade do ar com umidade crescente até a total imersão do eletrodos em água ($\varepsilon_r = 80$). Os parâmetros dos materiais utilizados são apresentados na Tabela 4:

<u> l'abela 4 - Permissividade relativa dos materiais utilizados na simula</u>		
Material	Permissividade Relativa (ε _r)	
Substrato de vidro	4,82	
Proteção de SU-8	5,00	
Substância sobre eletrodos	25 - 80	

A capacitância alvo para o projeto do sensor é de 2pF para adequação do eletrodo com o circuito de condicionamento de sinais. O gráfico da Figura 4-5 apresenta os resultados da simulação da capacitância total em função da permissividade relativa da substância sobre os eletrodos.

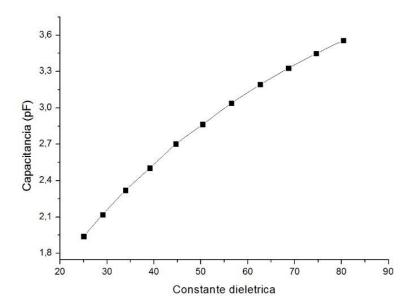


Figura 4-5 – Simulação da capacitância total em função da constante dielétrica da substância sobre o eletrodo.

A geometria do eletrodo simulado satisfez as necessidades do projeto, uma vez que a variação da capacitância, de 1,94pF a 3,56pF, se aproxima da capacitância alvo de 2pF. A área ocupada pelo sensor é de 0,35mm² com largura de 270μm e comprimento de 1280μm, totalizando 64 eletrodos.

4.3 CONCLUSÃO PARCIAL

As simulações têm grande importância no desenvolvimento do desenho, para compatibilização dos eletrodos com a aplicação desejada, e na extração das características elétricas das estruturas para o desenvolvimento do circuito de condicionamento de sinais do sensor.

As novas geometrias como os SRE e os RSE não possuem modelagem matemática descrita na literatura e, portanto, dependem da simulação de elementos finitos como forma de avaliar de maneira mais prática suas características elétricas.

5 FABRICAÇÃO DO SENSOR CAPACITIVO

As técnicas de fabricação descritas neste capítulo são utilizadas em todas as aplicações que envolvem eletrodos interdigitados. Algumas particularidades na fabricação são necessárias para adequar o sensor em certas aplicações. Quando existirem, as particularidades serão apresentadas dentro da seção que trata da aplicação no Capítulo 7.

O processo inicia com a gravação das fotomáscaras, segue com a preparação do substrato de vidro em capela química; com a fotolitografia das estruturas em sala limpa; e, finalmente, com a metalização em *sputtering*.

O processo de fabricação do sistema sensor foi realizado no laboratório de microfabricação do LNLS (Laboratório Nacional de Luz Síncrotron), no Centro de Componentes Semicondutores da Unicamp (CCSnano) e no Laboratório Multiusuário do Instituto de Física da Unicamp (LAMULT).

5.1 FOTOMÁSCARA

A fabricação dos eletrodos tem início com a produção de máscaras de alta resolução. O desenho dos eletrodos em software de *CAD 2D* é transferido para os substratos de lâmina de vidro polido e as fotomáscaras virgens (*Blank Masks*) comerciais com baixa densidade de falhas. As máscaras virgens com substrato de soda lime e filme de óxido de cromo foram obtidas na *Ulvac Coating Corporation* [76]. Os desenhos dos eletrodos foram transferidos para a máscara através de fotolitografia de escrita direta de alta resolução utilizando a μ*PG 101* da *Heidelberg Instruments* [77]. Os seguintes passos foram utilizados para confecção da máscara:

- 1. Limpeza orgânica da máscara virgem;
- 2. Deposição de fotoresiste AZ 5206;
- 3. Exposição na µPG 101;
- 4. Revelação com *MIF 300* (Metal Ion Free);
- 5. Corrosão do cromo:
- 6. Limpeza orgânica.

Na Figura 5-1 é apresentada a imagem de um dos conjuntos de fotomáscaras produzida.

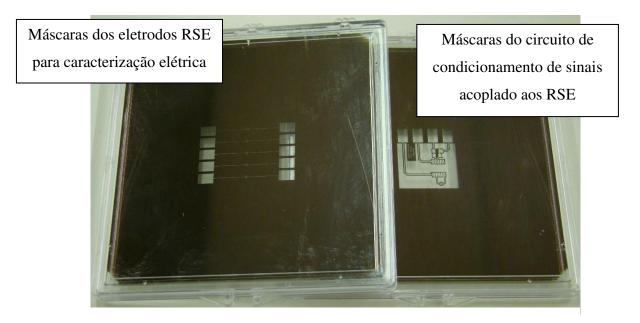


Figura 5-1 - Conjunto de fotomáscaras dos eletrodos interdigitados.

5.2 PREPARAÇÃO DO SUBSTRATO

Lâminas quadradas de vidro lisas e polidas de dimensões 5×5×0,9cm da *Perfecta Lab* [78] foram utilizadas como substrato para receber os eletrodos interdigitados. A limpeza do substrato virgem segue os passos:

- 1. Ultrassom em água DI por 10 minutos;
- 2. Imersão em solução de H₂O, NH₄OH E H₂O₂ em proporção de 5:1:1 por 15 minutos e temperatura de 80°C;
- 3. Imersão em água DI;
- 4. Imersão em solução de H₂SO₄ 10% em volume;
- 5. Imersão em água DI;
- 6. Enxague em água DI corrente;
- 7. Secagem com jato de nitrogênio.

Após a preparação do substrato, o processo de fabricação dos eletrodos continua com a deposição de fotoresiste para replicação dos desenhos em diversas lâminas.

5.3 FOTOLITOGRAFIA

Antes da deposição do fotoresiste AZ 5206 da AZ Microelectronics [79], o substrato deve ser preparado para melhorar sua aderência. O procedimento inclui:

- 1. Secagem em placa quente a 120°C por 30 minutos;
- 2. Resfriamento em temperatura ambiente por 15 minutos;
- Deposição do promotor de aderência HMDS em spinner a 2000rpm por 45 segundos;

O procedimento de deposição do fotoresiste foi guiado pelo processo descrito no seu *datasheet* [79], porém alguns ajustes conforme às particularidades das instalações do laboratório CCSnano foram necessários. Segue procedimento utilizado:

- 1. Deposição do AZ 5206 em *spinner* a 2000rpm por 45 segundos;
- 2. Softbake em placa quente a 90°C por 60 segundos;
- 3. Exposição por 20 segundos na fotoalinhadora *MJB-3 UV400* da *Karl Suss* [80] com potência fixada em 190mW;
- 4. Revelação por imersão em MIF 300 por 60 segundos;
- 5. Postbake em placa quente por 30 minutos a 120°C.

5.4 METALIZAÇÃO

A metalização é um passo crítico uma vez que a aderência do metal deve ser adequada para suportar a soldagem de componentes eletrônicos discretos do circuito de condicionamento de sinais do sensor. Filmes finos de níquel-cromo e paládio foram utilizados para melhorar a aderência do ouro ao vidro. O processo de deposição de metal realizado em *sputtering* seguiu as etapas:

- Deposição de liga de Níquel-Cromo (Ni-Cr) com aquecimento do substrato a 100°C até a espessura de 500 Å;
- 2. Deposição de Paládio (Pd) em temperatura ambiente até a espessura de 300 Å;
- 3. Deposição de Ouro (Au) em temperatura ambiente até a espessura de 1000 Å;
- 4. Lift-off para remoção do excesso de metal;
- 5. Limpeza orgânica.

As três camadas metálicas garantem uma melhor aderência e resistência a alta temperatura (400°C) do processo de soldagem.

Finalmente, a sequência do processo de metalização dos eletrodos é ilustrada na Figura 5-2.

Substrato (a) Aplicação de fotoresiste (b) Fotolitografia (c) Deposição de metal (d) Lift-off (e)

Figura 5-2 - Processo de metalização dos eletrodos: (a) limpeza do substrato de vidro polido; (b) aplicação de fotoressiste AZ5406; (c) transferência do desenho da fotomáscara para o fotoresiste; (d) metalização da amostra por *sputtering*; (e) remoção do excesso de metal com a técnica de lift-off.

Depois da limpeza orgânica os eletrodos são inspecionados por microscópio óptico e testados eletricamente a fim de verificar a existência de curto-circuito, de falhas na metalização ou baixa resistência entre os dígitos. Na Figura 5-3 são mostrados os eletrodos fabricados com sucesso conforme inspeção visual no microscópio.

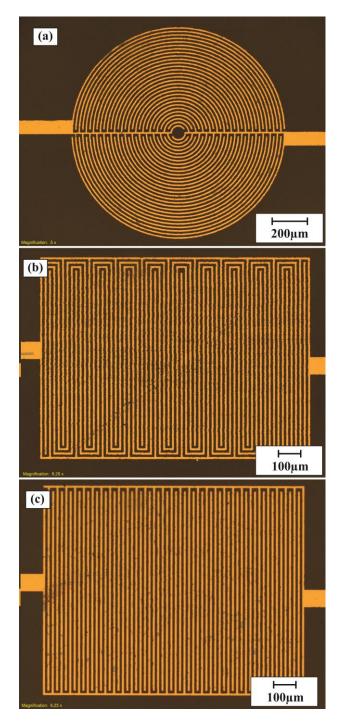


Figura 5-3 - Detalhe dos eletrodos fabricados: (a) RSE, (b) SRE e (c) IDE.

6 INSTRUMENTAÇÃO DO SENSOR CAPACITIVO

Visando a portabilidade do sistema sensor, desenvolvemos um circuito eletrônico embarcado para condicionar o sinal proveniente do eletrodo. O circuito condicionador possui três partes principais: o conversor analógico digital *AD 7746* [81] que transforma o valor medido de capacitância nos eletrodos em sinal digital utilizando o protocolo I_2C ; o microcontrolador *MSP430* da *Texas Instruments* [82] que realiza a configuração, leitura e préprocessamento dos dados recebidos e enviados ao rádio; e o transceptor *CC2500* também da *Texas Instruments* que faz a comunicação entre os módulos do sensor e do módulo conectado ao computador.

Os dispositivos microfluídicos alcançam uma maior abrangência de aplicações quando, além de utilizar uma pequena quantidade de reagentes, têm a sua portabilidade garantida. Vários sensores, incorporados aos dispositivos microfluídicos, apesar da alta sensibilidade, necessitam de instrumentos grandes e pesados para seu funcionamento. Esta necessidade inviabiliza a portabilidade dos dispositivos microfluídicos. Neste trabalho, tem-se a preocupação de garantir a portabilidade do dispositivo através da implementação de circuito de condicionamento de sinais que pode ser integrado ao substrato do sensor.

6.1 CIRCUITO CONDICIONADOR DE SINAIS

A primeira etapa é a conversão da capacitância em um sinal que pode ser tratado e enviado a um microcomputador. Para tal tarefa foi escolhido o circuito integrado da *Analog Devices AD 7746* conversor de capacitância para sinal digital de 24 bits. A precisão do conversor é de 4fF, a linearidade de 0,01%, e a resolução chega a 4aF. Essas especificações se encaixam ao RSE projetado já que este possui valor absoluto próximo a 2pF e sensibilidade de dezenas de *femto Faraday* para as aplicações desenvolvidas.

Os principais componentes do circuito de condicionamento de sinais são apresentados na Figura 6-1. A leitura e programação do conversor é feita pelo microcontrolador *MSP430* da *Texas Instruments* através do protocolo *I*²*C*. O *MSP430* também realiza a comunicação com o transceptor *CC250* usando, porém, o protocolo *SPI*.

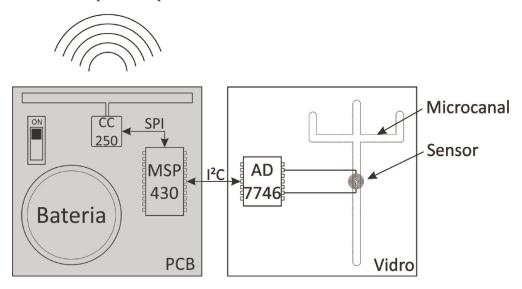


Figura 6-1 - Esquema da montagem do circuito de condicionamento.

A montagem realizada conforme apresentado na Figura 6-2 permite que o circuito de condicionamento não ocupe uma área muito maior que o próprio dispositivo microfluídico. A PCB pode ser colada no verso do substrato de vidro ou fixada ao lado. A Figura 6-2 mostra o protótipo do circuito de condicionamento de sinais esquematizado anteriormente.

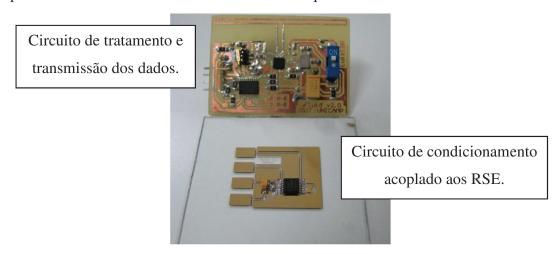


Figura 6-2 - Protótipo do circuito de condicionamento de sinais.

As interconexões no vidro, mostradas na Figura 6-3, são fabricadas com liga metálica que fornece adesão suficiente para resistir a solda (400°C) usando estanho convencional. O esquema detalhado do circuito elétrico e o *firmware* do microcontrolador são apresentados no Apêndice B desta tese.

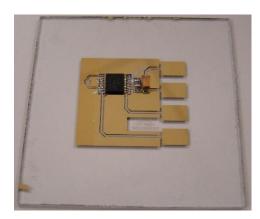


Figura 6-3 - Circuito de condicionamento no vidro.

6.2 MÓDULO DE RECEPÇÃO

O módulo de recepção utilizado foi desenvolvido por Flávio José de Oliveira Morais no trabalho de doutoramento para monitorar sistemas com baixo consumo de energia [83]. Na Figura 6-4 é apresentado o esquema de funcionamento do módulo. O microcontrolador *M430F5510* da *Texas Instruments* é responsável pela comunicação USB com o computador e *SPI* para os *transceivers*.

O módulo opera na faixa de frequência não licenciada ISM (Industrial, Scientific e Medical), com envio e recepção de dado de modo *half-duplex* sendo classificado como dispositivo de curto alcance, já que seu alcance máximo é de 350 metros. A antena é do tipo dipolo dobrado, com ganho máximo de 7,4dB, e eficiência típica de 80%. Localizada no próprio PCB para reduzir custos com componentes de precisão no casamento de impedância do guia de onda e do chip antena.

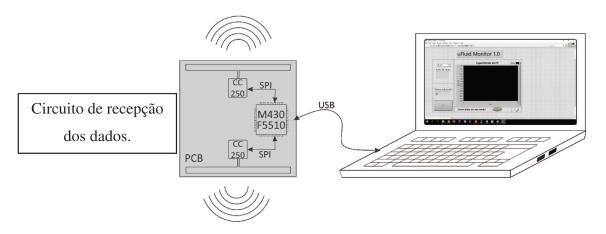


Figura 6-4 - Esquema do sistema de interrogação sem fio.

6.3 INTERFACE COM USUÁRIO

Por fim, foi desenvolvido um software de um Instrumento Virtual em *LabView*® para apresentação e gravação dos dados coletados em tempo real do circuito. O painel frontal do IV é apresentado na Figura 6-5 e os detalhes da programação estão no Apêndice C desta tese. O software apresenta o valor instantâneo da capacitância a cada 100ms, plota o gráfico das últimas mil medidas e, quando solicitado pelo usuário, grava os dados de capacitância e da hora de aquisição em um arquivo tabela.

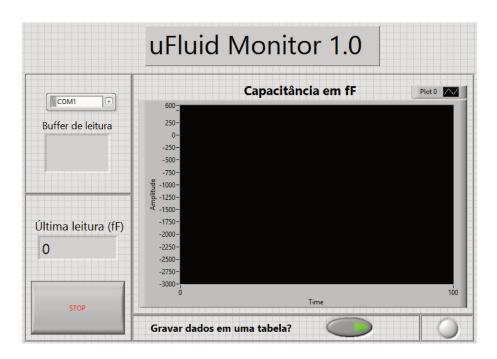


Figura 6-5 - Painel frontal do software de aquisição de dados.

6.4 CONCLUSÃO PARCIAL

O sistema de aquisição de dados do sensor é composto pelo módulo de condicionamento de sinais, pelo módulo de recepção e pela interface com o usuário. A eletrônica foi desenvolvida visando a portabilidade do dispositivo microfluídico.

A utilização de circuito integrado para converter o valor analógico da capacitância em sinal digital facilita o desenvolvimento de uma eletrônica compacta e de baixo consumo de energia. O sistema apresentado neste capítulo pode ser utilizado em qualquer aplicação que envolva uma variação de capacitância de 8pF com resolução de melhor que 0,1fF. Além de garantir a portabilidade do dispositivo microfluídico por ter tamanho reduzido: ocupa uma área de 5cm².

7 APLICAÇÕES DO SENSOR CAPACITIVO

Neste capítulo apresentamos as principais contribuições do trabalho de doutoramento com relação às aplicações dos eletrodos interdigitados. O entendimento da contribuição de cada parâmetro geométrico para a capacitância total do interdigitado é fundamental para o projeto da estrutura interdigitada de cada aplicação, pois a capacitância total influencia diretamente na sensibilidade e no campo de sensibilidade do sensor. Esse entendimento inicia com o método analítico matemático proposto por Rui Igreja [25], [67] e é refinado através de simulações de elementos finitos realizadas nos softwares *CST EM Studio* da *Computer Simulation Tecnology* e no *COMSOL Multiphysics* da *COMSOL Inc*.

Na primeira seção, o projeto de eletrodos interdigitados em forma de anéis concêntricos chamados de *Ring-Shaped Electrodes* é descrita. Os RSE possuem uma maior capacitância por área se comparados aos eletrodos interdigitados convencionais e outras geometrias citadas na literatura [31] e, por esta razão, foram escolhidos como base para as aplicações subsequentes. Na segunda seção mostramos a utilização dos RSE para o monitoramento da umidade do ar utilizando um filme fino de zeólita sobre os RSE. A estimativa de concentração de células *Saccharomyces cerevisiae* em meio aquoso é apresentada na terceira seção. A quarta seção diz respeito a utilização dos RSE para o monitoramento da velocidade, tamanho e contagem de gotas em fluidos bifásicos. Por fim, é apresentado o projeto dos eletrodos interdigitados convencionais para um circuito integrado de espectroscopia de impedância apresentado por Erasmo Chiappetta [84].

7.1 MEDIDA DE CONCENTRAÇÃO DE CÉLULAS

A contagem de células é um método bastante utilizado para o diagnóstico de doenças e monitoramento da evolução de pacientes. A citometria em fluxo convencional envolve o transporte e contagem das células ou partículas suspensas numa corrente de fluido através de um detector ótico, um método de análise rápido e que pode contar elevadas quantidades de células [85]–[87]. No entanto, a detecção ótica, é uma tecnologia cara e mecanicamente complexa. Por exemplo, um citômetro ótico comercial, *Beckman-Coulter FC500*, custa cerca de US\$ 100.000,00. Este custo limita o uso da citometria em muitas aplicações, como o diagnóstico no ponto de necessidade, além de limitar a popularidade da citometria fora de grandes

laboratórios. A necessidade de desenvolver uma ferramenta de diagnóstico mais barata, de fácil fabricação e mais simples que pode contar as células rapidamente fez com que, nos últimos anos, os dispositivos microfluídicos se destacassem como ferramenta para a análise de células. Tais dispositivos são vantajosos devido ao seu baixo custo, detecção rápida e dimensões de eletrodos comparáveis ao tamanho de uma única célula [88]–[90].

Os dispositivos microfluídicos para contagem de células normalmente utilizam PDMS, silício, vidro como materiais básicos para fabricação e sistemas de detecção ótico ou de impedância. Os sistemas óticos são poderosos para contagem, caracterização e triagem das células. Porém, a citometria microfluídica ótica geralmente necessita de componentes ópticos complexos, como espelho, filtro e lente. Neste sentido, a citometria microfluídica por impedância é mais vantajosa devido ao seu custo inferior de fabricação dos eletrodos e do circuito de leitura e detecção [90]–[92]. A citometria microfluídica geralmente utiliza microeletrodos planares de metal diretamente em contato com a suspensão de células para medir o sinal elétrico ou a variação na impedância [93]–[95]. Neste caso, os eletrodos devem ser fabricados em materiais mais nobres e caros e não podem ser reutilizados sem um processo de limpeza demorado [96].

Os eletrodos interdigitados em forma de anel foram analisados para a detecção da concentração de células em batelada e para a detecção e contagem de células em fluxo dentro de microcanais. Devido à facilidade de manuseio e preparação, utilizamos células de *Saccharomyces cerevisiae* utilizadas comercialmente como fermento biológico. A contagem de células utilizando dispositivos microfluídicos tem atraído a atenção dos pesquisadores por utilizar uma quantidade pequena de amostra, por fazer medições em alta velocidade e ser um dispositivo de baixo custo quando comparados aos métodos de citometria óptica.

Convencionalmente, dentro da microfluídica, os métodos de contagem de células utilizam eletrodos diretamente em contato com a suspensão de células para medir as alterações dos sinais elétricos. Com o RSE fazemos uma análise não invasiva das amostras, a suspenção é separada dos eletrodos através de um filme fino de 8µm de PDMS. O dispositivo microfluídico é formado por um substrato de vidro com eletrodos de paládio, níquel-cromo e ouro que são protegidos com uma camada de PDMS, evitando o contato da solução com os eletrodos, permitindo a sua reutilização. Na análise em batelada, um reservatório cilíndrico de 5 mm de raio é construído sobre os eletrodos. Na análise em fluxo, um microcanal de 100µm de largura e 80µm de altura é fabricado sobre o RSE. Ao se aproximarem do campo ativo do sensor, as células alteram a permissividade elétrica sobre o capacitor formado pelo RSE, e são detectadas pela ponte LCR de precisão 4284A da *Hewlett-Packard*.

Na Figura 7-1 é mostrado o desenho da secção transversal do sensor para uma melhor visualização e entendimento do funcionamento do dispositivo.

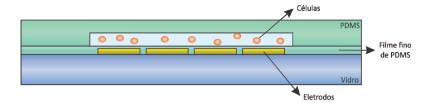


Figura 7-1 – Secção transversal evidenciando as camadas do dispositivo.

O dispositivo para análise em batelada e em fluxo é apresentado na Figura 7-2.

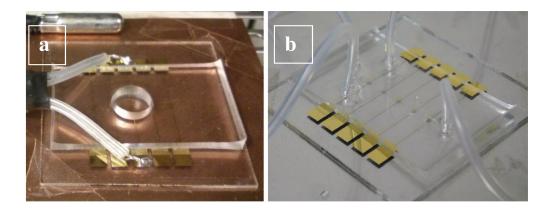


Figura 7-2 - Imagem do dispositivo fabricado para análise (a) em batelada e (b) em fluxo.

7.1.1 Procedimentos Experimentais

Um Instrumento Virtual, desenvolvido em *LabView*®, apresentado no apêndice A, recebe os dados medidos pela ponte LCR *HP 4284A* e pelo multímetro *34401A da Agilent* e, ao final dos testes, os dados são armazenados em um arquivo planilha. O detalhamento deste IV é mostrado no apêndice A. A ponte LCR foi configurada para trabalhar em 100kHz e com amplitude de 1V para monitorar a capacitância e resistência paralela dos eletrodos. O multímetro *Agilent* faz a medida a quatro fios do sensor de temperatura de referência PT100. A medida a quatro fios reduz a influência dos cabos no valor medido, aprimorando a exatidão dos resultados. Durante as medidas o sistema foi colocado em câmara climática *Termotron 3800* com temperatura e umidade constantes em 25°C e 60%Rh, respectivamente. A Figura 7-3 mostra a foto do aparato montado.

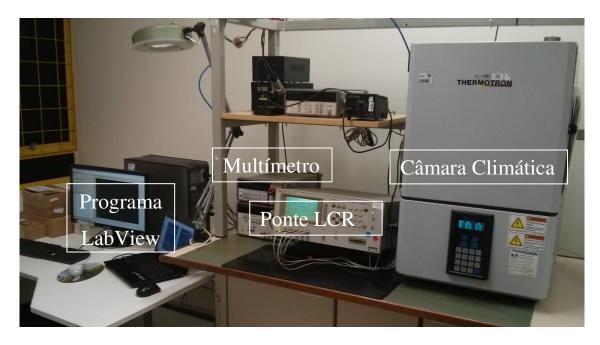


Figura 7-3 - Aparato experimental utilizado para o monitoramento de células.

As celulas foram preparadas com baloes volumetricos e balança de precisao no laboratório do Grupo de Eletroforese e Microssistemas de Análise (GEM) em parceria com Richard Piffer. Quatro suspensões em água DI foram analisadas nas concentrações de 0,1%, 0,01%, 0,001% e 0,0001% em massa.

7.1.2 Resultados e Discussão

A primeira análise foi realizada em batelada para concentrações normalmente utilizadas no cultivo e estudo de células *Saccharomyces cerevisiae*. Para tal análise utilizou-se um reservatório cilíndrico de raio 5mm e altura de 1mm feito em PDMS. Um volume de 100µl foi colocado no reservatório atentando-se para o não armazenamento de bolhas. As capacitâncias foram tomadas, por padrão, após 10 minutos de estabilização do sistema. O gráfico da Figura 7-4, em escala logarítmica para a concentração, representa a variação da capacitância total em virtude da massa de células pela massa de água.

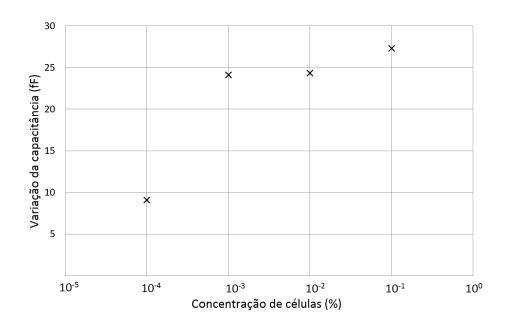


Figura 7-4 - Variação da capacitância em função da concentração de células para medida em batelada.

As mesmas concentrações de células foram analisadas em fluxo. Uma bomba de seringa *NE-4000* da *New Era Pump Systems* foi utilizada para injetar, em fluxo constante, as suspenções escolhidas. É mostrado na Figura 7-5 a variação da capacitância quando a análise das suspenções é realizada em fluxo.

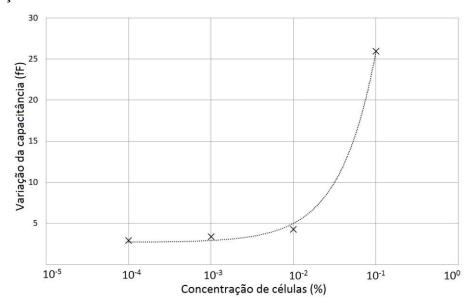


Figura 7-5 - Variação da capacitância em função da concentração de células para medida em fluxo.

A dificuldade em medir a variação da capacitância em função da concentração de células se deve sobretudo a decantação de células quando estas são analisadas em batelada. O acúmulo de células na superfície do sensor com o passar do tempo, eleva o sinal medido fa-

zendo com que, virtualmente, a concentração de células aumente. Nota-se que o tempo de 10 min é suficiente para que a capacitância da concentração 0,001% se aproxime do valor medido quando mede-se 0,01%. Em fluxo o efeito da decantação é reduzido, e podemos relacionar as medidas linearmente segundo a equação:

$$C_{ap} = 0.2392C_{\%} + 2.792 \tag{26}$$

Sendo que, C_{ap} é a capacitância medida do eletrodo em forma de anel e $C_{\%}$ é a concentração em massa de células em água. O coeficiente de determinação R^2 relaciona o modelo estatístico linear generalizado, tal como a regressão linear, aos valores observados. Para a medida em fluxo, o coeficiente encontrado foi de 0,9965, sendo que quanto mais próximo da unidade, melhor ajuste dos dados experimentais com o modelo proposto.

A sensibilidade para concentrações abaixo de 10⁻⁴ % em massa pode ser aumentada ajustando alguns parâmetros de fabricação, como por exemplo, a utilização de filmes dielétricos mais finos ou o estreitamento do microcanal sobre os eletrodos para focalização do fluxo de células.

7.2 MONITORAMENTO NA FORMAÇÃO DE GOTAS

A presença de bolhas de ar indesejadas em um circuito microfluídico pode comprometer o funcionamento de diversos mecanismos dentro de um *lab-on-a-chip*, como válvulas, mistura de fluidos, análise de células e crescimento de culturas [97]. A tensão de cisalhamento em um microcanal induzida por uma bolha de ar pode atingir um valor muito elevado causando o rompimento de células e a consequente deterioração de amostras biológicas [98]. Por outro lado, a formação de gotas é utilizada em aplicações diversas com destaque ao microencapsulamento de fármacos e de alimentos probióticos [99], [100].

Neste estudo avaliamos o uso do RSE como ferramenta para detectar a entrada de bolha no sistema ou monitorar o tamanho, quantidade e velocidade de formação de gotas, sem a necessidade de sistemas óticos custosos e que necessitam de instrumentação volumosa, inviabilizando a portabilidade do dispositivo. A próxima seção trataremos do circuito de condicionamento embarcado no dispositivo microfluídico, desenvolvido para dispensar a ponte LCR e favorecer a portabilidade do instrumento.

O aparato utilizado na medida é apresentado na Figura 7-6, onde foram utilizadas duas bombas de seringa para injeção dos fluidos, um microscópio com câmara de vídeo acoplada para visualização das gotas, uma ponte LCR HP 4284A para monitorar em tempo real a capacitância do RSE, um multímetro Agilent 34401A para aquisição da temperatura da amostra via sensor de temperatura de referência calibrado PT100, e um computador com Instrumento Virtual desenvolvido em LabView® para apresentação dos dados e da imagem da câmara. A temperatura do dispositivo foi monitorada, uma vez que a capacitância varia com a temperatura do fluido como mostrado na seção anterior.

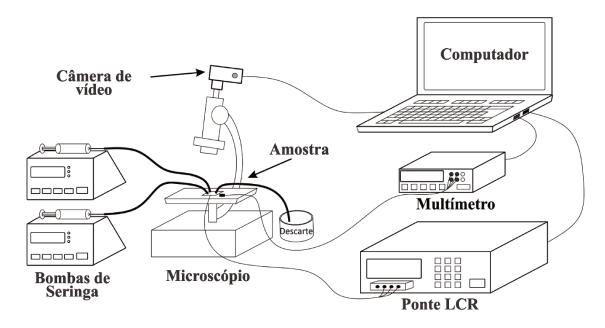


Figura 7-6 - Aparato utilizado no monitoramento de gotas.

O microcanal em forma de T foi utilizado para a gerar gotas de óleo mineral na água com corante alimentício vermelho visto que o corante na água facilita a visualização das gotas de óleo durante a gravação do vídeo. A sintonia entre a vazão dos dois líquidos permite o controle dos tamanhos e velocidade das gotas. O cisalhamento eficiente da gota foi atingido com vazões entre 2 a 40µL/min para o óleo e entre 3 a 60µL/min para a água com corante.

7.2.1 Resultados e Discussão

No gráfico da Figura 7-7 está representada a capacitância em função do tempo de vídeo. Cada gota de óleo representa uma diminuição de cerca de 40fF na capacitância do RSE.

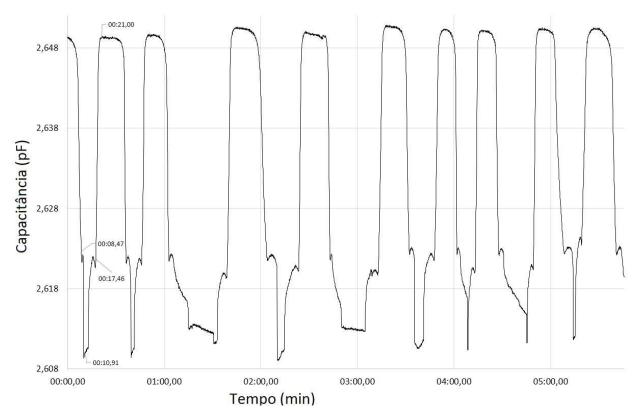


Figura 7-7 - Variação da capacitância no tempo devido a passagem de gotas de óleo.

A duração do vale (capacitância de cerca de 2,61pF) no gráfico determina o tempo que a gota de óleo esteve sobre o capacitor enquanto o valor de pico (capacitância de cerca de 2,65pF) determina o período em que a água está sobre o RSE. As medidas foram registradas para uma vazão de 6μl/min de água e 4μl/min de óleo resultando em uma vazão total de 10μl/min.

Os tempos indicados no gráfico acima estão sincronizados com os instantâneos retirados do vídeo organizado na Figura 7-8.

O módulo da velocidade da gota pode ser calculado a partir da vazão total levando em consideração a seção transversal do microcanal, segundo a equação:

$$|v| = \frac{F}{A_T} \tag{27}$$

Sendo que, F é a vazão do fluido imposta pela bomba de seringa, A_T é a área da seção transversal do microcanal e v é a velocidade da gota.

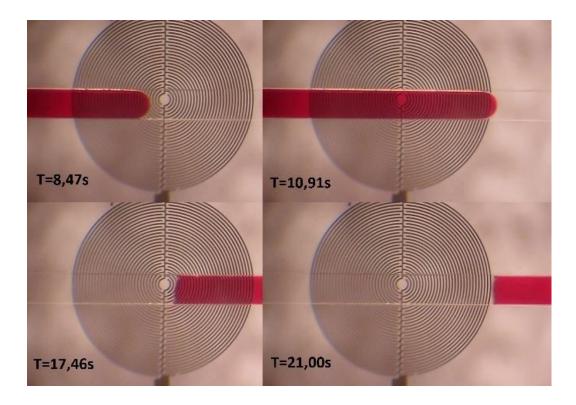


Figura 7-8 – Instantâneo do vídeo sincronizados com o gráfico.

Ainda, pode-se calcular o volume da gota através do tempo *t* de passagem sobre o sensor mostrado no gráfico e da vazão escolhida na microbomba. As seguintes equações relacionam as variáveis de interesse:

$$F = \frac{V}{t} = \frac{A_T d}{t} = A_T |v| \tag{28}$$

Sendo que, d é a distância percorrida pela gota no microcanal.

Aumentando o fluxo de água em relação ao de óleo, é possível diminuir o tamanho da gota para valores menores que a distância ocupada pelo sensor, a fotografia desta situação é apresentada na Figura 7-9. Estes casos podem ser percebidos quando a variação da capacitância não atinge o valor de pico.

Para tais situações, o tamanho da gota não é detectável mas somente o tempo que ela gasta para atravessar o sensor. Isto acontece pois se duas ou mais gotas entram no campo de sensibilidade do sensor, o valor da capacitância medido é relativo à média das permissividades sobre o RSE.

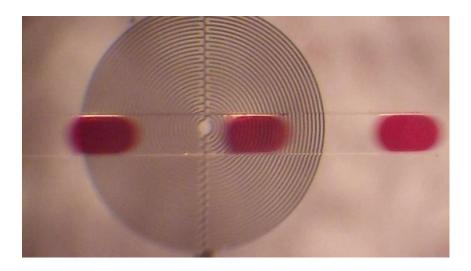


Figura 7-9 – Microscopia da passagem de gotas menores que o comprimento do sensor.

Através de sincronização de vídeo com medida em tempo real de capacitância, foi possível detectar a presença de gotas facilitando o controle o tamanho das gotas em misturas bifásicas. Utilizando o RSE foi possível identificar, contar, determinar o tamanho da gota e medir a sua velocidade e seu volume com base no fluxo total estabelecido na bomba de seringa.

7.3 ESPECTROSCOPIA DE IMPEDÂNCIA

Eletrodos interdigitados foram fabricados sob medida para o circuito integrado de aplicação específica desenvolvido em colaboração com o trabalho de mestrado de Erasmo Chiappetta [84]. Os cálculos inicias das dimensões dos eletrodos foram baseados nos trabalhos de Rui Igreja sobre sensores interdigitados [25]. Na sequência realizamos a simulação de elementos finitos da estrutura interdigitada utilizando o *CST EM Studio* da *Computer Simulation Tecnology*.

7.3.1 Circuito Integrado

O circuito integrado projetado por Chiappetta [101], baseado nos estudos de Manickam e colaboradores [48], mapeia a admitância dos eletrodos em frequência de 0 a 50MHz. O diagrama de blocos do circuito, apresentado na Figura 7-10, mostra as entradas e saídas do

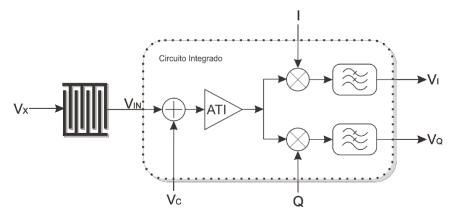


Figura 7-10 - Diagrama de blocos do sistema IDE e Circuito Integrado.

sistema e a conexão externa com o IDE via V_{IN} . O circuito integrado foi projetado para fabricação com tecnologia C35B4C3 da *foundry AMS* (Unterpremstätten, Áustria) de 0.35µm com quatro níveis de metal.

A modulação de fase e magnitude da admitância complexa é resultante da aplicação de tensão senoidal V_x sobre os eletrodos enquanto V_c controla a tensão DC sobre os eletrodos. O circuito é formado por um amplificador de transimpedância (ATI) de baixo ruído para a transdução e amplificação da corrente de entrada, dois misturadores em quadratura para o processamento do sinal medido e uma réplica do ATI para a devida polarização dos misturadores. A tensão convertida no ATI é aplicada nas entradas de ambos os *mixers* que, por sua vez, têm a função de multiplicar o sinal de entrada por dois sinais em quadratura gerados externamente, onde I é um sinal de onda quadrada em fase com o sinal de entrada Vx e Q é um sinal de onda quadrada defasado de 90° com relação ao sinal Vx. O plano complexo da admitância é traçado a partir das saídas em tensão V_I , parte real, e V_O para imaginária.

Com as equações abaixo podemos relacionar as saídas V_I e V_Q com a amplitude (equação 1) e fase (equação 2) da admitância:

$$|Y(w)| = \frac{\sqrt{V_Q(w)^2 + V_I(w)^2}}{A_t |V_X(w)|}$$

$$\angle Y(w) = \tan^{-1} \left(\frac{V_I(w)}{V_Q(w)} \right)$$
(2)

$$\angle Y(w) = \tan^{-1} \left(\frac{v_I(w)}{v_Q(w)} \right) \tag{2}$$

Considerando que Y(w) é a admitância dos eletrodos na frequência w e A_t é o ganho de transimpedância total do sistema.

A micrografia do CI fabricado, apresentado na Figura 7-11, ocupa uma área de 95µm por 290µm. Levando em consideração o *ring seal* e os contatos, a área total ocupada é de 1mm².

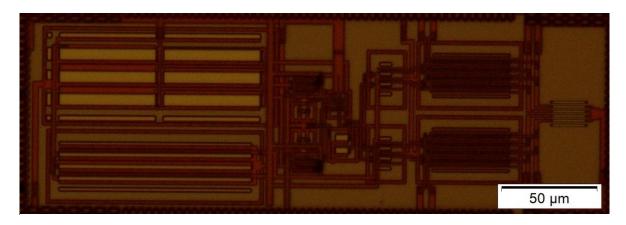


Figura 7-11 - Micrografia do Circuito Integrado.

Na Figura 7-12 temos a imagem do circuito conectado ao encapsulamento via *bondwires* utilizado nos testes.

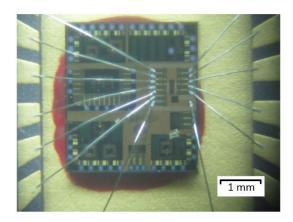


Figura 7-12 - Circuito integrado e bondwires dentro do encapsulamento.

7.3.2 Medida de umidade relativa do ar

A validação do sistema foi realizada através da variação da umidade reativa do ar em ambiente controlado. As saídas V_I e V_Q foram monitoradas com o sensor dentro de câmara climática *Votsch VCL4010*, com a umidade variando de 25% a 85% e com temperatura fixa em 27°C. Uma varredura de 10Hz a 2MHz foi realizada nas umidades extremas de 25% e 85% como representada no diagrama de Nyquist da Figura 7-13.

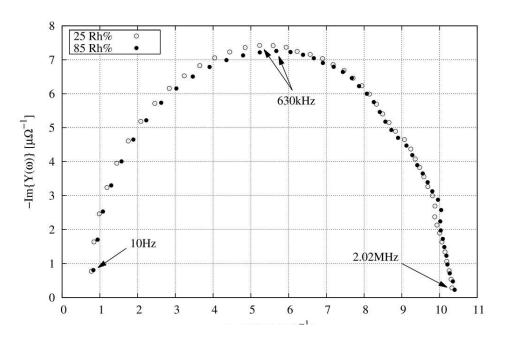


Figura 7-13 - Diagrama de Nyquist para umidade de 25 e 85%

Observa-se que a maior variação entre valores e, portanto, a região de maior sensibilidade, acontece próximo da frequência de 630kHz, por essa razão o estudo de sensibilidade foi realizado nesta frequência.

Na Figura 7-14 são apresentados os diagramas de Bode para magnitude e fase da admitância do sensor com frequência de excitação fixada em 630kHz e umidade variando de 25% a 85%.

Levando em consideração os resultados obtidos, percebe-se que a variação em fase é dominante, tendo uma sensibilidade de -0.006°/Rh% para a umidade em torno de 30Rh% e sensibilidade de -0.025°/Rh% para a umidade em torno de 70Rh%, enquanto que a variação na magnitude foi de - 190.8pS/Rh%, para a faixa de 25% a 70%.

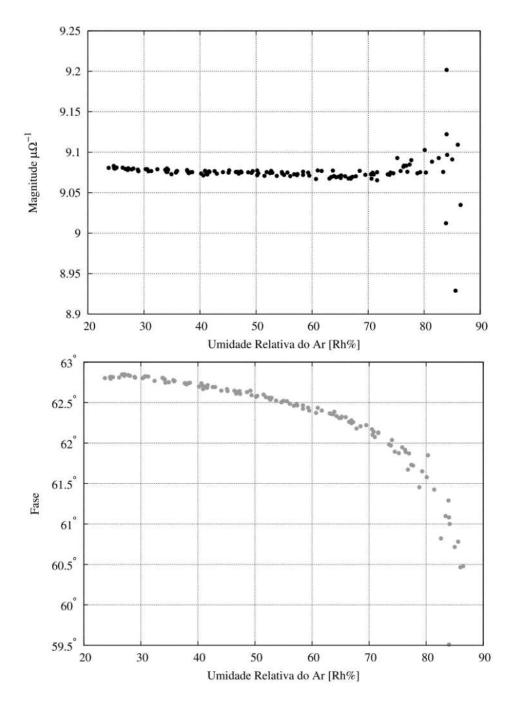


Figura 7-14 - Magnitude e fase da admitância para a frequência de 630kHz: a variação em fase é dominate na análise da umidade relativa do ar.

8 ATUADORES ELETROMAGNÉTICOS PARA MICROFLUÍDICA

Neste capítulo serão apresentadas as principais contribuições sobre atuadores eletromagnéticos para aplicações em microfluídica. A partir deles, estudou-se a implementação de componentes ativos para regulação e controle do transporte dos fluidos como válvula, misturador além de dispositivo para bombeamento dos reagentes em microcanais.

A miniaturização de sistemas de análise bioquímica nos *lab-on-a-chip* criou a necessidade da manipulação de fluidos em escala micro envolvendo tarefas repetitivas. Esta particularidade impulsionou a pesquisa de microbombas e de mecanismos de transporte de fluidos, uma vez que aprimorar a manipulação dos fluidos significa reduzir o volume de amostra necessário [102].

O primeiro dispositivo para bombeamento de fluidos em escala micro foi apresentado em 1988, baseado na corrosão de lâmina de silício e com atuação piezoelétrica [4]. Atualmente, com o desenvolvimento das técnicas de fabricação dos dispositivos microfluídicos, o vidro e os elastômeros são mais utilizados [103]. Do ponto de vista econômico, as principais vantagens dos componentes microfabricados são o baixo custo em potencial, o tamanho reduzido, facilitando a realização de processos automatizados, confiáveis e com alta repetitividade.

Exemplos de sistemas microfluídicos nos quais o controle do transporte de líquidos é crítico podem ser encontrados na síntese química, na análise de DNA, nos microdispositivos de eletroforese, ou na contagem e separação de células sanguíneas [104]–[106]. A importância para tais aplicações fortaleceu o desenvolvimento de estudos e soluções no transporte microfluídico. Por fim, consideramos que a integração eficiente de dispositivos microfluídicos é crucial para a disseminação das aplicações destes dispositivos em várias áreas, tais como: química, biologia e medicina.

8.1 TIPOS DE ATUADORES

Os diferentes métodos de atuação das microbombas podem ser divididos em seis categorias: elétrico, magnético, térmico, óptico, mecânico e químico [107]. A partir dessas categorias, subgrupos com características similares são apresentado na Figura 8-1.

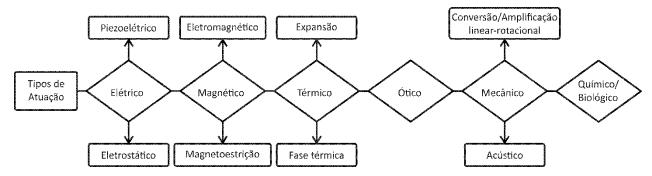


Figura 8-1 - Classificação dos microatuadores segundo M. Tabib-Azar [107].

Podemos destacar entre os métodos comumente relatados na literatura: os atuadores bimetálicos que produzem, com a alteração da temperatura, deslocamentos devido à diferença no coeficiente de expansão térmica entre dois materiais conectados entre si. Neste método, grandes deslocamentos acontecem apenas quando existe uma variação muita alta de temperatura, isso porque os coeficientes de expansão térmica dos materiais normalmente utilizados nos dispositivos micro-eletromecânicos possuem valores próximos. Tal fato limita a aplicabilidade dos atuadores bimetálicos [107].

As ligas com efeito de memória de forma, ou *Shape Memory Alloys* (SMA) podem ser utilizadas para armazenar grande quantidade de energia, em especial a liga *Nitinol* (NiTi). As SMA sofrem transformação reversível na sua estrutura cristalina de martensita para austenita dependente da temperatura. Estas transições de fase resultam em deformações mecânicas que podem ser usadas para produzir grandes deslocamentos nos atuadores. No entanto, o tempo de resposta é lento, e o efeito de memória requer a deformação plástica dos atuadores de modo que, após a variação da temperatura, seja recuperada sua forma original [107].

A atuação pneumática é obtida utilizando uma fonte externa, dificultando a portabilidade do dispositivo. No entanto, fontes de pressão integradas ao dispositivo podem ser utilizadas, como por exemplo a fonte termo-pneumática na qual a expansão de volume do fluido pressiona a membrana de atuação. O fluido pode ser um líquido que se transforma em um gás ou, simplesmente, um gás que se expande ao ser aquecido. A atuação eletrostática é baseada na atração entre superfícies carregadas através da força de Coulomb. Quando uma tensão é aplicada entre duas placas de área A separadas por uma distância d de ar, a força eletrostática F_e pode ser determinada por:

$$F_e = \frac{\varepsilon_0 A E^2}{2} \tag{29}$$

Sendo que, ε_0 é a permissividade no vácuo e E é o campo elétrico.

$$E = \frac{V}{d} \tag{30}$$

Mesmo sendo a distância entre os eletrodos pequena (dezenas de micrometros), os deslocamentos produzidos pela atuação eletrostática geralmente são pequenos (unidades de micrometros). Por outro lado, o tempo de resposta do atuador é rápido e possui um baixo consumo de energia quando comparado com os outros métodos de atuação.

O acionamento piezoelétrico, também conhecido por efeito eletroestritivo, é obtido por meio do estresse mecânico induzido no material piezoelétrico devido a aplicação de um campo elétrico. Os materiais piezoelétricos, como exemplo o titanato zirconato de chumbo (PZT) e óxido de zinco (ZnO), possuem um tempo de resposta rápido e uma alta densidade de energia. No entanto, a fabricação de microatuadores piezoelétricos integrados em microssistemas baseado em silício requer a deposição de um filme de material piezoelétrico sobre o substrato, sendo este um processo complexo. Por esta razão, a maioria dos atuadores baseados em silício geralmente utilizam um disco piezoelétrico acoplado na membrana de atuação da microbomba [108].

De forma semelhante ao efeito eletroestritivo, a magnetoestrição é a indução do estresse mecânico através de um campo magnético externo, mas as deformações são muito menores (ver Tabela 5). A tendência é que os materiais magnetoestrictivos sejam utilizados também em sensores de deslocamento, sensores de campo magnético e em memórias magnéticas [108].

A atuação eletromagnética geralmente é obtida através da força magnética F_m gerada entre uma bobina com fio de comprimento l percorrido por corrente elétrica l e um ímã permanente com indução magnética \vec{B} , relacionados pela equação:

$$\vec{F}_m = I \int_I dl \times \vec{B} \tag{31}$$

Nos dispositivos microfabricados a atuação eletromagnética requer a utilização de um ímã permanente para gerar a força suficiente para um deslocamento consistente. Além disso, a integração da bobina pode gerar problemas de aquecimento, sendo a principal desvantagem do atuador eletromagnético. Por outro lado, uma grande vantagem do acionamento eletromagnético sobre outros tipos de atuadores é a capacidade de deslocamento do atuador. Para as aplicações descritas neste capítulo, a capacidade de deslocamento com amplitude na ordem de 100µm torna-se aspecto mais importante do que a consideração do tamanho do sistema de bombeamento. Por esta razão, utilizou-se eletroímã externo.

8.1.1 Comparação entre os métodos:

A Tabela 5 apresenta uma comparação qualitativa do deslocamento máximo e do tempo de resposta considerando os principais tipos de atuação em microcanais [109].

Tabela 5 - Comparação do deslocamento e do tempo de resposta entre os principais micro atuadores [109].

Atuador	Deslocamento	Tempo de resposta
Liga com memória de forma	Grande	Lento
Pneumático	Grande	Lento
Termo-pneumático (expansão)	Médio	Médio
Eletrostático	Muito pequeno	Muito rápido
Piezoelétrico	Muito pequeno	Rápido
Eletromagnético	Grande	Rápido

Deslocamento: grande (maiores que 100μm), médio (entre 100μm e 30μm), muito pequeno (menor que 10μm) Resposta: muito rápido (menor que 0.1ms), rápido (entre 0.1ms e 1ms), médio (entre 1ms e1s), lento (maior que

1s)

O atuador eletromagnético leva vantagem nesse cenário por possuir um tempo de resposta rápido e ao mesmo tempo por oferecer um grande deslocamento da membrana de atuação, valores acima de 100µm. No entanto, a corrente máxima que passa pela bobina, quando esta está integrada ao dispositivo, deve ser cuidadosamente levada em consideração, pois pode causar o aquecimento excessivo do fluido e do dispositivo [110]. Além dessas vantagens qualitativas em relação a outros métodos de atuação, o eletromagnético foi escolhido para as aplicações desta tese por que possuía compatibilidade com os processos e facilidade de fabricação nos laboratórios disponíveis.

Na literatura, os atuadores eletromagnéticos têm sido estudados empiricamente com apoio da simulação de elementos finitos. Foram reportados deslocamentos do diafragma variando de 15 a 110μm para membranas circulares de PDMS enquanto na bobina de cobre circula uma corrente que varia de 65 a 900mA [110]–[118]. Lee e colaboradores relataram um resultado promissor, onde o deslocamento da membrana alcança 110μm com um consumo de corrente 600mA [112]. Dau e colaboradores obtiveram um deslocamento de menos de 100μm porém com consumo de apenas 65mA [113]. Ibrahim e colaboradores otimizaram as dimensões do ímã permanente e do diafragma para obter um deslocamento de 110μm utilizando uma corrente de 500mA [110].

8.2 ÍMÃ PERMANENTE

O desenvolvimento do atuador eletromagnético é beneficiado pelo estudo das principais propriedades do ímã permanente. Elas podem ser reconhecidas na curva de histerese do ímã, na qual a indução magnética B é relacionada ao campo magnetizante H. Se a intensidade de campo magnético H aumentar gradativamente do zero até um valor positivo, decrescendo em seguida até um valor negativo simétrico, passando por zero, e deste valor voltar a zero novamente, obteremos um ciclo de histerese. O fenômeno da histerese magnética é definido como o atraso causado na variação de B devido a uma variação em H. O exemplo da curva de histerese é mostrado na Figura 8-2 [119]:

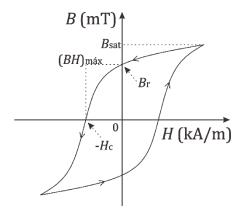


Figura 8-2 - Curva de histerese para materiais magnéticos duros

Magnetismo residual ou remanência: Campo magnético que permanece no ímã após a força magnetizante ser removida é chamada de remanência e corresponde ao valor do campo quando o loop de histerese cruza o eixo das ordenadas, isto é, a intensidade de campo magnetizante é igual a zero. No sistema internacional de unidade a remanência é dada em

Tesla (T). Um alto valor de magnetismo residual resulta em densidades de fluxos magnéticos mais elevadas, podendo proporcionar forças de atuação mais elevadas [120].

Campo magnético de saturação: Neste ponto, todos os momentos magnéticos dos domínios do material estão alinhados com a direção do campo magnético externo aplicado e, portanto, o incremento do campo magnetizante não resulta em aumento da indução magnética.

Intensidade de campo coercitivo Hc: Refere-se a intensidade de campo magnético desmagnetizante necessário para anular a densidade de fluxo magnético de um material previamente magnetizado. Em termos práticos, quanto maior o valor da força coerciva maior será a resistência do material a campos desmagnetizantes. Ímãs com pouca espessura devem possuir alta intensidade de campo coercitivo para evitar a desmagnetização não desejada. A partir do campo coercitivo pode-se caracterizar o material como sendo mole ou doce, quando $H_c < 795$ A/m, ou duro, quando $H_c > 7,95$ kA/m.

Permeabilidade magnética μ: É a razão entre o incremento da densidade de fluxo magnético e o incremento da intensidade de campo magnético [120], em qualquer ponto da curva de desmagnetização:

$$\mu = \frac{\vec{B}}{\vec{H}} \tag{32}$$

Sendo que, \vec{B} é o campo magnético induzido dado em Tesla e \vec{H} é o vetor campo magnético em Amperes por metro.

Produto de energia magnética BH: A densidade de energia armazenada num ímã pode ser calculada através do produto da indução magnética pelo campo magnetizante. O produto BH é chamado de produto de energia porque tem a dimensão de densidade de energia: Joules por metro cúbico. Na curva de desmagnetização, que é dada pelo segundo quadrante da Figura 8-2, pode-se encontrar o valor máximo de energia armazenado pelo ímã pelo produto das coordenadas do ponto $B_{m\acute{a}x}$ e $H_{m\acute{a}x}$. Quanto maior o valor do produto de energia, maior a compactação eletromagnética [119].

Quando um campo externo é aplicado, uma energia é introduzida no material, e por consequência, o mesmo sofre uma reestruturação. Para retornar ao estado inicial, mais energia é necessária. Uma parte dessa energia foi restituída pelo próprio material quando alguns de seus domínios voltaram a sua posição original. Portanto, para voltar à situação de magnetismo resultante zero, um campo magnético reverso deverá ser aplicado sobre o material.

8.3 MECÂNICA DOS FLUIDOS

Nesta seção serão tratados os principais conceitos de mecânica de fluidos utilizados nas aplicações do atuador eletromagnético. Tais conceitos possibilitam a adequação do atuador às necessidades da aplicação.

8.3.1 Fluxo laminar e turbulento

Os regimes de fluxo são classificados em laminar ou turbulento de acordo com o campo de velocidade dentro do canal. No regime laminar, a estrutura do escoamento viscoso é caracterizada pelo movimento em camadas, lâminas com velocidades médias gradativas na direção do fluxo. Os elementos do fluido se movem deterministicamente seguindo linhas de fluxo bem definidos e rastreáveis.

A estrutura no regime turbulento é caracterizada pelo movimento aleatório das partículas do fluido e por flutuações aleatórias no campo de velocidade. O fluxo torna-se instável quando as forças inerciais aumentam suficientemente em relação às forças viscosas. No regime turbulento acontece a mistura caótica dos fluidos [121].

8.3.2 O Número de Reynolds

O número de Reynolds R_e é uma grandeza adimensional, com um importante significado físico: relaciona a força inercial com a força viscosa que atua sobre o líquido. Para um fluido newtoniano, incompressível, com densidade uniforme, o número de Reynolds é dado por:

$$R_e = \frac{\rho v D_h}{\vartheta} \tag{33}$$

Sendo que, ρ é a massa específica do fluido, v é a velocidade média do fluido, ϑ é a viscosidade absoluta do fluido e D_h é o diâmetro hidráulico. Na prática utiliza-se o número de Reynolds para determinar se um escoamento é laminar ou turbulento, desde que se tenha definido o Reynolds de transição. Abaixo da transição, o fluxo é dito laminar, caso contrário o regime é turbulento. O número de Reynolds de transição depende diretamente das caracterís-

ticas do sistema a ser analisado [122]. Por experimentação descobriu-se que os números de Reynolds inferiores a 1200 correspondem ao fluxo laminar, enquanto valores entre 1200 e 2000 é uma zona de incerteza chamado a zona de transição, acima de 2000 a condição é descrita como um fluxo turbulento. Porém, em geral, o número de Reynolds de transição para sistemas microfluídicos pode assumir valores em torno de 15 [123].

Nos sistemas microfluídicos, mesmo apresentando baixo número de Reynolds de transição, o escoamento laminar é predominante devido à baixa velocidade envolvida e às pequenas dimensões apresentando geralmente número de Reynolds menores que 1. Enquanto no regime turbulento os fluidos misturam-se facilmente, no regime laminar essa mistura ocorre devido apenas à difusão de partículas, um processo menos efetivo. Portanto, como na microfluídica a predominância é de números de Reynolds baixos, misturar fluidos através de fluxos turbulentos torna-se um desafio [121].

8.3.3 Válvula Bico-difusora

Os bico-difusores são estreitamentos nos canais microfluídicos que modificam a dinâmica do fluxo de tal forma que a resistência ao fluxo em uma direção é maior que na outra, causando uma vazão diferente para cada direção para a mesma pressão aplicada. O difusor é caracterizado por um aumento gradual da seção do canal causando uma menor resistência fluídica. Um bico é caracterizado por uma redução gradual da seção do canal e um consequente aumento na resistência fluídica. Nas microbombas com bombeamento alternado o elemento bico-difusor trabalha metade do ciclo como bico e a outra metade como difusor [124], [125]. A Figura 8-3 mostra o esquema de funcionamento da válvula bico-difusora.



Valor absoluto do fluxo na entrada maior que fluxo na saída



Valor absoluto do fluxo na saída maior que fluxo na entrada

Figura 8-3 – Esquema de funcionamento da válvula bico-difusora.

8.3.4 Bombeamento em microcanais

A classificação das bombas para microcanais segundo o tipo de atuação será adaptada da classificação geral das bombas apresentada em [126]. As principais categorias de bombeamento, hidrodinâmico e de deslocamento positivo, são apresentados na Figura 8-4 e estão relacionadas com as demais subcategorias. O bombeamento proposto nesta tese é resultado do trabalho conjunto de válvulas passivas do tipo bico-difusor com um atuador eletromagnético.

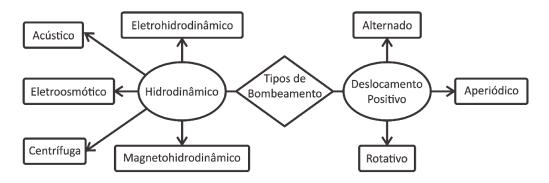


Figura 8-4 - Classificação dos tipos de bombeamentos em microcanais.

8.3.4.1 Bombeamento Hidrodinâmico

A energia é continuamente adicionada para aumentar a velocidade do fluido dentro de bombas com bombeamento hidrodinâmico. As bombas centrífugas são o tipo de bombeamento hidrodinâmico mais comuns. Nas bombas eletrodinâmicas, eletroosmóticas e magnetohidrodinâmicas o movimento está baseado nas interações diretas entre o fluido de trabalho e o campo eletromagnético aplicado. Na bomba acústica o movimento do fluido está relacionado ao deslocamento de ondas mecânicas, geralmente em frequências ultrassônicas. A força de Lorentz é responsável pelo movimento nas bombas magnetohidrodinâmicas, esse tipo exige, no entanto, que o fluido possua íons para condução de corrente elétrica [127]. Outro tipo de bombas encontrados nesta categoria é a bomba acústico que gera fluxo através de efeitos de onda de som (por exemplo, ultra-som) [128].

8.3.4.2 Bombeamento de Deslocamento Positivo ou Bombeamento Volumétrico

A energia é adicionada periodicamente, aplicando uma força de compressão ao volume que contém o fluido. A mudança de volume resulta em um aumento de pressão suficiente para mover o líquido através das válvulas e canais. Estas bombas produzem um fluxo pulsante. As bombas hidrodinâmicas podem fornecer uma taxa de fluxo mais elevada e muito mais estável do que as bombas de deslocamento positivo, porém elas não são adequadas para líquidos de alta viscosidade. Assim, a escolha de um princípio de bombeamento dependerá das especificações exigidas.

A atuação eletromagnética da aplicação descrita a seguir, resulta em uma compressão alternada, através de um diafragma, do volume do fluido contido em um reservatório microfluídico. A bomba é classificada, portanto, como sendo de bombeamento volumétrico alternado. No entanto, o deslocamento do fluido para a direção desejada somente ocorre por causa das duas válvulas bico-difusoras fabricadas próximas ao reservatório [4], [102].

9 PROJETO DO ATUADOR ELETROMAGNÉTICO

Neste capítulo apresentamos o projeto da válvula, do misturador e da bomba eletromagnética baseado na revisão bibliográfica de cada componente. A literatura é utilizada para identificar o estado da arte e as aplicações dos atuadores. Posteriormente, na seção de cada componente, o projeto e os materiais a serem utilizados são detalhados. Nos próximos capítulos serão apresentadas a simulação de elementos finitos dos elementos projetados e, finalmente, a fabricação dos atuadores.

9.1 VÁLVULA ELETROMAGNÉTICA

Para muitas aplicações dos *lab-on-a-chip*, a válvula é o componente essencial para a realização adequada da análise ou reação desejada. Enquanto as válvulas passivas [129] podem, por exemplo, direcionar o fluxo de líquidos aquosos através de caminhos ou microcanais hidrofílicos, sem gasto energético adicional, as válvulas ativas podem bloquear ou restringir a passagem de uma maior variedade de tipos de fluido e com uma maior liberdade de controle de atuação [130].

9.1.1 Revisão bibliográfica

Na literatura, os diversos tipos de atuação mencionados no capítulo anterior foram utilizados com objetivo de controlar a passagem de fluidos em microcanais. As válvulas pneumáticas, apesar do grande número de trabalhos reportados, possuem a desvantagem de depender de equipamentos volumosos que comprometem a portabilidade do dispositivo microfluídico. Em certas aplicações, o número de válvulas necessárias pode ultrapassar centenas, causando problemas significativos de custo e tamanho quando implementadas com auxílio de equipamentos externos.

Como esforço para garantir maior portabilidade ao sistema, o grupo de pesquisa de Whitesides desenvolveu uma válvula com atuação determinada pelo torque exercido diretamente sobre pequenos parafusos para pressionar microcanais de PDMS [131]. Além disso, Zheng e colaboradores estudaram uma válvula pneumática acionada também por parafuso, mas que por sua vez, controla a pressão através de reservatórios cheios de água, o aumento da

pressão, força o colapso da membrana PDMS em canais microfluídicos onde se deseja controlar o fluxo de fluidos [132]. Apesar de proporcionar a miniaturização do sistema microfluídico, a desvantagem destas soluções é que as válvulas não pode ser operadas automaticamente, necessitando de operação manual e, portanto, lenta.

Para resolver o problema da manipulação lenta de parafusos, foi proposta uma solução utilizando solenoides controlados por um circuito eletrônico portátil em vez de parafusos controlados manualmente para pressionar os reservatórios de água [133]. No entanto, a válvula apresentava problemas de reutilização devido à evaporação de água através da membrana de PDMS em um curto espaço de tempo, cerca de 24 horas, enquanto que para recarregar o líquido do reservatório faz-se necessário pelo menos 48 horas para garantir a cura da membrana de vedação. Outra forma de resolver o problema consiste na utilização de uma microválvula de PDMS com atuação termo-pneumática, utilizando um eletrodo de aquecimento acoplado a uma membrana flexível [134]. A válvula liga e desliga requer apenas o uso de equipamentos e circuito de controle simples. No entanto, o dispositivo relatado, mesmo aplicando técnica para diminuir a temperatura no microcanal, pode induzir temperatura suficiente para destruir a bio-atividade de reagentes biológicos.

Válvulas alternativas aproveitam ainda a mudança de fase da parafina de sólido para líquido para vedar microcanais [135], [136]. Estas soluções não possuem atuação rápida, apesar demonstrar operação e fabricação simplificada. Aplicações da integração de válvulas em sistemas fluídicos também foram relatados para telas de leitura Braille [137], [138] e para o controle de fluxo de gás com atuador piezoelétrico [139] e atuador eletrostático [140].

9.1.2 Projeto da Válvula Eletromagnética

A válvula proposta neste capítulo é composta por um ímã cilíndrico de neodímio-ferro-boro (NdFeB), um diafragma de PDMS e uma bobina helicoidal responsável por gerar o campo magnético para deslocar o ímã. O microcanal, moldado em PDMS, possui 200µm de largura e 100µm de altura e foi selado sobre substrato de vidro. A geometria do microcanal é apresentada na Figura 9-1.

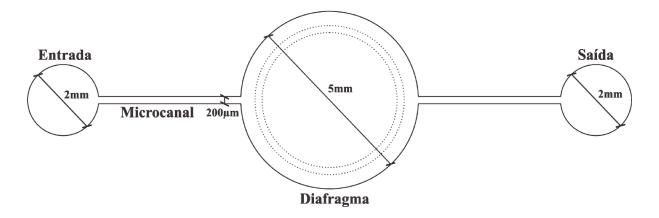


Figura 9-1 - Geometria e dimensões do microcanal da válvula.

O diafragma de PDMS de 5mm de diâmetro é alinhado com a bobina de 4,2mm de diâmetro. Por fim, uma camada de PDMS estrutural de 2mm de altura é depositado para encapsular a bobina, receber o ímã permanente (4mm de diâmetro e 2mm de altura) e os tubos de entrada e saída de fluido. A Figura 9-2 mostra as camadas do dispositivo para uma melhor visualização do seu funcionamento.

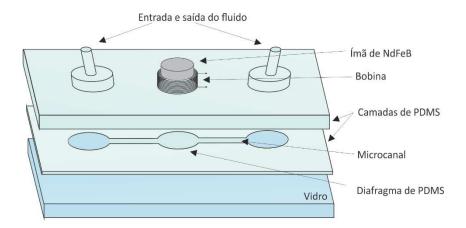


Figura 9-2 - Ilustração dos componentes e camadas da válvula microfluídica.

9.2 MISTURADOR

Levando em consideração que os *lab-on-a-chip* foram desenvolvidos com a intenção de levar a instrumentação convencional de laboratórios de análise clínica para dentro dos dispositivos microfluídicos, a integração de bombas, misturadores e válvulas são os componentes que apresentam maior desafio na fabricação [2], [141]. Na última década, micromisturadores têm sido utilizados em diversas aplicações envolvendo dispositivos de mistura rápida usadas para estudar a cinética de reações químicas metaestáveis [142]–[144], dispositivos de produção de sistemas coloidais e nanopartículas [145] e dispositivos para análise de células [146].

Realizar mistura rápida ou controlada de fluidos em microcanais requer o auxílio de dispositivos misturadores ativos baseados em perturbações induzidas por campo externo aos microcanais [147], [148]. Isto porque os fluxos em microcanais têm números de Reynolds muito inferior ao número crítico de Reynolds necessário para o fluxo turbulento, que é facilmente encontrado na escala macroscópica e facilita a difusividade das massas. Entretanto, o aumento na difusividade das massas em micro escala, acontece de modo mais eficiente quando existe uma perturbação transversal ao microcanal e a interface entre duas fases mistas de fluido tornar-se instável [149].

9.2.1 Projeto do Misturador

Nesta aplicação, é proposto um misturador com atuação eletromagnética utilizando processo de fabricação e materiais compatíveis com os *lab-on-a-chip*. Dentre as técnicas convencionais de prototipagem de dispositivos microfluídicos, utiliza-se a moldagem de microcanais e diafragma de PDMS em substrato de vidro.

O dispositivo é formado por duas camadas de PMDS conforme ilustrado na Figura 9-3, sendo que a camada superior recebe os tubos de silicone para entrada e saída dos fluidos, enquanto a camada inferior incorpora os microcanais e o reservatório de mistura sobre o qual está o diafragma de PDMS. As dimensões do microcanal são as mesmas utilizadas no projeto da válvula. No entanto, utilizamos um ímã permanente esférico de 3mm de diâmetro e a atuação eletromagnética se deu por um eletroímã comercial acoplado abaixo do dispositivo.

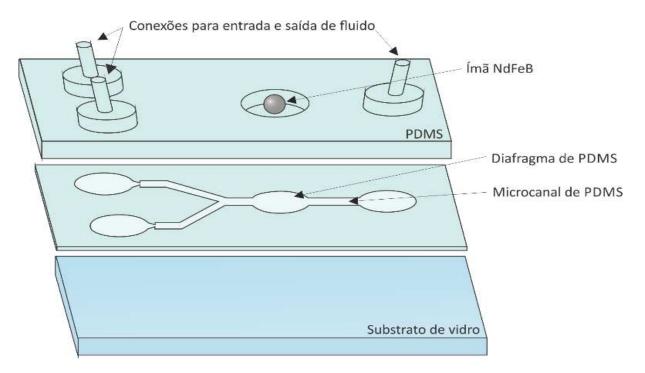


Figura 9-3 - Detalhe construtivo do misturador ativo.

9.3 BOMBA

O desenho da geometria do microcanal, com 200µm de largura e 100µm altura, do reservatório sobre o qual atua o diafragma, com 5mm de raio, e da válvula bico-difusora é apresentado na Figura 9-4. O mecanismo é composto por um substrato de vidro liso e polido que recebe o diafragma, as válvulas bico-difusoras e o microcanal de PDMS. O ímã cilíndrico de NdFeB e a bobina helicoidal são centralizados sobre o diafragma do reservatório e posteriormente fixadas no dispositivo por meio de uma camada de PDMS estrutural. A Figura 9-4 mostra a geometria do microcanal e as camadas do dispositivo para uma melhor visualização do seu funcionamento.

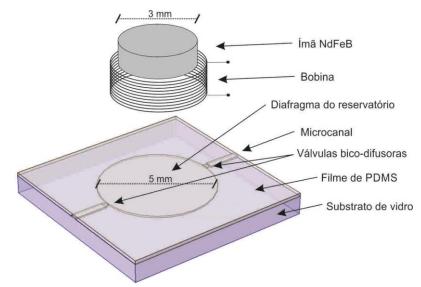


Figura 9-4 - Detalhe do microcanal, do bico-difusor e do reservatório.

O fluido é bombeado de um tubo a outro devido às diferentes resistências de fluxo direto e reverso devido à geometria bico-difusor do microcanal e ao deslocamento alternado do diafragma. Desta forma, além de proporcionar uma construção simples, microcanais sem válvulas facilitam o escoamento de bolhas e de pequenas partículas presentes no fluido bombeado. Por outro lado, o volume de bombeamento depende do formato do bico e do difusor projetado.

100

10 SIMULAÇÕES DOS ATUADORES

A simulações de elementos finitos foram utilizadas para dimensionar a membrana do

diafragma e calcular a força exercida pelo ímã. Os resultados balizam os parâmetros de fabri-

cação como raio do diafragma e espessura da membrana, além de indicar a corrente elétrica

necessária na bobina para exercer a força desejada no ímã.

10.1 DESLOCAMENTO DA MEMBRANA

As simulações baseadas em métodos numéricos são importantes para prever o com-

portamento do dispositivo projetado segundo suas dimensões e tipo de excitação. Os parâme-

tros utilizados para o diafragma de 100µm de PDMS são [150]:

Coeficiente de Poisson: 0.49:

• Módulo de Young: 780kPa;

Densidade: 970kg/m³;

Raio: 5mm e

Espessura: 100µm.

O ímã de NdFeB foi modelado com as seguintes propriedades, segundo especificação

do fabricante:

Coercividade magnética: 87,6kA/m;

Retentividade magnética: 2,3kG;

Raio: 4mm;

Espessura: 1mm e

Massa: 92,75mg.

Na primeira análise, foi observada qual força de atuação no ímã seria necessária para

causar um deslocamento igual ou superior a 100µm diafragma de PDMS, pois esse é o deslo-

camento mínimo necessário para vedar o microcanal de atuação. Com esse deslocamento o

diafragma colapsa no substrato de vidro fechando o reservatório abaixo do ímã. A Figura 10-1

destaca em vermelho a região onde ocorre maior deslocamento do diafragma para uma força

aplicada de 2mN. Como o ímã e o eletroímã estão alinhados no mesmo eixo vertical, a força

eletromagnética que causa a deflexão no diafragma é dada apenas pela componente vertical da força total exercida pelo ímã.

O diafragma se desloca a uma taxa de 73,1µm por milésimo de Newton de força aplicada ao ímã na direção vertical. Assim sendo, para forças maiores que 1,4mN, o diafragma

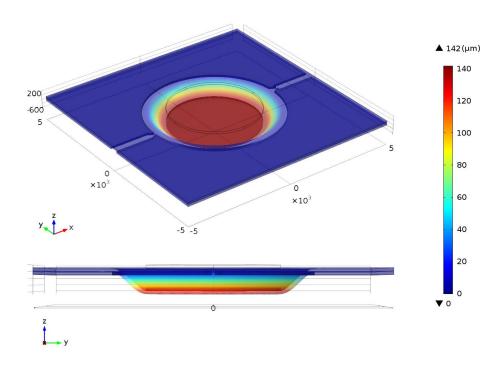


Figura 10-1 - Simulação do deslocamento do diafragma em função da força de 2mN aplicada sobre o ímã

veda completamente o reservatório de atuação pois atinge um deslocamento maior que 100µm. Portanto, é adequado para o funcionamento consistente do atuador qualquer campo magnético que provoque uma força vertical de maior que 1,4mN sobre o ímã.

10.2 FORÇA ELETROMAGNÉTICA

Posteriormente, foi simulada a força que a bobina aplica sobre o ímã de neodímio. No protótipo optou-se por uma bobina comercial com 40 espiras e de 4,2mm de diâmetro, comumente utilizada em fones de ouvido. A Figura 10-2 mostra a distribuição do campo magnético devido ao ímã permanente e devido à corrente de 600mA aplicada na bobina. A força de atuação vertical máxima sobre o ímã, para essas condições, é de 9,39mN, uma força suficiente para vedar o reservatório de atuação e garantir uma boa resistência à pressão de retorno. Por

outro lado, a corrente inicial de 600mA pode ser reduzida com o objetivo de diminuir o consumo do dispositivo e também evitar aquecimento excessivo.

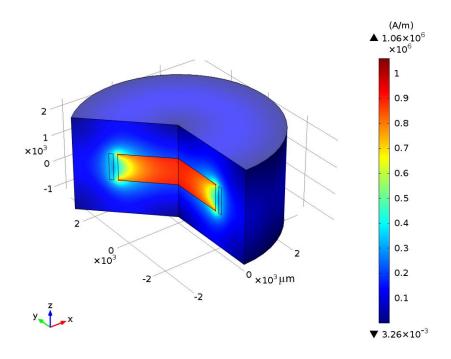


Figura 10-2 - Distribuição do campo magnético em volta do ímã e da bobina.

10.3 CONCLUSÕES PARCIAIS

Os resultados das simulações mostraram que uma força vertical mínima de 1,4mN sobre o ímã de NdFeB é capaz de comprimir toda membrana do diafragma fechando o microcanal, isto significa que forças maiores gerando maior confiabilidade e robustez ao atuador. Segundo as simulações, uma corrente de 600mA na bobina é capaz de induzir uma força de 9,39mN no ímã. Portanto, a bobina utilizada é adequada para exercer atuação consistente no microcanal projetado.

11 FABRICAÇÃO DO ATUADOR ELETROMAGNÉTICO

Os procedimentos e processos detalhados a seguir descrevem como fabricamos os microcanais, diafragmas e atuadores. Os procedimentos foram realizados no laboratório de microfabricação do LNLS (Laboratório Nacional de Luz Síncrotron), no Centro de Componentes Semicondutores da Unicamp (CCSnano) e no laboratório Multiusuário do Instituto de Física da Unicamp (LAMULT).

11.1 MICROCANAL

A técnica de fabricação dos microcanais é baseada na construção de moldes de fotoresiste negativo SU-8 em substrato de silício [151]. Antes do início da fabricação, o desenho dos microcanais, do reservatório e da vávula bico-difusora são produzidos em software de *CAD 2D*. Uma camada de SU-8, depositada por *spinner*, recebe o desenho desejado através de fotolitografia de escrita direta de alta resolução (μPG 101 da *Heidelberg Instruments*). O PDMS *Sylgard 184* da *Dow Corning* é preparado: base e agente de cura na proporção de 10:1. Depois de depositar a mistura sobre o molde, o conjunto é submetido a 50 mtorr de vácuo para retirada de bolhas. Após 60 min a 100°C em uma placa quente, o PDMS é polimerizado incorporando o desenho dos microcanais impressos em sua superfície.

11.2 BOBINA

Na sequência, a bobina e o ímã são centralizados sobre o reservatório. Uma camada de PDMS subsequente de 2mm de altura (chamada de PDMS estrutural) é depositada em volta do conjunto com o objetivo de alojar a bobina e os tubos de entrada e saída de fluido. Nesta etapa, o ímã é utilizado para proteger a membrana do diafragma sendo retirado após a polimerização do PDMS estrutural enquanto a bobina e os tubos permanecem fixados ao dispositivo. Novamente o processo de polimerização acontece após 60 min a 100°C em placa aquecedora. O detalhe da bobina e do ímã sobre o reservatório é apresentado na Figura 11-1.

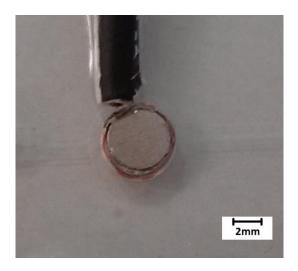


Figura 11-1 - Atuador eletromagnético fabricado.

Finalmente, a camada de PDMS moldado com os microcanais e o PDMS estrutural são retirados do molde de SU-8.

11.3 SELAGEM

O processo de selagem do PDMS com substrato de vidro melhora a aderência entre as partes. A selagem irreversível é obtida através da oxidação da superfície do vidro e do PDMS com plasma de O₂ seguindo as seguintes etapas:

- Imersão do substrato de vidro e do PDMS em uma solução de 10% de KOH,
 80% de isopropanol e 10% de água DI durante 30 segundos;
- 2. Secagem com jato de Nitrogênio;

- 3. Exposição das superfícies ao plasma de 70 cm³/min de O_2 a uma potência de 100W durante 20 segundos;
- 4. Alinhamento e pressão mecânica manual sobre as superfícies durante 3 minutos.

O processo de selagem PDMS/Vidro é resumido na Figura 11-2.

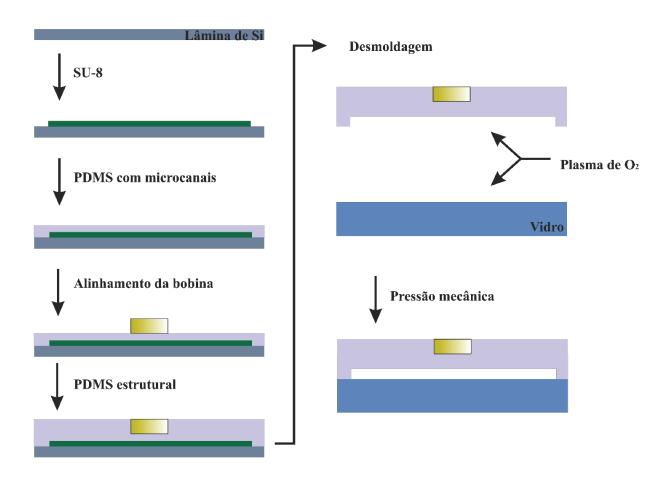


Figura 11-2 - Processo de fabricação do atuador eletromagnético.

11.4 VÁLVULA ELETROMAGNÉTICA

A válvula com a bobina integrada foi fabricada segundo o processo descrito anteriormente. O dispositivo final é apresentado na Figura 11-3.



Figura 11-3 - Imagem da válvula eletromagnética fabricada.

11.5 MISTURADOR

O dispositivo para mistura de fluidos foi fabricado com base no processo descrito anteriormente. No entanto, para facilitar o controle da frequência e intensidade de atuação do misturador, foi utilizado um eletroímã de 7,5W externo ao dispositivo. Deste modo, o encapsulamento da bobina não foi necessário. A proteção da membrana do diafragma foi realizada por uma peça metálica cilíndrica de 8mm de diâmetro deixando no PDMS estrutural o espaço para o acoplamento do ímã. Devido a esta nova configuração, utilizou-se um ímã esférico de 3mm de diâmetro para facilitar a movimentação do ímã no eixo vertical. O conjunto com o ímã sobre a membrana e o eletroímã externo é apresentado na Figura 11-4.

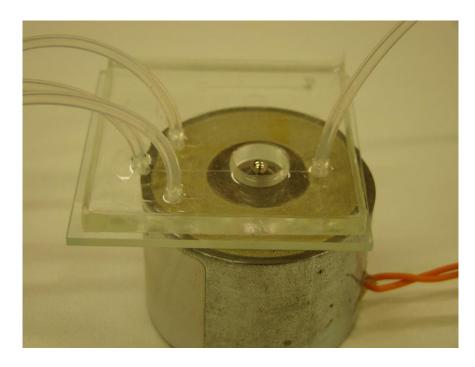


Figura 11-4 - Misturador com ímã e eletroímã alinhados com o diafragma de PDMS.

O movimento do ímã foi limitado por um suporte cilíndrico de PMMA encaixado no PDMS estrutural. O suporte foi usinado com 8,5mm de diâmetro e continha um furo de 3,5mm que permitia a vibração do ímã. O dispositivo final do misturador é apresentado na Figura 11-5.

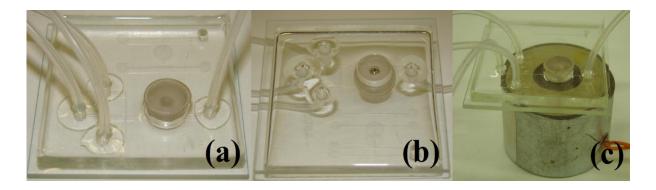


Figura 11-5 - Imagens do misturador fabricado: (a) visto de cima, (b) visto de baixo e (c) em conjunto com eletroímã.

11.6 VÁLVULA BICO-DIFUSOR PARA BOMBEAMENTO EM MICROCANAIS

A fabricação do dispositivo para bombeamento em microcanais é sugerida nesta tese utilizando os procedimentos para construção do atuador eletromagnético conforme explicado nas seções anteriores. Além disso, como prevê o projeto apresentado no capítulo 9, a bomba necessita de elementos bico-difusores para o direcionamento do fluxo induzido pelo atuador. Esses elementos foram fabricados utilizando o processo para a fabricação dos microcanais. O detalhe apresentado na Figura 11-6 mostra a válvula bico-difusora fabricada em PDMS.

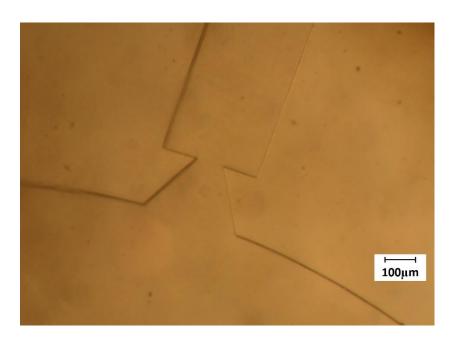


Figura 11-6 - Válvula bico difusor para bombeamento de fluidos em microcanais.

11.7 CONCLUSÕES PARCIAIS

O processo de fabricação dos atuadores utiliza técnicas convencionais da microfluídica como fotolitografia, selagem, deposição, moldagem e polimerização de PDMS. As válvulas eletromagnéticas, válvulas bico difusoras e o misturador eletromagnético foram fabricados utilizando essas técnicas.

O alinhamento manual é suficiente pois o alinhamento mais crítico (bobina, ímã e reservatório) envolve dimensões na ordem de milímetros. Por fim, toda a fabricação dos protótipos pode ser realizada com sucesso em laboratórios nacionais, com baixo custo além de possuírem prototipagem rápida.

12 APLICAÇÕES DO ATUADOR ELETROMAGNÉTICO

As aplicações do atuador eletromagnético como válvula, misturador e bomba para dispositivos microfluídicos são detalhadas neste capítulo. O aparato experimental e os resultados também são apresentados e discutidos.

12.1 VÁLVULA

A montagem do aparato experimental, mostrada na Figura 12-1, foi desenvolvida para medir a pressão suportada pela válvula e a queda de pressão devido à geometria do microcanal. Um cilindro de nitrogênio com alta pressão proporciona o fluxo constante de gás para o aparato, enquanto a válvula de agulha regula a pressão com a qual o gás é inserido nos microcanais. O primeiro sensor de pressão é usado para controlar a válvula agulha assegurando que a pressão de entrada não ultrapasse o limite de 10 kPa para não danificar o dispositivo. O segundo sensor mede a diferença de pressão entre a entrada (pressão mais elevada) e a saída dos microcanais. Finalmente, os dados são registrados para posterior análise.

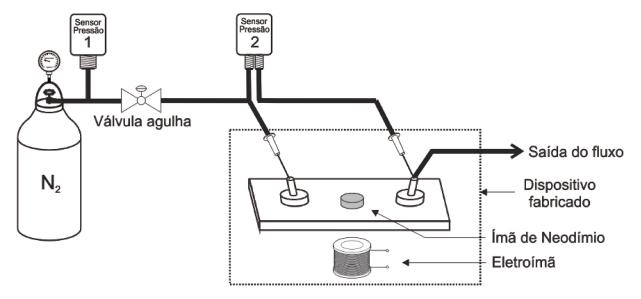


Figura 12-1 - Esquema do aparato experimental.

Após o aumento gradual da pressão de entrada, constatou-se que, estando fechada, a válvula fabricada consegue suportar pressões de até 709Pa. No gráfico da figura 12-2 pode-se observar que a diferença de pressão acompanha a pressão de entrada antes de 709Pa, caracte-

rizando o fechamento da válvula. Após esse limiar a válvula permite a passagem de nitrogênio e gradativamente perde capacidade de limitar o fluxo. O estudo da queda de pressão é apresentado no gráfico da Figura 12-2. A diferença de pressão suportada pela válvula é medida através do sensor de pressão 2, enquanto o sensor 1 é utilizado para monitorar a pressão na entrada do sistema.

Em resumo, com uma corrente de 625mA aplicada ao eletroímã externo, a válvula consegue suportar a passagem de fluidos injetados com pressões inferiores a 709Pa e, acima deste valor, consegue limitar o fluxo, restringindo a seção transversal do microcanal.

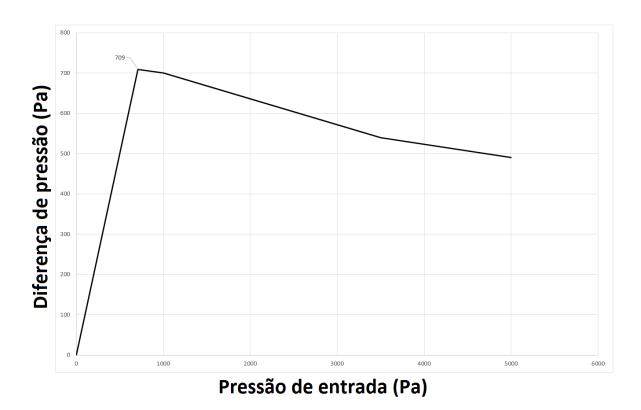


Figura 12-2 - Estudo da pressão de nitrogênio suportada pela válvula proposta.

12.2 MISTURADOR

Avaliação do protótipo do misturador, cujo projeto é apresentado no Capítulo 9, foi realizada através do estudo da dependência da eficiência de mistura sobre a frequência do acionamento magnético. Para isso, o aparato de medidas apresentado na Figura 12-3 foi montado. Com vazões constantes de 20µl/min, duas bombas de seringa foram utilizadas para injeção do corante azul, trifenilmetano, e do corante vermelho, amaranto, diluídos em água deionizada. O misturador foi colocado sobre um eletroímã comercial de 7,5W de potência alimentado por um circuito *driver* que forneceu corrente alternada em resposta a frequência escolhida pelo operador no gerador de funções. Finalmente, o dispositivo foi monitorado por uma câmera de vídeo acoplada ao microscópio.

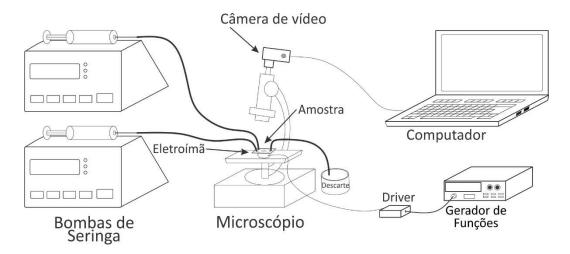


Figura 12-3 - Aparato para avaliação do misturador.

Quando os dois fluidos entram em contato dentro do microcanal em forma de "ψ", a mistura acontece lentamente por difusão até chegar ao reservatório, com a atuação, a inserção de forças inerciais acelera o processo de mistura. Na Figura 12-4 estão apresentadas as imagens retiradas do vídeo em alta resolução gravado enquanto a frequência de atuação do eletroímã era gradualmente aumentada de zero a 11Hz. A frequência era incrementada de 1Hz a cada 10 segundos para estabilização da mistura. Na primeira imagem, ainda sem atuação (frequência zero), observa-se que o fluxo laminar segue pelo reservatório mesmo com a alteração brusca da geometria do microcanal. A variação de pressão exercida pelo ímã no reservatório acelera o processo de difusão de massa aumentando a espessura da linha de difusividade, que tem a coloração mais escura.

Através de análise visual, percebe-se que mistura se intensifica gradativamente até a frequência atingir 10Hz e depois se mantém até 20Hz, como registrado em vídeo. Para frequências maiores, a vibração rápida reduz a amplitude do deslocamento do ímã devido ao sistema mecânico do conjunto ímã/membrana, não acelerando a velocidade de mistura.

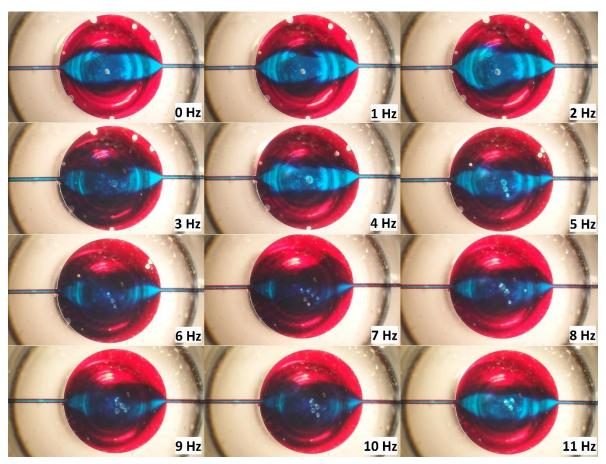


Figura 12-4 - Avaliação da mistura dentro do reservatório de acordo com a frequência aplicada.

O processo pode ser avaliado também comparando-se a espessura da linha de difusividade antes e após o reservatório de mistura. O detalhe da linha de difusividade no canal de entrada e do canal de saída é apresentada na Figura 12-5. Em fluxo laminar, a linha de difusividade tem espessura de cerca de 20µm próximo ao reservatório de mistura, após atuação do misturador a espessura da linha aumentou em 90%, atingindo 38µm. Com as mesma condições, porém sem atuação do misturador, após passar pelo reservatório, a linha de difusividade aumenta em 23%. Isto representa um ganho de 67% na velocidade de mistura.

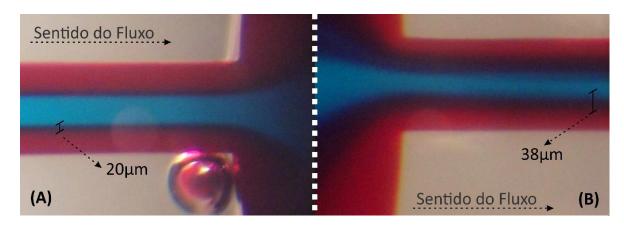


Figura 12-5 - Avaliação da linha de difusividade antes (A) e após (B) mistura a 10Hz.

12.2.1 Discussão

Os resultados experimentais mostram que a atuação magnética é capaz de acelerar a mistura de líquidos inserindo forças inerciais, consequentemente elevando o número de Reynolds, no regime inicialmente laminar dos fluidos a serem misturados. A linha de difusividade de massa teve sua espessura significativamente aumentada para frequência de atuação de 10Hz, consequência da aceleração do processo de mistura. Outro fenômeno observado foi o desprendimento de bolhas do reservatório com o aumento da frequência de atuação. As bolhas podem afetar negativamente o desempenho dos dispositivos microfluídicos e vários esforços foram dedicados para retirada de bolhas dos sistemas microfluídicos [97].

Ainda, controlando dois parâmetros chave para gerar a instabilidade hidrodinâmica: a intensidade da força gerada e a frequência de atuação pode-se ajustar a velocidade de mistura aos valores desejados pelo usuário. Aliado ao processo de fabricação compatível com os dispositivos microfluídicos, os resultados demonstram que o misturador apresentado possui grande potencial de aplicação para os *lab-on-a-chip*.

12.3 BOMBA

Utilizando o atuador, exemplificado na seção 12.1, e a válvula bico-difusora é possível construir uma bomba de deslocamento positivo alternado para atuação em microcanais. O

projeto da bomba é sugerido no Capítulo 9 e sua fabricação sugerida no Capítulo 11. A caracterização da bomba é sugestão de trabalho futuro.

O fluxo produzido pela bomba deverá ser avaliado em função da frequência e da magnitude da corrente aplicada à bobina. A frequência ótima, ou seja, a que produz a maior fluxo, deverá ser modulada a partir da geometria do canal e da espessura da membrana de PDMS. Do mesmo modo, a magnitude do campo magnético externo e o aumento de volume (diâmetro e altura) do reservatório podem ser utilizados para otimizar o fluxo controlado pelo atuador.

Conforme apresentado no projeto, as dimensões e o processo de fabricação utilizado torna o dispositivo capaz de incorporar sistemas de microfluidos mais complexos, tais como misturadores e sensores. Além disso, o dispositivo permite a portabilidade dos sistemas de microfluidos porque requer apenas uma fonte de corrente pulsada externa para controlar o campo magnético gerado pela bobina.

13 CONCLUSÕES E PERSPECTIVAS

Os *lab-on-a-chip* ficam cada vez mais viáveis economicamente e abrangem um horizonte ainda maior de aplicações quando uma nova ferramenta microfluídica é desenvolvida. Neste trabalho apresentamos um sensor interdigitado circular em forma de anel e um atuador eletromagnético integrado ao dispositivo microfluídico. Isto possibilita o bombeamento em microcanais de forma automatizada, a mistura em proporções desejadas e avaliar, em tempo real, os fluidos presentes no dispositivo utilizando o sensor interdigitado para realimentar o controle dos atuadores.

O estudo das geometrias de eletrodos interdigitados foi desenvolvido comparando-se os eletrodos interdigitados convencionais, eletrodos em forma de serpentina e eletrodos em forma de anel. Vários parâmetros geométricos foram estudados e a influência deste parâmetros na capacitância total da estrutura foi avaliada. Através da simulação de elementos finitos e da caracterização dos eletrodos fabricados provou-se que os RSE superam em relação de capacitância por área. O incremento de capacitância utilizando os RSE chega a 30fF, enquanto a capacitância devido a permissividade do fluido varia na ordem de unidades de femto Faraday. Portanto, sensores capacitivos que utilizam tais eletrodos apresentam maior sensibilidade à permissividade do fluido sem a necessidade de aumentar a área fabricada.

Eletrodos interdigitados convencionais foram projetados baseado no método analítico e conforme simulação de elementos finitos para integrarem um CI dedicado à espectroscopia de impedâncias. Os eletrodos foram utilizados em um sistema de espectroscopia aplicado à medição da umidade do ar em ambiente controlado. Ainda, os eletrodos em forma de anel foram utilizados em aplicações de contagem de células *Saccharomyces cerevisiae* em meio aquoso e na detecção de tamanho, volume e velocidade de gotas em mistura bifásica de óleo mineral e corante aquoso.

Foi desenvolvida uma proposta de atuador eletromagnético totalmente integrado, que pode ser utilizado como válvula, misturador ativo ou bombear fluidos em microcanais. O atuador tem alta compatibilidade com sistemas microfluídicos baseados em PDMS e pode ser alternativa para os atuadores apresentados hoje na literatura tais como, solenoides, atuador de efeito térmico, atuador mecânico manual e atuadores pneumáticos.

Através de simulação computacional foram dimensionados os parâmetros geométricos, magnéticos e elétricos do atuador. A fabricação de protótipos em laboratórios nacionais possibilitou a caracterização dos atuadores em aplicações como válvula e misturador ativo de fluidos em microcanais. O atuador fabricado é capaz de promover pressões superiores a 700Pa no interior dos microcanais se utilizado como válvula e aumentar a eficiência da mistura entre dois líquidos em até 67% se utilizado como misturador. Também foi observado o desprendimento de bolhas no interior dos microcanais durante a atuação do misturador. Além disso, propomos a fabricação de uma bomba utilizando válvulas bico-difusoras e o atuador eletromagnético com prototipagem rápida e fabricação simplificada.

O sensor interdigitado e o atuador eletromagnético para dispositivos microfluídicos ou *lab-on-a-chip* foram apresentados neste trabalho. O estudo e a avaliação dos RSE e o conceito do atuador eletromagnético abrem espaço para novas aplicações. Tendo em vista a demanda de aplicações da microfluídica em várias áreas do conhecimento, contribuiu-se de forma consistente para o desenvolvimento da manipulação e detecção de fluidos em microcanais.

13.1 TRABALHOS FUTUROS

A técnicas e ferramentas desenvolvidas neste trabalho possibilitam o projeto e fabricação de dispositivo microfluídico portátil que bombeia, mistura ativamente e monitora dois ou mais fluidos. O dispositivo proposto é ilustrado na Figura 13-1.

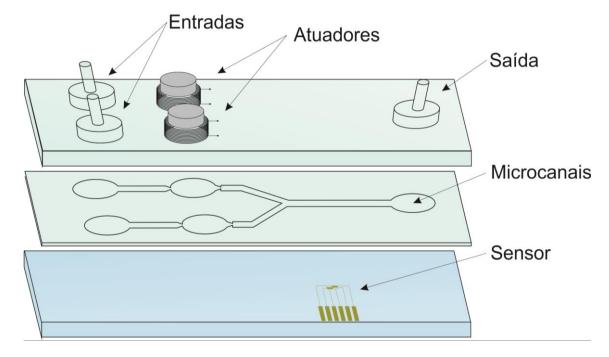


Figura 13-1- Dispositivo microfluídico proposto

Bomba A Bomba B
Bombeamento

Misturador
Ativo/Passivo

Sensor
Gotas
Concentração
Células
Bolhas

O diagrama de blocos do dispositivo proposto é apresentado na Figura 13-2.

Figura 13-2 - Diagrama de blocos do dispositivo proposto

Para a conclusão do dispositivo é necessária a caracterização da vazão e da eficiência do bombeamento utilizando o atuador eletromagnético. O controle em malha fechada do bombeamento pode acontecer através da leitura do sensor capacitivo RSE. Por fim, os parâmetros de mistura desejados podem ser recebidos do usuário por meio de software *LabView* e enviados aos atuadores utilizando o módulo de interrogação desenvolvido neste trabalho.

13.2 PUBLICAÇÕES

Os resultados deste trabalho foram publicados nos congressos *Seminatec*, *SBmicro*, *Ibersensors* e *SensorDevices*. Além da publicação no periódico *Sensors & Transducers*.

Ainda, duas publicações em congresso estão em processo de revisão, um artigo para submissão no periódico *Transactions on Instumentation and Measurement* está sendo finalizado e um artigo submetido para o periódico *Microporous & Mesoporous Materials* está em processo de correção.

Trabalho completo publicado em periódico:

 RIBEIRO, L. E. B.; ALCANTARA, G. P.; ANDRADE, C. M. G.; FRUETT, F. "Analysis of the Planar Electrode Morphology Applied to Zeolite Based Chemical Sensors." Sensors & Transducers, v. 193, p. 80-85, 2015. Citações:1

Trabalhos completos publicados em anais de congressos

- 2. RIBEIRO, L. E. B.; FRUETT, F. "Analysis of the Planar Electrode Morphology for Capacitive Chemical Sensors." In: Sensor Devices 2015, 2015, Veneza. Analysis of the Planar Electrode Morphology for Capacitive Chemical Sensors, 2015. p. 179-182.
- 3. RIBEIRO, L. E. B.; FRUETT, F. "Fabrication of an electromagnetic actuator in a microfluidic device." In: Workshop on Semiconductors and Micro & Nano Technology, 2014, São Paulo. SEMINATEC 2014, 2014.
- 4. RIBEIRO, L. E. B.; FRUETT, F. "Simulation and fabrication of a magnetic actuator for pumping fluids in microchannels." In: IBERSENSOR), 2014, Bogota. 2014 IEEE 9th IberoAmerican Congress on Sensors. p. 1.
- 5. RIBEIRO, L. E. B.; FRUETT, F. "Fabrication and characterization of an electromagnetic valve in a microfluidic device." In: SBMicro, 2014, Aracaju. 2014 29th Symposium on Microelectronics Technology and Devices (SBMicro). p. 1.

- 6. CHIAPPETTA FILHO, E.; RIBEIRO, L. E. B.; FRUETT, F. "Full Design of an Electrochemical Impedance Spectroscopy Sensor." In: 3th Workshop on Circuits and Systems, 2013, Curitiba. WCAS 2013, 2013. v. 1. p. 1-4.
- 7. COSTA, J. S.; RIBEIRO, L. E. B.; FRUETT, F. "Impedance Micro-Bridge Applied to Chemical Sensors." In: X Workshop on Semiconductors and Micro & Nano Technology, 2013, Campinas. SEMINATEC 2013, 2013.

REFERÊNCIAS

- [1] M. D. Tarn and N. Pamme, Microfluidics. 2014.
- [2] G. M. Whitesides, "The origins and the future of microfluidics.," *Nature*, vol. 442, no. 7101, pp. 368–73, 2006.
- [3] L. J. Thomas and S. P. Bessman, "Prototype for an implantable micropump powered by piezoelectric disk benders," *Trans. Am. Soc. Artif. Intern. Organs*, vol. 21, pp. 516–522, 1975.
- [4] H. T. G. Van Lintel and F. C. M. Van De Pol, "A piezoelectric micropump based on micromachining of silicon," *Sensors and Actuators*, vol. 15, pp. 153–167, 1988.
- [5] P. Woias, "Micropumps Past, progress and future prospects," *Sensors Actuators, B Chem.*, vol. 105, no. 1, pp. 28–38, 2005.
- [6] P. Woias, "Micropumps: summarizing the first two decades," in *Proceedings of the SPIE The International Society for Optical Engineering*, 2001, vol. 4560 BT-, no. 21, pp. 39–52.
- [7] K. M. Choi and J. A. Rogers, "A photocurable poly(dimethylsiloxane) chemistry designed for soft lithographic molding and printing in the nanometer regime," *J. Am. Chem. Soc.*, vol. 125, no. 14, pp. 4060–4061, 2003.
- [8] F. Amirouche, Y. Zhou, and T. Johnson, "Current micropump technologies and their biomedical applications," *Microsyst. Technol.*, vol. 15, no. 5, pp. 647–666, May 2009.
- [9] V. M. C. Rérolle, C. F. A. Floquet, A. J. K. Harris, M. C. Mowlem, R. R. G. J. Bellerby, and E. P. Achterberg, "Development of a colorimetric microfluidic pH sensor for autonomous seawater measurements," *Anal. Chim. Acta*, vol. 786, pp. 124–131, 2013.
- [10] C. Hany, H. Lebrun, C. Pradere, J. Toutain, and J. C. Batsale, "Thermal analysis of chemical reaction with a continuous microfluidic calorimeter," *Chem. Eng. J.*, vol. 160, no. 3, pp. 814–822, 2010.
- [11] T. H. Nguyen, R. Pei, M. Stojanovic, and Q. Lin, "Demonstration and characterization of biomolecular enrichment on microfluidic aptamer-functionalized surfaces," *Sensors Actuators, B Chem.*, vol. 155, no. 1, pp. 58–66, 2011.
- [12] W. H. Huang, F. Ai, Z. L. Wang, and J. K. Cheng, "Recent advances in single-cell analysis using capillary electrophoresis and microfluidic devices," *J. Chromatogr. B*, vol. 866, no. 1–2, pp. 104–122, Apr. 2008.

- [13] F. Fan, H. Shen, G. Zhang, X. Jiang, and X. Kang, "Chemiluminescence immunoassay based on microfluidic chips for α-fetoprotein," *Clin. Chim. Acta*, vol. 431, pp. 113–117, 2014.
- [14] L.-Y. Hung, J.-C. Chang, Y.-C. Tsai, C.-C. Huang, C.-P. Chang, C.-S. Yeh, and G.-B. Lee, "Magnetic nanoparticle-based immunoassay for rapid detection of influenza infections by using an integrated microfluidic system.," *Nanomedicine*, vol. 10, no. 4, pp. 819–29, 2014.
- [15] N. Xia, T. P. Hunt, B. T. Mayers, E. Alsberg, G. M. Whitesides, R. M. Westervelt, and D. E. Ingber, "Combined microfluidic-micromagnetic separation of living cells in continuous flow," *Biomed. Microdevices*, vol. 8, no. 4, pp. 299–308, 2006.
- [16] L. Wang and P. C. H. Li, "Microfluidic DNA microarray analysis: A review," *Anal. Chim. Acta*, vol. 687, no. 1, pp. 12–27, 2011.
- [17] E. L. Jackson and H. Lu, "Advances in microfluidic cell separation and manipulation," *Curr. Opin. Chem. Eng.*, vol. 2, no. 4, pp. 398–404, 2013.
- [18] N. Crews, C. Wittwer, R. Palais, and B. Gale, "Product differentiation during continuous-flow thermal gradient PCR," *Lab Chip*, vol. 8, no. 6, p. 919, 2008.
- [19] D. Ivnitski, I. Abdel-Hamid, P. Atanasov, and E. Wilkins, "Biosensors for detection of pathogenic bacteria," *Biosens. Bioelectron.*, vol. 14, no. 7, pp. 599–624, Oct. 1999.
- [20] T. C. Yih, C. Wei, and B. Hammad, "Modeling and characterization of a nanoliter drug-delivery MEMS micropump with circular bossed membrane," *Nanomedicine Nanotechnology, Biol. Med.*, vol. 1, no. 2, pp. 164–175, 2005.
- [21] M. L. Cantwell, F. Amirouche, and J. Citerin, "Low-cost high performance disposable micropump for fluidic delivery applications," *Sensors Actuators A Phys.*, vol. 168, no. 1, pp. 187–194, 2011.
- [22] C. Fournier-Wirth and J. Coste, "Nanotechnologies for pathogen detection: Future alternatives?," *Biologicals*, vol. 38, no. 1, pp. 9–13, Jan. 2010.
- [23] J. Lerchner, A. Wolf, G. Wolf, V. Baier, E. Kessler, M. Nietzsch, and M. Krügel, "A new micro-fluid chip calorimeter for biochemical applications," *Thermochim. Acta*, vol. 445, no. 2, pp. 144–150, 2006.
- [24] L. E. Bento Ribeiro, M. H. Piazzetta, A. L. Gobbi, J. S. Costa, J. A. Fracassi da Silva, and F. Fruett, "Fabrication and Characterization of an Impedance Micro-Bridge for Lab-on-a-Chip," in *ECS Transactions*, 2010, vol. 31, no. 1, pp. 155–163.
- [25] R. Igreja and C. J. Dias, "Analytical evaluation of the interdigital electrodes capacitance for a multi-layered structure," *Sensors Actuators A Phys.*, vol. 112, no. 2–

- 3, pp. 291–301, 2004.
- [26] Z. Chen, a. Sepúlveda, M. D. Ediger, and R. Richert, "Dielectric spectroscopy of thin films by dual-channel impedance measurements on differential interdigitated electrode arrays," *Eur. Phys. J. B*, vol. 85, no. 8, p. 268, 2012.
- [27] M.-I. Rocha-Gaso, C. March-Iborra, Á. Montoya-Baides, and A. Arnau-Vives, "Surface Generated Acoustic Wave Biosensors for the Detection of Pathogens: A Review," *Sensors*, vol. 9, no. 12, pp. 5740–5769, Jul. 2009.
- [28] N. A. Ramli and A. N. Nordin, "Design and modeling of MEMS SAW resonator on Lithium Niobate," 2011 4th Int. Conf. Mechatronics Integr. Eng. Ind. Soc. Dev. ICOM'11 Conf. Proc., no. May, pp. 17–19, 2011.
- [29] M.-W. Kim, Y.-H. Song, and J.-B. Yoon, "Modeling, fabrication and demonstration of a rib-type cantilever switch with an extended gate electrode," *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 21, no. 11, p. 115009, 2011.
- [30] R. Mahameed, M. a El-Tanani, and G. M. Rebeiz, "A zipper RF MEMS tunable capacitor with interdigitated RF and actuation electrodes," *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 20, no. 3, p. 35014, 2010.
- [31] A. Rivadeneyra, J. Fernández-Salmerón, J. Banqueri, J. a. López-Villanueva, L. F. Capitan-Vallvey, and A. J. Palma, "A novel electrode structure compared with interdigitated electrodes as capacitive sensor," *Sensors Actuators B Chem.*, vol. 204, pp. 552–560, 2014.
- [32] Y. Kim, B. Jung, H. Lee, H. Kim, K. Lee, and H. Park, "Capacitive humidity sensor design based on anodic aluminum oxide," *Sensors Actuators B Chem.*, vol. 141, no. 2, pp. 441–446, 2009.
- [33] L. Binotto and G. F. Piacentini, "Analysis of interdigitated thin film capacitors," *Thin Solid Films*, vol. 12, no. 2, pp. 325–333, 1972.
- [34] P. N. Wolfe, "Capacitance calculations for several simple two-dimensional geometries," *Proceedings of the Istitute of Radio Enginneers*, vol. 50, no. 10. p. 2131, 1962.
- [35] J. W. Grate and G. C. Frye, Acoustic wave sensors. 1996.
- [36] Y. Tahara and K. Toko, "Electronic tongues-a review," *IEEE Sens. J.*, vol. 13, no. 8, pp. 3001–3011, 2013.
- [37] L. Escuder-Gilabert and M. Peris, "Review: Highlights in recent applications of electronic tongues in food analysis," *Anal. Chim. Acta*, vol. 665, no. 1, pp. 15–25, 2010.

- [38] J. Virtanen, L. Ukkonen, T. Björninen, and L. Sydänheimo, "Printed Humidity Sensor for UHF RFID Systems," 2009.
- [39] D. Briand, A. Oprea, J. Courbat, and N. Bârsan, "Making environmental sensors on plastic foil," *Mater. Today*, vol. 14, no. 9, pp. 416–423, 2011.
- [40] L. E. Bento Ribeiro, G. P. De Alcântara, M. G. Andrade, and F. Fruett, "Analysis of the Planar Electrode Morphology Applied to Zeolite Based Chemical Sensors," *Sensors & Transducers*, vol. 193, no. 10, pp. 80–85, 2015.
- [41] M. Urbiztondo, I. Pellejero, a. Rodriguez, M. P. Pina, and J. Santamaria, "Zeolite-coated interdigital capacitors for humidity sensing," *Sensors Actuators B Chem.*, vol. 157, no. 2, pp. 450–459, 2011.
- [42] A. Qureshi, J. H. Niazi, S. Kallempudi, and Y. Gurbuz, "Label-free capacitive biosensor for sensitive detection of multiple biomarkers using gold interdigitated capacitor arrays," *Biosens. Bioelectron.*, vol. 25, no. 10, pp. 2318–2323, 2010.
- [43] A. Quershi, Y. Gurbuz, W. P. Kang, and J. L. Davidson, "A novel interdigitated capacitor based biosensor for detection of cardiovascular risk marker," *Biosens. Bioelectron.*, vol. 25, pp. 877–882, 2009.
- [44] G. C. M. Meijer, Smart Sensor Systems. 2008.
- [45] C. J. F. Böttcher, O. C. van Belle, P. Bordewijk, and A. Rip, *Theory of electric polarization*, vol. 2. Elsevier Science Ltd, 1978.
- [46] E. Barsoukov and J. R. Macdonald, *Impedance Spectroscopy: Theory, Experiment, and Applications*. 2005.
- [47] T. E. Kerner, K. D. Paulsen, A. Hartov, S. K. Soho, and S. P. Poplack, "Electrical impedance spectroscopy of the breast: Clinical imaging results in 26 subjects," *IEEE Trans. Med. Imaging*, vol. 21, no. 6, pp. 638–645, 2002.
- [48] A. Manickam, A. Chevalier, M. McDermott, A. D. Ellington, and A. Hassibi, "A CMOS electrochemical impedance spectroscopy (EIS) biosensor array," *IEEE Trans. Biomed. Circuits Syst.*, vol. 4, no. 6 PART 1, pp. 379–390, 2010.
- [49] M. Alcañiz, J.-L. Vivancos, R. Masot, J. Ibañez, M. Raga, J. Soto, and R. Martínez-Máñez, "Design of an electronic system and its application to electronic tongues using variable amplitude pulse voltammetry and impedance spectroscopy," *J. Food Eng.*, vol. 111, no. 1, pp. 122–128, 2012.
- [50] C. M. Bhatt and J. Nagaraju, "Non-Destructive Method to Estimate the Moisture Content in Bread using Multi-Channel Electrical Impedance Spectroscopy," *IEEE Sensors Appl. Symp.*, 2009.

- [51] J. Xiang, N. B. Jones, D. Cheng, and F. S. Schlindwein, "Direct inversion of the apparent complex-resistivity spectrum," *Geophysics*, vol. 66, no. 5, pp. 1399–1404, 2001.
- [52] R. T. Coverdale, B. J. Christensen, T. O. Mason, H. M. Jennings, and E. J. Garboczi, "Interpretation of the impedance spectroscopy of cement paste via computer modelling Part II Dielectric response," *J. Mater. Sci.*, vol. 29, no. 19, pp. 4984–4992, 1994.
- [53] B. Pejcic and R. De Marco, "Impedance spectroscopy: Over 35 years of electrochemical sensor optimization," *Electrochim. Acta*, vol. 51, no. 28, pp. 6217–6229, 2006.
- [54] R. Gomez, R. Bashir, and A. Sarikaya, "Microfluidic biochip for impedance spectroscopy of biological species," *Biomed. Microdevices*, vol. 3, no. 3, pp. 201–209, 2001.
- [55] M. Meier, S. Karg, and W. Riess, "Light-emitting diodes based on poly-p-phenylene-vinylene .2. Impedance spectroscopy," *J. Appl. Phys.*, vol. 82, no. August, pp. 1961–1966, 1997.
- [56] K. S. Cole and R. H. Cole, "Dispersion and Absorption in Dielectrics I. Alternating Current Characteristics," *J. Chem. Phys.*, vol. 9, no. 4, p. 341, 1941.
- [57] D. W. Davidson and R. H. Cole, "Dielectric Relaxation in Glycerol, Propylene Glycol, and n-Propanol," *J. Chem. Phys.*, vol. 19, no. 12, p. 1484, 1951.
- [58] S. Havriliak and S. Negami, "A complex plane representation of dielectric and mechanical relaxation processes in some polymers," *Polymer (Guildf)*., vol. 8, pp. 161–210, 1967.
- [59] J. C. Dyre, "The random free-energy barrier model for ac conduction in disordered solids," *J. Appl. Phys.*, vol. 64, no. 5, pp. 2456–2468, 1988.
- [60] R. F. Bianchi, G. F. L. Ferreira, C. M. Lepienski, R. M. Faria, and I. Introduction, "Alternating electrical conductivity of polyaniline," *J. Chem. Phys.*, vol. 110, no. 9, pp. 4602–4607, 1999.
- [61] G. Gozzi, D. L. Chinaglia, T. F. Schmidt, L. Walmsley, C. J. L. Constantino, A. E. Job, L. F. Santos, and O. N. Oliveira, "Electric characterization of a hybrid composite based on POMA/P(VDF- TrFE)/Zn2SiO4: Mn using impedance spectroscopy," *J. Phys. D-Applied Phys.*, vol. 39, no. 17, pp. 3888–3894, 2006.
- [62] Gamry Instruments, "Basics of Electrochemical Impedance Spectroscopy." 2008.
- [63] J. R. Macdonald and E. Barsoukov, "Impedance spectroscopy: theory, experiment, and applications," *History*, vol. 1, no. 8, 2005.

- [64] A. J. Bard and L. R. Faulkner, "Electrochemical methods: principles and applications," *Electrochem. Methods Princ. Appl.*, pp. 386–428, 2001.
- [65] K. Levenberg, "A method for the solution of certain non-linear problems in least squares," 1944.
- [66] D. W. Marquardt, "An Algorithm for Least-Squares Estimation of Nonlinear Parameters," *Journal of the Society for Industrial and Applied Mathematics*, vol. 11, no. 2. pp. 431–441, 1963.
- [67] R. Igreja and C. J. Dias, "Extension to the analytical model of the interdigital electrodes capacitance for a multi-layered structure," *Sensors Actuators A Phys.*, vol. 172, no. 2, pp. 392–399, Dec. 2011.
- [68] R. R. Tummala and V. K. Madisetti, "System on chip or system on package?," *Des. Test Comput. IEEE*, vol. 16, no. 2, pp. 48–56, 1999.
- [69] R. Esfandiari, D. W. Maki, and M. Siracusa, "Design of Interdigitated Capacitors and Their Application To Gallium Arsenide Monolithic Filters," *IEEE Trans. Microw. Theory Tech.*, vol. MTT-31, no. 1, pp. 57–64, 1983.
- [70] M. Gillick, I. D. Robertson, and J. S. Joshi, "An Analytical Method for Direct Calculation of E & H-field pattern conductor-baked coplanar waveguides," *IEEE Trans. Microw. Theory Tech.*, vol. 41, no. 9, p. 1606, 1993.
- [71] G. Akerlof, "Dielectric Constants of Some Organic Solvent-Water Mixtures At Various Temperatures," *J. Am. Chem. Soc.*, vol. 54, no. 11, pp. 4125–4139, 1932.
- [72] G. Ghione and M. Goano, "Revisiting the partial-capacitance approach to the analysis of coplanar transmission lines on multilayered substrates," *IEEE Trans. Microw. Theory Tech.*, vol. 51, no. 9, pp. 2007–2014, 2003.
- [73] M. N. Alam, R. H. Bhuiyan, R. A. Dougal, and M. Ali, "Concrete moisture content measurement using interdigitated near-field sensors," *IEEE Sens. J.*, vol. 10, no. 7, pp. 1243–1248, 2010.
- [74] A. Rivadeneyra, J. Fernández-Salmerón, M. Agudo, J. a. López-Villanueva, L. F. Capitan-Vallvey, and A. J. Palma, "Design and characterization of a low thermal drift capacitive humidity sensor by inkjet-printing," *Sensors Actuators B Chem.*, vol. 195, pp. 123–131, 2014.
- [75] E. J. D. C. Filho, L. E. B. Ribeiro, and F. Fruett, "Full Design of an Electrochemical Impedance Spectroscopy Sensor," *Work. Circuits Syst. Curitiba, Brazil*, pp. 3–6, 2013.
- [76] "Ulvac Coating Corporation," 2016. [Online]. Available: http://www.ulvac.com/. [Accessed: 01-Aug-2016].

- [77] Heidelberg Instruments, "µPG 101 Micro Pattern Generator User Guide." 2015.
- [78] "Perfecta," 2016. [Online]. Available: http://www.perfectalab.com.br/. [Accessed: 01-Aug-2016].
- [79] AZ Electronic Materials, "AZ 5200 Positive Photoresist Datasheet." p. 3, 1986.
- [80] SUSS MicroTech, "Suss MJB-3 Operator's Manual." p. 110, 2004.
- [81] Analog Devices, "AD7745/AD7746 24-bit capacitance-to-digital converter with temperature sensor," *Data Sheet*, pp. 1–28, 2007.
- [82] Texas Instruments, "MSP430 Datasheet." 2013.
- [83] F. J. de O. Morais, "Proposta e desenvolvimento de um sistema não-intrusivo baseado em energy harvesting, para aplicação na detecção de fraudes em instalações elétricas," Universidade Estadual de Campinas, 2015.
- [84] E. J. D. Chiappetta Filho, "Projeto e Fabricação de um Sensor de Espectroscopia de Impedância Eletroquímica," UNICAMP, 2014.
- [85] S. S. Khan, M. A. Solomon, and J. P. McCoy, "Detection of circulating endothelial cells and endothelial progenitor cells by flow cytometry," *Cytom. Part B Clin. Cytom.*, vol. 64, no. 1, pp. 1–8, 2005.
- [86] J. Vives-Rego, P. Lebaron, and Caron Nebe-von, "Current and future applications of £ ow cytometry in aquatic microbiology," *FEMS Microbiol. Rev.*, vol. 24, no. 2000, pp. 429–448, 2000.
- [87] S. Joo, K. H. Kim, H. C. Kim, and T. D. Chung, "A portable microfluidic flow cytometer based on simultaneous detection of impedance and fluorescence," *Biosens. Bioelectron.*, vol. 25, no. 6, pp. 1509–1515, 2010.
- [88] T. Hulgan, B. E. Shepherd, S. P. Raffanti, J. S. Fusco, R. Beckerman, G. Barkanic, and T. R. Sterling, "Absolute count and percentage of CD4+ lymphocytes are independent predictors of disease progression in HIV-infected persons initiating highly active antiretroviral therapy.," *J. Infect. Dis.*, vol. 195, no. 3, pp. 425–431, 2007.
- [89] D. Gao, H. F. Li, G. S. Guo, and J. M. Lin, "Magnetic bead based immunoassay for enumeration of CD4+ T lymphocytes on a microfluidic device," *Talanta*, vol. 82, no. 2, pp. 528–533, 2010.
- [90] S. Emaminejad, M. Javanmard, R. W. Dutton, and R. W. Davis, "Microfluidic diagnostic tool for the developing world: contactless impedance flow cytometry," *Lab Chip*, vol. 12, no. 21, p. 4499, 2012.
- [91] S. Gawad, L. Schild, and P. H. Renaud, "Micromachined impedance spectroscopy flow cytometer for cell analysis and particle sizing," *Lab Chip*, vol. 1, pp. 76–82, 2001.

- [92] H. Chun, T. D. Chung, and H. C. Kim, "Cytometry and velocimetry on a microfluidic chip using polyelectrolytic salt bridges," *Anal. Chem.*, vol. 77, no. 8, pp. 2490–2495, 2005.
- [93] H. L. Gou, X. B. Zhang, N. Bao, J. J. Xu, X. H. Xia, and H. Y. Chen, "Label-free electrical discrimination of cells at normal, apoptotic and necrotic status with a microfluidic device," *J. Chromatogr. A*, vol. 1218, no. 33, pp. 5725–5729, 2011.
- [94] Y. Zheng, J. Nguyen, C. Wang, and Y. Sun, "Electrical measurement of red blood cell deformability on a microfluidic device.," *Lab Chip*, vol. 13, no. 16, pp. 3275–83, 2013.
- [95] E. Du, S. Ha, M. Diez-Silva, M. Dao, S. Suresh, and A. P. Chandrakasan, "Electric impedance microflow cytometry for characterization of cell disease states," *Lab Chip*, vol. 13, no. 19, p. 3903, 2013.
- [96] J. Guo, H. Li, Y. Chen, and Y. Kang, "A Microfluidic Impedance Cytometer on Printed Circuit Board for Low Cost Diagnosis," *IEEE Sens. J.*, vol. 14, no. 7, pp. 2112–2117, Jul. 2014.
- [97] C. Lochovsky, S. Yasotharan, and A. Günther, "Bubbles no more: in-plane trapping and removal of bubbles in microfluidic devices," *Lab Chip*, vol. 12, no. 3, p. 595, 2012.
- [98] M. J. Fuerstman, A. Lai, M. E. Thurlow, S. S. Shevkoplyas, H. a. Stone, and G. M. Whitesides, "The pressure drop along rectangular microchannels containing bubbles," *Lab Chip*, vol. 7, no. 11, p. 1479, 2007.
- [99] G. T. Vladisavljević, N. Khalid, M. a. Neves, T. Kuroiwa, M. Nakajima, K. Uemura, S. Ichikawa, and I. Kobayashi, "Industrial lab-on-a-chip: Design, applications and scale-up for drug discovery and delivery," *Adv. Drug Deliv. Rev.*, vol. 65, no. 11–12, pp. 1626–1663, 2013.
- [100] M. A. Augustin and Y. Hemar, "Nano- and micro-structured assemblies for encapsulation of food ingredients.," *Chem. Soc. Rev.*, vol. 38, no. 4, pp. 902–912, 2009.
- [101] E. Chiappeta, L. E. B. Ribeiro, and F. Fruett, "Full Design of an Electrochemical Impedance Spectroscopy Sensor," *WCAS*, 2013.
- [102] Y. H. Wang, Y. W. Tsai, C. H. Tsai, C. Y. Lee, and L. M. Fu, "Design and analysis of impedance pumps utilizing electromagnetic actuation," *Sensors*, vol. 10, no. 4, pp. 4040–4052, 2010.
- [103] P. Mitchell, "Microfluidics--downsizing large-scale biology.," *Nat. Biotechnol.*, vol. 19, no. 8, pp. 717–21, 2001.
- [104] K. S. Elvira, X. Casadevall i Solvas, R. C. R. Wootton, and A. J. de Mello, "The past, present and potential for microfluidic reactor technology in chemical synthesis.," *Nat.*

- Chem., vol. 5, no. 11, pp. 905–15, 2013.
- [105] R. H. Liu, J. Yang, R. Lenigk, J. Bonanno, and P. Grodzinski, "Self-Contained, Fully Integrated Biochip for Sample Preparation, Polymerase Chain Reaction Amplification, and DNA Microarray Detection," *Anal. Chem.*, vol. 76, no. 7, pp. 1824–1831, 2004.
- [106] H. Morgan, T. Sun, D. Holmes, S. Gawad, and N. G. Green, "Single cell dielectric spectroscopy," *J. Phys. D Appl. Phys*, vol. 40, pp. 61–70, 2007.
- [107] M. Tabib-Azar, *Microactuators*. Boston, MA: Springer US, 1998.
- [108] H. Janocha and P. Automation, "Microactuators Principles , Applications , Trends Microdrives," pp. 1–8.
- [109] S. Shoji and M. Esashi, "Microflow devices and systems," *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 4, no. 4, pp. 157–171, 1999.
- [110] M. S. Bin Ibrahim and M. M. Bin Mahat, "CFD Analysis of Electromagnetic Based Valveless Pump," *Procedia Eng.*, vol. 41, no. Iris, pp. 1524–1532, 2012.
- [111] H. Yang, T. H. Tsai, and C. C. Hu, "Portable valve-less peristaltic micropump design and fabrication," *DTIP MEMS MOEMS Symp. Des. Test, Integr. Packag. MEMS/MOEMS*, pp. 273–278, 2008.
- [112] C.-Y. Lee, H.-T. Chang, and C.-Y. Wen, "A MEMS-based valveless impedance pump utilizing electromagnetic actuation," *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 18, no. 3, p. 35044, 2008.
- [113] V. T. Dau, T. X. Dinh, K. Tanaka, and S. Sugiyama, "Study on geometry of valveless-micropump," 2009 IEEE/ASME Int. Conf. Adv. Intell. Mechatronics, pp. 308–313, 2009.
- [114] H. T. Chang, C. Y. Lee, C. Y. Wen, and B. S. Hong, "Theoretical analysis and optimization of electromagnetic actuation in a valveless microimpedance pump," *Microelectronics J.*, vol. 38, no. 6–7, pp. 791–799, 2007.
- [115] C.-Y. Lee and Z.-H. Chen, "Valveless impedance micropump with integrated magnetic diaphragm," *Biomed. Microdevices*, vol. 12, no. 2, pp. 197–205, 2010.
- [116] S. Yufeng, C. Wenyuan, C. Feng, and Z. Weiping, "Electro-magnetically actuated valveless micropump with two flexible diaphragms," *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 30, no. 3–4, pp. 215–220, 2006.
- [117] C. Y. Lee, C. H. Tai, C. L. Chang, C. H. Tsai, Y. N. Wang, and L. M. Fu, "Numerical Simulation of Electromagnetic Actuator for Impedance Pumping," *Key Eng. Mater.*, vol. 483, pp. 305–310, Jun. 2011.
- [118] H. T. Chang, C. Y. Lee, and C. Y. Wen, "Design and modeling of electromagnetic

- actuator in mems-based valveless impedance pump," *Microsyst. Technol.*, vol. 13, no. 11–12, pp. 1615–1622, 2007.
- [119] D. Corner, "Permanent Magnets," Phys. Technol., vol. 38, no. 9, pp. 158–165, 1988.
- [120] D. J. Craik, Magnetism: principles and applications. Wiley-VCH, 2003.
- [121] R. W. Fox, P. J. Pritchard, and A. T. McDonald, *Introdução à Mecânica dos Fluídos*. Grupo Gen-LTC, 2014.
- [122] G. K. Batchelor, An introduction to fluid dynamics. Cambridge university press, 2000.
- [123] P. Gravesen, J. Branebjerg, and O. S. Jensen, "Microfluidics-a review," *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 3, no. 4, pp. 168–182, Dec. 1993.
- [124] B. Schmandt and H. Herwig, "Diffuser and Nozzle Design Optimization by Entropy Generation Minimization," *Entropy*, vol. 13, no. 12, pp. 1380–1402, 2011.
- [125] Y. Liu, H. Komatsuzaki, S. Imai, and Y. Nishioka, "Planar diffuser/nozzle micropumps with extremely thin polyimide diaphragms," *Sensors Actuators, A Phys.*, vol. 169, no. 2, pp. 259–265, 2011.
- [126] I. Karassik, J. Messina, P. Cooper, and C. Heald, *Pump Handbook*. 2007.
- [127] J. Zhong, M. Yi, and H. H. Bau, "Magneto hydrodynamic (MHD) pump fabricated with ceramic tapes," *Sensors Actuators*, A Phys., vol. 96, no. 1, pp. 59–66, 2002.
- [128] C.-Y. Lee, H.-T. Chang, and C.-Y. Wen, "A MEMS-based valveless impedance pump utilizing electromagnetic actuation," *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 18, no. 3, p. 35044, 2008.
- [129] B. Zhao, "Surface-Directed Liquid Flow Inside Microchannels," *Science* (80-.)., vol. 291, no. 5506, pp. 1023–1026, Feb. 2001.
- [130] X. Liu and S. Li, "An electromagnetic microvalve for pneumatic control of microfluidic systems.," *J. Lab. Autom.*, vol. 19, no. 5, pp. 444–53, 2014.
- [131] D. B. Weibel, M. Kruithof, S. Potenta, S. K. Sia, A. Lee, and G. M. Whitesides, "Torque-Actuated Valves for Microfluidics place; on curing, it bonds to the surrounding layer of of the threads of the screws. The valves were separated," *Channels*, vol. 77, no. 15, pp. 4726–4733, 2005.
- [132] Y. Zheng, W. Dai, and H. Wu, "A screw-actuated pneumatic valve for portable, disposable microfluidics.," *Lab Chip*, vol. 9, no. 3, pp. 469–472, 2009.
- [133] K. a Addae-Mensah, Y. K. Cheung, V. Fekete, M. S. Rendely, and S. K. Sia, "Actuation of elastomeric microvalves in point-of-care settings using handheld, battery-powered instrumentation.," *Lab Chip*, vol. 10, pp. 1618–1622, 2010.
- [134] B. T. Chia, H.-H. Liao, and Y.-J. Yang, "A novel thermo-pneumatic peristaltic

- micropump with low temperature elevation on working fluid," *Sensors Actuators A Phys.*, vol. 165, no. 1, pp. 86–93, 2011.
- [135] R. Pal, M. Yang, B. N. Johnson, D. T. Burke, and M. A. Burns, "Phase change microvalve for integrated devices," *Anal. Chem.*, vol. 76, no. 13, pp. 3740–3748, 2004.
- [136] L. Gui, B. Y. Yu, C. L. Ren, and J. P. Huissoon, "Microfluidic phase change valve with a two-level cooling/heating system," *Microfluid. Nanofluidics*, vol. 10, no. 2, pp. 435–445, 2011.
- [137] W. Gu, H. Chen, Y.-C. Tung, J.-C. Meiners, and S. Takayama, "Multiplexed hydraulic valve actuation using ionic liquid filled soft channels and Braille displays," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 90, no. 3, p. 33505, Feb. 2007.
- [138] W. Gu, X. Zhu, N. Futai, B. S. Cho, and S. Takayama, "Computerized microfluidic cell culture using elastomeric channels and Braille displays," *Proc. Natl. Acad. Sci.*, vol. 101, no. 45, pp. 15861–15866, Nov. 2004.
- [139] R. S. Wiederkehr, M. C. Salvadori, J. Brugger, F. T. Degasperi, and M. Cattani, "Fabrication and testing of a poly(vinylidene fluoride) (PVDF) microvalve for gas flow control," *Smart Mater. Struct.*, vol. 16, no. 6, pp. 2302–2307, 2007.
- [140] D. Anjewierden, G. A. Liddiard, and B. K. Gale, "An electrostatic microvalve for pneumatic control of microfluidic systems," *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 22, no. 2, p. 25019, 2012.
- [141] N. Veldurthi, S. Chandel, T. Bhave, and D. Bodas, "Computational fluid dynamic analysis of poly(dimethyl siloxane) magnetic actuator based micromixer," *Sensors Actuators B Chem.*, vol. 212, pp. 419–424, Jun. 2015.
- [142] P. Hinsmann, J. Frank, P. Svasek, M. Harasek, and B. Lendl, "Design, simulation and application of a new micromixing device for time resolved infrared spectroscopy of chemical reactions in solution.," *Lab Chip*, vol. 1, pp. 16–21, 2001.
- [143] Y. Lin, G. J. Gerfen, D. L. Rousseau, and S. R. Yeh, "Ultrafast Microfluidic Mixer and Freeze-Quenching Device," *Anal. Chem.*, vol. 75, no. 20, pp. 5381–5386, 2003.
- [144] Y. Voloshin, R. Halder, and A. Lawal, "Kinetics of hydrogen peroxide synthesis by direct combination of H2 and O2 in a microreactor," *Catal. Today*, vol. 125, no. 1–2, pp. 40–47, 2007.
- [145] R. Karnik, F. Gu, P. Basto, C. Cannizzaro, L. Dean, W. Kyei-Manu, R. Langer, and O. C. Farokhzad, "Microfluidic platform for controlled synthesis of polymeric nanoparticles," *Nano Lett.*, vol. 8, no. 9, pp. 2906–2912, 2008.
- [146] L. Malic, M. Herrmann, X. D. Hoa, and M. Tabrizian, "Current state of intellectual

- property in microfluidic nucleic acid analysis," *Recent Patents Eng.*, vol. 1, no. 1, pp. 71–88, 2007.
- [147] A. A. Deshmukh, D. Liepmann, and A. P. Pisano, "Continuous micromixer with pulsatile micropumps," in *Technical Digest of the IEEE Solid State Sensor and Actuator Workshop (Hilton Head Island, SC)*, 2000, vol. 736.
- [148] C. Aracil, F. Perdigones, J. M. Moreno, A. Luque, and J. M. Quero, "Portable Lab-on-PCB platform for autonomous micromixing," *Microelectron. Eng.*, vol. 131, pp. 13–18, 2015.
- [149] N.-T. Nguyen, "Active micromixers," in Micromixers, Elsevier, 2012, pp. 239–294.
- [150] James E. Mark, Polymer Data Handbook, 2nd ed., vol. 131, no. 44. 2009.
- [151] A. Bubendorfer, X. Liu, and A. V Ellis, "Microfabrication of PDMS microchannels using SU-8/PMMA moldings and their sealing to polystyrene substrates," *Smart Mater. Struct.*, vol. 16, no. 2, pp. 367–371, 2007.

APÊNDICES

APÊNDICE A – Instrumento Virtual para Aquisição dos Dados da Ponte LCR

Painel frontal do programa LabView para aquisição da capacitância, resistência paralela e temperatura do sensor capacitivo é exibido na Figura 0-1.

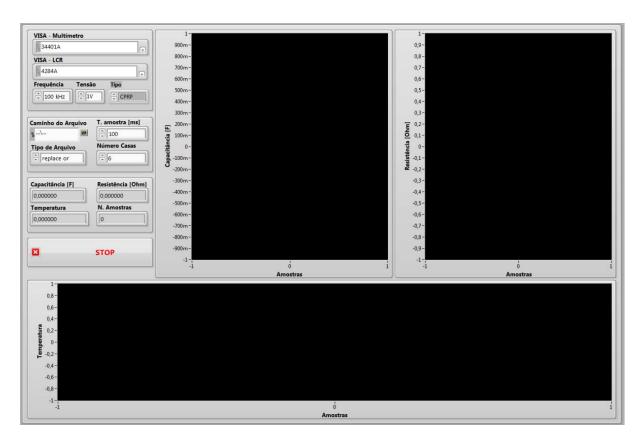


Figura 0-1 – Painel Frontal do programa LabView de aquisição de capacitância, resistência e temperatura.

Diagrama de blocos do programa LabView para aquisição da capacitância, resistência paralela e temperatura do sensor capacitivo é exibido na Figura 0-1.

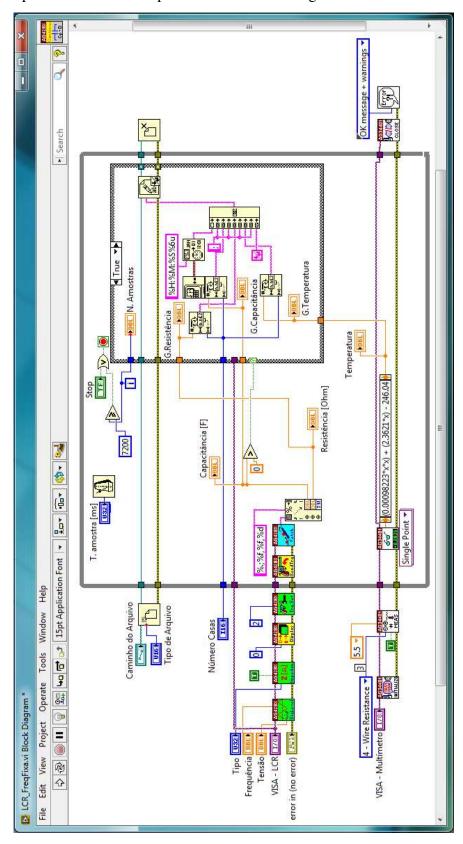


Figura 0-2 - Diagrama de Blocos do programa LabView de aquisição de capacitância, resistência e temperatura.

APÊNDICE B - Esquema Elétrico do Módulo de Condicionamento de Sinais

Esquemático do circuito elétrico do módulo de condicionamento de sinais do sensor, desenvolvido no software *Altium Designer*, é apresentado na Figura 0-1.

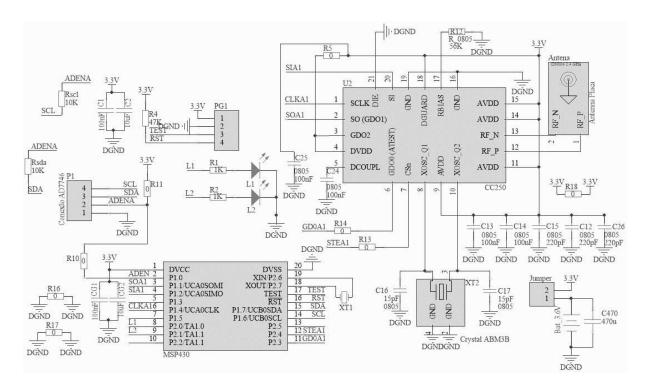


Figura 0-1 - Esquemático do circuito elétrico do módulo de condicionamento de sinais.

APÊNDICE C - Firmware do Módulo de Condicionamento de Sinais

O firmware do microcontrolador MSP430G2553 do módulo de condicionamento de sinais é descrito abaixo. O programa envia instruções de configuração ao conversor AD7746 e recebe os dados do valor da capacitância através do protocolo I²C. Além disso, realiza-se a configuração e envio dos dados armazenados em buffer para o *transceptor* CC250.

```
#include "MSP430G2553.h"
                                                                              0x80,
                                                                              0x0B,
#include <stdio.h>
                                                 //
                                                                              0xF9.
#include <math.h>
                                                 //
                                                                              0x00,
                                                                              0x00
#include "drivers/bsp/bsp.c"
#include
                "drivers/mrfi/radios/family1/mrfi_spi.c"
                                                             //----> Funções e Subrotinas <-----
                                                             void Configura_Clock(void){
#include"
               drivers/mrfi/radios/family1/mrfi_radio.c"
                                                             P2SEL |= BIT6 | BIT7;
                                                                                                // Pinos OSC
#include"drivers/mrfi/radios/common/mrfi f1f2.c"
                                                             DCOCTL = CALDCO_16MHZ;
                                                                                                          // Fre-
                                                             quência de operação
#include"drivers/bsp/boards/EZ430RF/bsp_external/
                                                             BCSCTL1 = CALBC1_16MHZ;
                                                                                                        //
mrfi board.c"//
                                                              BCSCTL2 = SELM 1;
#define BaseTimer 33
                                                             void Configura_I2C(void){
      -----> Rádio <------
                                                                                              // Assign I2C pins to
                                                             P1SEL = BIT6 + BIT7;
                                                             USCI_B0
unsigned int ID = 1;
                                 // Endereço do ED
                                                             P1SEL2 = BIT6 + BIT7;
                                                                                               // Assign I2C pins
unsigned char SmgRadioRX = 0;
                                          // Flag re-
                                                             to USCI_B0
cepção Rádio
unsigned char enviaRadio = 0;
                                        // Flag trans-
missão Rádio
                                                             void Configura_TimerA( void ){
unsigned char canalENDrecebe = 15;
                                          // Canal de
                                                             TACCR0 = 205;
                                                                                              // Módulo de Conta-
                                                             gem do TAR0
comunicação: 1
unsigned char canalENDenvia = 18;
                                          // Canal de
                                                             //TACCTL0 = CCIE;
                                                                                                  // Habilita Inter-
comunicação: 10
                                                             rupção do TACCRO
unsigned int contTempoEnvio = 0;
                                                             TACCR1 = 4096;
                                                                                                     // Módulo de
unsigned long int segundosFuncionamento = 0; // Con-
                                                             Contagem do TAR0
                                                                                                  // Habilita Inter-
tagem funcionamento rádio
                                                             //TACCTL1 = CCIE;
                                                             rupção do TA1CCR2
#define NUM_BYTES_RX 64
                                                             TACCR2 = 4096;
                                                                                                     // Módulo de
                                       How
                                               many
                                                             Contagem do TAR1
bytes?
                                                             TACCTL2 = CCIE;
                                                                                                  // Habilita Inter-
int RXByteCtr, RPT_Flag = 0;
                                       // enables re-
                                                             rupção do TA1CCR2
peated start when 1
                                                             TACTL = TASSEL_1 \mid ID_3 \mid MC_2;
volatile unsigned char RxBuffer[64];
                                       // Allocate 64
                                                             SEL_1: ACLK - TASSEL_2: SMCLK; ID - Divisão do
                                                             CLOCK; MC - Modo de funcionamento do timer.
byte of RAM
unsigned char *PTxData;
                                     // Pointer to TX
data
unsigned char *PRxData;
                                     // Pointer to RX
                                                             void Desliga_Radio(void){
                                                             MRFI_RxIdle();
                                                                                               // Coloca Rádio no
unsigned char TXByteCtr, RX = 0;
                                                             modo ocioso
                                                             MRFI_RxWor();
                                                                                               // Desliga Rádio
const unsigned char TxData[] = {
                                     // Table of data
to transmit{
                 0x07,
                                   //Subadress
                                                             void Inicializa_Radio(void){
                                                             P1SEL2 |= BIT1 + BIT2 + BIT4;
endereço de escrita
                                                                                                         // Funão
                 0x80,
                                   //Dado setado no
                                                             secundária dos pinos da SPI - Rádio
endereço 0x07
                                                             BSP_Init();
```

```
MRFI Init();
                               // Configura Rádio
                                                                      break;
 mrfiSpiWriteReg(CHANNR,canalENDrecebe);
canalENDrecebe canalENDenvia
                                                                 case 4: TACCR2 += 2048;
                                                                                                          // Base
                                                             tempo
                                                                      P2OUT ^= BIT0;
                                                                                                   // Toggle P1.0
void Liga_Radio_Receber(void){
                                                                      enviaRadio = 1;
                                                                                                  // Flag transmis-
 MRFI_WakeUp();
                                    // É para acordar
                                                             são Rádio
o radio. Se estiver ON volta sem nenhuma ação
                                                                      segundosFuncionamento++;
                                                                                                        // Tempo
                                     // Move o Rádio
 MRFI RxIdle();
                                                             funcionamento módulo
para o modo ociso - STATE == 2 e Saiu com STATE ==
                                                                       _bic_SR_register_on_exit(LPM3_bits); // Sai
                                                             do modo LPM0
 MRFI RxOn();
                                    // Deixa o Rádio
                                                                      break:
em modo Ativo para recepção de dados - RX.
 Desliga Radio();
                                                             #pragma vector = USCIAB0TX_VECTOR
void Envia_Dados_AP( mrfiPacket_t p ){
                                                              _interrupt void USCIAB0TX_ISR(void){
p.frame[ 0] = ' ';
                                                              if(RX == 1)
                                                                                          // Master Recieve?
p.frame[5] = ID;
                                  // 16 bits, Endereço
                                                               RXByteCtr--;
                                                                                             // Decrement RX byte
do dispositovo [2^16 = 65536 ED]
                                                             counter
 p.frame[6] = ID >> 8;
                                                               if (RXByteCtr){
                                   //
 p.frame[7] = RxBuffer[1];
                                                                *PRxData++ = UCB0RXBUF;
                                                                                                     // Move RX
 p.frame[8] = RxBuffer[2];
                                                             data to address PRxData
 p.frame[9] = RxBuffer[3];
                                                                                                 // Set breakpoint
                                                                 no operation();
                                                             >>here<< and
 MRFI Transmit(&p,
                        MRFI TX TYPE FORCED);
                                                               else{
                                                                if(RPT_Flag == 0)
//
                                                                 UCB0CTL1 |= UCTXSTP;
                                                                                                   // No Repeated
                                                             Start: stop condition
void EnviaFrameRadio(void){
                                                                if(RPT_Flag == 1)
                                                                                            // if Repeated Start: do
 mrfiPacket_t frameDC;
                                                             nothing
 frameDC.frame[0] = ' ';
                                                                 RPT_Flag = 0;
                               // Inicializa frame
 MRFI_RxIdle();
                                  // Coloca Rádio no
                                                                *PRxData = UCB0RXBUF;
                                                                                                 // Move final RX
modo ocioso
                                                             data to PRxData
 mrfiSpiWriteReg(CHANNR,canalENDenvia); //
                                                                 _bic_SR_register_on_exit(LPM0_bits);// Exit LPM0
 MRFI WakeUp();
                                // Acordar Rádio para
                                                              }
enviar dados.
                                                              else{
                                                                                       // Master Transmit
 Envia_Dados_AP( frameDC );
                                       // Envia dados
                                                               if (TXByteCtr){
                                                                                           // Check TX byte coun-
                                                                UCB0TXBUF = *PTxData++;
                                                                                                      // Load TX
 MRFI_RxIdle();
                                  // Coloca Rádio no
                                                             buffer
                                                                                            // Decrement TX byte
modo o10cioso
                                                                TXByteCtr--;
 mrfiSpiWriteReg(CHANNR,canalENDrecebe); //
                                                             counter
 Desliga_Radio();
                             // Desliga Rádio
                                                               }
                                                               else{
                                                                if(RPT Flag == 1)
void MRFI_RxCompleteISR(void){
                                                                 RPT_Flag = 0;
 SmgRadioRX = 1;
                               // Flag msg recebida
                                                                 PTxData = (unsigned char *)TxData;
                                                                                                               //
                                                             TX array start address
                                                                 TXByteCtr = sizeof TxData;
                                                                                                      // Load TX
#pragma vector=TIMER0_A0_VECTOR
                                                             byte counter
 _interrupt void Timer_A0(void){
                                                                   _bic_SR_register_on_exit(LPM0_bits);
 TACCTL0 &= ~CCIE;
   _bic_SR_register_on_exit(LPM0_bits); // Sai do modo
                                                                else{
                                                                 UCB0CTL1 |= UCTXSTP;
LPM0
                                                                                                       // I2C stop
                                                             condition
                                                                 IFG2 &= ~UCB0TXIFG;
                                                                                                          // Clear
#pragma vector=TIMER0_A1_VECTOR
                                                             USCI_B0 TX int flag
__interrupt void Timer_A(void){
                                                                   _bic_SR_register_on_exit(LPM0_bits);
                                                                                                           // Exit
                                                             LPM0
 switch( TAIV ){
   case 2: TACCTL1 &= ~CCIE;
                                                                }
           bic_SR_register_on_exit(LPM0_bits); // Sai
                                                               }
do modo LPM0
                                                              }
```

```
}
                                                              _bis_SR_register(LPM0_bits + GIE); // Enter LPM0
                                                           w/ interrupts
void Setup_TX(void){
  _disable_interrupt();
                                                           void Leitura_AD(void){
 RX = 0;
                                                             TACCR0 = 448 + TAR;
                                                                                           // Módulo de Conta-
 IE2 &= ~UCB0RXIE;
                                                           gem do TAR0
 while (UCB0CTL1 & UCTXSTP);
                                          // Ensure
                                                            TACCTL0 = CCIE;
                                                                                       // Habilita Interrupção do
stop condition got sent// Disable RX interrupt
                                                           TA1CCR2
 UCB0CTL1 = UCSWRST;
                                      // Enable SW
                                                              _bis_SR_register(LPM0_bits);
                                                                                           // Entra no modo
                                                           LPM0
 UCB0CTL0 = UCMST + UCMODE 3 + UCSYNC;
// I2C Master, synchronous mode
                                                                                     Transmit process
                                                            Setup_TX();
                                                                                                         para
 UCB0CTL1 = UCSSEL 2 + UCSWRST;
                                             // Use
                                                           AD7746
SMCLK, keep SW reset
                                                            RPT Flag = 1;
 UCB0BR0 = 12;
                           // fSCL = SMCLK/12 =
                                                            Transmit();
                                                            while (UCB0CTL1 & UCTXSTP);
~100kHz
                                                                                                // Ensure stop
 UCB0BR1 = 0;
                                                           condition got sent
 UCB0I2CSA = 0x48;
                                 // Slave Address is
048h
                                                            Setup_RX();
                                                                                              // Receive pro-
                                        // Clear SW
 UCB0CTL1 &= ~UCSWRST;
                                                           cess
reset, resume operation
                                                            Receive();
IE2 |= UCB0TXIE;
                                 // Enable TX inter-
                                                            while (UCB0CTL1 & UCTXSTP);
                                                                                                // Ensure stop
rupt
                                                           condition got sent
void Setup_RX(void){
  _disable_interrupt();
                                                           void main(void){
 RX = 1;
                                                            WDTCTL = WDTPW + WDTHOLD;
                                                                                                            //
 IE2 &= ~UCB0TXIE;
                                                           Desliga WDT
 UCB0CTL1 |= UCSWRST;
                                      // Enable SW
                                                              _delay_cycles(1000);
                                                                                                 // 500000 x =
                                                           2ms/(1/clock)
 UCB0CTL0 = UCMST + UCMODE 3 + UCSYNC;
// I2C Master, synchronous mode
                                                                                            // Configura CLK
                                                            Configura_Clock();
 UCB0CTL1 = UCSSEL_2 + UCSWRST;
                                                            Configura_TimerA();
                                                                                                  // Configura
                                             // Use
SMCLK, keep SW reset
                                                           Timer
 UCB0BR0 = 12;
                            // fSCL = SMCLK/12 =
                                                            Inicializa_Radio();
                                                                                           // Liga Rádio
~100kHz
                                                            Liga_Radio_Receber();
                                                                                              // Configura para
 UCB0BR1 = 0;
                                                           Receber dados.
 UCB0I2CSA = 0x48;
                                  // Slave Address is
                                                            Configura_I2C();
048h
 UCB0CTL1 &= ~UCSWRST;
                                        // Clear SW
                                                             __bis_SR_register(GIE);
                                                                                                // Enable inter-
reset, resume operation
IE2 |= UCB0RXIE;
                                 // Enable RX inter-
                                                            P1DIR = BIT0;
                                                                             // Configura alimentação AD e Pull-
rupt
                                                            //P1OUT |= BIT0;
void Transmit(void){
                                                                                     // Corta alimentação
 PTxData = (unsigned char *)TxData;
                                                            P1OUT &= ~(BIT0);
                                        // TX array
                                                             P2DIR = BIT0 + BIT1;
start address
                                                            P2OUT &= \sim(BIT0 + BIT1);
 TXByteCtr = sizeof TxData;
                                    // Load TX byte
counter
 while (UCB0CTL1 & UCTXSTP);
                                          // Ensure
                                                            while(1){
stop condition got sent
                                                             if((++contTempoEnvio) >= 2){
 UCB0CTL1 |= UCTR + UCTXSTT;
                                                              P1OUT |= BIT0;
                                         // I2C TX,
start condition
                                                                 Leitura_AD();
  _bis_SR_register(LPM0_bits + GIE); // Enter LPM0
                                                              Leitura_AD();
w/ interrupts
                                                                 P1OUT &= \sim(BIT0);
                                                              contTempoEnvio = 0;
void Receive(void){
                                                              EnviaFrameRadio();
PRxData = (unsigned char *)RxBuffer; // Start of RX
                                                                 _bis_SR_register(LPM3_bits);
                                                                                                    // Entra no
 RXByteCtr = NUM_BYTES_RX-1;
                                        // Load RX
                                                           modo LPM0
byte counter
 while (UCB0CTL1 & UCTXSTP);
                                          // Ensure
                                                           }
stop condition got sent
 UCB0CTL1 |= UCTXSTT;
                                        // I2C start
```

condition

APÊNDICE D – Instrumento Virtual do Módulo de Recepção

O diagrama de blocos do programa LabView é apresentado na Figura 0-1. O programa recebe os dados do módulo de recepção e os trata para apresentação na tela e registro em arquivo tabela, caso exista solicitação do usuário.

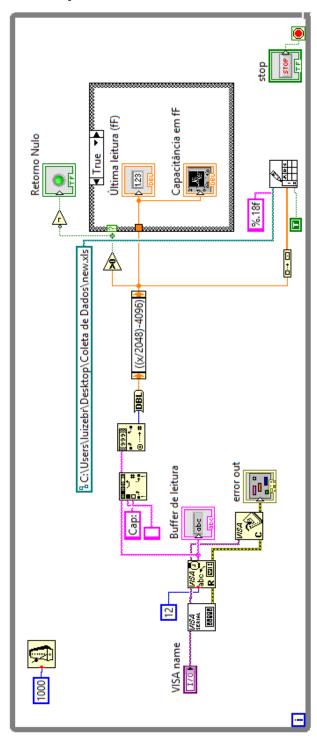


Figura 0-1 - Diagrama de Blocos do programa LabView para apresentação e gravação dos dados.