

UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI PADOVA

Dipartimento di Fisica e Astronomia “Galileo Galilei”

Corso di Laurea in Fisica

Tesi di Laurea

Fenomeni fotoindotti su cristalli liquidi in un dispositivo
opto-microfluidico di LiNbO_3

Relatore

Prof.ssa Cinzia Sada

Correlatore

Dott.ssa Annamaria Zaltron

Laureando

Sebastian Cremaschini

Anno Accademico 2018/2019

Indice della tesi

1	Introduzione	2
2	Il niobato di litio	
2.1	Struttura cristallina e principali proprietà fisiche	4
2.2	Il modello ad un centro di trasporto di carica	6
3	I cristalli liquidi	
3.1	Struttura chimica, fasi e formula per la densità di energia	9
3.2	L'ancoraggio dei cristalli liquidi	11
3.3	La viscosità dei cristalli liquidi	11
3.4	Interazione dei cristalli liquidi con campo elettrico esterno	12
4	Misure sperimentali	
4.1	Il set-up sperimentale	13
4.2	Procedura di misura	16
4.3	Studio stabilità del laser verde, che illumina la guida di luce	17
4.4	Studio della trasmissione del segnale in aria	18
4.5	Studio della trasmissione del segnale in acqua	19
4.6	Studio effetto di riorientazione dei cristalli liquidi: prima run di misure	26
4.7	Studio effetto di riorientazione dei cristalli liquidi: seconda run di misure	30
4.8	Studio effetto di riorientazione dei cristalli liquidi: terza run di misure	31
4.9	Studio effetto di riorientazione dei cristalli liquidi: quarta run di misure	32
4.10	Studio effetto di riorientazione dei cristalli liquidi: quinta run di misure	34
4.11	Studio effetto di riorientazione dei cristalli liquidi: confronto tra risultati	36
5	Conclusione e prospettive future	38
6	Bibliografia	40

1 Introduzione

Il presente lavoro di tesi si inserisce in un progetto di ricerca che mira a realizzare una piattaforma opto-microfluidica totalmente integrata in niobato di litio che sia in grado di svolgere varie funzioni di sensing per applicazioni biologiche, mediche e di analisi chimico-fisica. In particolare il progetto intende sviluppare un nuovo metodo di investigazione che permetta di individuare, selezionare ed analizzare "oggetti microscopici e submicroscopici" quali ad esempio delle singole cellule od aggregati delle stesse. Un caso di particolare interesse è rivestito dallo studio della singola cellula, quando viene immersa in un liquido biologico contenente medicinali foto-indotti e studiare quindi l'effetto di fotoattivazione sulla singola cellula in modo dinamico e selettivo. Il progetto di ricerca nel suo complesso coniuga le potenzialità dell'ottica integrata e della fotonica in genere, i cui segnali sono trasmessi attraverso guide di luce e fibre ottiche con le prerogative della microfluidica, ovvero del trasporto e manipolazione di fluidi a volumi estremamente ridotti (dell'ordine di pL o nL) in canali di dimensione micrometrica.

Con il termine opto-microfluidica si intende quindi riferirsi allo studio dei fenomeni, che si svolgono in volumi di fluidi tipici della microfluidica mediante strumenti dell'ottica integrata, quando essi sono accoppiati ed integrati nello stesso substrato.

Trattandosi di una piattaforma multifunzionale, essa è realizzata di fatto accoppiando stadi diversi, ottimizzandone le prestazioni nell'insieme. E' quindi necessario progettare, realizzare e caratterizzare ogni stadio separatamente per poi studiarne le prestazioni all'interno della piattaforma. In questo ambito, il presente lavoro di tesi si è occupato di studiare uno stadio in particolare, ma per meglio comprenderne la sua importanza è fondamentale prima descrivere la piattaforma opto-microfluidica nel suo insieme e lo stato dell'arte ad oggi. Nell'applicazione specifica prima descritta, che vede la singola cellula analizzata singolarmente, è necessario confinare la singola cellula in un ambiente biologicamente accogliente, ma isolato da altre sorgenti di contaminazione, garantendone e preservandone le caratteristiche biologiche senza alterazioni indotte non controllabili od indesiderate. Tale necessità è ben assolta dalla microfluidica dove, unendo fasi fluide immiscibili tra loro, si possono creare gocce di dimensioni microscopiche, in ciascuna delle quali è possibile inserire una cellula. La goccia può essere veicolata ove necessario mediante canali di scorrimento microfluidici (sia aperti che chiusi) per la successiva analisi. Inoltre ogni goccia può essere schermata da altre possibili contaminazioni, realizzando configurazioni core-shell (ovvero goccia in goccia) tramite circuiti microfluidici complessi per effettuare il mescolamento di fluidi diversi immiscibili tramite giunzioni di varie forme.

Per creare questo tipo di configurazione il requisito pratico è poter scegliere la cellula su cui effettuare l'analisi, selezionandola all'interno di un campione composto da varie cellule. Molte delle applicazioni biologiche infatti prevedono la funzionalizzazione della cellula con recettori affinché l'interazione col farmaco sia selettiva e maggiormente efficace.

Per analizzare una cellula e comprenderne la sua risposta oggi sono già utilizzate tecniche ottiche, in cui si illumina la goccia e se ne rivela l'assorbimento o l'emissione di luminescenza. Ad oggi tali indagini sono ad un livello avanzatissimo dal punto di vista scientifico e tecnologico: microscopi ad alta risoluzione sono in grado di rivelare le cellule e la loro morfologia. Ad oggi tali tecniche sono già accoppiate esternamente ai circuiti microfluidici e trovano di conseguenza largo impiego. Tuttavia non sono ancora disponibili in commercio strumenti che integrino in un'unica piattaforma delle dimensioni di qualche centimetro le sopra menzionate funzionalità né sembra ancora matura la possibilità di ottenere una piattaforma omnicomprendiva sia dello stadio microfluidico che di quello ottico e provvedere di conseguenza all'analisi di singola cellula con un unico dispositivo integrato. Per queste ragioni è estremamente innovativo e potenzialmente molto versatile poter sviluppare una suddetta piattaforma non solo perché portatile e ad oggi non è ancora disponibile, ma soprattutto per le prospettive di analisi e studio di fenomeni non ancora compresi riguardanti l'analisi del comportamento di una singola cellula.

Per raggiungere questo secondo obiettivo è necessario infatti illuminare in modo specifico e

mirato la cellula ed analizzarne la risposta a tale illuminazione in modo altrettanto selettivo con strumenti integrati nella stessa piattaforma, in cui è realizzato il circuito microfluidico. La strada per poter conseguire tale obiettivo è sfruttare l'ottica integrata ed il trasporto di luce confinato in guide di luce.

Come prima accennato, una piattaforma opto-microfluidica è generalmente costituita da una serie di stadi interconnessi in modo ottimale per il trasporto della luce presso la regione in cui il fluido è confinato. Il numero di stadi implementabili è variabile e può portare alla realizzazione di circuiti opto-microfluidici particolarmente complessi e multifunzionali. All'interno di questo panorama, vi sono delle esigenze pratiche da soddisfare affinché la piattaforma opto-microfluidica possa veramente assolvere alle esigenze d'analisi. Una di queste è di inserire uno stadio di polarizzazione della luce trasmessa nelle guide di luce che possa essere dinamicamente modificata quando dovesse interagire con l'unità da analizzare (nel caso qui descritto la cellula). A tal proposito una possibile soluzione è di prevedere uno stadio di polarizzazione mediante l'impiego di cristalli liquidi da inserire opportunamente dove necessario nella piattaforma opto-microfluidica.

Il presente lavoro di tesi si è occupato dello stadio di polarizzazione descritto in precedenza e della sua relativa caratterizzazione. È noto infatti che i cristalli liquidi sono polarizzabili e che possono essere dispersi in fluidi. È quindi possibile prevederne l'ingabbiamento anche in goccia qualora necessario. Per polarizzarli è necessario l'impiego di campi elettrici: nella prospettiva di ottenere una piattaforma opto-microfluidica integrata è chiaro che l'applicazione del campo elettrico deve essere locale e non si devono impiegare elettrodi esterni. Il niobato di litio è un materiale che può assolvere a questa richiesta giacché se illuminato in modo opportuno, può sviluppare in condizioni controllate campi elettrici di carica spaziale anche di 10^6 V/m per effetto fotovoltaiico di volume ed effetto fotorifrattivo. Nel presente lavoro di tesi si è contribuito a costruire una piattaforma opto-microfluidica integrata in niobato di litio per studiare il comportamento dei cristalli liquidi all'interno di un canale microfluidico, quando sono soggetti all'azione di un campo elettrico, prodotto sfruttando l'effetto fotovoltaiico di volume e l'effetto fotorifrattivo, che caratterizzano il niobato di litio.

La tesi è strutturata in tre parti principali:

- nella prima parte viene descritto il niobato di litio con la struttura cristallina, che lo caratterizza e le sue principali proprietà elettro-ottiche, in particolare focalizzando l'attenzione sull'effetto fotorifrattivo e sul modello fisico, che permette di comprenderlo in modo corretto ed ottimale;
- nella seconda parte vengono descritti i cristalli liquidi e le loro principali proprietà, quali viscosità, ancoraggio ed interazioni con campi elettrici esterni;
- nella terza parte del lavoro di tesi vengono presentate e discusse le misure sperimentali effettuate per studiare il comportamento dei cristalli liquidi, sottoposti ad un campo elettrico, fornendo inoltre una breve descrizione del set-up sperimentale e delle misure di calibrazione del sistema.

2 Il niobato di litio

2.1 Struttura cristallina e principali proprietà fisiche

Abstract: nel seguente capitolo viene descritto il niobato di litio, focalizzando l'attenzione sulla struttura cristallina e sulle principali proprietà fisiche. In particolare viene presentato in modo più approfondito il modello ad un centro, necessario per descrivere l'effetto fotorifrativo, giungendo ad un'espressione matematica per il campo elettrico prodotto da tale effetto.

Il niobato di litio (LiNbO_3) è un materiale sintetico scoperto nel 1928 come uno dei quattro composti fondamentali di $\text{Li}_2\text{O-NbO}_5$; fu sviluppato e studiato sistematicamente presso i laboratori Bell nella seconda metà del Novecento.

A temperatura ambiente i cristalli di niobato di litio si presentano in forma solida, sono privi di colore, chimicamente stabili ed insolubili in acqua od in altri solventi di tipo organico. Inoltre il materiale si comporta a qualsiasi temperatura come un materiale isolante e possiede una energy gap di circa 4 eV.

Dal punto di vista della struttura il niobato di litio viene comunemente descritto, utilizzando il sistema trigonale: la struttura cristallina è formata da atomi di ossigeno, che si dispongono su piani paralleli ed equidistanti tra loro, ruotati di circa 180° l'uno rispetto all'altro. Sui piani gli atomi di ossigeno si legano tra loro a formare delle strutture, che geometricamente assomigliano a dei triangoli equilateri. Tra i piani composti dagli atomi d'ossigeno, si dispongono, alternandosi, gli atomi di niobio, gli atomi di litio e dei siti vacanti. La configurazione descritta in precedenza, che permette di descrivere la struttura dei cristalli di niobato di litio risulta essere notevolmente influenzata dalla temperatura.

Per temperature al di sopra del valore della temperatura di Curie (circa 1210° per il niobato di litio), il materiale si presenta in fase paraelettrica, in cui gli atomi di litio si trovano al centro dei triangoli equilateri, delimitati dagli atomi di ossigeno e gli atomi di niobio si dispongono al centro dell'ottaedro tridimensionale costituito unendo tra di loro i vertici di due triangoli, posti su 2 piani adiacenti. In questa fase il materiale non presenta polarizzazione spontanea.

Invece per temperature al di sotto del valore della temperatura di Curie, il materiale si presenta in fase ferroelettrica, in cui gli atomi di niobio e litio si spostano leggermente lungo l'asse \hat{c} del cristallo rispetto alla configurazione in fase paraelettrica. In questa configurazione il niobato di litio presenta polarizzazione spontanea, dipendente dal valore della temperatura. Tale polarizzazione è governata dalla costante piroelettrica λ , che vale $-4.0 \cdot 10^{-5} \text{ C}/(\text{m}^2 \cdot \text{K})$.

Nelle seguenti 2 immagini viene visualizzata la struttura del niobato di litio nelle 2 fasi paraelettrica e ferroelettrica: la prima figura mostra semplicemente l'alternanza dei piani di ossigeno (con i triangoli equilateri) e degli atomi di niobio, litio o siti vacanti. Nella seconda figura si visualizzano le celle ottaedriche descritte in precedenza ed ottenute unendo i vertici di 2 triangoli di atomi di ossigeno posti su 2 piani adiacenti.

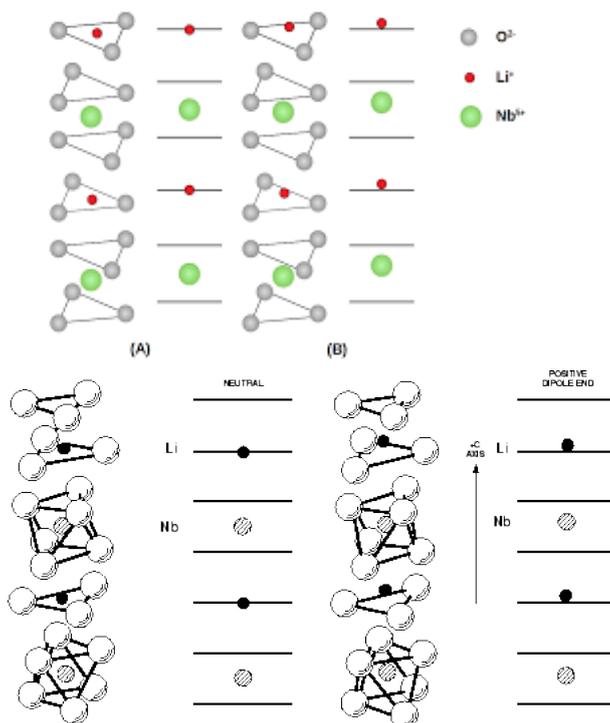


Figura 1: nella prima figura viene rappresentata la struttura del niobato di litio in fase paraelettrica (a) e ferroelettrica (b). Nella seconda figura viene nuovamente visualizzata la struttura del niobato di litio nelle 2 fasi, ma in questo caso dal punto di vista tridimensionale

Sia nella fase paraelettrica, ma principalmente nella fase ferroelettrica i cristalli di niobato di litio godono di simmetria di rotazione attorno all'asse cristallografico \hat{c} e simmetria di riflessione rispetto ai tre piani, passanti per l'asse cristallografico, e ruotati di 60° l'uno rispetto all'altro.

Convenzionalmente per descrivere il niobato di litio si utilizza la cella primitiva di forma esagonale: in questa cella l'asse cristallografico \hat{c} è considerato l'asse rispetto cui i cristalli mostrano simmetria di rotazione. Invece gli assi, che delimitano una terna cartesiana, sono definiti in modo tale che l'asse \hat{z} sia parallelo all'asse cristallografico, l'asse \hat{y} appartiene ad un piano di simmetria e l'asse \hat{x} completa la terna cartesiana. Dato che la struttura cristallina del materiale considerato appartiene al sistema trigonale, in molte applicazioni è preferibile descrivere il niobato di litio tramite la cella unitaria di forma romboedrica, la quale è costruita tenendo conto delle simmetrie che caratterizzano la cella unitaria esagonale. Nelle seguenti 2 immagini viene visualizzata: nella figura a sinistra la struttura cristallina del niobato di litio con l'indicazione dei piani di simmetria ed invece nella figura a destra la cella unitaria romboedrica all'interno dei cristalli del materiale studiato.

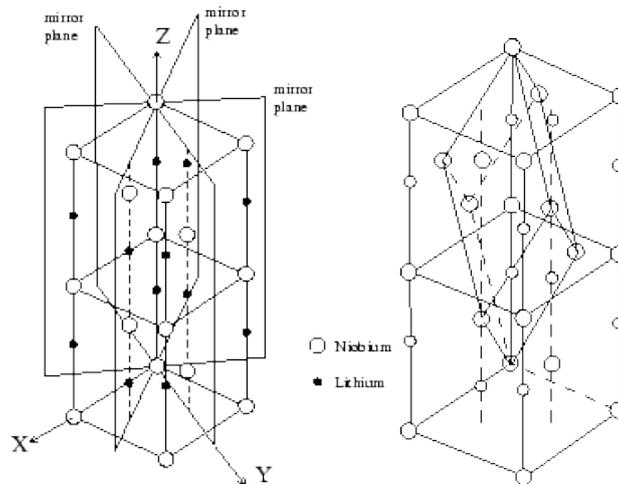


Figura 2: a sinistra viene visualizzata la struttura cristallina del niobato di litio con visualizzazione dei piani di simmetria. A destra viene visualizzata la cella unitaria romboedrica all'interno del niobato di litio. In entrambe le rappresentazioni non sono mostrati gli atomi di ossigeno per maggiore chiarezza.

A causa della sua struttura cristallina, il niobato di litio presenta diverse proprietà ed effetti fisici rilevanti (nella seguente sezione verranno fatti solo brevi cenni relativi alle principali proprietà del materiale):

- *effetto piroelettrico*: un cambiamento spontaneo della polarizzazione del materiale se i cristalli di niobato di litio sono esposti ad un gradiente di temperatura;
- *effetto piezoelettrico*: formazione di una differenza di potenziale all'interno di un cristallo sottoposto ad uno sforzo meccanico;
- *birifrangenza*: il niobato di litio è un materiale anisotropo, che presenta due diversi valori per gli indici di rifrazione straordinario ed ordinario e la birifrangenza è definita come la differenza tra l'indice straordinario ed ordinario. Nel caso del niobato di litio il materiale presenta birifrangenza negativa;
- *effetto elettro-ottico lineare (od effetto Pockels)*: cambiamento dell'indice di rifrazione del cristallo dovuto al campo elettrico applicato dall'esterno;
- *effetto fotoelastico*: cambiamento dell'indice di rifrazione del materiale, in seguito a deformazioni subite.

2.2 Il modello ad un centro di trasporto di carica

Il niobato di litio è caratterizzato da 2 ulteriori effetti fisici, che meritano una descrizione più dettagliata, in quanto sono fondamentali per comprendere le misure sperimentali effettuate e descritte nelle sezioni successive: i fenomeni studiati sono *l'effetto fotorifrattivo* e *l'effetto fotovoltaico di volume*. L'effetto fotorifrattivo consiste in una variazione dell'indice di rifrazione del materiale in seguito ad una illuminazione non omogenea, purché sia nel range spettrale corretto. Invece l'effetto fotovoltaico di volume consiste nella formazione di una corrente elettrica nel cristallo, quando è sottoposto ad illuminazione non omogenea ad un'opportuna lunghezza d'onda in grado di fotoeccitare gli elettroni da centri donori in banda di conduzione. E' quindi possibile, scegliendo opportunamente tale illuminazione, promuovere i portatori di carica (elettroni) dalla banda di valenza alla banda di conduzione e far sì che si possano muovere finché non vengono ricatturati da opportuni accettori. Nel caso di illuminazione non omogenea l'elettrone continua a muoversi finché non viene intrappolato in una zona di buio. Tale effetto fa sì che nel materiale si alternino zone illuminate e

zone di buio, dove si osserva l'insorgenza di carica spaziale; in particolare nelle zone di luce si rileva un eccesso di carica positiva, mentre invece nelle zone di buio un eccesso di carica negativa.

Il ruolo di donatori ed accettori di elettroni può essere svolto da impurità o ioni presenti nel materiale stesso e l'effetto fotorifrattivo può essere notevolmente amplificato, drogando il niobato di litio con metalli come ferro e magnesio.

Nel caso del niobato di litio drogato ferro il ruolo di donatori ed accettori è svolto rispettivamente dagli ioni Fe^{2+} e Fe^{3+} e l'effetto fotorifrattivo viene a dipendere sia dalla concentrazione dei due ioni che dal grado di riduzione del ferro stesso.

Qualora il niobato di litio fosse illuminato in modo opportuno, allora sarebbe possibile osservare una migrazione di carica dalle zone di luce alle zone di buio, che viene descritta in termini di densità di corrente. Si possono identificare principalmente 3 contributi, la cui entità è comunque decisamente bassa (e con tempi caratteristici molto elevati) rispetto agli analoghi contributi nel caso di un semiconduttore o di un conduttore:

- la densità di corrente di drift (J_{drift}) in modulo è fornita dalla legge di Ohm:

$$J_{drift} = q\hat{\mu}_{e,h}N_{e,h}E$$

dove $\hat{\mu}_{e,h}$ è il tensore di mobilità dei portatori di carica nel materiale, q è la carica e $N_{e,h}$ è la concentrazione dei portatori di carica e E è il campo elettrico generatosi all'interno dei cristalli di niobato di litio, che consta a sua volta di tre contributi: il campo elettrico applicato dall'esterno (E_0), il campo elettrico generato dall'effetto piroelettrico (E_{pyro}) ed il campo di carica spaziale (E_{sc}), legato alla ridistribuzione dei portatori di carica, in seguito all'illuminazione non omogenea, che genera l'effetto fotorifrattivo.

- La densità di corrente legata all'effetto fotovoltaico di volume (J_{phv}), in particolare l' i -esima componente di tale densità, è descritta matematicamente dalla seguente relazione:

$$J_{phv,i} = \beta_{ijk}e_j e_k I$$

dove β_{ijk} sono le componenti del tensore fotovoltaico, e_j e e_k sono i vettori unitari di polarizzazione ed I è l'intensità luminosa.

La densità di corrente fotovoltaica può essere espressa in una forma matematica alternativa, che è la seguente:

$$J_{phv,i} = K_G \alpha I$$

dove K_G è la costante di Glass, caratteristica dell'attività fotovoltaica di una data impurezza in un particolare reticolo (nel caso del niobato di litio drogato ferro vale $2.8 \cdot 10^{-11}$ m/V) e α è il coefficiente di assorbimento ottico.

- La densità di corrente di diffusione (J_{diff}) indotta dall'alternanza di zone a densità di carica netta positiva e zone a densità di carica netta negativa nel materiale in seguito ad illuminazione non omogenea del materiale, dal punto di vista matematico, si esprime in modulo tramite la seguente relazione:

$$J_{diff} = -q\hat{D}\nabla N_{e,h}$$

dove \hat{D} è il tensore di diffusione.

Il modello fisico più semplice, che finora è stato adottato con successo specialmente a basse intensità di illuminazione, per trattare l'effetto fotorifrattivo nel niobato di litio drogato ferro è denominato modello ad un centro di trasporto di carica. Il modello prevede la presenza di un solo centro fotorifrattivo donatore (lo ione Fe^{2+}), il quale fotoeccitato emette un elettrone dalla banda di valenza verso la banda di conduzione, che può essere catturato

dagli ioni accettori Fe^{3+} .

La variazione del numero di portatori di carica nel cristallo di niobato di litio è espressa dalla seguente relazione:

$$\frac{\partial N_{e,h}}{\partial t} = (sI + \beta_t)N_{Fe^{2+}} - \gamma_{e,h}N_{e,h}N_{Fe^{3+}} - \frac{\nabla J}{q}$$

dove q e $N_{e,h}$ sono rispettivamente la carica e la concentrazione dei portatori di carica, s è la sezione d'urto di fotoionizzazione, $\gamma_{e,h}$ è la costante di ricombinazione e β_T è il coefficiente di generazione termica. Inoltre valgono anche le seguenti due relazioni in modulo:

$$\frac{\partial N_{Fe^{2+}}}{\partial t} = -\frac{\partial N_{Fe^{3+}}}{\partial t} = -(sI + \beta_t)N_{Fe^{2+}} + \gamma_{e,h}N_{e,h}N_{Fe^{3+}}$$

$$j = j_{drift} + j_{phv} + j_{diff} = q\hat{u}_{e,h}N_{e,h}E + sIK_GN_{Fe^{2+}} - q\hat{D}\nabla N_{e,h}$$

dove $\hat{u}_{e,h}$ è il tensore di mobilità dei portatori di carica, \hat{D} è il tensore di diffusione, K_B è la costante di Boltzmann, T è la temperatura assoluta, K_G è la costante di Glass I è l'intensità luminosa del fascio, usato per illuminare il cristallo ed E è il campo elettrico all'interno del niobato di Ltio, che consta dei 3 contributi descritti in precedenza.

Inoltre la densità di corrente deve soddisfare all'equazione di continuità e conservazione della carica elettrica:

$$\nabla \cdot j = \frac{\partial N_{Fe^{2+}}}{\partial t} + \frac{\partial N_{e,h}}{\partial t}$$

Utilizzando l'approssimazione adiabatica, considerando che il passaggio dallo stato iniziale del sistema allo stato di quasi equilibrio sia molto rapido e di conseguenza trascurabile, si ricava che:

$$N_{e,h} = \frac{sI + \beta_T}{\gamma_{e,h}} \frac{N_{Fe^{2+}}}{N_{Fe^{3+}}}$$

Mentre invece dalla definizione di conducibilità elettrica si ricava:

$$\sigma = \frac{q\mu sI}{\gamma_{e,h}} \frac{N_{Fe^{2+}}}{N_{Fe^{3+}}} + \frac{q\mu\beta_T}{\gamma_{e,h}} \frac{N_{Fe^{2+}}}{N_{Fe^{3+}}} = \sigma_{ph} + \sigma_{dark}$$

dove σ_{ph} è detta fotoconducibilità ed è proporzionale all'intensità luminosa; mentre σ_{dark} è detta conducibilità del buio e dipende dal coefficiente di eccitazione termica degli elettroni in assenza di illuminazione. Ambedue i coefficienti dipendono dal grado di riduzione del drogante ferro.

Assumendo che il campo elettrico esterno sia nullo, che il campo dovuto al processo di diffusione sia significativamente minore rispetto al campo dovuto all'effetto fotovoltaico, è possibile esprimere il modulo del campo di carica spaziale con la seguente relazione matematica:

$$E_{sc} = E_{sc}^{sat}(1 - e^{-t/\tau_{sc}})$$

dove E_{sc}^{sat} è il valore di saturazione raggiunto dal campo elettrico durante il processo e τ_{sc} è la costante di tempo caratteristica, che governa l'andamento esponenziale del campo elettrico di carica spaziale generatosi all'interno del niobato di litio drogato ferro. Sperimentalmente è stato dimostrato che sotto determinate condizioni il campo di carica spaziale generatosi all'interno del niobato di litio drogato ferro è dell'ordine di 10^5 - 10^6 V/m ed uniforme lungo la direzione \bar{z} .

Le 2 relazioni trovate in precedenza sono fondamentali per le sezioni successive in quanto si cercherà di verificare che il campo elettrico, generatosi per effetto fotorifrattivo all'interno di un campione di niobato di litio drogato ferro, abbia effettivamente tale espressione matematica.

3 I cristalli liquidi

Abstract: nel seguente capitolo vengono descritti i cristalli liquidi, focalizzando l'attenzione sulla struttura chimica, sulle fasi al variare della temperatura e descrivendo alcune proprietà fondamentali come la viscosità, l'ancoraggio e l'interazione con campi elettrici esterni.

3.1 Struttura chimica, fasi e formula per la densità di energia

I cristalli liquidi sono molecole organiche, costituite da diversi anelli di tipo aromatico. La presenza degli anelli organici, costituiti da atomi di carbonio e da molti elettroni delocalizzati, governa tutte le principali proprietà fisiche, che caratterizzano i cristalli liquidi come: costanti dielettrica ed elastiche, la viscosità, gli effetti ottici non-lineari e l'anisotropia. I cristalli liquidi maggiormente utilizzati nelle applicazioni scientifiche (ed usati anche per eseguire le misure sperimentali descritte nelle sezioni successive della tesi) sono i 4-Cyano-4'-pentylbiphenyl o comunemente chiamati 5CB.

Nell'immagine seguente sono raffigurate la struttura chimica elementare dei cristalli liquidi 5CB ed una rappresentazione tridimensionale delle molecole.

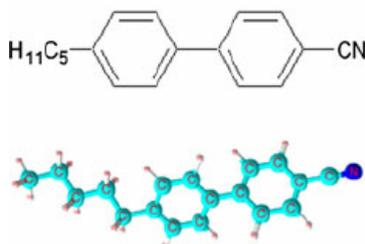


Figura 3: struttura molecolare dei cristalli liquidi 5CB.

La maggior parte dei cristalli liquidi utilizzati per applicazioni sono denominati termotropici, in quanto mostrano diverse fasi liquide cristalline a seconda della temperatura a cui si trovano. La struttura molecolare dei cristalli termotropici è, in generale, complicata, ma viene comunemente schematizzata tramite dei bastoncini di forma cilindrica, che interagiscono l'uno con l'altro e possono formare una caratteristica struttura ordinata sotto opportune condizioni.

I cristalli liquidi assumono diverse configurazioni a seconda della temperatura a cui sono sottoposti:

- a temperatura ambiente i cristalli liquidi si trovano in *fase nematica*, caratterizzata da simmetria assiale. Le molecole, che compongono i cristalli, sono tutte orientate lungo un'unica direzione descritta da un vettore unitario e chiamato vettore direttore arbitrario $\vec{n}(\vec{r})$;
- a temperature più basse rispetto alla temperatura ambiente i cristalli liquidi si trovano nella *fase* denominata *smectic*, caratterizzata dall'organizzazione di questi in strati paralleli tra di loro;
- a temperature più alte rispetto alla temperatura ambiente, i cristalli si trovano nella *fase isotropica*, in cui sono orientati casualmente senza costituire un pattern preciso.

Nella seguente immagine viene illustrata come cambia la configurazione dei cristalli liquidi al variare della temperatura:

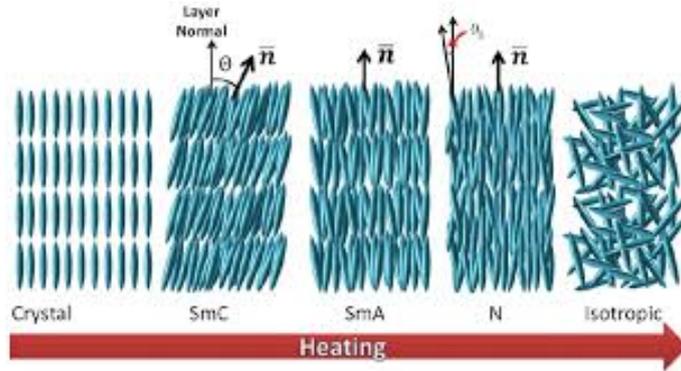


Figura 4: possibili forme strutturali dei cristalli liquidi al variare della temperatura.

Per determinare la fase, in cui si trovano i cristalli liquidi tra quelle elencate in precedenza, si definisce un parametro, correlato con lo stato di ordine o disordine, i cui si possono disporre i cristalli liquidi, comunemente indicato con S e dato dalla seguente espressione:

$$S = \frac{\langle 3\cos^2\theta - 1 \rangle}{2}$$

dove θ è l'angolo tra l' i -esima molecola che compone i cristalli ed il vettore direttore ed il valor medio $\langle \rangle$ è eseguito su tutti i cristalli liquidi presenti nel volume considerato. Nel caso in cui S sia uguale o prossimo ad 1, allora i cristalli si trovano nella fase nematica; all'opposto se S è esattamente pari a 0, allora i cristalli sono in fase isotropica altrimenti in fase smectic per valori compresi tra 0 e 1.

Considerando ora solo i cristalli liquidi in fase nematica (come i 5CB), le forze agenti dall'esterno possono provocare delle variazioni continue della direzione e verso del vettore unitario direttore a seconda della posizione considerata all'interno del volume occupato dai cristalli stessi. Tutte le variazioni possono essere descritte come deformazioni elastiche in un mezzo continuo. Ci sono tre tipologie di deformazioni principali, che caratterizzano i cristalli liquidi, denominate splay, twist e bend e a ciascuna è associata una costante elastica diversa (K_1, K_2 e K_3 rispettivamente per le tre tipologie di deformazioni), il cui valore tipico è circa 10^{-11} N/m.

Nell'immagine seguente vengono illustrate le tre tipologie di deformazione, che può subire un cristallo liquido 5CB in fase nematica:

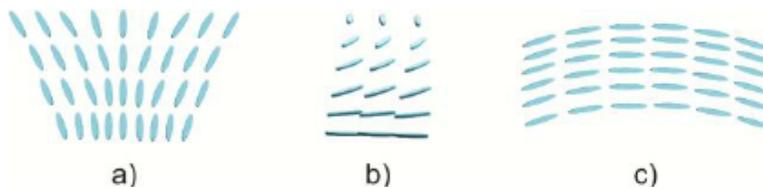


Figura 5: rappresentazione grafica delle possibili deformazioni, che possono subire i cristalli liquidi: splay (a), twist (b) e bend (c).

La densità di energia libera locale $f(\vec{r})$ in assenza di campi esterni (come campi elettrici) si ricava sommando i 3 contributi associati a ciascuna delle tre possibili forme di deformazione elastica, descritte in precedenza. Di conseguenza la densità di energia locale assume la seguente espressione matematica, denominata legge di Frank:

$$f(\vec{r}) = \frac{K_1}{2} [\nabla \cdot \vec{n}(\vec{r})]^2 + \frac{K_2}{2} [\vec{n}(\vec{r}) \cdot [\nabla \times \vec{n}(\vec{r})]]^2 + \frac{K_3}{2} [\vec{n}(\vec{r}) \times [\nabla \times \vec{n}(\vec{r})]]^2$$

dove i tre contributi sono legati alle deformazioni di tipo splay, twist e bend rispettivamente. La densità di energia totale si ottiene integrando l'espressione precedente su tutto il volume, dove sono racchiusi i cristalli liquidi in fase nematica.

La configurazione di equilibrio del sistema è quella per cui si raggiunge il valore minimo della densità di energia totale e si verifica quando il vettore direttore è parallelo ad un asse denominato "asse semplice".

3.2 L'ancoraggio dei cristalli liquidi

Con il termine ancoraggio si fa riferimento all'orientazione del vettore direttore, quando i cristalli liquidi in fase nematica sono a contatto con superfici od interfacce. I casi più comuni di orientamento sono:

- *ancoraggio planare uniforme*: i cristalli liquidi sono paralleli alla superficie ed tutti orientati lungo una direzione definita su tale piano.
- *ancoraggio omeotropico*: i cristalli sono ortogonali alla superficie.
- *ancoraggio planare casuale*: i cristalli sono paralleli alla superficie, ma orientati in direzioni casuali l'uno rispetto all'altro.

Nella seguente figura vengono visualizzate 2 possibili forme di ancoraggio dei cristalli liquidi a contatto con una superficie.

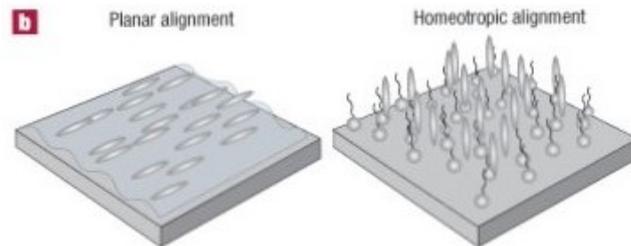


Figura 6: possibili tipologie di ancoraggio dei cristalli liquidi in fase nematica: a sinistra l'ancoraggio planare uniforme; a destra l'ancoraggio omeotropico.

E' possibile ottenere un ottimo ancoraggio planare uniforme oppure omeotropico dei cristalli liquidi, trattando la superficie di contatto con delle catene polimeriche oppure con delle opportune sostanze surfattanti.

3.3 La viscosità dei cristalli liquidi

La viscosità dei cristalli liquidi è anisotropa e descritta da 3 diversi coefficienti fondamentali a seconda dell'orientazione del vettore direttore rispetto alla direzione del flusso di velocità e del suo gradiente. In particolare il coefficiente η_1 fornisce il contributo alla viscosità per $\vec{n}(\vec{r})$ parallelo al campo di velocità; η_2 fornisce il contributo alla viscosità per $\vec{n}(\vec{r})$ parallelo al gradiente del campo di velocità; invece η_3 fornisce il contributo alla viscosità per $\vec{n}(\vec{r})$ ortogonale al campo di velocità ed al suo gradiente. I coefficienti η_1 , η_2 e η_3 , che caratterizzano la viscosità dei cristalli liquidi, prendono il nome di coefficienti di Miesowicz. Oltre ai 3 contributi alla viscosità descritti in precedenza, che sono caratteristici anche di un flusso newtoniano isotropo, i cristalli liquidi possiedono una viscosità denominata rotazionale, che descrive il rapporto tra il momento viscoso specifico agente sul vettore direttore e la corrispondente velocità angolare del vettore.

La presenza di un flusso può portare alla riorientazione del vettore direttore, che caratterizza i cristalli liquidi: per questo si definisce il numero di Ericksen come il rapporto tra le forze (od i momenti) viscosi ed elastici. Nel caso in cui tale numero fluidodinamico sia molto minore di 1 allora il flusso non influisce sull'orientazione del vettore direttore; invece se è molto maggiore di 1, allora gli effetti di non sono trascurabili.

3.4 Interazione dei cristalli liquidi con campo elettrico esterno

In presenza di un campo elettrico si deve aggiungere all'espressione di Frank per la densità di energia libera locale, un termine che tiene conto dell'interazione dei cristalli liquidi con il campo. Tale contributo ($f_{e.s.}$) assume la seguente espressione matematica:

$$f_{e.s.} = -\frac{\epsilon_0 \Delta \epsilon (\vec{n} \cdot \vec{E})^2}{2}$$

dove ($\Delta \epsilon$) è detta costante dielettrica statica ed è legata all'anisotropia dei cristalli liquidi (per la maggior parte dei cristalli 5CB tale parametro è positivo). Essendo i cristalli liquidi in fase nematica anisotropi, presentano due diversi valori per l'indice di rifrazione straordinario (n_s) ed ordinario (n_o) ed il parametro che governa l'anisotropia è dato da $(n_s)^2 - (n_o)^2$. I cristalli liquidi 5CB a temperatura ambiente possiedono i seguenti due valori degli indici di rifrazione: $n_s=1.682$ e $n_o=1.518$ e quindi, per la definizione data in precedenza, presentano birifrangenza positiva.

I cristalli liquidi in fase nematica possono riorientarsi solo se il campo elettrico applicato presenta un valore superiore ad una soglia denominata soglia di Fredericksz proporzionale a $\frac{1}{d} \left(\frac{K}{\Delta \epsilon} \right)^{1/2}$ con d lo spessore dello strato di cristalli liquidi investiti dal campo elettrico, K è la costante elastica nell'ipotesi in cui K_1, K_2 e K_3 siano tutte uguali tra loro e $\Delta \epsilon$ il parametro associato all'anisotropia dei cristalli liquidi.

In esperimenti svolti in laboratori scientifici si è verificato che i campi elettrici prodotti per effetto fotorifrattivo nel niobato di litio drogato ferro sono dell'ordine di grandezza di 10^5 - 10^6 V/m e sono superiori rispetto alla soglia di Fredericksz; ovvero sono sufficienti per provocare la riorientazione dei cristalli liquidi 5CB.

Il tempo impiegato (τ_{on}) dai cristalli liquidi per partire da una condizione di ancoraggio uniforme planare iniziale e giungere ad una configurazione finale perfettamente allineati lungo la direzione del campo elettrico è dato con buona approssimazione da:

$$\tau_{on} \approx \frac{\gamma}{\epsilon_0 (\Delta \epsilon) E^2}$$

dove ϵ_0 è la costante dielettrica, $\Delta \epsilon$ è il parametro associato all'anisotropia dei cristalli liquidi e E è il campo elettrico con cui i cristalli liquidi interagiscono.

Invece il tempo necessario per tornare alla condizione di ancoraggio iniziale (τ_{off}), una volta non più presente il campo elettrico, è dato con buona approssimazione da:

$$\tau_{off} \approx \frac{\gamma d^2}{K \pi^2}$$

dove γ la viscosità dei cristalli liquidi, che consta di tutti i contributi descritti in precedenza e K è la costante elastica nell'ipotesi in cui K_1, K_2 e K_3 siano tutte uguali tra loro.

Di conseguenza ricavando sperimentalmente i valori caratteristici di τ_{on} e τ_{off} si possono determinare in modo indiretto la viscosità, le costanti elastiche o il parametro di anisotropia, che caratterizza i cristalli liquidi in fase nematica.

Nel presente lavoro di tesi si sfrutterà l'effetto fisico descritto in questa sezione per monitorare il processo di riorientazione dei cristalli liquidi sottoposti ad un campo elettrico. Dai campioni di dati si estrapoleranno solo informazioni relative i valori delle costanti di tempo, che governano il processo di riorientazione dei cristalli liquidi sottoposti all'effetto di un campo elettrico. Dai valori delle costanti di tempo non verranno ricavate informazioni relativamente ad ulteriori proprietà dei cristalli liquidi come viscosità o costante elastica.

4 Misure sperimentali

Abstract: nel seguente capitolo vengono descritte le misure sperimentali eseguite ed i risultati fisici ottenuti. In particolare sono descritti il set-up sperimentale, la procedura di accoppiamento del segnale luminoso, le misure di calibrazione del sistema ed i campioni di dati, in cui si monitora l'effetto di riorientazione dei cristalli liquidi.

4.1 Il set-up sperimentale

L'obiettivo delle misure sperimentali descritte nelle seguenti sezioni è di osservare e studiare l'effetto di riorientazione dei cristalli liquidi in fase nematica, inseriti all'interno di un canale microfluidico, sottoposti all'azione di un campo elettrico.

Il campione utilizzato per eseguire le misure sperimentali è una piattaforma opto-microfluidica integrata in niobato di litio; nella seguente immagine viene visualizzata la forma e struttura del campione utilizzato.

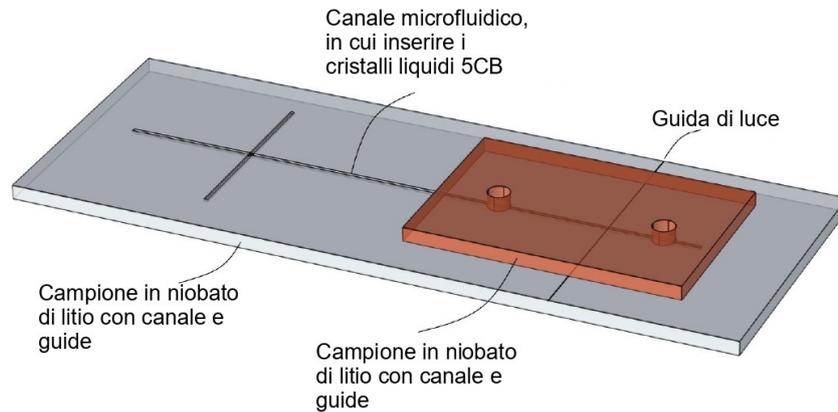


Figura 7: campione in niobato di litio, utilizzato per eseguire tutte le misurazioni descritte nelle sezioni seguenti. L'immagine è tratta dal documento associato alla referenza numero [17] presente nella sezione "Bibliografia".

Com si osserva dalla figura precedente la piattaforma opto-microfluidica è costituita da un campione di niobato di litio, in cui è realizzato il canale microfluidico, al cui interno vengono inseriti i cristalli liquidi. Trasversalmente al canale microfluidico sono realizzate delle guide d'onda attraverso cui viene fatta passare l'illuminazione necessaria per monitorare l'effetto fisico cercato.

Per incrementare sensibilmente l'effetto fotorifrattivo, che caratterizza il niobato di litio, su una porzione del campione che contiene il canale microfluidico viene adagiato un substrato in niobato di litio drogato con ferro in modo controllato. La sigillatura della piattaforma opto-microfluidica (cioè l'unione delle 2 componenti fondamentali descritte in precedenza) è effettuata tramite PDMS ottenuto col processo di spincoating.

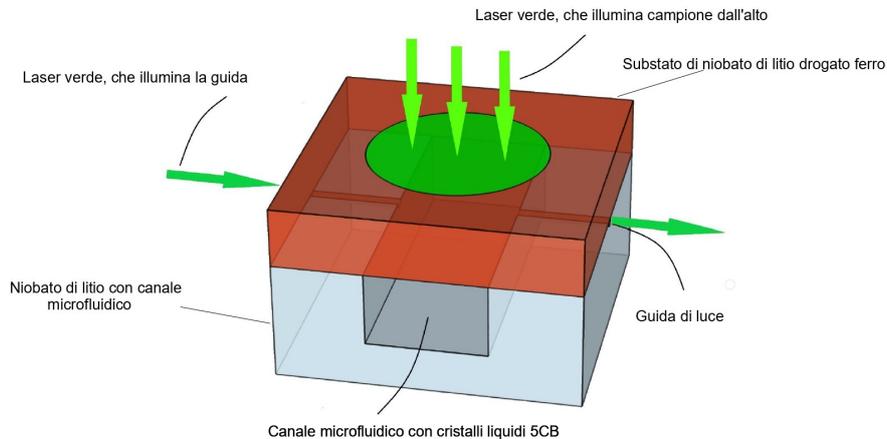


Figura 8: schema di illuminazione del campione in niobato di litio. L'immagine è tratta dal documento associato alla referenza numero [17] presente nella sezione "Bibliografia".

Per produrre il campo elettrico necessario a favorire la riorientazione dei cristalli liquidi in fase nematica, si è sfruttato l'effetto fotorifrattivo, descritto nelle sezioni precedenti; di conseguenza il campione di niobato di litio drogato ferro è stato illuminato con un fascio laser verde di lunghezza d'onda 532 nm (come mostrato nella figura precedente).

Per monitorare l'effetto di riorientazione dei cristalli liquidi nel canale microfluidico è stato utilizzato un secondo fascio laser verde, anche esso di lunghezza d'onda pari a 532 nm, che attraversa ortogonalmente il canale microfluidico tramite le guide di luce presenti sul campione (come mostrato nella figura precedente). Il fascio laser usato per illuminare il campione di niobato di litio drogato ferro e necessario per produrre il campo elettrico presenta un valore nominale di potenza massima pari a 100 mW. Prima di eseguire ogni misura sperimentale, attraverso un misuratore di potenza Coherent Field II, è stata rilevata la potenza del fascio laser verde, eseguendo una media temporale del valore della potenza su un intervallo di 15 s per ogni misurazione. Si è osservato che la potenza massima del laser variava tra 60 mW e 80 mW. Invece il fascio laser, che attraversa le guide di luce, presenta una potenza massima fissa di circa 8 mW.

Il campione in niobato di litio drogato ferro è stato montato su un supporto metallico e posto tra 2 obiettivi; il supporto presenta dei movimentatori meccanici micrometrici necessari per spostare sia il campione nelle tre direzioni spaziali che per movimentare i 2 obiettivi per mettere a fuoco nel modo migliore possibile il segnale luminoso in uscita dalla guida d'onda. Per portare i 2 fasci laser verdi dalle sorgenti al supporto su cui è montato il campione è stato necessario costruire un opportuno percorso composto di lenti e specchi; nella seguente immagine è rappresentato in modo schematico il set-up sperimentale ed il percorso seguito dai 2 fasci laser di luce verde per raggiungere il campione in niobato di litio. Nell'immagine ciascuna componente è indicata con delle lettere e dei numeri, il cui significato è spiegato nella didascalia posta sotto la figura:

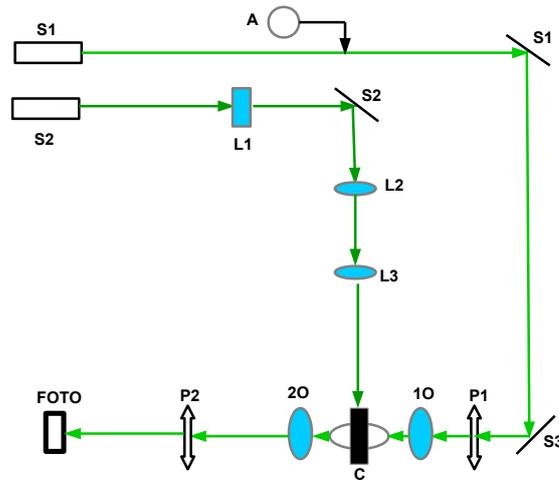


Figura 9: schema rappresentativo delle componenti fondamentali del set up-sperimentale, utilizzato per eseguire le misurazioni descritte nelle sezioni successive. Nella figura sin indicano: con S1 e S2 le sorgenti luminose dei 2 laser rispettivamente necessari il primo per illuminare le guide di luce sul campione ed il secondo per illuminare il campione dall'alto. Con A si indica l'attenuatore, con S1, S2 e S3 specchi riflettenti, con L1, L2 e L3 delle lenti. Con P1 e P2 si indicano i 2 polarizzatori, con 1O e 2O i 2 obiettivi tra cui è posto il campione, con C si indica il campione in niobato di litio montato in modo opportuno sul supporto meccanico ed infine con FOTO si indica il fotodiodo collegato all'amplificatore ed al PC.

Come si osserva dalla figura precedente, per quanto riguarda il laser, che illumina le guide d'onda, dopo la sorgente luminosa sono stati posti due specchi riflettenti, che hanno permesso di allineare il fascio col primo obiettivo. In seguito davanti al primo obiettivo è stato posto un filtro polarizzatore, preliminarmente caratterizzato e mantenuto ad un valore fisso dell'angolo di polarizzazione. Prima che il fascio laser raggiunga il primo specchio è possibile montare un attenuatore, che serve per variare la potenza del laser tra 0 mW ed il valore massimo di potenza misurabile.

Successivamente la luce verde è stata diretta per attraversare un primo obiettivo e poi la guida d'onda per illuminare il canale microfluidico con all'interno i cristalli liquidi: in seguito il segnale in uscita viene focalizzato attraverso un secondo obiettivo e poi raccolto da un fotodiodo. Prima del fotodiodo è possibile montare un secondo filtro polarizzatore, anche esso precedentemente caratterizzato, che si può mantenere fisso o di cui si può variare l'angolo di polarizzazione per osservare effetti fisici diversi.

Per quanto riguarda il secondo fascio laser verde, dalla sorgente la luce viene condotta attraverso un percorso costituito da 3 lenti ed uno specchio riflettente fino al supporto dove si trova il campione, in modo tale che il laser possa illuminare dall'alto il niobato di litio drogato ferro e generare il campo elettrico per effetto fotorifrattivo.

Il segnale di luce raccolto dal fotodiodo viene convertito in segnale in corrente o tensione attraverso un amplificatore a transimpedenza di fase; lo strumento presenta la possibilità di selezionare sia il tempo di campionamento che la sensitivity. Infine il segnale viene inviato ad un computer che con un opportuno software permette di visualizzare il segnale cercato. E' stato introdotto nella linea ottica del set-up sperimentale un chopper, dispositivo costituito da una ruota con aree aperte ed aree chiuse che, se interposto al fascio laser continuo, ne altera l'intensità rendendola intermittente con una frequenza, che dipende dalla velocità di rotazione della ruota e dall'alternanza di zone aperte e zone chiuse. Il dispositivo permette di selezionare la frequenza da fornire alla luce fino ad un valore massimo di 100 Hz. Una volta selezionata la frequenza del chopper, si deve scegliere in modo opportuno il tempo di

campionamento sull'amplificatore per non inficiare la misura sperimentale.

4.2 Procedura di misura

Per monitorare l'effetto di riorientazione dei cristalli liquidi all'interno del canale microfluidico è necessario che il segnale luminoso in ingresso ed in uscita dalla guida di luce sia perfettamente accoppiato rispettivamente con il primo e col secondo obiettivo tra cui il campione in niobato di litio è posto. La procedura di accoppiamento segnale-guida applicata è la seguente: in primis su uno schermo perfettamente bianco, posto prima del fotodiodo, viene visualizzato il segnale luminoso in uscita dal secondo obiettivo. In seguito si devono mettere nelle corrette posizioni, tramite i movimentatori meccanici, rispettivamente il primo ed il secondo obiettivo per mettere a fuoco l'immagine sullo schermo bianco. Successivamente viene mosso il campione nelle tre direzioni spaziali per migliorare ulteriormente l'immagine visualizzata e solo quando si riesce ad osservare un unico spot luminoso di colore verde sullo schermo, allora in quel momento vuol dire che l'accoppiamento tra segnale e guida d'onda è ottimale. Infine si deve spostare lo spot luminoso tramite ulteriori movimentatori meccanici per far giungere il segnale luminoso sul fotodiodo; in questa fase in molti casi è opportuno migliorare la messa a fuoco dello spot luminoso per massimizzare l'intensità del segnale rilevato dall'amplificatore. Tale operazione di accoppiamento del segnale luminoso è necessario eseguirla prima di ogni misurazione.

Durante tutta la misurazione è necessario che permanga un accoppiamento ottimale tra guida d'onda e segnale. Dato che i movimentatori meccanici micrometrici del supporto su cui è montato il campione sono molto sensibili, una qualsiasi (anche piccola) vibrazione del banco ottico può portare al disaccoppiamento tra guida e segnale. La conseguenza immediata è la riduzione repentina e brusca del segnale acquisito dal fotodiodo e poi inviato al computer per la visualizzazione grafica. Questo tipo di problema potrebbe essere rimosso in esperimenti futuri, utilizzando il cosiddetto end-but coupling mediante incollaggio (pig-tailing) di fibre ottiche in ingresso come viene ad oggi eseguito nei circuiti avanzati di ottica integrata.

Dopo aver eseguito la procedura di accoppiamento attraverso una micropipetta da 2L i cristalli liquidi 5CB vengono inseriti nel canale microfluidico e tale quantità risulta essere sufficiente per riempirlo completamente. Inseriti i cristalli liquidi, viene eseguita nuovamente la procedura di accoppiamento segnale luminoso con la guida, in quanto l'inserimento dei cristalli 5CB può portare al disaccoppiamento tra guida e segnale luminoso.

Successivamente viene regolata la posizione del laser verde, che illumina dall'alto il campione per produrre il campo elettrico: per evitare di variare l'orientazione dei cristalli liquidi del canale microfluidico questa operazione viene eseguita, ponendo l'attenuatore davanti alla sorgente in modo tale che l'intensità del fascio verde risulti essere molto debole.

Una volta implementate tutte queste operazioni preliminari è possibile eseguire le varie misurazioni: il laser verde, che illumina la guida di luce viene acceso; dopo un intervallo di tempo uguale per tutte le misure tramite l'interruttore viene acceso anche il fascio, che illumina il campione di niobato di litio drogato ferro dall'alto e necessario per produrre il campo elettrico. Successivamente viene monitorato l'effetto di riorientazione dei cristalli liquidi sottoposti all'effetto del campo elettrico prodotto; una volta raggiunto un livello tale per cui il segnale rilevato sia costante il secondo fascio laser viene spento e la misurazione si conclude.

Alla fine delle misurazioni, il campione di niobato di litio viene lasciato al buio per un tempo variabile da 15 ai 45 minuti a seconda dell'intensità del fascio laser, che illuminava dall'alto, per permettere la cancellazione del campo elettrico generatosi e far sì che i cristalli tornino nella configurazione di ancoraggio planare uniforme iniziale.

In alcune misurazioni si è monitorato il comportamento dei cristalli liquidi dopo aver spento il laser che illumina il campione dall'alto: per la raccolta di questi campioni di dati viene montato anche il secondo polarizzatore tra il fotodiodo ed il secondo obiettivo.

Una volta monitorata la riorientazione dei cristalli liquidi in presenza del campo prodotto per effetto fotorifrattivo, il laser che illumina il campione dall'alto viene spento e successivamente ambedue i polarizzatori vengono ruotati di 90° rispetto alla configurazione di misura con presenza di campo. Si monitora, quindi, l'andamento del segnale in queste condizioni.

4.3 Studio stabilità laser verde, che illumina la guida di luce

La prima parte dell'analisi dati è incentrata sul verificare la stabilità del laser verde, utilizzato per illuminare i cristalli liquidi all'interno del canale microfluidico attraverso la guida di luce.

Sperimentalmente la luce verde del laser viene prima fatta passare attraverso un filtro polarizzatore, che viene mantenuto nelle stesse condizioni per tutta la durata della misurazione e poi il segnale luminoso viene raccolto da un fotodiodo e convertito in segnale in corrente tramite l'amplificatore a transimpedenza di fase.

Per verificare che il laser sia stabile su intervalli temporali sufficientemente lunghi, si acquisisce un campione di dati della durata di circa 5200 s. Nella seguente immagine viene visualizzato il campione di dati acquisito per studiare la stabilità del laser verde.

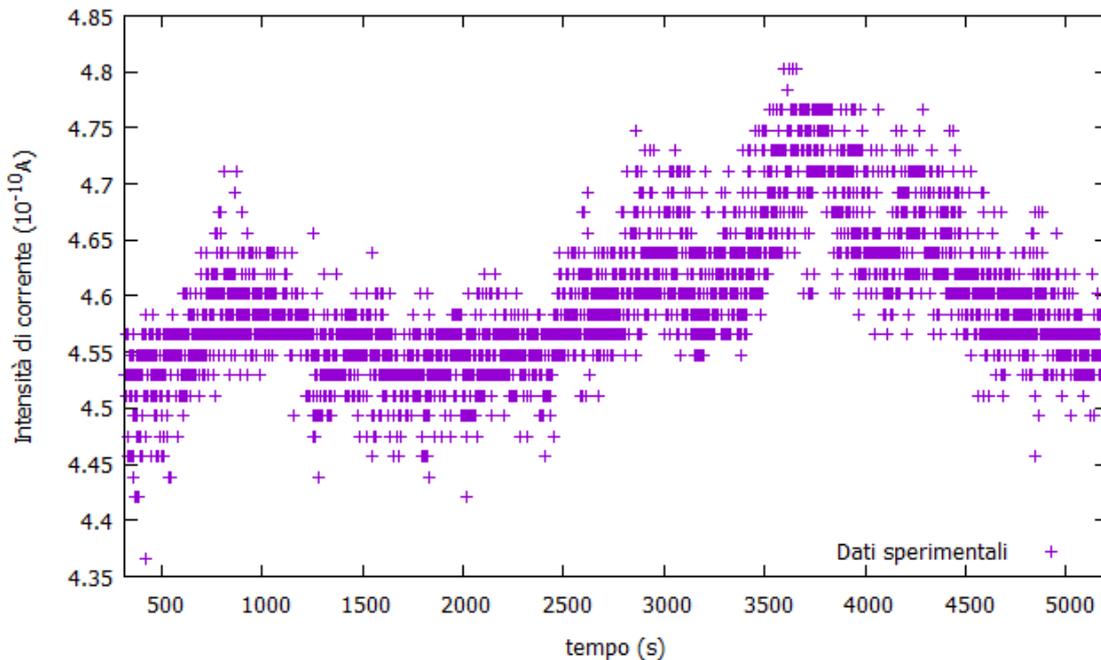


Figura 10: dati sperimentali necessari per studiare la stabilità del laser verde. Le barre d'errore non sono rappresentate per migliorare la visualizzazione dell'immagine.

Per eseguire l'analisi dati, una volta eliminato il transiente iniziale, il campione viene diviso in intervalli temporali di 300 s l'uno e per ciascun intervallo vengono calcolati l'intensità media di corrente, la deviazione standard e l'errore della media. Inoltre viene valutata la compatibilità tra il valor medio dell'intensità di corrente del primo intervallo temporale ed i valori medi di intensità dei restanti intervalli.

Nella seguente tabella sono registrati per ciascun intervallo di tempo della durata di 300 s le grandezze statistiche descritte in precedenza e ed i valori di compatibilità cercati. In particolare le compatibilità tra il valor medio d'intensità del primo intervallo ed i valori medi dei restanti intervalli sono state calcolate utilizzando i valori delle deviazioni standard e non degli errori sulle medie. La scelta precedente è dettata dal fatto che essendo le incertezze sui

valori medi un ordine di grandezza inferiori rispetto alle deviazioni standard, si otterrebbero solo incompatibilità e ciò renderebbe inutile l'analisi dati del set di misure raccolte.

Intervallo temporale	Intensità media (10^{-10} A)	Deviazione standard (10^{-10} A)	Errore media (10^{-10} A)	Comp. con primo campione
[350:650] s	4.535	0.03	0.002	
[651:951] s	4.584	0.03	0.002	1.1
[952:1252] s	4.571	0.03	0.002	0.8
[1253:1553] s	4.546	0.03	0.002	0.2
[1554:1854] s	4.532	0.03	0.001	0.07
[1855:2155] s	4.544	0.03	0.002	0.2
[2156:2456] s	4.550	0.03	0.002	0.4
[2457:2757] s	4.592	0.03	0.002	1.3
[2758:3058] s	4.630	0.03	0.002	2.1
[3059:3359] s	4.619	0.04	0.002	2.0
[3360:3660] s	4.715	0.04	0.003	3.6
[3661:3961] s	4.674	0.04	0.003	2.6
[3962:4262] s	4.656	0.04	0.002	2.4
[4263:4563] s	4.598	0.03	0.002	1.5
[4564:4864] s	4.571	0.03	0.002	0.8
[4865:5165] s	4.547	0.03	0.002	0.3

Tabella 1: intensità del laser in intervalli temporali di 300 s per studiare la stabilità del laser, che illumina le guide di luce. Per ogni intervallo sono valutate il valor medio dell'intensità di corrente, la deviazione standard, l'errore della media e la compatibilità tra la media del primo intervallo ed i valori medi dei restanti blocchi temporali da 300 s l'uno.

Dalla tabella precedente si rileva che il valor medio dell'intensità di corrente del primo intervallo temporale è compatibile con le intensità medie dei restanti tranne in un caso (intervallo [3360:3660] s), dove vi è un'incompatibilità. In particolare il segnale rilevato varia di circa il 4.1% tra il valore medio minimo (primo intervallo temporale) ed il valor medio più grande, appartenente all'intervallo [3360:3660] s (stesso intervallo temporale in cui si riscontra l'incompatibilità descritto in precedenza).

Analizzando i dati della tabella 1, dato che si riscontra un solo valore di incompatibilità, è possibile concludere che il laser verde, necessario per illuminare la guida di luce, è stabile su intervalli temporali sufficientemente lunghi dell'ordine di qualche migliaio di secondi e tali che rendono possibile eseguire in successione diverse misure per osservare l'effetto di riorientazione dei cristalli 5CB nel canale microfluidico.

Inoltre, essendo il laser verde sufficientemente stabile, per le misure descritte nelle sezioni successive, non è stato necessario rinormalizzare i dati raccolti rispetto all'intensità del laser verde direttamente in uscita dalla sorgente luminosa. Per questo motivo nel set-up sperimentale non è presente un beam-splitter, dispositivo necessario per suddividere la luce del laser in 2 fasci, uno diretto ad illuminare la guida di luce tramite il percorso ottico opportunamente costruito e l'altro raccolto direttamente da un fotodiode senza essere modificato.

4.4 Studio della trasmissione del segnale in aria

Il seguente lavoro di tesi si è, inoltre, focalizzato sull'analisi della trasmissione del segnale da parte della guida di luce quando viene acceso anche il laser, che illumina il campione di niobato di litio dall'alto.

Come prima prova si è studiata la trasmissione del segnale in aria: il canale microfluidico, in cui non è inserito alcun tipo di liquido, viene illuminato tramite il laser che attraversa la

guida d'onda e dopo un determinato intervallo temporale viene acceso il secondo laser verde. Sono stati acquisiti due diversi campioni di misure: in ambedue i casi il laser, che illumina dall'alto il campione, viene acceso trascorsi 30 s dall'inizio della presa dati e spento dopo 60 s nel caso della prima misura e dopo 100 s per la seconda.

In ambedue i casi si è riscontrata una variazione dell'intensità tra il segnale luminoso acquisito prima dell'accensione e dopo lo spegnimento del secondo laser ed il segnale acquisito durante l'intervallo di tempo, in cui quest'ultimo è rimasto in funzione. Per il primo set di misure è stata rilevata una variazione percentuale di circa 1.2% tra il segnale prima dell'accensione del secondo laser ed il segnale col laser in funzione ed una variazione percentuale di circa 1.1% tra il segnale col secondo laser in funzione ed il segnale dopo lo spegnimento di quest'ultimo. Invece per il secondo set di misure è stata rilevata una variazione percentuale di circa 1.5% tra il segnale prima dell'accensione del secondo laser ed il segnale col laser in funzione ed una variazione percentuale di circa 1.3% tra il segnale col secondo laser in funzione ed il segnale dopo lo spegnimento di quest'ultimo.

In linea di principio il segnale trasmesso dalla guida di luce in aria dovrebbe rimanere costante con l'accensione del secondo laser verde: ma sperimentalmente, come descritto in precedenza, si rilevano delle minime variazioni percentuali. Le fluttuazioni riscontrate nello studio della trasmissione in aria rientrano perfettamente all'interno delle variazioni percentuali riscontrate nello studio della stabilità del laser verde (tabella 1).

Dato che nella sezione precedente si è concluso che il laser verde necessario per illuminare la guida è stabile, è possibile affermare che il segnale trasmesso dalla guida di luce in aria è costante nel tempo entro le fluttuazioni del laser verde, riscontrate nello studio della stabilità di quest'ultimo (tabella 1).

4.5 Studio della trasmissione del segnale in acqua

Successivamente viene studiata la trasmissione del segnale da parte della guida d'onda, inserendo nel canale microfluidico dell'acqua: si eseguono diverse misure variando gli istanti di accensione e spegnimento del secondo laser verde, che illumina il campione dall'alto.

Nella tabella seguente al variare del numero della misura effettuata vengono registrati: la frequenza selezionata sul chopper, il tempo di campionamento e la sensitivity impostati sull'amplificatore a transimpedenza di fase ed i tempi di accensione e spegnimento del secondo laser di luce verde.

Numero misura	Frequenza chopper	Tau	Sensitivity	Istante accensione laser	Istante spegnimento laser
1	87.5 Hz	300 ms	1 nA	30 s	40 s
2	87.5 Hz	300 ms	1 nA	30 s	50 s
3	87.3 Hz	300 ms	1 nA	30 s	60 s
4	87.3 Hz	300 ms	1 nA	30 s	70 s
5	86.9 Hz	300 ms	1 nA	50 s	100 s
6	87.1 Hz	300 ms	1 nA	30 s	90 s
7	87.5 Hz	300 ms	1 nA	30 s	100 s
8	86.9 Hz	300 ms	1 nA	30 s	110 s
9	87.2 Hz	300 ms	1 nA	30 s	120 s
10	87.2 Hz	300 ms	1 nA	20 s	120 s
11	87.2 Hz	300 ms	1 nA	30 s	150 s

Tabella 2: parametri fondamentali impostati sui dispositivi del set-up sperimentale per studiare la trasmissione del segnale da parte della guida con acqua nel canale microfluidico.

Inoltre sono evidenziati in rosso i set di dati ottimali su cui è possibile eseguire un'analisi più approfondita.

Non tutti i set di dati acquisiti possono essere analizzati per estrapolare informazioni fisiche necessarie per studiare la trasmissione del segnale; in molti campioni di dati si è rilevato il disaccoppiamento tra il segnale trasmesso dalla guida ed il secondo obiettivo sia monitorando l'andamento del segnale acquisito sul pc, che non risultava essere compatibile con quanto previsto teoricamente che notando a fine misura il non corretto allineamento delle componenti del set-up sperimentale sul banco ottico. Come già anticipato in precedenza questo problema sarà rimosso nel futuro impiegando il metodo dell'end-butts coupling inserendo fibre ottiche.

Per i campioni di dati, evidenziati in tabella 2, è possibile eseguire un'analisi dati più completa: il tempo di campionamento totale viene diviso in 4 regioni caratteristiche:

- la prima regione temporale viene costruita per studiare il segnale acquisito in assenza del laser verde, che illumina il campione di niobato di litio dall'alto;
- la seconda regione temporale viene costruita in modo tale, da poter studiare l'andamento del segnale in un intervallo di tempo sufficientemente piccolo, appena dopo l'accensione del secondo laser verde;
- la terza regione temporale viene costruita in modo tale da studiare l'andamento del segnale in un opportuno intervallo di tempo, appena dopo lo spegnimento del secondo laser verde;
- la quarta regione temporale viene costruita in modo tale da studiare l'andamento del segnale dopo lo spegnimento del secondo laser verde e trascorso l'intervallo di tempo caratteristico della terza regione di analisi.

Per quanto riguarda le singole regioni di analisi descritte in precedenza: nella prima regione ci si aspetta che l'intensità del segnale registrata sia pressoché costante (al netto delle possibili fluttuazioni del laser) in assenza di illuminazione dall'alto sul campione in niobato di litio. Per la seconda regione temporale ci si aspetta che l'accensione del secondo laser porti ad una diminuzione esponenziale dell'intensità del segnale in un intervallo di tempo sufficientemente piccolo rispetto al valore rilevato nella prima regione. Successivamente il segnale dovrebbe raggiungere un valore costante ed in seguito allo spegnimento del laser nella terza regione temporale ci si aspetta una risalita dell'intensità del segnale con un andamento esponenziale. Nella quarta regione di analisi l'intensità del segnale dovrebbe essere pressoché costante e con un valore confrontabile con quello rilevato nella prima regione di analisi. Nella seguente immagine è presente un grafico, in cui si evidenziano con diversi colori sia le 4 regioni temporali descritte in precedenza che l'intervallo di tempo in cui i laser di luce verde sono ambedue in funzione.

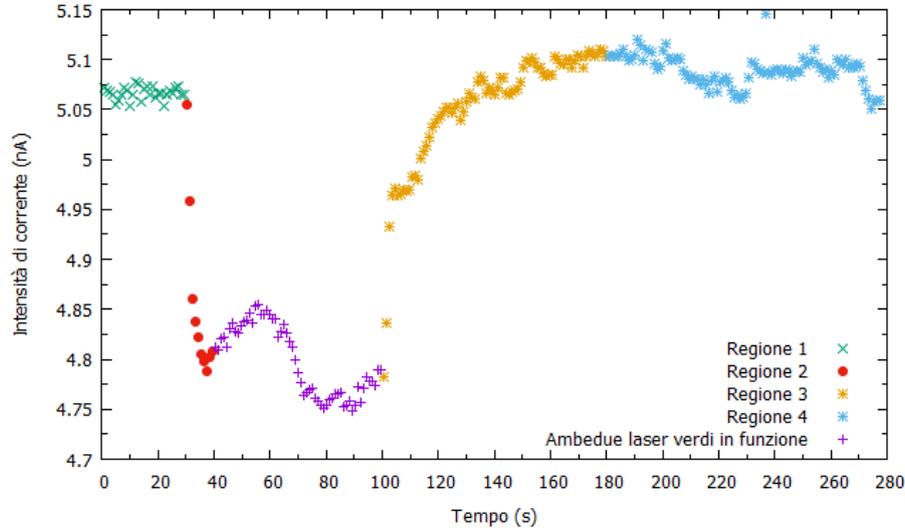


Figura 11: esempio esplicativo delle 4 regioni temporali caratteristiche per l'analisi dati e l'intervallo temporale, in cui ambedue i laser sono in funzione. Nel grafico non sono rappresentate le barre d'errore associate ai dati per migliorare la visualizzazione dell'immagine.

Per i set di dati ottimali (evidenziati in tabella 2) vengono studiati gli andamenti del segnale nelle 4 regioni, descritte in precedenza e confrontati con l'aspettativa teorica.

Per quanto riguarda l'analisi del set di misure numero 2: per la prima e quarta regione di analisi sono calcolati il valor medio, la deviazione standard e l'errore sulla media dell'intensità del segnale. Per la seconda e terza regione rispettivamente la diminuzione e la risalita del segnale vengono interpolati con 2 curve esponenziali del tipo:

$$I = a + b * e^{c*t}$$

in cui I è l'intensità del segnale in corrente al variare dell'istante temporale (t) dall'inizio del processo ed a , b , c (con le rispettive incertezze) sono i parametri caratteristici dei fit esponenziali, eseguiti per le 2 regioni considerate.

	Intensità media (nA)	Deviazione standard (nA)	Errore della media (nA)
Prima regione	8.643	0.02	0.004
	Parametro a (nA)	Parametro b (nA)	Parametro c (1/s)
Seconda regione	(9.10 +/- 0.02)	(-4.8 +/- 0.2)*10 ⁻⁴	(0.17 +/- 0.01)
	Parametro a (nA)	Parametro b (nA)	Parametro c (1/s)
Terza regione	(7.76 +/- 0.02)	(8.0 +/- 0.2) *10 ⁻¹⁰	(0.40 +/- 0.06)
	Intensità media (nA)	Deviazione standard (nA)	Errore della media (nA)
Quarta regione	8.328	0.02	0.003

Tabella 3:analisi delle 4 regioni temporali per il campione di dati numero 2 (dalla tabella

- 2). Per ciascuna regione sono presenti i parametri statistici e dei fit eseguiti, in accordo con quanto descritto in precedenza.

Nella seguente figura è raffigurato il campione numero 2 (si veda la tabella 2 per le grandezze caratteristiche) e ai dati presenti nella seconda e terza regione temporale sono sovrapposte le interpolazioni di tipo esponenziale, i cui parametri caratteristici sono registrati in tabella 3.

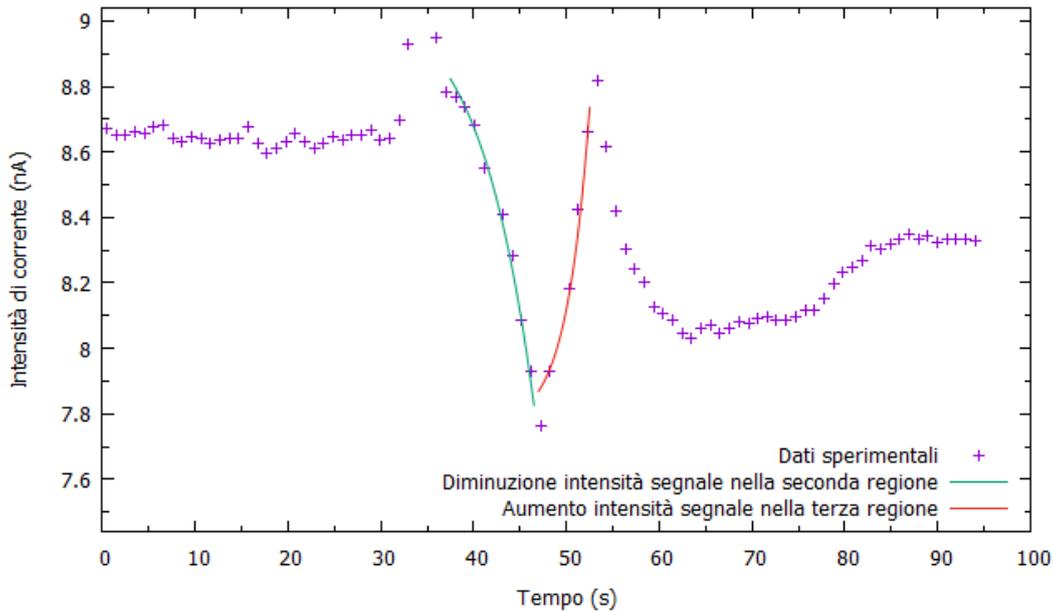


Figura 12: raffigurazione dei dati associati al campione numero 2; nella seconda e terza regione sono rappresentate le 2 interpolazioni esponenziali, i cui parametri caratteristici sono registrati in tabella 3. Nel grafico non sono rappresentate le barre d'errore associate ai dati per migliorare la visualizzazione dell'immagine.

Per verificare la bontà dei fit esponenziali (i cui parametri sono presenti in tabella 3) eseguiti per studiare l'andamento del segnale della seconda e terza regione temporale, viene applicato il test di verifica del χ^2 . Per quanto riguarda il fit della seconda regione si ricava un valore di χ^2 pari a 1.23 con 9 gradi di libertà ed un confidence level di 95%; invece per quanto riguarda il fit esponenziale della terza regione si ricava un valore di χ^2 pari a 0.008 con gradi 3 di libertà ed un confidence level di 95%.

Come si osserva dai dati presenti nella tabella 3 i valori di intensità media della prima e quarta regione di analisi presentano una discrepanza percentuale del 3.8% e di conseguenza questo porta ad un'incompatibilità tra i parametri caratteristici della prima e quarta regione di analisi.

Per quanto riguarda la seconda e terza regione di analisi si è osservato per ambedue le regioni l'andamento esponenziale del segnale appena prima e subito dopo lo spegnimento del secondo laser verde, come previsto teoricamente. La bontà dei 2 fit esponenziali eseguiti è confermata dagli ottimi valori ottenuti nel test del χ^2 . In particolare, confrontando più nello specifico i parametri caratteristici delle interpolazioni di tipo esponenziale, si rileva che i 2 valori dei parametri b dei fit risultano essere compatibili tra loro, mentre invece i 2 valori numerici dei parametri c presentano una leggera incompatibilità.

Per quanto riguarda l'analisi del set di misure numero 5 (si veda la tabella 2 per le grandezze caratteristiche) si applica la stessa procedura implementata per lo studio del campione precedente: per la prima e quarta regione di analisi sono calcolati il valor medio, la deviazione standard e l'errore sulla media dell'intensità del segnale. Per la seconda e terza regione rispettivamente la diminuzione e l'aumento del segnale vengono interpolati con 2 curve

esponenziali del tipo:

$$I = a + b * e^{c*t}$$

in cui i parametri a , b , c (con le rispettive incertezze) sono diversi e caratteristici per 2 regioni considerate.

	Intensità media (nA)	Deviazione standard (nA)	Errore della media (nA)
Prima regione	3.935	0.009	0.002
	Parametro a (nA)	Parametro b (nA)	Parametro c (1/s)
Seconda regione	(3.95 +/- 0.02)	(-8.1 +/- 0.2) *10 ⁻⁹	(0.31 +/- 0.05)
	Parametro a (nA)	Parametro b (nA)	Parametro c (1/s)
Terza regione	(3.66 +/- 0.02)	(8.0 +/- 0.2)*10 ⁻⁵	(0.073 +/- 0.003)
	Intensità media (nA)	Deviazione standard (nA)	Errore della media (nA)
Quarta regione	3.913	0.004	0.002

Tabella 4: analisi delle 4 regioni temporali per il campione di dati numero 5 (dalla tabella 2). Per ciascuna regione sono presenti i parametri statistici e dei fit eseguiti, in accordo con quanto descritto in precedenza.

Per verificare la bontà dei fit esponenziali (i cui parametri sono presenti in tabella 4) eseguiti per studiare l'andamento del segnale della seconda e terza regione temporale, viene applicato il test di verifica del χ^2 . Per quanto riguarda il fit della seconda regione si ricava un valore di χ^2 pari a 3.71 con 6 gradi di libertà ed un confidence level di 95%; invece per quanto riguarda il fit esponenziale della terza regione si ricava un valore di χ^2 pari a 5.48 con 10 gradi di libertà ed un confidence level di 95%.

Come si osserva dai dati presenti nella tabella precedente i valori di intensità media della prima e quarta regione di analisi presentano una discrepanza percentuale del 2.2% e presentano un valore di compatibilità discreta tra loro.

Per quanto riguarda la seconda e terza regione di analisi si è osservato per ambedue le regioni l'andamento esponenziale del segnale appena prima e subito dopo lo spegnimento del secondo laser verde, come previsto teoricamente. La bontà dei 2 fit esponenziali eseguiti è confermata dagli ottimi valori per i test del χ^2 applicati. In particolare confrontando in modo più approfondito i parametri caratteristici dei 2 fit di tipo esponenziale, i valori dei 2 parametri b risultano essere ottimamente compatibili tra loro, mentre invece i 2 parametri c presentano incompatibilità.

Per quanto riguarda l'analisi del set di misure numero 7 (si veda la tabella 2 per le grandezze caratteristiche): per la prima e quarta regione di analisi sono calcolati il valor medio, la deviazione standard e l'errore sulla media dell'intensità del segnale, come già svolto anche per l'analisi dei campioni 2 e 5. Invece per la seconda e terza regione rispettivamente la diminuzione e l'aumento del segnale vengono interpolati con 2 curve esponenziali del tipo:

$$I = I_0 + a(1 - e^{-\gamma(t-t_0)})$$

in cui parametri a , b , c e t_0 (con le rispettive incertezze) sono diversi e caratteristici per le 2 regioni considerate.

	Intensità media (nA)	Deviazione standard (nA)	Errore della media (nA)	
Prima regione	5.066	0.006	0.001	
	Parametro a (nA)	Parametro b (nA)	Parametro c (1/s)	Parametro t_0 (s)
Seconda regione	(5.08 +/- 0.02)	(0.311 +/- 0.006)	(-0.40 +/- 0.03)	(30.2 +/- 0.3)
	Parametro a (nA)	Parametro b (nA)	Parametro c (1/s)	Parametro t_0 (s)
Terza regione	(4.75 +/- 0.02)	(0.36 +/- 0.01)	(-0.070 +/- 0.008)	(95.3 +/- 0.3)
	Intensità media (nA)	Deviazione standard (nA)	Errore della media (nA)	
Quarta regione	5.084	0.01	0.002	

Tabella 5: analisi delle 4 regioni temporali per il campione di dati numero 7 (dalla tabella 2). Per ciascuna regione sono presenti i parametri statistici e dei fit eseguiti, in accordo con quanto descritto in precedenza.

Nella seguente figura è raffigurato il campione di dati numero 7 e ai dati presenti nella seconda e terza regione temporale sono sovrapposte le interpolazioni di tipo esponenziale, i cui parametri caratteristici sono registrati nella tabella 5. Nella terza regione temporale (zona secondo fit) alcuni punti non sono raffigurati in quanto non sono intercettati dalla curva esponenziale del fit.

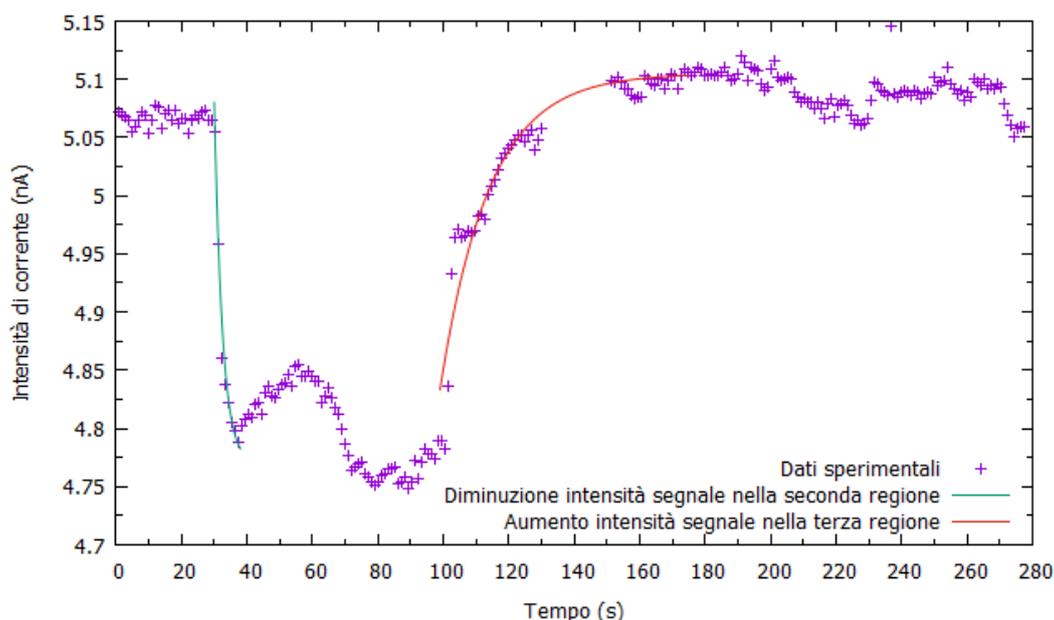


Figura 13: raffigurazione dei dati associati al campione numero 7; nella seconda e terza regione sono rappresentate le 2 interpolazioni esponenziali, i cui parametri caratteristici sono registrati in tabella 5. Nel grafico non sono rappresentate le barre d'errore associate ai dati per migliorare la visualizzazione dell'immagine.

Per verificare la bontà dei fit esponenziali (i cui parametri sono presenti in tabella 5) eseguiti

per studiare l'andamento del segnale della seconda e terza regione temporale, viene applicato il test di verifica del χ^2 . Per quanto riguarda il fit della seconda regione si ricava un valore di χ^2 pari a 8.90 con 7 gradi di libertà con un confidence level di 95%; invece per quanto riguarda il fit esponenziale della terza regione si ricava un valore di χ^2 pari 15.5 a con 55 gradi di libertà con un confidence level di 95%.

Dai dati presenti nella tabella precedente i valori di intensità media della prima e quarta regione di analisi presentano una discrepanza del 0.2% circa e risultano essere ottimamente compatibili tra di loro.

Per quanto riguarda la seconda e terza regione di analisi si è osservato in ambedue le regioni l'andamento esponenziale del segnale appena prima e subito dopo lo spegnimento del secondo laser verde, come previsto teoricamente. La bontà dei 2 fit esponenziali eseguiti è confermato dagli ottimi valori del test del χ^2 , eseguiti. In particolare confrontando in modo più specifico i parametri dei 2 fit esponenziali, si rileva che sia i 2 parametri b che i parametri c presentano incompatibilità tra loro.

Come ulteriore analisi per alcuni set di dati viene valutata sia la variazione percentuale del segnale tra l'inizio e la fine della seconda regione (appena dopo accensione del secondo laser) che la variazione percentuale del segnale tra l'inizio e la fine della terza regione di analisi (appena dopo lo spegnimento del secondo laser). Nella seguente tabella sono registrate le variazioni percentuali cercate:

Numero misura	Variatione percentuale intensità segnale seconda regione	Variatione percentuale intensità segnale terza regione
1	1.2%	2.2%
2	8.2%	4.8%
3	4.3%	4.1%
4	3.8%	4.9%
5	5.3%	5.1%
6	3.1%	2.8%
7	4.9%	6.2%
9	3.2%	5.4%

Tabella 6: analisi della variazione percentuale dell'intensità di corrente del segnale all'interno della seconda e della terza regione temporale per alcuni dei set di dati presentati in tabella 2.

Osservando i valori della tabella precedente si rileva che in tutti i set di dati analizzati vi è una variazione percentuale dell'intensità del segnale rilevato all'interno della seconda e terza regione temporale di analisi, come previsto teoricamente a differenza dello studio della trasmissione in aria.

In tutti i casi si è rilevato che le variazioni percentuali del segnale nella seconda e terza regione non sono le stesse e ciò ha conseguenze nel fatto che in quasi tutti i campioni l'intensità del segnale raggiunta nella prima (prima che inizi la diminuzione esponenziale del segnale) e nella quarta regione (dopo la risalita esponenziale del segnale) non risulta essere la stessa. In particolare per alcuni campioni si è ipotizzato che l'asimmetria nelle variazioni percentuali fosse legata ad un possibile disaccoppiamento tra segnale e guida in seguito allo spegnimento del secondo laser. L'ipotesi precedente è stata confermata dallo studio dei campioni 1, 4 e 9: in seguito allo spegnimento del secondo laser si è osservato che il segnale presentava un andamento non previsto teoricamente e compatibile con il disaccoppiamento. Inoltre per i campioni descritti in precedenza si è effettivamente rilevato che a conclusione delle misure il segnale luminoso trasmesso dalla guida non era perfettamente focalizzato sul secondo obiettivo e poi sul fotodiode.

In quasi tutti i set di dati analizzati i cambiamenti percentuali dell'intensità del segnale sono

inferiori al 6% e ciò conferma la riproducibilità sperimentale delle misure effettuate: seppur venga modificato l'intervallo di tempo, in cui il secondo laser è acceso, la trasmissione del segnale da parte della guida di luce, quando nel canale microfluidico è presente dell'acqua, è pressoché la stessa.

Essendo le variazioni percentuali dell'intensità del segnale molto limitate, si evince che la presenza dell'acqua nel canale microfluidico non influisce in modo dominante e determinante sulla trasmissione del segnale da parte della guida di luce.

4.6 Studio effetto riorientazione cristalli liquidi: prima run di misure

Nelle seguenti sezioni si riassume l'analisi effettuata per studiare l'effetto di riorientazione dei cristalli liquidi, inseriti nel canale microfluidico e sottoposti all'effetto di un campo elettrico.

Dal punto di vista teorico si assume che il campo elettrico prodotto per effetto fotorifrattivo nel niobato di litio drogato ferro abbia l'espressione presentata alla fine della sezione, in cui si è descritto il modello ad un centro di trasporto di carica. Il campo elettrico generatosi si assume sia ortogonale alla piattaforma opto-microfluidica e di conseguenza ortogonale alle guide di luce. Per quanto riguarda i cristalli liquidi si assume che all'inizio del processo godano di ancoraggio planare uniforme all'interno del canale microfluidico. Una volta creatosi il campo elettrico, i cristalli liquidi 5CB iniziano a muoversi e ruotare sino a giungere alla fine del processo ad essere allineati parallelamente al campo elettrico e presentare una condizione di ancoraggio omeotropico. Successivamente, una volta spento il campo, teoricamente i cristalli liquidi dovrebbero tornare alla configurazione di ancoraggio planare uniforme iniziale.

Sperimentalmente non viene misurato direttamente il valore del campo elettrico, ma si possono trarre informazioni fisiche studiando l'andamento del segnale di intensità di corrente. Durante le misure ci si aspetta di acquisire un segnale in corrente che, una volta generatosi il campo elettrico, abbia un andamento esponenziale compatibile con quanto previsto dal modello ad un centro. Inoltre ci si aspetta che il comportamento dei cristalli liquidi, interagendo col campo elettrico, sia lo stesso per tutte le misurazioni. La conseguenza immediata di ciò è la riproducibilità sperimentale del fenomeno fisico, che si intende analizzare, eseguendo diverse misurazioni sia all'interno della stessa giornata che in giornate differenti.

Dal punto di vista sperimentale, in primis viene rilevata col misuratore Coherent Field II il valore della potenza del laser verde, necessario per illuminare il campione di niobato di litio dall'alto. Successivamente, una volta ottenuto un perfetto accoppiamento tra il segnale luminoso trasmesso dalla guida ed i 2 obiettivi ed inseriti i cristalli liquidi nel canale microfluidico, viene acceso il laser di luce verde, necessario per illuminare la guida e dopo un intervallo temporale di 30 s, uguale per tutte le misurazioni effettuate, viene acceso tramite interruttore il secondo laser, necessario per produrre il campo elettrico per effetto fotorifrattivo.

Eseguite tutte le operazioni preliminari descritte in precedenza, si monitora l'effetto fisico cercato tramite il segnale elettrico trasmesso dall'amplificatore fino a che il segnale non si stabilizza nel tempo, raggiungendo un valore di intensità di corrente superiore rispetto all'intensità rilevata all'inizio della misurazione.

In alcuni casi è stato necessario scartare i dati raccolti e rieseguire le misurazioni nelle stesse condizioni precedenti o perché è stato notato un disaccoppiamento evidente tra guida d'onda e segnale luminoso oppure perché non si manifestava e non si visualizzava sul software l'effetto fisico cercato. In particolare per motivare quest'ultima ragione, si ritiene che i cristalli liquidi 5CB non fossero tornati nella configurazione di ancoraggio iniziale, una volta terminata una misurazione, in quanto probabilmente, essendo trascorso troppo poco tempo tra una misura e la successiva, il campo elettrico creatosi per effetto fotorifrattivo non si era completamente cancellato.

Sono state eseguite 5 run diverse misure sperimentali in 5 giornate consecutive per scoprire se il comportamento dei cristalli liquidi risultasse essere lo stesso tra una giornata e l'altra oppure cambiasse, evidenziando una eventuale dipendenza da fattori esterni non collegati alle componenti principali set-up sperimentale.

Nella prima run di misure (prima giornata) sono state acquisite 3 misure ottimali, in cui si è analizzato solo l'effetto di riorientazione dei cristalli liquidi soggetti a campo elettrico. Prima di eseguire ciascuna delle 3 misure sperimentali è stata misurata la potenza del laser verde, necessario per illuminare il campione di niobato di litio dall'alto con lo strumento Coherent Field II: in tutti e tre i casi si è rilevata una potenza del laser pari a (66.5 +/- 0.1) mW.

Successivamente per eseguire l'analisi dati e per migliorare la visualizzazione grafica del segnale dei 3 campioni raccolti, si è optato di eseguire delle medie aritmetiche dell'intensità del segnale in corrente ogni intervallo temporale di 5 s e di associare ad ogni valore l'errore della media.

Eseguite le operazioni precedenti, per tutti e tre i campioni si è optato di interpolare l'andamento del segnale in corrente con una funzione del tipo:

$$I = I_0 + a(1 - e^{-\gamma(t-t_0)})$$

dove:

- I_0 rappresenta il valore di intensità di segnale, rilevata all'inizio del processo di riorientazione dei cristalli 5CB;
- a rappresenta la differenza tra il valore di intensità di corrente, stabile nel tempo, raggiunta alla fine dell'effetto fisico cercato ed il valore di intensità rilevato all'inizio della misurazione effettuata;
- γ è un parametro, che contiene in sé l'informazione fisica sulla costante di tempo, che caratterizza l'andamento esponenziale del segnale rilevato;
- t_0 corrisponde all'istante temporale, in cui si inizia ad osservare l'effetto di riorientazione dei cristalli liquidi nel canale microfluidico. In linea di principio dovrebbe corrispondere all'attimo, in cui viene acceso il secondo laser verde, ma in quasi tutti i casi all'istante di 30 s non si osserva la risalita esponenziale prevista teoricamente, che invece comincia un istante di tempo successivo.

Per dare una visualizzazione grafica dell'effetto fisico studiato, vengono presentate 2 immagini in cui si raffigura l'andamento del segnale acquisito in seguito alla riorientazione dei cristalli liquidi nel canale microfluidico sottoposti ad un campo elettrico. Nelle 2 figure ciascun punto sperimentale corrisponde ad una media dell'intensità di corrente, effettuata ogni 5 secondi. Ai dati sperimentali con le relative barre di errore è sovrapposto il fit esponenziale, la cui espressione con il significato di ciascun termine è stata presentata nel paragrafo precedente.

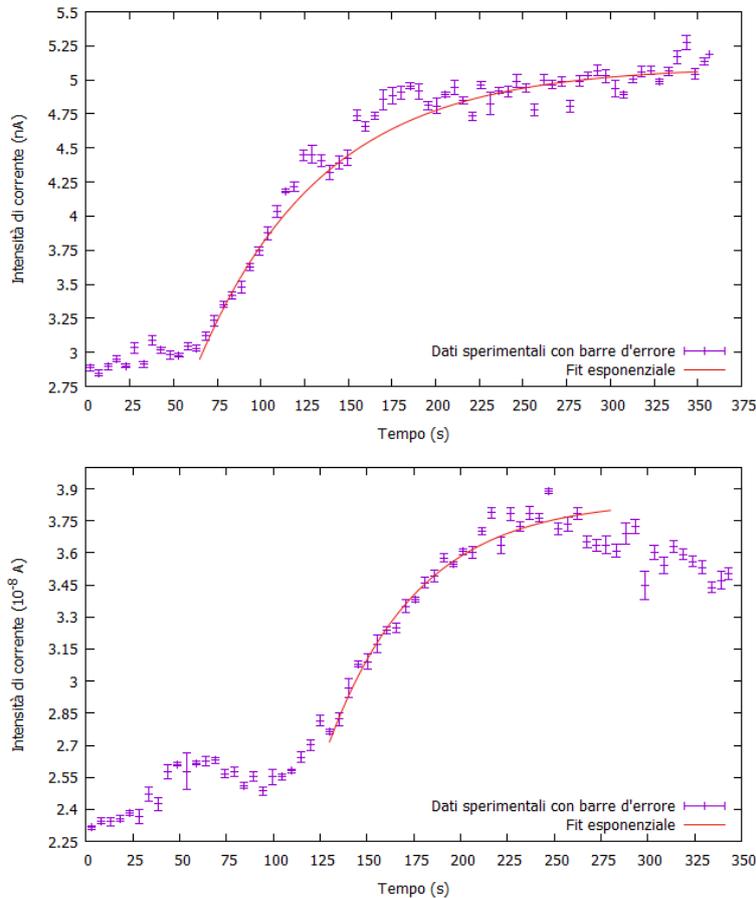


Figura 14: esempi caratteristici di segnale acquisito per analizzare l'effetto di riorientazione dei cristalli liquidi nel canale microfluidico. A ciascun dato sperimentale è associata una barra d'errore, che corrisponde all'errore della media. Ai dati sperimentali è sovrapposto, in un intervallo temporale coerente, il fit esponenziale eseguito con l'espressione matematica descritta in precedenza.

Osservando le 2 figure precedenti si rileva che in ambedue i casi il fit esponenziale ripercorre molto bene l'andamento dei dati sperimentali. Le 2 immagini precedenti di 2 set di dati sperimentali confermano che l'ipotesi proposta sulla forma del campo elettrico generatosi all'interno del niobato di litio per effetto fotorifrattivo (modello ad un centro) funziona. Infatti l'espressione matematica del fit esponenziale sovrapposto ai dati sperimentali, mima l'andamento previsto teoricamente dal modello ad un centro.

Inoltre la seconda figura è significativa in quanto presenta in prossimità dei 250 s una diminuzione pressoché lineare del segnale, che è provocata dal disaccoppiamento tra segnale luminoso in uscita dalla guida ed i 2 obiettivi tra cui è posta la piattaforma opto-microfluidica in niobato di litio.

Si badi che le 2 figure precedenti sono state inserite a titolo d'esempio per mostrare l'andamento del segnale associato all'effetto fisico studiato e saranno gli unici 2 grafici presentati da qui fino all'ultima sezione in quanto tutti gli altri campioni di dati presentano andamenti simili. Nella seguente tabella per ciascuna misura effettuata nella prima run sono registrati i parametri con le relative incertezze dei fit esponenziali eseguiti, tenendo conto di quanto descritto nel paragrafo precedente.

Tipo misura effettuata	Parametro I_0 (nA)	Parametro a (nA)	Istante di tempo t_0 (s)	Parametro γ (1/s)
Accensione 1	(2.95 +/- 0.01)	(2.15 +/- 0.03)	(63.3 +/- 0.6)	(0.0145 +/- 0.0005)
Accensione 2	(10.5 +/- 0.3)	(10.2 +/- 0.3)	(53.7 +/- 0.6)	(0.0145 +/- 0.0005)
Accensione 3	(9.5 +/- 0.1)	(10.2 +/- 0.2)	(28.3 +/- 0.6)	(0.0143 +/- 0.0005)

Tabella 7: parametri con le relative incertezze dei fit esponenziali per le 3 misure ottimali effettuate durante la prima run di misure.

Per verificare la bontà dei fit esponenziali eseguiti, solo per i campioni ottimali viene eseguito il test del χ^2 ; nella seguente tabella sono registrati, al variare della misura effettuata, il valore del test del chi quadro con i relativi gradi di libertà ed il confidence level selezionato. Nella tabella (ed in alcune tabelle presenti nelle sezioni successive) è possibile leggere la dicitura "Non eseguito", che significa che per il campione preso in esame non è stato effettuato il test del χ^2 in quanto tale test di verifica non sarebbe coerente con le relative ipotesi.

Tipo di misura effettuata	Valore test χ^2	Gradi di libertà	Confidence level
Accensione 1	30.2	42	95%
Accensione 2	17.2	22	95%
Accensione 3	Non eseguito	Non eseguito	Non eseguito

Tabella 7bis: valori del test del χ^2 con i corrispondenti gradi di libertà ed i confidence level associati ai fit esponenziali, i cui parametri caratteristici sono registrati in tabella 7.

Come descritto in precedenza, il parametro γ contiene l'informazione fisica fondamentale per studiare il segnale, derivante dalla riorientazione dei cristalli liquidi nel canale microfluidico: infatti corrisponde al reciproco della costante di tempo, che governa l'andamento esponenziale del segnale acquisito.

Di conseguenza dal parametro γ di ciascun fit esponenziale è possibile ricavare la costante di tempo e la relativa incertezza tramite formula di propagazione degli errori; le grandezze fisiche calcolate con la procedura descritta in precedenza sono registrate nella seguente tabella:

Tipo misura effettuata	Parametro γ (1/s)	Costante di tempo (s)
Accensione 1	(0.0145 +/- 0.0005)	(69 +/- 3)
Accensione 2	(0.0145 +/- 0.0005)	(69 +/- 3)
Accensione 3	(0.0143 +/- 0.0005)	(70 +/- 3)

Tabella 8: calcolo delle costanti di tempo a partire dal parametro γ per ognuna delle 3 misure effettuate ottimali durante la prima run di presa dati.

Analizzando i dati presenti nella tabella precedente, si rileva che le costanti di tempo, ricavate dai tre fit esponenziali effettuati (con parametri caratteristici in tabella 7), presentano valori ottimamente compatibili tra loro e molto prossimi come valori numerici. Dal punto di vista teorico ci si poteva aspettare di ottenere per i tre set di dati sperimentali delle costanti di tempo compatibili tra loro e pressoché identiche come valori numerici sia perché le 3 misure sono state effettuate nelle stesse condizioni sperimentali ed ambientali che perché si è rilevato che la potenza del secondo laser verde era la stessa per tutte e 3 le misurazioni effettuate.

4.7 Studio effetto riorientazione cristalli liquidi: seconda run di misure

Durante la seconda tornata di presa dati (seconda giornata) sono state acquisite 2 misure ottimali, in cui si è osservato l'effetto di riorientazione dei cristalli liquidi sottoposti ad un campo elettrico. Per ambedue le misure effettuate la potenza del laser verde, misurata con lo strumento Coherent Field II, è pari a (70.2 +/- 0.1) mW.

Per analizzare i 2 campioni di dati è stata implementata la stessa procedura, applicata per studiare i set di dati della run: quindi sono stati utilizzati gli stessi strumenti statistici e sono stati eseguiti gli stessi fit esponenziali con la stessa espressione matematica.

Nella seguente tabella per ciascuna misura effettuata nella seconda tornata di presa dati sono registrati i parametri con le relative incertezze dei fit esponenziali eseguiti.

Tipo misura effettuata	Parametro I_0 (10^{-8} A)	Parametro a (10^{-8} A)	Istante di tempo t_0 (s)	Parametro γ (1/s)
Accensione 1	(2.75 +/- 0.01)	(1.05 +/- 0.02)	(130.1 +/- 0.6)	(0.021 +/- 0.001)
Accensione 2	(1.25 +/- 0.03)	(0.85 +/- 0.03)	(240.3 +/- 0.6)	(0.020 +/- 0.001)

Tabella 9: parametri con le relative incertezze dei fit esponenziali per le 2 misure ottimali effettuate durante la seconda run di misure.

Come nel caso della sezione precedente, solo per i campioni di dati ottimali viene effettuato il test del χ^2 per verificare la bontà dei fit esponenziali eseguiti. Nella seguente tabella sono registrati i valori del test del chi quadro, i corrispondenti gradi di libertà ed i confidence level selezionati:

Tipo di misura effettuata	Valore test χ^2	Gradi di libertà	Confidence level
Accensione 1	10.8	18	95%
Accensione 2	7.44	15	95%

Tabella 9bis: valori del test del χ^2 con i corrispondenti gradi di libertà e confidence level associati ai fit esponenziali, i cui parametri caratteristici sono registrati in tabella 8.

Nella seguente tabella sono presentate, al variare della misura effettuata, il parametro γ dei fit esponenziali e le relative costanti di tempo associate all'andamento caratteristico del segnale rilevato.

Tipo misura effettuata	Parametro γ (1/s)	Costante di tempo (s)
Accensione 1	(0.021 +/- 0.001)	(48 +/- 2)
Accensione 2	(0.020 +/- 0.001)	(50 +/- 2)

Tabella 10: parametri con le relative incertezze dei fit esponenziali per le 2 misure ottimali effettuate durante la seconda run di presa dati.

Analizzando i dati della tabella precedente, si può evincere che i valori delle costanti di tempo associate ai campioni di dati acquisiti nella stessa run di misure risultano essere ottimamente compatibili tra loro, come prevedibile teoricamente.

Confrontando i valori delle costanti di tempo presenti nelle tabelle 8 e 10, si nota che le costanti di tempo ricavate a partire dai campioni di dati, acquisiti in 2 giornate differenti, non risultano essere minimamente compatibili tra loro. In particolare si rileva che vi è una diminuzione percentuale di circa il 30% tra i risultati della prima e della seconda giornata. Sia la compatibilità ottima tra misure effettuate nella stessa tornata di presa dati che la

diminuzione percentuale tra le costanti di tempo, estrapolate dall'analisi dei set di 2 giornate diverse, possono essere (probabilmente) motivate tenendo conto delle condizioni ambientali, in cui si eseguono le misure: le misure all'interno della stessa run vengono effettuate in condizioni sperimentali ed ambientali del laboratorio pressoché identiche tra una misura e l'altra o comunque eventuali piccole variazioni non hanno influito in maniera rilevante sul comportamento dei cristalli liquidi nel canale microfluidico tra misure effettuate nella stessa giornata. Invece eseguendo misure in giornate diverse, le condizioni ambientali, quali temperatura ed umidità del laboratorio, cambiano da una giornata all'altra e ciò di conseguenza genera variazioni e differenze sia sulla condizione di ancoraggio iniziale dei cristalli 5CB all'interno del canale microfluidico che sull'interazione col campo elettrico tra le misure effettuate nella prima run e le analoghe effettuate nella seconda run di presa dati.

Per motivare la diminuzione percentuale tra le costanti di tempo, estrapolate dall'analisi dei campioni delle prime 2 run di misure effettuate, si è inoltre ipotizzato un probabile indebolimento del PDMS come collante tra le componenti, che costituiscono la piattaforma opto-microfluidica.

L'ipotesi presentata in precedenza è confermata dal fatto che alla fine della seconda giornata di presa dati i 2 substrati di niobato di litio si sono staccati l'uno dall'altro. Di conseguenza prima di eseguire la terza run di presa dati è stato necessario produrre nuovo PDMS e ripetere la procedura per la produzione del campione definitivo, in cui inserire i cristalli liquidi 5CB.

4.8 Studio effetto riorientazione cristalli liquidi: terza run di misure

Durante la terza run di presa dati (terza giornata), dopo aver costituito nuovamente la piattaforma opto-microfluidica sigillandola con nuovo PDMS, sono state eseguite tre misure ottimali, di cui in una si è monitorata la riorientazione dei cristalli liquidi sotto effetto del campo elettrico e nelle altre 2 si è osservato l'andamento del segnale col secondo laser verde spento. Per il campione di dati raccolto con ambedue i laser in funzione, la potenza misurata per il secondo laser è pari a (73.1 +/- 0.1) mW.

Nella seguente tabella per le 3 misure effettuate sono registrati i parametri con le relative incertezze dei fit esponenziali eseguiti.

Tipo misura effettuata	Parametro I_0 (10^{-8} A)	Parametro a (10^{-8} A)	Istante di tempo t_0 (s)	Parametro γ (1/s)
Accensione 1	(1.36 +/- 0.03)	(1.13 +/- 0.06)	(50.4 +/- 0.6)	(0.035 +/- 0.003)
Spegnimento 1	(0.95 +/- 0.03)	(0.87 +/- 0.03)	(50.1 +/- 0.6)	(0.030 +/- 0.003)
Spegnimento 2	(1.45 +/- 0.02)	(1.60 +/- 0.04)	(37.3 +/- 0.6)	(0.032 +/- 0.003)

Tabella 11: parametri con le relative incertezze dei fit esponenziali per le 3 misure ottimali effettuate durante la terza run di presa dati.

Come nelle sezioni precedenti per i set di dati ottimali viene eseguito il test del χ^2 per verificare la bontà dei fit esponenziali eseguiti: nella seguente tabella sono registrati il valore ottenuto per il test, i corrispondenti gradi di libertà ed i confidence level selezionati.

Tipo di misura effettuata	Valore test χ^2	Gradi di libertà	Confidence level
Accensione 1	Non eseguito	Non eseguito	Non eseguito
Spegnimento 1	21.5	32	95%
Spegnimento 2	9.02	33	95%

Tabella 11bis: valori del test del χ^2 con i corrispondenti gradi di libertà ed i confidence level associati ai fit esponenziali, i cui parametri caratteristici sono registrati in tabella 11.

Nella seguente tabella sono registrati al variare della misura effettuata (accensione o spegnimento) il parametro γ dei fit esponenziali e le relative costanti di tempo con incertezze, ricavate con le modalità descritte nelle sezioni precedenti.

Tipo misura effettuata	Parametro γ (1/s)	Costante di tempo (s)
Accensione 1	(0.035 +/- 0.003)	(29 +/- 3)
Spegnimento 1	(0.030 +/- 0.003)	(33 +/- 3)
Spegnimento 2	(0.032 +/- 0.003)	(31 +/- 3)

Tabella 12: parametri con le relative incertezze dei fit esponenziali per le 3 misure ottimali effettuate durante la terza tornata di presa dati.

Analizzando i dati presenti nella tabella precedente, si rileva che le 2 costanti di tempo ricavate per i campioni, in cui si è studiato l'andamento del segnale col secondo laser spento, sono ottimamente compatibili sia tra di loro che con il valore della costante di tempo associata all'unica misura ottimale con ambedue i laser di luce verde in funzione.

I valori numerici delle costanti di tempo ricavate per i dati raccolti nella terza run di misure non risultano essere compatibili con i risultati estrapolati dalle misure effettuate durante la prima e seconda run. Le motivazioni di questo andamento sono legate principalmente al cambiamento delle condizioni ambientali tra le varie giornate, in cui si sono eseguite le misurazioni (come già discusso nella sezione precedente).

Inoltre si rileva che tra le costanti di tempo, ricavate dai campioni di dati della prima giornata e le analoghe estrapolate dalle misure effettuate nella terza giornata, vi è una differenza di più del 50%: il motivo di questa netta ed evidente discrepanza è legato al fatto che è stato necessario preparare nuovamente il campione in niobato di litio all'inizio della terza giornata. Il PDMS prodotto ed utilizzato per sigillare la piattaforma opto-microfluidica ha bisogno di un determinato tempo per attivare le sue proprietà interfacciali ed unire perfettamente le varie componenti del campione. Durante la terza run di misure sono stati acquisiti dei set di dati, illuminando il campione col laser verde immediatamente dopo averlo ricostruito: essendo non trascorso un intervallo di tempo sufficiente affinché il PDMS aderisse perfettamente sulle superfici dei 2 substrati in niobato di litio, ciò ha influito direttamente sia sul campo elettrico prodotto per effetto fotorifrattivo che sulla condizione di ancoraggio dei cristalli liquidi 5CB nel canale microfluidico e sulla successiva interazione col campo elettrico, portando ad ottenere un'informazione fisica non coerente e non confrontabile con i risultati delle giornate precedenti.

4.9 Studio effetto riorientazione cristalli liquidi: quarta run di misure

Durante la quarta run di misure (quarta giornata) sono stati acquisiti 8 campioni di dati ottimali, di cui in 4 misure si è monitorato il comportamento dei cristalli liquidi in presenza di campo elettrico e nelle restanti 4 si è osservato il comportamento col secondo laser verde spento. Per le prime 4 misurazioni, effettuate con ambedue i laser accesi, la potenza misurata per la seconda luce verde è pari a (70.2 +/- 0.1) mW.

Nella seguente tabella sono registrati i parametri dei fit esponenziali eseguiti per analizzare tutti gli 8 set di dati acquisiti durante la quarta giornata.

Tipo misura effettuata	Parametro I_0 (nA)	Parametro a (nA)	Istante di tempo t_0 (s)	Parametro γ (1/s)
Accensione 1	(6.05 +/- 0.02)	(3.60 +/- 0.02)	(80.3 +/- 0.6)	(0.0110 +/- 0.0007)
Accensione 2	(8.51 +/- 0.02)	(2.42 +/- 0.03)	(30.3 +/- 0.6)	(0.023 +/- 0.002)
Accensione 3	(16.5 +/- 0.1)	(2.2 +/- 0.2)	(175.0 +/- 0.6)	(0.0152 +/- 0.0008)
Accensione 4	(4.91 +/- 0.02)	(0.73 +/- 0.03)	(73.1 +/- 0.6)	(0.0132 +/- 0.0008)
Spegnimento 1	(9.30 +/- 0.03)	(3.42 +/- 0.03)	(143.5 +/- 0.6)	(0.019 +/- 0.001)
Spegnimento 2	(4.34 +/- 0.02)	(1.10 +/- 0.03)	(68.3 +/- 0.6)	(0.023 +/- 0.002)
Spegnimento 3	(3.52 +/- 0.03)	(1.42 +/- 0.05)	(35.2 +/- 0.6)	(0.028 +/- 0.003)
Spegnimento 4	(3.84 +/- 0.03)	(1.63 +/- 0.06)	(62.1 +/- 0.6)	(0.028 +/- 0.003)

Tabella 13: parametri con le relative incertezze dei fit esponenziali per le 8 misure ottimali effettuate durante la quarta run di presa dati.

Come nelle sezioni precedenti per i set di dati ottimali viene eseguito il test del χ^2 per verificare la bontà dei fit esponenziali eseguiti: nella seguente tabella sono registrati i valori del test del chi quadro con i corrispondenti gradi di libertà ed i confidence level selezionati.

Tipo di misura effettuata	Valore test χ^2	Gradi di libertà	Confidence level
Accensione 1	20.1	36	95%
Accensione 2	Non eseguito	Non eseguito	Non eseguito
Accensione 3	17.3	26	95%
Accensione 4	21.1	31	95%
Spegnimento 1	14.4	30	95%
Spegnimento 2	15.5	35	95%
Spegnimento 3	Non eseguito	Non eseguito	Non eseguito
Spegnimento 4	Non eseguito	Non eseguito	Non eseguito

Tabella 13bis: valori del test del χ^2 con i corrispondenti gradi di libertà ed i confidence level associati ai fit esponenziali, i cui parametri caratteristici sono registrati in tabella 13.

Nella seguente tabella sono registrati al variare della misura effettuata (accensione o spegnimento) il parametro γ dei fit esponenziali e le relative costanti di tempo con incertezze, ricavate con le modalità descritte nelle sezioni precedenti.

Tipo misura effettuata	Parametro γ (1/s)	Costante di tempo (s)
Accensione 1	(0.0110 +/- 0.0007)	(91 +/- 6)
Accensione 2	(0.023 +/- 0.002)	(43 +/- 3)
Accensione 3	(0.0152 +/- 0.0008)	(66 +/- 4)
Accensione 4	(0.0132 +/- 0.0008)	(76 +/- 5)
Spegnimento 1	(0.019 +/- 0.001)	(53 +/- 4)
Spegnimento 2	(0.023 +/- 0.002)	(43 +/- 3)
Spegnimento 3	(0.028 +/- 0.003)	(36 +/- 3)
Spegnimento 4	(0.028 +/- 0.003)	(36 +/- 3)

Tabella 14: parametri con le relative incertezze dei fit esponenziali per le 8 misure ottimali effettuate durante la quarta run di presa dati.

Dall'analisi dei dati presenti nella tabella precedente, si rileva che vi è una notevole variabilità delle costanti di tempo ricavate a partire dai set di dati acquisiti nella quarta run col secondo laser verde acceso rispetto alle analoghe misurazioni effettuate nelle giornate precedenti. La

conseguenza immediata è la presenza, in quasi tutti i casi, di incompatibilità tra misure effettuate nella quarta run di misure con ambedue i laser di luce verde accesa. Per suffragare quanto appena scritto nella seguente tabella a doppia entrata vengono presentati i valori di compatibilità tra le costanti di tempo ricavate, confrontando i primi 4 valori presenti in tabella 14:

	Accensione 1	Accensione 2	Accensione 3	Accensione 4
Accensione 1		7.1	3.5	1.9
Accensione 2	7.1		4.6	5.7
Accensione 3	3.5	4.6		1.6
Accensione 4	1.9	5.7	1.6	

Tabella 15: confronto tra i valori di compatibilità delle 4 costanti di tempo (tabella 14), ricavate a partire dai set di dati acquisiti con ambedue i laser di luce verde accesi. In rosso sono evidenziate le incompatibilità tra le 4 misure effettuate.

La tabella precedente mostra in maniera evidente le incompatibilità tra i valori delle costanti di tempo ricavate a partire dai primi 4 set di dati acquisiti nella quarta run di misure, effetto prevedibile a priori tenendo conto della grande variabilità delle costanti di tempo presenti in 14. Invece confrontando con i risultati rilevanti delle giornate precedenti, si evince che la terza e quarta misura risultano essere ottimamente confrontabili con le costanti di tempo ricavate dai dati nella prima giornata, mentre invece la costante di tempo della seconda misura è perfettamente compatibile con i valori ricavati dai set di dati della seconda giornata.

Come descritto nelle sezioni precedenti, le differenze tra le costanti di tempo ricavate a partire da set di dati raccolti in run diverse sono state spiegate considerando che le variazioni delle condizioni ambientali del laboratorio (temperatura ed umidità) da una giornata all'altra potessero influire sia sull'ancoraggio dei cristalli liquidi all'interno nel canale microfluidico che sulla successiva reazione in seguito all'interazione con un campo elettrico oppure ipotizzando un indebolimento del PDMS come collante tra il niobato di litio ed il ferro. Invece per le misure acquisite nella quarta giornata con ambedue i laser accesi, si ritiene che le evidenti discrepanze tra le costanti di tempo possano essere legate a variazioni delle condizioni ambientali del laboratorio (temperatura ed umidità) non trascurabili all'interno della stessa run di presa dati. Per le misure effettuate nelle tre giornate precedenti, l'argomento precedente non è stato minimamente considerato in quanto le costanti di tempo ricavate dai dati raccolti nella stessa run di misure risultavano essere perfettamente compatibili e confrontabili tra loro.

Per quanto riguarda i campioni di dati, acquisiti col secondo laser verde spento, si evince che i valori delle costanti di tempo sono compatibili e confrontabili tra loro ed evidenziano differenze meno marcate rispetto alle analoghe misure, effettuate con ambedue i laser di luce verde in funzione. Per queste misure è possibile ipotizzare che eventuali variazioni delle condizioni ambientali del laboratorio siano trascurabili e non abbiano influenzato in maniera determinante tra una misura e le successive sul comportamento dei cristalli liquidi nel canale microfluidico in assenza di illuminazione dall'alto sul campione in niobato di litio.

4.10 Studio effetto riorientazione cristalli liquidi: quinta run di misure

Nella quinta ed ultima run di presa dati (quinta giornata) sono stati acquisiti 3 campioni ottimali di dati, dei quali 2 misure sono state effettuate con ambedue i laser di luce verde accesi ed in una misura, invece, si è monitorato il comportamento dei cristalli liquidi 5CB, mantenendo solo il laser, che illumina la guida di luce. La potenza di quest'ultimo laser, misurata con lo strumento Coherent Field II, pari a (72.3 +/- 0.1) mW.

Nella seguente tabella sono registrati i parametri caratteristici con le relative incertezze dei

fit esponenziali eseguiti per analizzare i 3 campioni di dati acquisiti durante la quinta ed ultima run:

Tipo misura effettuata	Parametro I_0 (nA)	Parametro a (nA)	Istante di tempo t_0 (s)	Parametro γ (1/s)
Accensione 1	(4.20 +/- 0.02)	(1.32 +/- 0.03)	(278.2 +/- 0.6)	(0.0171 +/- 0.0007)
Accensione 2	(10.1 +/- 0.1)	(2.2 +/- 0.1)	(210.3 +/- 0.6)	(0.0165 +/- 0.0007)
Spegnimento 1	(7.87 +/- 0.03)	(2.18 +/- 0.05)	(88.1 +/- 0.6)	(0.022 +/- 0.002)

Tabella 16: parametri con le relative incertezze dei fit esponenziali per le 3 misure ottimali effettuate durante la quinta run di presa dati.

Come nelle sezioni precedenti per i set di dati ottimali viene eseguito il test del chi quadro per verificare la bontà dei fit esponenziali eseguiti: nella seguente tabella sono registrati i valori del test del χ^2 , i corrispondenti gradi di libertà ed i confidence level selezionati.

Tipo di misura effettuata	Valore test χ^2	Gradi di libertà	Confidence level
Accensione 1	Non eseguito	Non eseguito	Non eseguito
Accensione 2	7.82	18	95%
Spegnimento 1	11.2	18	95%

Tabella 16bis: valori del test del χ^2 con i corrispondenti gradi di libertà ed i confidence level associati ai fit esponenziali, i cui parametri caratteristici sono registrati in tabella 16.

Nella seguente tabella sono registrati al variare della misura effettuata nella quinta giornata (accensione o spegnimento) il parametro γ dei fit esponenziali e le relative costanti di tempo con incertezze, ricavate con le modalità descritte nelle sezioni precedenti.

Tipo misura effettuata	Parametro γ (1/s)	Costante di tempo (s)
Accensione 1	(0.0171 +/- 0.0007)	(58 +/- 3)
Accensione 2	(0.0165 +/- 0.0007)	(61 +/- 3)
Spegnimento 1	(0.022 +/- 0.002)	(46 +/- 4)

Tabella 17: parametri con le relative incertezze dei fit esponenziali per le 3 misure ottimali effettuate durante la quinta run di presa dati.

Analizzando i dati della tabella precedente, si rileva che ambedue le costanti di tempo ricavate a partire dai primi 2 set di dati sono ottimamente compatibili tra loro; inoltre sono ambedue discretamente compatibili con la costante di tempo, estrapolata analizzando l'unico set di dati ottimale, acquisito in assenza di illuminazione da parte del secondo laser di luce verde.

Le costanti di tempo, presenti nella tabella precedente, presentano una minore variabilità rispetto alle analoghe, estrapolate dai set di dati, acquisiti durante la quarta run di misure: si ipotizza perciò che eventuali variazioni delle condizioni ambientali del laboratorio non abbiano influito in maniera determinante sui campioni di dati raccolti e di conseguenza le condizioni iniziali di ancoraggio ed il comportamento dei cristalli liquidi all'interno del canale microfluidico, interagendo col campo elettrico, siano stati pressoché i medesimi durante tutte le misurazioni effettuate nella quinta ed ultima run di misure sperimentali.

4.11 Studio effetto riorientazione cristalli liquidi: confronto tra risultati

Come elemento conclusivo dell'analisi dati effettuata, vengono presentate in 2 tabelle riepilogative le migliori stime delle costanti di tempo per ognuna delle 5 run di presa dati sia per i campioni, acquisiti con ambedue i laser di luce verde in funzione che per i set, acquisiti col secondo laser verde spento.

Nella prima tabella sono presenti le migliori stime delle costanti di tempo, associate alle misure effettuate con entrambi i laser in funzione: per quanto riguarda la prima, seconda, e quinta run di misura si è optato di eseguire una media pesata tra i valori estrapolati dall'analisi dei campioni per ciascuna singola giornata. Per la terza run viene presentato il valore per la costante di tempo, associata all'unico campione di dati ottimale raccolto in questa run. Invece nel caso della quarta run di presa dati, dato che si è rilevata una grande variabilità ed incompatibilità tra le costanti di tempo ricavate dai 4 campioni acquisiti (tabella 15), si è scelto il valore, che presentava il minor errore relativo.

Nella seconda tabella, invece, sono presenti le migliori stime delle costanti di tempo, ricavate dai campioni acquisiti solo col laser verde, necessario per illuminare la guida di luce, in funzione. Per la terza e quarta, si è optato di eseguire una media pesata tra i valori, estrapolati dall'analisi dei campioni per ciascuna singola run. Invece per la quinta run di misura viene presentato il valore per la costante di tempo, associata all'unico campione di dati ottimale raccolto in questa run di presa dati.

Run di misura	Numero campioni ottimali	Potenza laser verde (mW)	Miglior stima valore costante tempo (s)
1	3	(66.5 +/- 0.1)	(69 +/- 2)
2	2	(70.2 +/- 0.1)	(49 +/- 2)
3	1	(73.1 +/- 0.1)	(29 +/- 3)
4	4	(70.2 +/- 0.1)	(66 +/- 4)
5	2	(72.3 +/- 0.1)	(60 +/- 2)

Tabella 18: tabella riepilogativa "accensione" contenente le migliori stime per i valori delle costanti di tempo, ricavate dall'analisi dei campioni di dati, acquisiti con ambedue i laser di luce verde in funzione, per ciascuna delle 5 run di misure effettuate.

Run di misura	Numero campioni ottimali	Miglior stima valore costante tempo (s)
3	2	(32 +/- 2)
4	4	(42 +/- 3)
5	1	(46 +/- 4)

Tabella 19: tabella riepilogativa "spegnimento" contenente le migliori stime per i valori delle costanti di tempo, ricavate dall'analisi dei campioni di dati, acquisiti con solo il laser verde che illumina la guida di luce in funzione, per ciascuna delle 3 run di misure effettuate.

Come si osserva dai dati presenti nella 2 tabelle riepilogative precedenti, eseguendo misurazioni in 5 giornate differenti, si è rilevato che il comportamento dei cristalli liquidi all'interno del canale microfluidico è cambiato, fornendo diversi valori per le costanti di tempo ricavate dall'analisi dei campioni di giornata in giornata. In particolare si rilevano variazioni percentuali che sfiorano il 60% confrontando la miglior stima della costante di tempo associata alla terza run di misura con le analoghe grandezze fisiche ricavate dalla prima, quarta e quinta tornata di presa dati. Inoltre si è optato di studiare il comportamento dei cristalli liquidi, mantenendo in funzione solo il laser verde, che illumina la guida:

anche in questo caso analizzando le misure, acquisite su tre giornate differenti, si è rilevato un diverso comportamento dei cristalli 5CB di giorno in giorno. Ma a differenza dei dati presenti nella tabella 18, i valori delle costanti di tempo estrapolate dalle misure effettuate con un solo laser verde in funzione presentano minore variabilità.

Confrontando le 2 tabelle riepilogative precedenti, si osserva che solo per la terza run di presa dati vi è un perfetta simmetria di comportamento dei cristalli liquidi sia con ambedue i laser accesi che con solo il laser, che illumina la guida in funzione. Infatti le migliori stime per i valori delle costanti di tempo sono perfettamente compatibili tra loro (riga 4 tabella 18 e riga 2 tabella 19). Invece le misure di spegnimento, acquisite nella quarta e quinta run, presentano delle costanti di tempo non confrontabili in modo ottimale con le analoghe grandezze fisiche, estrapolate analizzando le misure di accensione della quarta e quinta tornata di presa dati.

5 Conclusione e prospettive future

L'analisi fisico-statistica effettuata nelle sezioni precedenti ha permesso di monitorare e studiare l'effetto di riorientazione dei cristalli liquidi in un canale microfluidico sottoposti all'azione di un campo elettrico.

L'utilizzo di una piattaforma opto-microfluidica integrata in niobato di litio ha permesso di creare il campo elettrico per effetto fotorifrattivo, illuminando il substrato drogato ferro tramite laser di luce verde. Questo studio ha messo in luce aspetti non noti in letteratura essendo un lavoro pionieristico sia dal punto di vista della realizzazione di tale piattaforma sia del suo impiego in un ambito innovativo con i cristalli liquidi.

Il lavoro di tesi ha permesso di verificare che è possibile usare l'illuminazione per indurre campi elettrici di carica spaziale tali da poter orientare i cristalli liquidi, un fenomeno non solo mai rivelato in ambito di microfluidica, ma nemmeno predetto. Il fatto che sia possibile osservare il fenomeno e siano state trovate delle caratteristiche fisiche riproducibili motiva l'impegno futuro nel migliorare l'apparato sperimentale in modo da poter eseguire misure ripetibili con accuratezza. Il primo aspetto per raggiungere tale obiettivo è ottimizzare la stabilità meccanica delle componenti del set-up sperimentale nella procedura di accoppiamento giacché è questo l'elemento più sensibile e che si è dimostrato il vero fattore limitante.

Nonostante tutte le problematiche riscontrate durante le misurazioni, i risultati fisici ottenuti sono interessanti e significativi: in particolare l'andamento esponenziale dell'intensità del segnale in corrente ricavato dai dati sperimentali è perfettamente confrontabile con l'aspettativa teorica prevista dal modello ad un centro.

Si è monitorato il comportamento dei cristalli liquidi in più run di misure, eseguite in più giornate: si è rilevato che l'andamento esponenziale del segnale cambia tra una run di misura e la successiva, mostrando una probabile dipendenza da fattori ambientali esterni quali la temperatura e l'umidità del laboratorio per esempio. Questa ipotesi è ragionevole in quanto essendo i cristalli liquidi 5CB delle molecole di tipo termotropo, eventuali variazioni delle condizioni ambientali tra una run di misura e le altre possono portare a cambiamenti nella condizione di ancoraggio dei cristalli liquidi e nell'interazione col campo elettrico. Nei prossimi esperimenti, in cui si monitora l'effetto di riorientazione dei cristalli liquidi, si dovrebbero registrare i valori ambientali caratteristici del laboratorio (temperatura ed umidità) prima di ogni misurazione per confrontare in modo ottimale dati acquisiti sia nella stessa run di misura che in run di misure diverse e scoprire eventuali nuove proprietà dei cristalli liquidi. In particolare svolgendo un'analisi dati più approfondita, che tenga conto anche delle condizioni ambientali del laboratorio dove si eseguono le misure, in linea di principio si potrebbero trarre informazioni indirette relative alla condizione di ancoraggio dei cristalli liquidi oppure ad eventuali anomalie nel comportamento dei cristalli 5CB sottoposti a campo elettrico rispetto a quanto previsto teoricamente.

Un'ulteriore problematica rilevata durante le misurazioni riguarda il PDMS: questo composto chimico è utilizzato per sigillare la piattaforma opto-microfluidica in niobato di litio. Ma alla fine della seconda run di misura le 2 componenti fondamentali del campione si sono staccate l'una dall'altra e quindi è stato necessario produrre nuovo PDMS per sigillare nuovamente la piattaforma. Una soluzione potrebbe essere implementare delle tecniche per rafforzare e rendere più duraturo possibile il legame del PDMS, che unisce le componenti della piattaforma opto-microfluidica.

Si potrebbe migliorare ulteriormente la piattaforma opto-microfluidica, trattando le pareti del canale microfluidico con tecniche chimiche più avanzate e specifiche di funzionalizzazione per ottimizzare l'ancoraggio dei cristalli liquidi sulle pareti del canale in niobato di litio e favorire l'orientamento dei cristalli 5CB sottoposti all'effetto di un campo elettrico, ottenendo quanto previsto teoricamente. Questo miglioramento si rende necessario in quanto potrebbe capitare che all'inizio delle misurazioni i cristalli liquidi non godano perfettamente della condizione di ancoraggio planare uniforme prevista teoricamente, ma potrebbero od essere in una condizione di ancoraggio isotropico oppure in una condizione intermedia tra l'ancoraggio uniforme e l'ancoraggio omeotropico.

Inoltre si potrebbe aggiungere al set-up sperimentale un beam-splitter sul percorso del fascio laser di luce verde, necessario per illuminare la guida, prima di raggiungere il primo dei 2 obiettivi tra cui il campione in niobato di litio si trova. In questo modo si potrebbero rilevare sia il segnale trasmesso dalla guida che il segnale del fascio luminoso prima di essere focalizzato dal primo obiettivo. Infine si potrebbe normalizzare il segnale trasmesso dalla guida rispetto a quello in uscita dalla sorgente del fascio in modo tale da eliminare gli effetti di possibili fluttuazioni dell'intensità del segnale luminoso in uscita dalla sorgente e prima di essere focalizzato attraverso la guida di luce. Tenendo conto di tutti i suggerimenti presentati in precedenza, è possibile migliorare sia il set-up sperimentale che la piattaforma opto-microfluidica in niobato di litio per ottimizzare lo studio del comportamento dei cristalli liquidi.

In conclusione si ritiene soddisfacente dal punto di vista fisico l'analisi effettuata nelle sezioni del presente lavoro di tesi e si ritiene che i risultati ottenuti possano essere presi come base per eseguire nuovi esperimenti e studiare in modo più sistematico ed approfondito il comportamento dei cristalli liquidi in un canale microfluidico e sottoposti all'effetto di un campo elettrico.

6 Bibliografia

- [1] R.S. Weis e T.K. Gaylord. *Lithium niobate: Summary of Physical Properties and Crystal Structure*. In: *App. Phys. A* 37, 1985.
- [2] P. R. Lang e Y. Liu. *Soft Matter at Aqueous Interfaces*. Springer, 2016.
- [3] T. Volk e M. Wohlecke. *Lithium Niobate. Defects, Photorefraction and Ferroelectric Switching*. Springer, 2008.
- [4] G. Bettella e al. *LiNO₃ integrated system for opto-microfluidic sensing*. In: *Sensors and Actuators B: Chemical*, 2018.
- [5] K. Peithman ed al. *Photorefractive properties of highly-doped lithium niobate crystals in the visible and near-infrared*. In: *Applied Physics B* 68, 1999.
- [6] D.-K. Yang. *Fundamentals of liquid crystal devices*. John Wiley e Sons, 2014.
- [7] L. Lucchetti et al. *Light controlled phase shifter for optofluidics*. In: *Optics Letters* 41, 2016.
- [8] L. Lucchetti et al. *Light-induced electric field generated by photovoltaic substrates investigated through liquid crystal reorientation*. In: *Optical Materials* 73, 2017.
- [9] A. Zaltron et al. *Integrated optics on Lithium Niobate for sensing applications*.
- [10] A. Sengupta, S. Herminghaus and Christian Bahr. *Liquid crystal microfluidics: surface, elastic and viscous interactions at microscales*. In: *Liquid Crystals Reviews*, 2014.
- [11] P.P. Karat e N.V. Madhusudana. *Elastic and Optical properties of some 4'-n-alkyl-4-cyanobiphenyls*. In: *Molecular Crystals and Liquid Crystals* 35, 1976.
- [12] I.C. Khoo. *Liquid Crystals*. 2^a ed. Wiley-Interscience, 2007.
- [13] H. Kneppel, F. Schneider and N.K. Sharma. *Rotational viscosity of nematic liquid crystals*. In: *The Journal of Chemical Physics* 77, 1982.
- [14] S.V. Pasechnik, V.G. Chigrinov and D.V. Shmeliova. *Liquid Crystals. Viscous and Elastic Properties*. Wiley-Vch, 2009.
- [15] L.T. Creagh and A.R. Kmetz. *Mechanism of Surface Alignment in Nematic Liquid Crystals*. In: *Molecular Crystals and Liquid Crystals* 24, 1973.
- [16] S. Chandrasekhar. *Liquid Crystals*. 2^a ed. Cambridge University Press, 1992.
- [17] Margherita Altin. *Studio di fenomeni fotoindotti su cristalli liquidi microconfinati in un dispositivo opto-microfluidico di LiNbO₃*. Tesi di laurea triennale presso il DFA dell'Università di Padova, 2018.
- [18] P. Garstecki e al. *Formation of droplets and bubbles in a microfluidic T-junction: scaling and mechanism of break-up*. In: *Lab Chip*, 2006.
- [19] J. G. Cuennet e al. *Optofluidic-tunable color filters and spectroscopy based on liquid-crystal microflows*. In: *Lab Chip*, 2013.
- [20] A. Sengupta e al. *Functionalization of microfluidic devices for investigation of liquid crystal flows*. In: *Microfluid Nanofluid*, 2012.