

UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI PADOVA

Dipartimento di Fisica e Astronomia “Galileo Galilei”

Corso di Laurea in Fisica

Tesi di Laurea

**Velocimetro per gocce microfluidiche basato su di un
interferometro fotonico integrato in niobato di litio**

Relatore

Prof.ssa Cinzia Sada

Correlatore

Dr. Riccardo Zamboni

Laureando

Giovanni Bragato

Anno Accademico 2018/2019

Indice

Introduzione	3
1 Niobato di Litio	5
1.1 Composizione chimica e struttura cristallina	5
1.2 Principali proprietà fisiche	6
1.2.1 Proprietà elettro-ottiche	6
1.2.2 Effetto fotovoltaico e fotorefrattività	7
1.2.3 Birifrangenza	7
1.2.4 Effetto piroelettrico	8
1.2.5 Effetto piezoelettrico	8
2 Microfluidica in $LiNbO_3$	9
2.1 Gocce microfluidiche	9
2.1.1 T-junction	10
2.1.2 Realizzazione del dispositivo	12
2.1.3 Bagnabilità del niobato di litio	12
3 Velocimetro per gocce microfluidiche	15
3.1 Setup sperimentale	15
3.1.1 Approssimazione di campo vicino e setup ottico	15
3.1.2 Setup microfluidico	16
3.2 Interferometro Mach-Zehnder	18
3.3 Misure di velocità	21
3.4 Risultati sperimentali	25
3.4.1 Acquisizione con CCD e risultati	26
3.4.2 Acquisizione MZI e risultati	26
3.5 Confronto tra le due acquisizioni	29
Conclusioni	33
Appendice	35
Risultati CCD	35
$Q_d = 10\mu m/s$	35
$Q_d = 20\mu m/s$	36

Risultati MZI	36
$Q_d = 10\mu\text{m}/\text{s}$	37
$Q_d = 20\mu\text{m}/\text{s}$	37

Introduzione

Opto-microfluidica è un termine ad ampio respiro che intende riassumere un'insieme di funzionalità ottenute ed ottenibili dall'integrazione di componenti ottici con elementi e circuiti di microfluidica in un'unica piattaforma. In tale configurazione la luce viene ad interagire con fluidi trasportati da canali di dimensione micrometrica (sino a qualche centinaia di micrometri), potendo quindi sondare volumi di fluidi molto ridotti (generalmente pL-nL) mediante basse intensità luminose. Il presente lavoro di tesi si inserisce in un progetto di ricerca ad ampio respiro che mira a integrare in particolare le funzionalità proprie dell'ottica integrata con la microfluidica per sviluppare nuovi metodi di rivelazione, monitoraggio in tempo reale di oggetti di dimensione micro e sub-micrometrica rispettivamente dispersi in fluidi. L'applicazione diretta di tali piattaforme opto-microfluidiche si trova nell'ambito della biologia, biotecnologia medicina e dell'analisi chimica in microreattori per rivelare, selezionare e contare elementi biologici come le cellule. Ad oggi tali sistemi sono stati primariamente ottenuti in materiali biocompatibili a basso costo quali polimeri come il PDMS e PMMA perché facilmente maneggevoli e compatibili con la realizzazione di strutture microfluidiche a costituire veri propri lab-on-a-chip. Si trovano inoltre varie proposte per un vasto impiego anche del vetro e della silice, poiché sono materiali già noti e usati in farmacoepa per la detenzione di medicinali e l'interazione con il corpo umano è stata ampiamente testata. Nonostante siano a basso costo, le loro proprietà non sono adeguate per integrare di fatto elementi di ottica integrata: le configurazioni perciò testate ad oggi impiegano primariamente fibre di luce accoppiate ai circuiti microfluidici realizzati in vetro o polimero. Per ottica integrata si intende infatti qualcosa di più rispetto all'uso di fibre ottiche: essa comprende quell'insieme di elementi ottici realizzati su un unico substrato le cui connessioni sono effettuate mediante luce trasportata in modo confinato mediante guide di luce. Si tratta perciò di regioni del materiale ove l'indice di rifrazione è modificato in modo opportuno al fine di poter guidare la luce per riflessione totale interna. Varie sono le geometrie che si possono ottenere in ottica integrata a seconda della funzionalità richiesta. Ad oggi sono ampiamente in uso nelle telecomunicazioni trans-oceaniche i cosiddetti modulatori di intensità di luce che si basano su ottica integrata in niobato di litio: la modulazione viene effettuata mediante la realizzazione di

interferometri Mach-Zehnder integrati che lavorano a frequenze dell'ordine del GHz. La possibilità di coniugare le prerogative dell'ottica integrata con la microfluidica quindi apre nuove frontiere di ricerca sia perché a livello microscopico si verificano fenomeni diversi rispetto a quelli osservati a livello macroscopico sia perché è possibile realizzare dispositivi di ridotte dimensioni che di fatto sono veramente portabili ed estremamente sensibili a bassi volumi di fluido. Una delle prime applicazioni dell'opto-microfluidica che ha riscosso un enorme interesse è stata la possibilità di realizzare citometri ad elevato throughput ma portabili. Un citometro consiste in un misuratore di numero cellule che devono essere prima selezionate per tipologia. I metodi più comuni per contare le cellule si avvale di metodi di imaging e ad oggi sono molto avanzati perché sono spesso integrati sistemi di acquisizione e analisi di immagini anche di luminescenza delle cellule. Questa tecnologia ha visto un'immediata possibilità di sviluppo in microfluidica dato che le cellule possono essere trasportate in canali microfluidici e il relativo conteggio richiede in genere volumi nettamente inferiori rispetto ai metodi standard. Già a partire dal 2010 [2] è stata dimostrata la possibilità di misurare cellule mediante imaging di flussi di cellule in canali microfluidici e ad oggi si riesce a raggiungere un throughput di circa 1000 cellule con una purezza del 90

Il presente lavoro di tesi mira a studiare un nuovo approccio per misurare la velocità di un oggetto disperso in un fluido in un canale microfluidico che non si avvalga dell'imaging e del relativo post-processing delle immagini.

Nel capitolo 1 è presentata una breve introduzione riguardante il niobato di litio e le sue proprietà fisiche principali, per dare un'idea della versatilità di questo materiale e delle sue potenzialità. Nel capitolo 2 viene presentato e descritto il metodo per produrre gocce in canali microfluidici utilizzato in questo lavoro di tesi, oltre ad una presentazione e descrizione del campione di niobato di litio utilizzato e un accenno a come è stato prodotto. Il terzo e ultimo capitolo contiene infine una descrizione dell'apparato sperimentale, diviso in due parti, una ottica e una microfluidica, oltre ad una descrizione dell'interferometro Mach-Zehnder e del suo utilizzo nella piattaforma opto-microfluidica al centro di questo lavoro di tesi. Vengono poi trattate le due modalità di misura delle velocità di gocce microfluidiche: l'approccio a imaging e il metodo che sfrutta invece l'interferometro. Infine, vengono esposti i risultati, insieme ad un confronto finale tra i due approcci, dimostrando che utilizzare la piattaforma opto-microfluidica garantisce una precisione maggiore, oltre ad essere un metodo veloce e versatile.

Capitolo 1

Niobato di Litio

1.1 Composizione chimica e struttura cristallina

Il niobato di litio ($LiNbO_3$) è un materiale non presente in natura, che a temperatura ambiente è allo stato solido. Appare incolore e insolubile in acqua e si comporta come un dielettrico (l'energy gap è di circa 4 eV). Tale materiale fa parte dei composti $Li_2O - Nb_2O_5$ ed è solitamente cresciuto mediante tecnica Czochralski, in composizione cosiddetta "congruente" dove le frazioni molari sono pari a 48.6 mol% per Li_2O e 51.4 mol% per Nb_2O_5 .

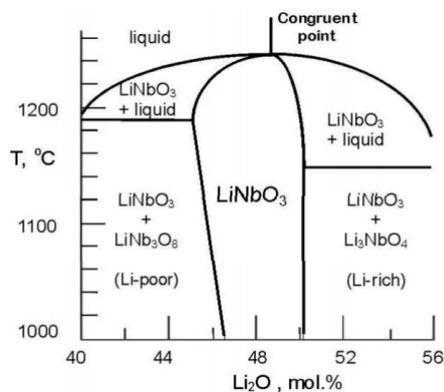


Figura 1.1: Diagramma di fase di $LiNbO_3$.

La struttura cristallina più utilizzata in letteratura per descrivere il cristallo di $LiNbO_3$ è quella ortoesagonale, riportata in figura 1.2. Si prende come direzione dell'asse z l'asse di simmetria per rotazioni di ordine 3, con verso deciso per convenzione sfruttando la piezoelettricità, mentre y, perpendicolare a z, giace lungo uno dei tre piani di simmetria e infine x si prende perpendicolare agli altri due assi.

La struttura atomica consiste in piani equidistanti lungo l'asse z nei quali si trovano gli atomi di ossigeno disposti a formare triangoli equilateri, com-

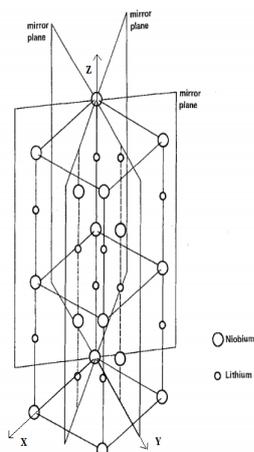


Figura 1.2: Cella ortoesagonale di $LiNbO_3$ e piani di simmetria.

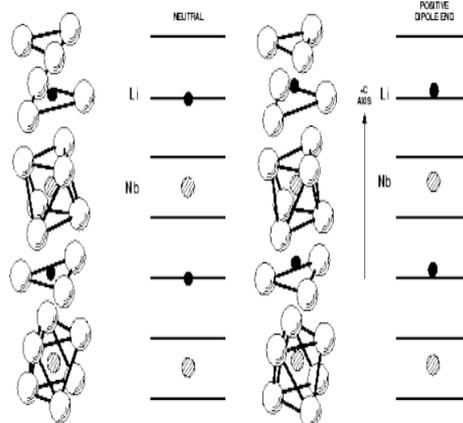


Figura 1.3: Struttura atomica di $LiNbO_3$ nella fase ferroelettrica (sinistra) e paraelettrica (destra).

plessivamente ruotati tra loro di circa 180° (figura 1.3). Questa disposizione da origine a una struttura ottaedrica, con atomi di Li, Nb e un sito vacante a riempire in tale ordine gli spazi tra i piani nei quali si trovano gli atomi di O. La struttura atomica di questo materiale dipende dalla temperatura, distinguendo due fasi, quella ferroelettrica e quella paraelettrica. Detta T_C la temperatura di Curie del niobato di litio, per $T < T_C$, il cristallo si trova nella fase ferroelettrica, in cui gli atomi di litio sono spostati di 44pm lungo l'asse z dai piani di ossigeno e quelli di niobio di 27pm dal centro dell'ottaedro. Tali spostamenti sono la causa della polarizzazione spontanea che si verifica in questa fase e non sono presenti in quella paraelettrica.

1.2 Principali proprietà fisiche

1.2.1 Proprietà elettro-ottiche

La variazione di indice di rifrazione del materiale causata dalla presenza di campo elettrico va sotto il nome di effetto elettro-ottico. La relazione è la seguente[5]:

$$\Delta\left(\frac{1}{n^2}\right)_{ij} = \sum_k r_{ijk} E_k + \sum_{k,l} s_{ijkl} E_k E_l + \dots$$

dove si sono espressi solamente i primi due ordini. Il tensore r_{ijk} dà luogo a un effetto lineare, detto effetto Pockel, mentre s_{ijkl} è responsabile di un effetto quadratico, non trascurabile per campi esterni applicati superiori a 65 kVmm^{-1} . Nel caso del niobato di litio, r_{ijk} è tale che, se il campo esterno

ha una componente non nulla lungo l'asse z , allora si ha

$$\Delta n_o = -\frac{1}{2}n_0^3 r_{13} E_3$$

$$\Delta n_s = -\frac{1}{2}n_s^3 r_{33} E_3$$

mentre se il campo ha unicamente componenti perpendicolari, si ha

$$\Delta n_o = -\frac{1}{2}n_0^3 r_{22} E_1$$

$$\Delta n_s = 0$$

1.2.2 Effetto fotovoltaico e fotorefrattività

L'effetto fotovoltaico si verifica quando un elettrone della banda di valenza viene promosso alla banda di conduzione in seguito all'assorbimento di un fotone incidente di una precisa lunghezza d'onda. Si tratta di un fenomeno caratteristico dei cristalli non centrosimmetrici, ovvero cristalli la cui struttura non gode di simmetria per inversione spaziale rispetto a un punto. In tali materiali, il momento degli elettroni foto-eccitati ha direzione preferenziale: come conseguenza, quando il cristallo viene esposto a radiazione di una certa lunghezza d'onda λ , si osserva una densità di corrente stazionaria, diretta principalmente lungo l'asse z cristallografico.

Il niobato di litio presenta un ulteriore fenomeno, detto fotorefrattività, dovuto alla presenza sia dell'effetto elettro-ottico sia di quello fotovoltaico: quando il cristallo viene illuminato, si ha un cambiamento di indice di rifrazione. I fotoni, eccitando gli elettroni nella banda di conduzione, favoriscono il loro spostamento verso la banda di conduzione; ciò comporta la presenza di una distribuzione di carica non uniforme, che dà luogo a un campo elettrico interno al materiale. A sua volta, per effetto elettro-ottico, il campo elettrico causa una variazione dell'indice di rifrazione. Tutto ciò a patto che la radiazione che illumina il cristallo sia sufficientemente energetica e di sufficiente intensità; deve inoltre essere non omogenea in modo tale da permettere la formazione di zone di luce e zone di buio, dove è possibile osservare i fenomeni dell'intrappolamento negli accettori e del rilascio da parte dei centri donatori, che nel complesso danno origine alla distribuzione di carica sopra menzionata.

1.2.3 Birifrangenza

La birifrangenza nel niobato di litio è causata dall'anisotropia del cristallo. In questo caso il tensore dielettrico, utilizzando la cella ortoesagonale, si può rappresentare nel seguente modo[5]:

$$\begin{bmatrix} \epsilon_{11} & 0 & 0 \\ 0 & \epsilon_{22} & 0 \\ 0 & 0 & \epsilon_{33} \end{bmatrix}$$

con ϵ_{11} , ϵ_{22} , ϵ_{33} coefficienti di permittività elettrica. Da questi si possono definire gli indici di rifrazione ordinario e straordinario, rispettivamente $n_0 = \sqrt{\frac{\epsilon_{11}}{\epsilon_0}}$ e $n_o = \sqrt{\frac{\epsilon_{33}}{\epsilon_0}}$. Entrambi questi indici sono funzione di lunghezza d'onda, temperatura e composizione, e sono ben approssimati dall'equazione di Sellmeier generalizzata.

1.2.4 Effetto piroelettrico

L'effetto piroelettrico consiste nella variazione della polarizzazione del materiale, che esiste per $T < T_C$, indotta da una variazione di temperatura. Si può scrivere la seguente relazione[5]:

$$\frac{\partial}{\partial T} P = \hat{p}$$

dove \hat{p} è il tensore piroelettrico, che nel caso del niobato di litio si riduce a un vettore colonna che ha $\hat{p}_x = \hat{p}_y = 0$ e $\hat{p}_z \neq 0$. In particolare, $\hat{p}_z = -4 \cdot 10^{-5} \text{Cm}^{-2}\text{K}$. Il fatto che la terza componente sia diversa da zero si spiega fisicamente con lo spostamento degli atomi di niobio e i litio lungo l'asse z cristallografico a causa appunto della temperatura. Il segno $-$ ha come conseguenza che, riducendo la temperatura, la faccia del cristallo corrispondente al verso positivo dell'asse z si caricherà positivamente.

1.2.5 Effetto piezoelettrico

È possibile variare la polarizzazione presente $T < T_C$ anche sottoponendo il cristallo di niobato di litio a uno sforzo esterno. Quest'ultimo si descrive[5] mediante un tensore \hat{s}_{mn} di rango 2, mentre la polarizzazione si esprime

$$P = \sum_{m,n} d_{lmn} \hat{s}_{mn}$$

dove d_{lmn} è il tensore piezoelettrico e tiene conto della risposta in polarizzazione del cristallo. Tale tensore descrive anche l'effetto opposto, ovvero quando il materiale si deforma sotto l'effetto di un campo elettrico esterno. Nel caso del niobato di litio, data la sua simmetria, le componenti indipendenti di d si riducono a 4.

Capitolo 2

Microfluidica in $LiNbO_3$

2.1 Gocce microfluidiche

Tipicamente, la dimensione caratteristica di un canale microfluidico è compresa tra i $10 \mu\text{m}$ e i $300 \mu\text{m}$, mentre la velocità tipica di un fluido all'interno non supera $1 \frac{\text{m}}{\text{s}}$: in queste condizioni il regime è laminare, dato che si ha il numero di Reynolds sempre minore di 100. Oltre alla configurazione di flusso, è possibile promuovere nei canali microfluidici la formazione di gocce. In tal caso le gocce sono caratterizzate da volumi di fluido nettamente maggiori, non interagiscono con le pareti del canale e rappresentano de facto un sistema chiuso, ovvero non interagente. Le gocce di fluido vengono trasportate lungo i canali all'interno di un altro fluido, immiscibile con il primo. Solitamente, il fluido di cui sono costituite le gocce è chiamato *fase dispersa*, mentre il fluido circostante *fase continua*.

Esistono diverse tecniche per produrre gocce in canali microfluidici [1], che possono essere suddivise in due distinte tipologie: tecniche *attive* e tecniche *passive*. Queste ultime costituiscono il modo migliore per produrre gocce con un elevato controllo sul volume: la produzione avviene senza l'utilizzo di energia esterna, sfruttando l'interazione tra i due fluidi immiscibili confinati all'interno dei canali e controllando i flussi, di seguito indicati con la lettera Q , e le pressioni dei fluidi all'interno di questi. Le tecniche attive richiedono l'utilizzo di una sorgente esterna di energia, per cui vengono spesso scartate in favore di tecniche di produzione passive.

Tutte le tecniche passive richiedono di poter agire o sui flussi delle due fasi, dispersa Q_d e continua Q_c , o sulle pressioni dei fluidi in ingresso, p_d e p_c . La caratteristica principale è però la geometria dei canali; tre delle configurazioni più importanti sono[1]: *coflowing*, *flow-focusing* e *cross-flowing*. La configurazione utilizzata in questo lavoro è la *cross-flowing*, rappresentata in figura 2.1 (c).

A seconda delle proprietà fisiche del fluido o di altri parametri, si può operare in quattro diversi regimi[1]:

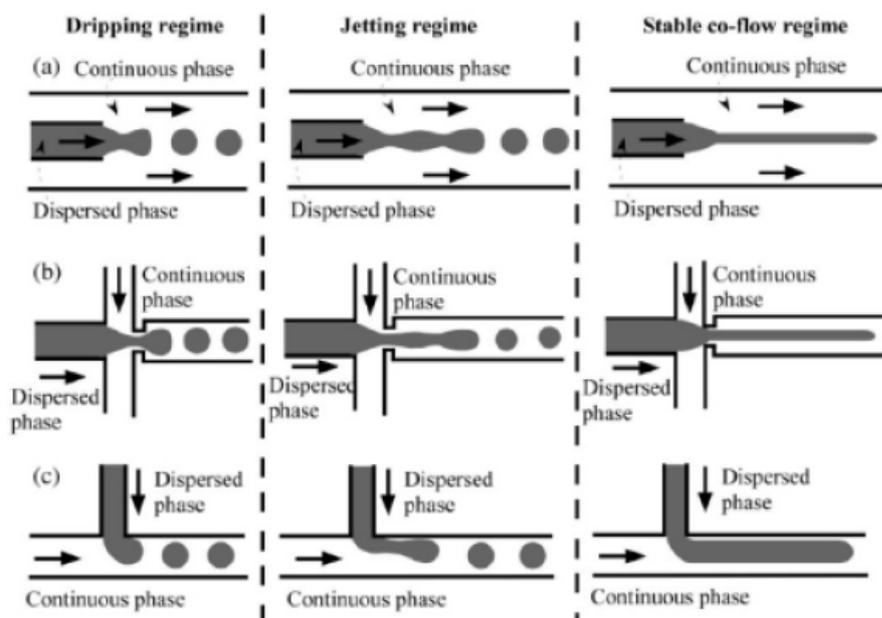


Figura 2.1: Rappresentazione delle tre possibili configurazioni: (a) co-flowing, (b) flow-focussing, (c) cross-flowing. Sono rappresentati da destra verso sinistra i tre regimi di lavoro in cui la goccia non occupa interamente il canale una volta formata.

- *Co-flow*: si verifica quando le velocità dei due fluidi sono piccole, le tensioni superficiali elevate e le viscosità simili; le due fasi scorrono parallelamente nel canale e nessuna goccia è formata.
- *Jetting*: in questo regime si ha rapida produzione di piccole gocce dopo una fase iniziale in co-flow;
- *Dripping*: non si ha nessuna fase in co-flow; tale regime produce gocce ad elevata frequenza.
- *Squeezing*: si verifica quando i flussi utilizzati per la fase continua sono bassi e permette la produzione di gocce più grandi, che occupano interamente il canale.

Il regime in cui si è svolto il lavoro è quello di squeezing, come verificheremo successivamente.

2.1.1 T-junction

Come si è precedentemente specificato, si è utilizzata la configurazione cross-flowing con una geometria dei canali detta *T-junction* (si veda ancora una volta la figura 2.1 (c)), in cui le gocce sono prodotte dalle forze esercitate

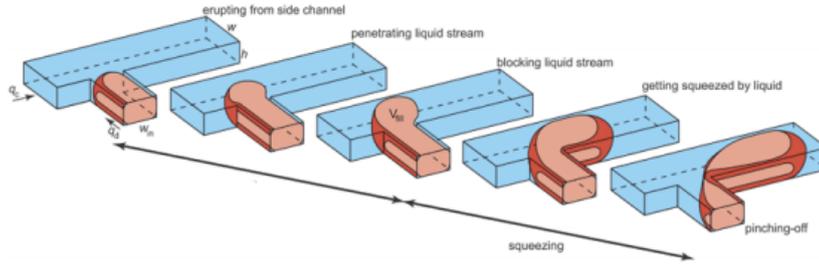


Figura 2.2: Generazione di una goccia in T-junction, in regime di squeezing [1].

dalla fase continua su quella dispersa. Per la precisione, il campione utilizzato in questa tesi, che verrà descritto in seguito, presenta una geometria "a croce", detta appunto *cross-junction*. T e *cross-junction* sono particolari configurazioni dei canali che operano come generatori di gocce. In particolare, le due giunzioni sono simili: una *cross-junction* con un'estremità chiusa di fatto opera come una T-junction.

Quando la fase dispersa comincia ad occupare il canale, la fase continua è obbligata a scorrere in una sezione più stretta, quindi la sua velocità aumenta e il gradiente di pressione tra la punta e il "collo" della parte entrante aumenta gradualmente. Come conseguenza, si vengono a creare due forze: una di tipo viscoso, proporzionale alla velocità della fase continua, e una originata dal gradiente di pressione. Queste forze superano la forza capillare, che tenderebbe a evitare la rottura della parte e dunque si ha la formazione della goccia [3].

Nel regime di squeezing, il maggior contributo alla formazione della goccia è dovuto al gradiente di pressione, dal momento che la fase dispersa occupa tutto il canale, bloccando la fase continua. Un importante parametro per accertarsi di essere in regime di squeezing, è il cosiddetto numero di capillarità Ca , definito come[1]:

$$Ca = \frac{\mu_c u_c}{\gamma}$$

dove μ_c e u_c sono rispettivamente la viscosità e la velocità media della fase continua, mentre γ è la tensione di interfaccia. Ca esprime il rapporto tra forze viscosi e capillari, per cui maggiore è Ca e maggiori sono le forze viscosi; viceversa, per Ca piccoli, saranno le forze capillari a fornire il contributo maggiore.

Il valore critico del numero di capillarità è stato stabilito a $\tilde{Ca} = 0.015$ [4] : per valori minori si ha regime di squeezing.

2.1.2 Realizzazione del dispositivo

Il campione di niobato di litio utilizzato per questa tesi è mostrato in figura 2.3.

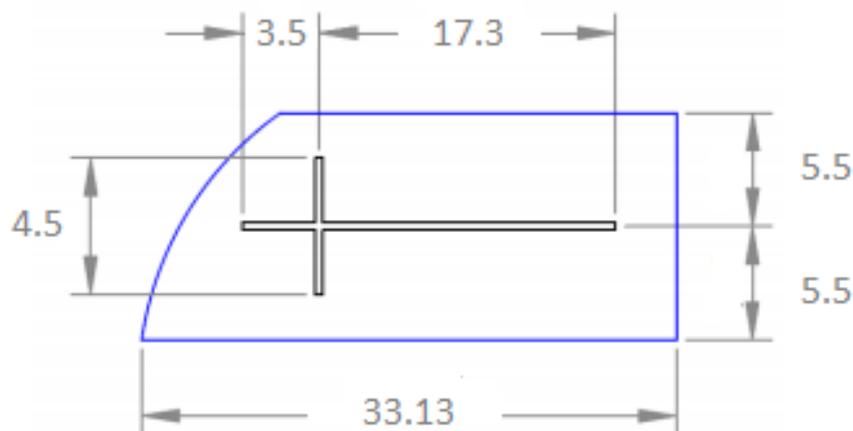


Figura 2.3: Schema del campione di niobato di litio utilizzato. Tutti i valori sono espressi in mm .

Il canale microfluidico più corto ha larghezza pari a $(213.1 \pm 0.7)\mu m$ e altezza $(108 \pm 1)\mu m$, mentre il canale più lungo ha larghezza e altezza rispettivamente pari a $(213.3 \pm 0.3)\mu m$ e $(106.7 \pm 0.2)\mu m$. Le misure delle dimensioni dei canali sono state ottenute utilizzando il profilometro Tencor P-10, considerando 5 posizioni diverse lungo il singolo canale ed eseguendo 5 misure ripetute per ogni singola posizione.

Le guide d'onda sono state realizzate mediante diffusione di titanio. Va oltre l'obiettivo di questo lavoro fornire una descrizione accurata di come è stato fabbricato il campione sopra menzionato, tuttavia a titolo informativo si specifica che i canali sono stati realizzati utilizzando una sega di precisione DISCO DAD 321, che monta lame circolari polimeriche con polvere di diamanti.

Infine il campione è stato chiuso in vetro utilizzando un fotopolimero liquido (Norland Optical Adhesive 68, prodotto dalla Norland Products Incorporated) che diventa solido al 100 % dopo essere stato esposto a radiazione UV di frequenza compresa tra 350 e 380 nm.

2.1.3 Bagnabilità del niobato di litio

Per applicazioni microfluidiche, una delle più importanti proprietà di cui tenere conto, è la bagnabilità del materiale, ovvero l'interazione tra i fluidi

utilizzati e la superficie dei canali scavati nel materiale. Tale interazione dipende dalla composizione chimica e fisica della superficie e dei fluidi.

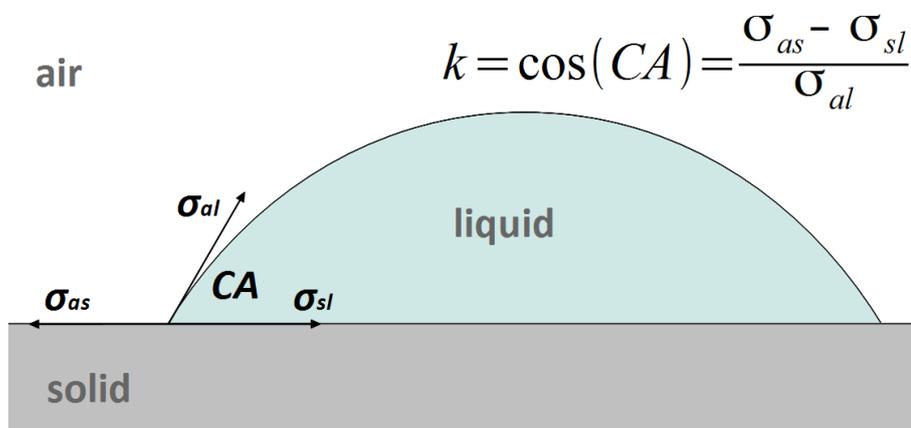


Figura 2.4: Rappresentazione dell'angolo di contatto CA : σ_{al} , σ_{sl} e σ_{sa} rappresentano le tensioni superficiali tra, rispettivamente, aria-liquido, solido-liquido e solido-aria. In alto a destra è riportata la legge di Young, dove k è il coefficiente di bagnabilità.

Si definisce *angolo statico di contatto* CA l'angolo tra la superficie solida e l'interfaccia tra acqua e aria di una goccia.

Da CA è poi possibile derivare il coefficiente di bagnabilità k utilizzando la legge di Young [6], come mostrato in figura 2.4: maggiore è l'angolo di contatto, minore è la bagnabilità, e viceversa.

Per poter essere in regime di squeezing è necessario che la fase continua bagni tutta la superficie del canale, sia immiscibile con la fase dispersa e un sottile strato di essa circonda la goccia. Pertanto, una buona scelta per la fase continua sono gli idrocarburi: in questo caso, si è scelto di utilizzare esadecano ($CH_3(CH_2)_{14}CH_3$) per la fase continua e acqua per la fase dispersa. Da precedenti studi condotti nel gruppo di ricerca dove si è svolto il presente lavoro di tesi [1] risulta infatti che il niobato di litio presenta una discreta idrofobicità, $CA_w = 62 \pm 1^\circ$, e un'elevata oleofilicità, $CA_h < 10^\circ$. Risultati migliori, comparabili con altri polimeri utilizzati in microfluidica (PDMS?) che mostrano $CA \approx 100^\circ$, possono però essere ottenuti mediante il processo di funzionalizzazione.

Per il processo di funzionalizzazione si utilizza una soluzione di octadecyltrichlorosilane (OTS) in toluene alla concentrazione di $100 \mu M$, che viene fatta scorrere all'interno dei canali nel niobato di litio. Le molecole di OTS si legano con gli atomi di ossigeno di superficie dando origine a uno strato molecolare di OTS, orientato in modo tale che le catene idrocarburiche siano rivolte verso il centro dei canali. Queste catene sono altamente idrofobiche,

pertanto la loro presenza modifica la bagnabilità del niobato. In seguito al processo di funzionalizzazione, si ottiene $CA_w = 101 \pm 1^\circ$ per l'acqua e $CA_h = 35 \pm 1^\circ$ per l'esadecano.

Capitolo 3

Velocimetro per gocce microfluidiche

3.1 Setup sperimentale

3.1.1 Approssimazione di campo vicino e setup ottico

La piattaforma opto-microfluidica utilizzata nel presente lavoro di tesi coniuga le potenzialità dell'ottica integrata con quelle più proprie della microfluidica. In particolare si sfrutta l'interazione luce-materia sviluppata da luce laser trasportata da guide di luce integrate nello stesso substrato in cui è stato realizzato il circuito microfluidico. Per accoppiare la luce laser a tali guide si è scelto di usare l'approccio a campo vicino, fermo restando che è sempre possibile implementare il metodo end-but coupling, più comune anche a livello commerciale, per accoppiare in modo solidale e definitivo laser in fibra con guide di luce di un circuito ottico integrato. Con lo scopo di verificare l'accoppiamento ottico della luce con le guide d'onda dal campione, si utilizza quindi l'approssimazione di campo vicino e si monta il setup mostrato in figura 3.1 per poi ottenere la distribuzione spaziale dell'intensità del segnale sotto forma di immagini 2D. Questo processo è necessario per poter distinguere il segnale di background da quello uscente dalle guide d'onda, che ha le dimensioni della lunghezza d'onda usata, e per verificare appunto che non ci siano variazioni significative tra l'intensità in ingresso e l'intensità in uscita.

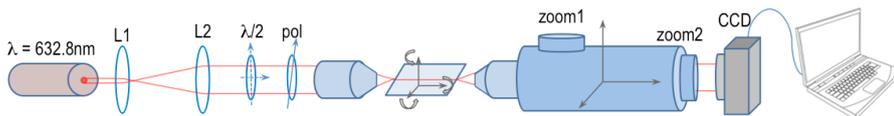


Figura 3.1: Apparato sperimentale per verificare l'accoppiamento tra laser e guide d'onda.

Il setup include:

- **Laser verde** da sorgente (He-Ne) a una lunghezza d'onda $\lambda = 532nm$ con potenza massima di 100 mW.
- **Lenti cofocali**, con lo scopo di aumentare la larghezza del fascio da 1 a 4 mm, che è la larghezza della pupilla dell'obiettivo.
- **Polarizzatore**, per eccitare entrambi i modi TE e TM della guida. Questa distinzione dipende dalla direzione del campo elettrico rispetto all'ingresso della guida.
- **Obiettivo 20x**, si utilizza per focalizzare il laser sull'entrata della guida d'onda.
- **Microscopio** dotato di obiettivo 50x per lunghe distanze (1.2 cm) e due differenti livelli di ingrandimento (400x e 50x), mosso da tre traslatori e da una piattaforma rotazionale.
- **Piattaforma con 6 gradi di libertà**, costituita da traslatore nelle tre dimensioni e un movimentatore rotazionale, per traslare e ruotare il campione, che viene adagiato e fissato sul supporto del microscopio.
- **Sensore di immagini CCD (Charge-Coupled Device)**, ovvero un modello di LaserCam-HR 1280x1024, videocamera prodotta dalla Coherent Inc., per registrare le immagini di output.

L'intera procedura di analisi in campo vicino è descritta in [1]. Ai fini di questo lavoro è importante sapere che permette di verificare il corretto accoppiamento tra la sorgente laser e le guide d'onda, in modo da garantire una registrazione corretta del segnale durante la successiva fase di acquisizione dei dati. In figura 3.2 sono riportate le immagini ottenute con CCD in seguito a questa procedura, utilizzando tre fluidi differenti (aria, acqua e esadecano).

Come si può notare, non vi è differenza significativa di intensità tra figure riguardanti in ingresso e in uscita riguardanti lo stesso fluido; inoltre si riconosce la forma della guida d'onda: la sezione è ellittica con asse maggiore pari circa $5\mu m$.

3.1.2 Setup microfluidico

Per poter controllare e modificare i flussi all'interno dei canali, si utilizza un sistema di pompaggio regolato in pressione ELVEFLOW OB1 MK3 (tramite un apposito software, fornito dalla medesima azienda) accoppiato con dei sensori di flusso a effetto Coriolis, integrati in un sistema PID (Proportional-Integral-Derivative). La videocamera CCD si sostituisce in questa configurazione con un fotodiodo, necessario. Un amplificatore di transresistenza è

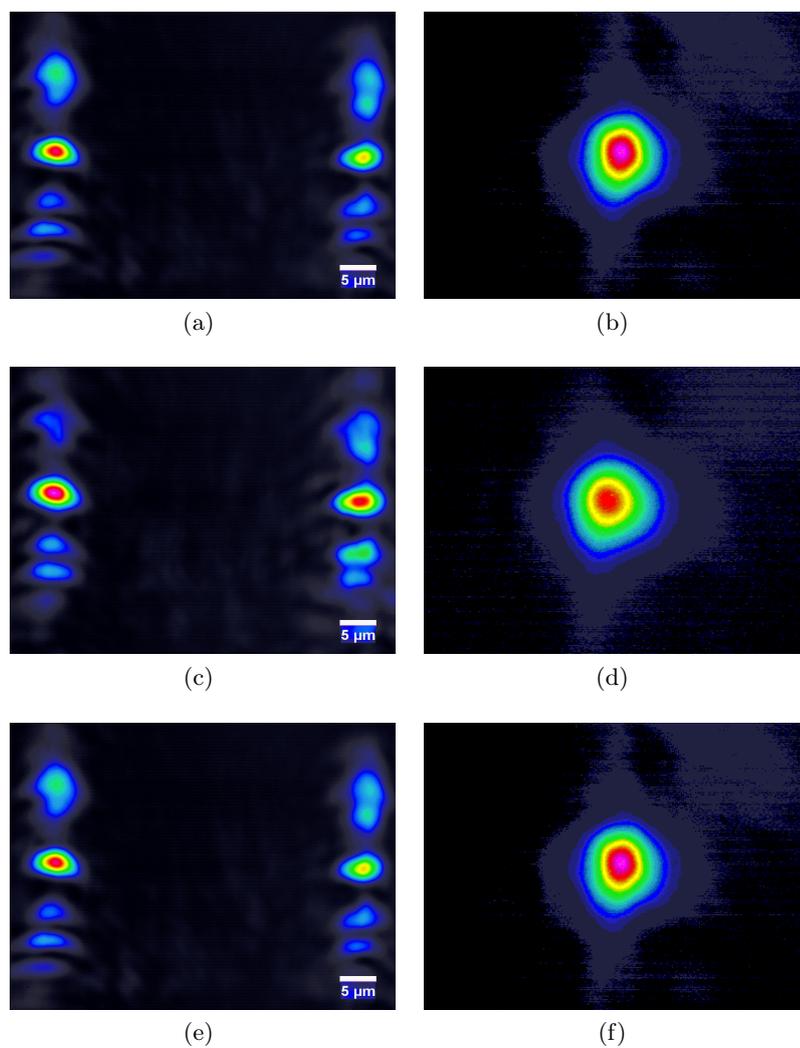


Figura 3.2: Intensità in ingresso e in uscita dall'interferometro Mach-Zehnder. A sinistra sono rappresentate le intensità dei due fasci in ingresso, a destra l'intensità del fascio in uscita. (a) e (b) si riferiscono ad aria, (c) e (d) ad acqua e le rimanenti ad esadecano. Gli aloni presenti nelle immagini a sinistra sono dovuti a fenomeni di riflessione.

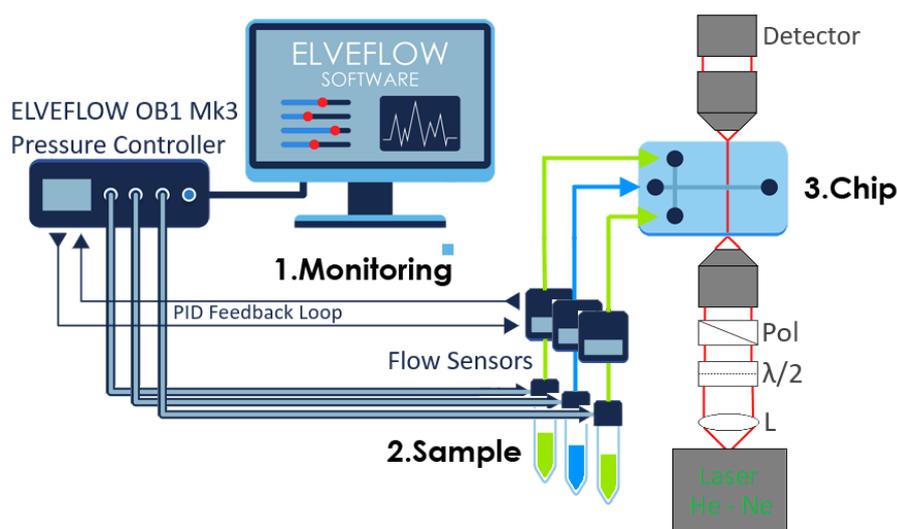


Figura 3.3: Apparato sperimentale.

stato inserito in serie al fotodiodo per convertire il segnale in corrente entrante in un segnale in voltaggio e amplificarlo. Il segnale in voltaggio è stato monitorato preliminarmente con un oscilloscopio Aligent MSO-X 2012A. Durante la fase di acquisizione il segnale è raccolto da un convertitore analogico-digitale Fast Card NI 6023E. La forma del segnale in voltaggio che si ottiene è presentata in sezione 3.3 mentre uno schema dell'apparato è riportato in figura 3.3.

3.2 Interferometro Mach-Zehnder

Dagli anni '70 uno dei modulatori più comunemente usati nell'ambito delle telecomunicazioni è l'interferometro Mach-Zehnder (MZI), che può essere realizzato anche in ottica integrata, come è stato fatto in questo lavoro di tesi: il circuito ottico integrato in $LiNbO_3$ utilizzato è infatti in configurazione MZI. Un interferometro Mach-Zehnder (MZI) è un interferometro che sfrutta l'interferenza osservata a seguito dell'interazione tra due fasci luminosi coerenti che percorrono cammini ottici differenti (figura 3.4). Nel caso in oggetto si separa un fascio luminoso trasportato da una guida di luce in due parti (detti rami o bracci) mediante una cosiddetta Y . Ciascun ramo ha caratteristiche ottiche precise e definite e non necessariamente identiche: entrambi i rami sono in ottica integrata sempre guide di luce. La ricombinazione dei due fasci è effettuata mediante una seconda Y che riunisce i due rami in uno

solo: la diversità del cammino ottico dei due fasci è ottenuta mediante un diverso indice di rifrazione riscontrato nei due rami. Nel presente lavoro di tesi la differenza di cammino ottico è ottenuta intercettando ciascun ramo con il canale microfluidico: differenti fluidi attraversati dalla luce uscente da ciascun ramo di fatto comporta un diverso indice di rifrazione sperimentato dalla luce di ciascun braccio. In microfluidica tale configurazione è relativamente facile da implementare mediante la creazione di gocce e l'osservazione di diversi cammini ottici quando un ramo è attraversato dalla fase dispersa mentre il secondo ramo è attraversato dalla fase continua.

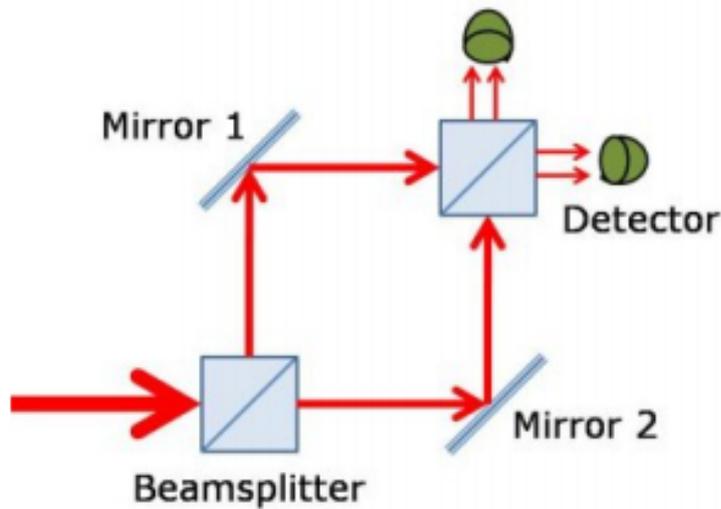


Figura 3.4: Schema del funzionamento di un interferometro Mach-Zehnder: un singolo raggio da sorgente laser viene separato in due raggi che viaggiano una sola volta lungo due cammini ottici differenti per poi ricombinarsi.

Nel presente lavoro di tesi si è focalizzata l'attenzione sulla caratterizzazione di tale configurazione MZI. Il design della sezione a Y è riportato in figura 3.5. In Zamboni [6] è presente un'accurata motivazione del perché si utilizzi proprio questa forma e di come le guide d'onda vengano prodotte.

Ci si aspettano diversi regimi di lavoro [6] a seconda del rapporto tra le varie lunghezze in gioco nel sistema: la lunghezza delle gocce L_D che stanno percorrendo il canale, la lunghezza della parte di fase continua L_C tra una goccia e la successiva e la distanza $2W$ tra i due bracci dell'interferometro. Variando il fluido che scorre nei canali, varia anche l'intensità trasmessa da ogni braccio: per questo motivo, diversi rapporti tra le grandezze sopra menzionate generano differenti tipologie di segnali. Schematizziamo per semplicità la situazione (la prima lettera si riferisce al primo braccio incontrato dalla goccia, la seconda lettera all'altro): sia CC il caso in cui di fronte a



Figura 3.5: Rappresentazione della sezione a Y utilizzata nel circuito ottico integrato nel campione di niobato di litio [6]. L'unico parametro di interesse per questo lavoro è la distanza tra i due fasci in ingresso: $2W = 42\mu m$. Si sceglie L_t in modo da perdere il meno possibile in intensità I , mentre la scelta di L non influenza I .

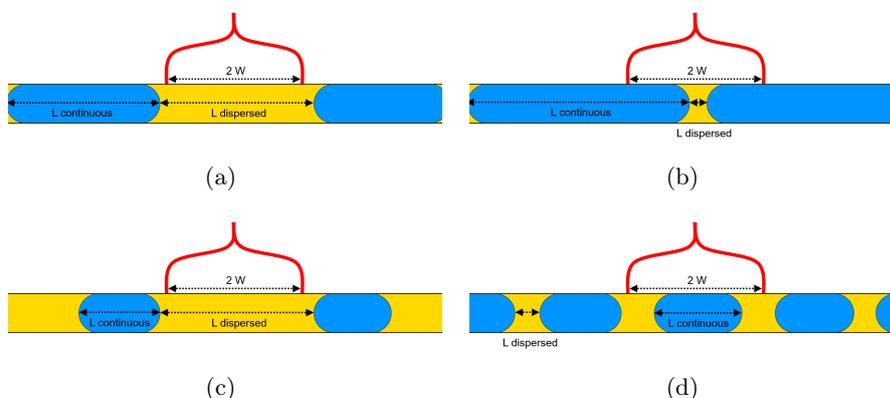


Figura 3.6: Raffigurazione di tutti i possibili regimi di lavoro del dispositivo. In rosso si riporta, a titolo esemplificativo, solo la Y di ingresso, ovvero la separazione in due rami i quali costituiscono le guide di input.

entrambi i bracci è presente fase continua, NC quello in cui di fronte al primo braccio scorre fase dispersa, NN la situazione in cui entrambi i bracci rilevano fase dispersa e infine CN il caso in cui solamente il secondo braccio rileva fase dispersa. In figura 3.6 sono riportati i 4 regimi previsti dalla letteratura.

Il primo regime, in figura 3.6(a) è il più semplice e si verifica quando la lunghezza delle gocce e la lunghezza della fase dispersa tra due gocce sono maggiori della distanza tra i due bracci dell'interferometro, ovvero $L_D > 2W$ e $L_C > 2W$. In questo caso la goccia può coprire entrambe le braccia dell'interferometro oppure anche una sola singolarmente, per cui si hanno tutte e quattro le situazioni elencate in precedenza nel seguente ordine: CC, NC, NN, CN. Il segnale rilevato, che verrà presentato in seguito, è dunque semplice da comprendere, poichè si riesce a seguire lo spostamento della singola goccia.

In figura 3.6(b) è raffigurato il seconda possibile regime: in questo caso $L_D > 2W$ e $L_C < 2W$, per cui l'unica situazione che non si può ottenere in

questo regime è quella in cui entrambi i fasci attraversano la fase continua, ovvero CC. In questo il segnale rilevato è particolarmente complicato da comprendere, poichè non essendoci mai il caso in cui la fase continua scorre di fronte a entrambi i bracci, ciò che si rileva è la seguente sequenza: NN, la singola goccia copre entrambe le guide, CN, il primo fascio scorre attraverso la fase continua, NC, il primo braccio è nuovamente coperto mentre il secondo si trova di fronte la fase continua, e nuovamente NN.

Il terzo regime (figura 3.6(c)) è il complementare del secondo: $L_D < 2W$ e $L_C > 2W$. La differenza con il caso precedente è che questa volta la goccia non è abbastanza lunga per coprire entrambe le guide, per cui la situazione NN non è osservata.

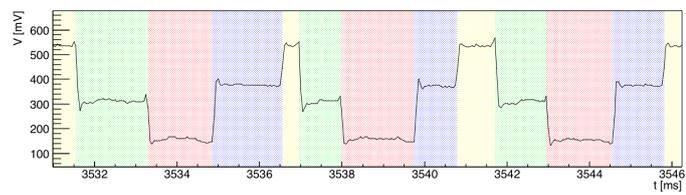
Infine, il quarto regime, rappresentato in figura 3.6(d), si verifica quando sia la lunghezza della goccia sia la lunghezza della fase continua tra due gocce consecutive sono della distanza tra i due bracci, ovvero $L_D < 2W$ e $L_C < 2W$. In questo regime l'apparato predisposto non può ricavare informazioni dal segnale di output, poichè non c'è modo di sapere quante gocce siano presenti tra i due bracci senza utilizzare altri sistemi di rilevazione.

Le misure in questa tesi sono state effettuate utilizzando esadecano come fase continua e acqua milli-Q (purificata e distillata) come fase dispersa. Si è utilizzata acqua invece che aria poichè la prima è un fluido non comprimibile, dunque è possibile modificare i flussi tramite la strumentazione menzionata nelle sezioni precedenti senza dover tenere conto di una possibile instabilità della pressione, che potrebbe verificarsi se si utilizzasse aria (che è appunto un fluido comprimibile). Si è aggiunto un tensioattivo (SPAN 80) alla fase continua in concentrazione 0.08 % (p / p) [1] per ridurre la tensione superficiale tra i due fluidi. In 3.7 si sono riportati tre tipici output del segnale [6].

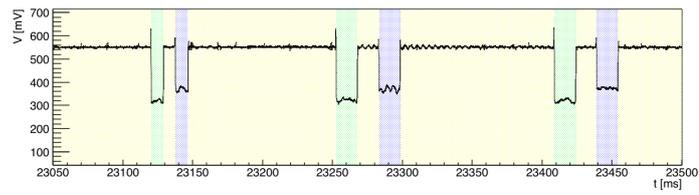
Questa configurazione inoltre trova applicazione anche in altri settori quali la medicina e la biologia, dove gli elementi biologici devono essere dispersi in un'atmosfera idonea, quale la soluzione biologica a base di acqua. È importante ricordare che tali configurazioni non sono mai state riportate in letteratura e rappresentano quindi un forte elemento di novità: non risulta ad oggi alcun lavoro sull'impiego di un interferometro Mach-Zehnder integrato su una piattaforma opto-microfluidica, né la sua applicazione in un sistema a gocce.

3.3 Misure di velocità

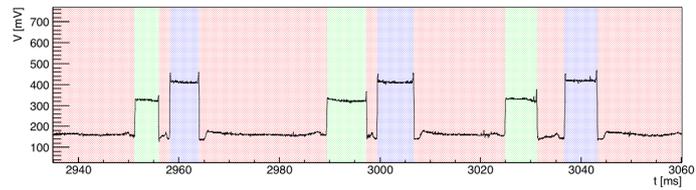
L'obiettivo di questa tesi consiste nell'investigare un nuovo metodo per misurare la velocità delle gocce che sia indipendente da approcci di imaging, veloce ed estremamente preciso ed accurato. Il metodo si avvale di una piattaforma opto-microfluidica in cui è integrato un interferometro Mach-Zehnder. Per valutarne le prestazioni si è quindi non solo caratterizzata la



(a) Segnale corrispondente al caso 3.6(a)



(b) Segnale corrispondente al caso 3.6(b)



(c) Segnale corrispondente al caso 3.6(c)

Figura 3.7: Esempio dei tre possibili regimi di lavoro da cui è possibile ricavare informazioni.

sua performance generale ma è stato effettuato anche un confronto diretto con l'approccio che impiega metodi di imaging.

Il metodo di imaging (3.4.1) consiste nell'utilizzare la videocamera LaserCam-HR 1280x1024, montata nell'apparato, per registrare sottoforma di frame il passaggio delle gocce nel canale microfluidico di lunghezza maggiore del campione e poi stimarne la velocità utilizzando un Software custom [private communication, Zamboni] del gruppo di lavoro $LiNbO_3$ nel dipartimento di Fisica dell'Università di Padova. La caratterizzazione dell'interferometro e il relativo metodo di acquisizione sono riportati in 3.4.2.

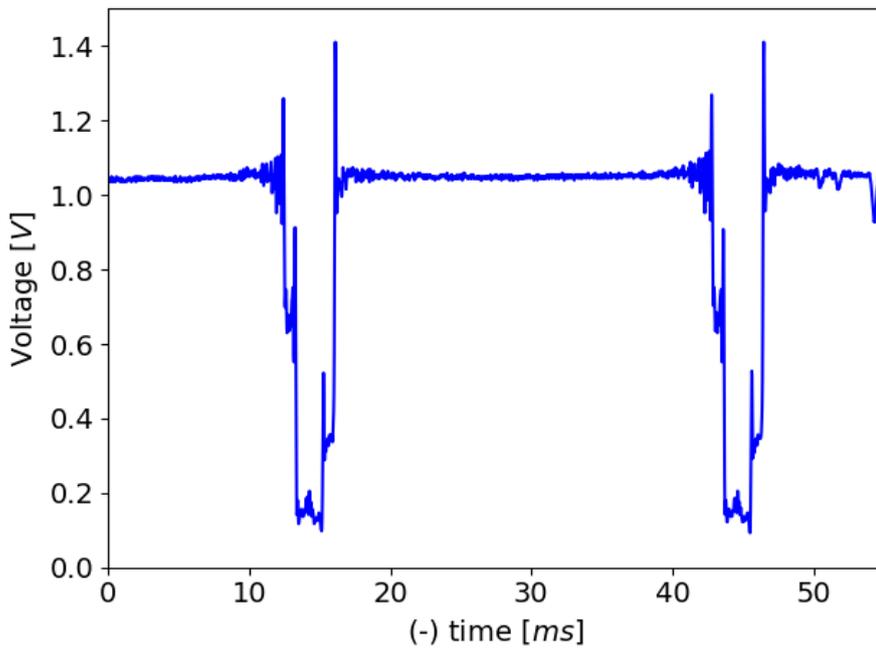


Figura 3.8: Esempio del segnale in uscita dal fotodiodo al passaggio di due gocce di acqua in olio, ottenute con flusso di acqua e olio pari rispettivamente a $110 \frac{\mu L}{min}$ e $10 \frac{\mu L}{min}$.

Quando si ha produzione di gocce, il segnale in voltaggio (figura 3.8) registrato dal sistema di acquisizione ha una forma simile a un'onda quadrata, dove i plateau più alti si riferiscono al momento in cui è presente fase continua di fronte a entrambi i bracci, mentre quelli più in basso indicano il passaggio della goccia. I picchi, caratteristica peculiare di questo segnale, corrispondono al passaggio dei due menischi, come mostrato in figura 3.9.

Definiamo quindi Q_c e Q_d , rispettivamente i flussi della fase continua e di quella dispersa. Per ogni fase di acquisizione dati, si sono controllati i flussi e si è operato nel regime di squeezing, fatto verificabile controllando il valore del numero di capillarità. Dal momento che la lunghezza e la velocità delle gocce risultano proporzionali al rapporto tra i flussi dei fluidi che scorrono

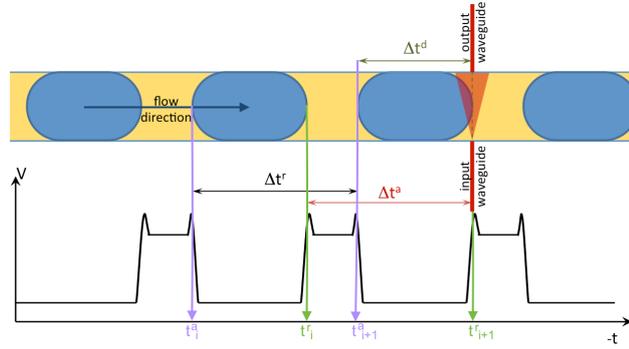


Figura 3.9: Schema che mostra pittorescamente la forma del segnale e gli intervalli di tempo associati al passaggio della goccia.

nel canale, ogni acquisizione è stata effettuata fissando uno dei due flussi e modificando l'altro, oppure aumentando entrambi della stessa quantità. I diversi accoppiamenti di Q_c e Q_d utilizzati sono stati:

- $Q_d = 10 \frac{\mu L}{min}$ e il valore di Q_c variato tra $10 \frac{\mu L}{min}$ e $125 \frac{\mu L}{min}$ di 5 in 5.
- $Q_d = 20 \frac{\mu L}{min}$ e il valore di Q_c variato tra $20 \frac{\mu L}{min}$ e $150 \frac{\mu L}{min}$ di 10 in 10.

Per stimare lunghezza e velocità delle gocce si sfrutta la forma caratteristica del segnale. Data la chiarezza e la facilità di interpretazione, utilizziamo qui un ingrandimento di figura 3.9 per spiegare in modo generale come analizzare la forma del segnale che si ottiene.

Al punto 1 evidenziato in figura 3.10 si associa il tempo t_{11} , ovvero il tempo in cui il primo menisco della goccia che stiamo considerando incontra il primo fascio dell'interferometro. Ai punti 2, 3 e 4 si associano invece rispettivamente i tempi t_{12} , t_{21} , t_{22} : t_{12} è il tempo in cui il primo menisco incontra il secondo braccio, t_{21} è il tempo in cui il secondo menisco incontra il primo braccio e infine t_{22} rappresenta l'istante in cui il secondo menisco passa di fronte al secondo fascio.

A questo punto, nota la distanza $2W$ tra i due bracci dell'interferometro, dette u_i e L_i rispettivamente la velocità e la lunghezza dell' i -esima goccia, t_{nm}^i , con n ed m compresi tra 1 e 2 come sopra, i tempi di incontro dei menischi con i bracci dell'interferometro riferiti all' i -esima goccia, si possono scrivere le seguenti relazioni per il primo e il secondo menisco:

$$u_{ip} = \frac{2W}{t_{12}^i - t_{11}^i} = u_i = \frac{2W}{t_{22}^i - t_{21}^i} = u_{is} \quad (3.1)$$

$$L_i = u_{ip}(t_{21}^i - t_{11}^i) = u_{is}(t_{22}^i - t_{12}^i) \quad (3.2)$$

dove u_{ip} e u_{is} sono rispettivamente le velocità del primo e del secondo menisco, che in linea di principio devono coincidere. La velocità della singola

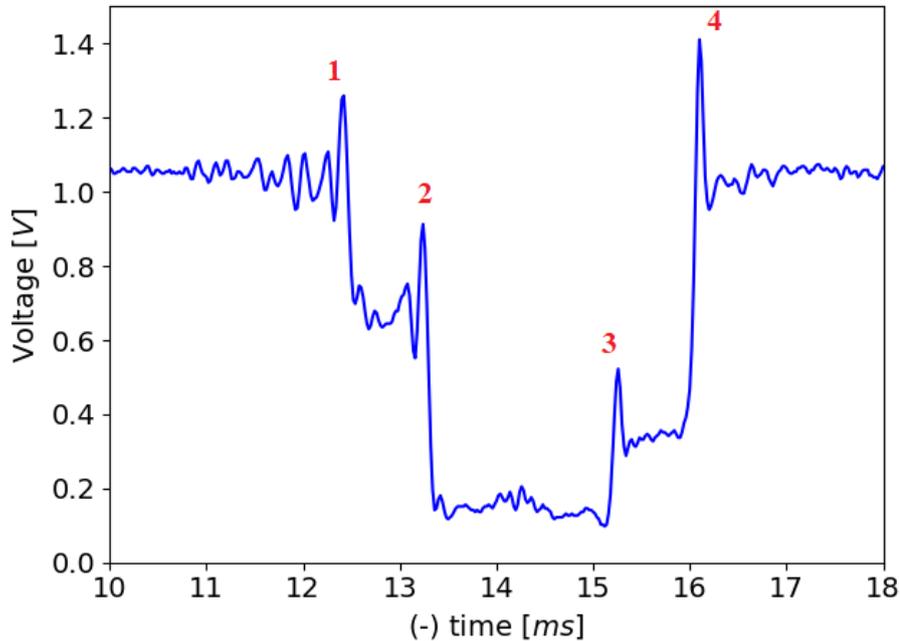


Figura 3.10: Ingrandimento di figura 3.8, in cui sono evidenziati i punti in cui i menischi della goccia passano di fronte ai bracci dell'interferometro Mach-Zehnder

goccia si ottiene poi dalla media tra le due velocità u_{ip} e u_{is} . Lo stesso procedimento si esegue per calcolare la lunghezza, mediante la relazione 3.2. Dopodichè, per ogni coppia di flussi Q_c e Q_d si ricavano una velocità e una misura di lunghezza medie.

A onor del vero, il simbolo di uguaglianza scritto nella relazione 3.1 non è propriamente corretto, dal momento che le velocità dei due menischi differiscono leggermente a causa del rinculo delle gocce, che crea una differenza di pressione ulteriore.

3.4 Risultati sperimentali

Per l'analisi dati effettuata in questo lavoro di tesi, si sono considerati i valori sperimentali dei flussi, ovvero quelli ottenuti associando al valore fornito dal programma di acquisizione dati la deviazione standard ottenuta da tutti i valori di flussi per la singola acquisizione con Q_c e Q_d fissati. Nell'esposizione, per ragioni di semplicità e di chiarezza, si espongono invece i valori teorici. In 3.5 si riportano i valori presentati dal software di acquisizione dati con la suddetta deviazione. Si specifica inoltre che tutte le acquisizioni dati sono

state effettuate dopo essersi accertati che i flussi delle due fasi fossero stabili, mediante il software di gestione del dispositivo ELVEFLOW.

3.4.1 Acquisizione con CCD e risultati

Facendo riferimento alla sezione 3.1.2, le misure sono state effettuate utilizzando la videocamera LaserCam-HR 1280x1024 e il codice menzionato in 3.3. Per ogni coppia di flussi Q_c e Q_d (le possibili coppie sono riportate in 3.3) si sono salvati 1000 frame, che sono poi stati analizzati. Il programma rileva i bordi del canale e la forma delle gocce, indicizzando i due menischi, primo in avanzamento e secondo retrostante, di ogni singola goccia. Una singola goccia deve comparire in almeno 10 frame per ogni acquisizione. Da una conversione pixel- μm , conoscendo la larghezza del canale microfluidico (2.1.2), vengono ricavate la lunghezza e la velocità di ogni singola goccia. In seguito, per ogni coppia di valori di Q_c e Q_d si calcolano velocità e lunghezza media. I risultati numerici sono riportati in 3.5 per ragioni di spazio. Nelle figure 3.11 e 3.12 si riportano i grafici dell'andamento della lunghezza \tilde{L} (L normalizzata alla lunghezza del canale, riportata in 2.1.2) e della velocità medie ottenute per la coppia di flussi rispettivamente con $Q_d = 10 \frac{\mu L}{min}$ e $Q_d = 20 \frac{\mu L}{min}$, in funzione del parametro ϕ calcolato come $\phi = \frac{Q_c}{Q_d}$. Ci aspettiamo di vedere un andamento lineare per quanto riguarda le velocità e un andamento lineare a ϕ elevati per quanto riguarda le lunghezze normalizzate. Vale infatti, in regime di squeezing, una relazione lineare del tipo $\tilde{L} = A + B\phi$ e $u = C + D\phi$, dove, in particolare, i coefficienti A e B contengono una dipendenza dalla geometria dei canali. Considerando invece tutti i possibili valori di ϕ presenti, si dovrebbe avere una proporzionalità del tipo $L \propto \frac{1}{\phi^\alpha}$, con α reale positivo.

Come si nota facilmente, l'andamento delle velocità è lineare. Per quanto riguarda l'andamento della lunghezza, si osserva che per rapporti di flussi ϕ grandi si ha un andamento lineare in entrambi i casi, come predetto in Christopher *et al.* [3] e confermando quindi la validità del modello utilizzato per la produzione di gocce.

3.4.2 Acquisizione MZI e risultati

Le misure sono state effettuate nella configurazione in cui la videocamera CCD è stata sostituita al fotodiodo, collegato a sua volta alla strumentazione menzionata in sezione 3.1.2. Il codice utilizzato per elaborare il segnale automatizza la procedura spiegata in 3.3: vengono rilevati, partendo dalla forma del segnale, i picchi corrispondenti all'incontro dei menischi della goccia con i fasci dell'interferometro Mach-Zehnder, da cui si risale a una stima delle velocità dei due menischi. Tali stime permettono di ottenere due valori per la lunghezza della goccia, che in linea di principio dovrebbero essere uguali. Si esegue quindi, per ogni goccia, una media tra i due

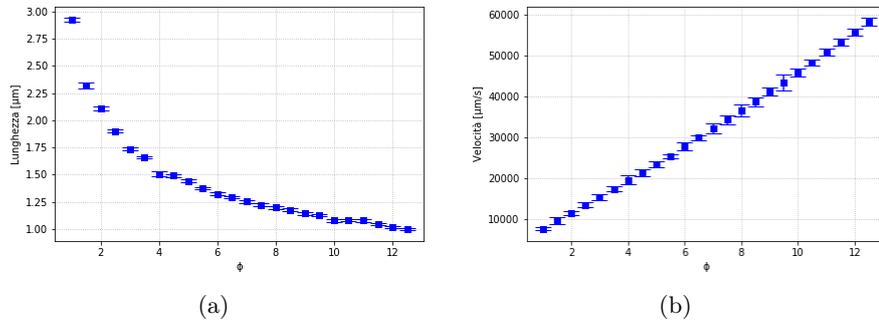


Figura 3.11: Andamento di \tilde{L} vs ϕ (a) e u vs ϕ (b) per le misure effettuate a $Q_d = 10 \frac{\mu L}{min}$ con acquisizione CCD. Gli errori utilizzati per la rappresentazione delle barre sono ottenuti mediante propagazione partendo dall'incertezza associata alla singola media \tilde{L}_i e dall'incertezza associata alla misura della larghezza del canale.

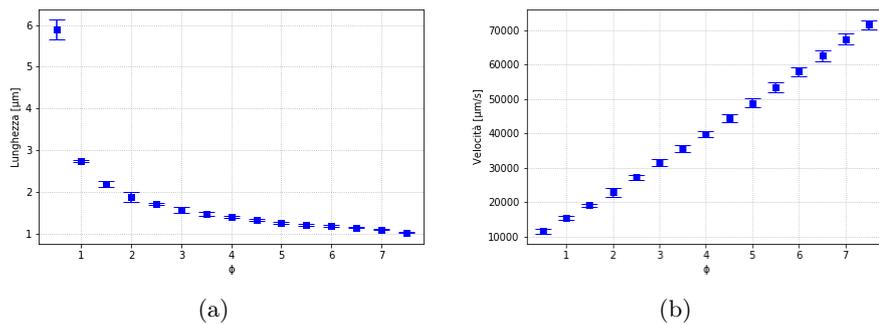


Figura 3.12: Andamento di \tilde{L} vs ϕ (a) e u vs ϕ (b) per le misure effettuate a $Q_d = 20 \frac{\mu L}{min}$ con acquisizione CCD. Gli errori sono calcolati come spiegato in 3.11.

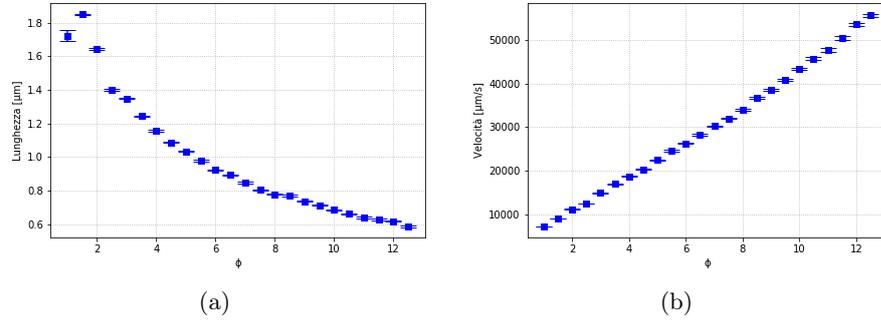


Figura 3.13: Andamento di \tilde{L} vs ϕ (a) e u vs ϕ (b) per le misure effettuate con $Q_d = 10 \frac{\mu L}{min}$, utilizzando il dispositivo opto-microfluidico. Gli errori utilizzati per la rappresentazione delle barre sono ottenuti mediante propagazione partendo dall'incertezza associata alla singola media \tilde{L}_i e dall'incertezza associata alla misura della larghezza del canale.

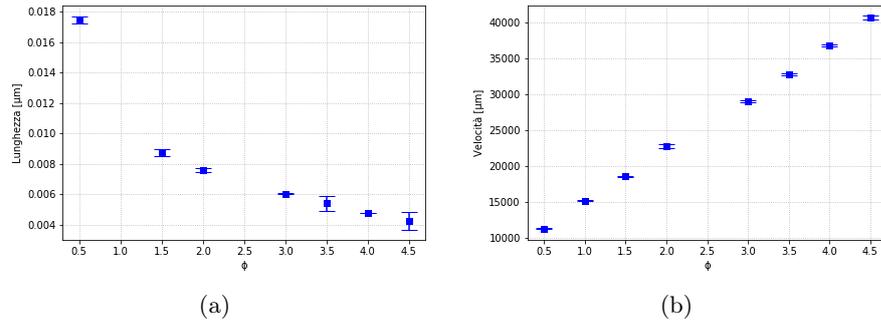


Figura 3.14: Andamento di \tilde{L} vs ϕ (a) e u vs ϕ (b) per le misure effettuate con $Q_d = 20 \frac{\mu L}{min}$, utilizzando il dispositivo opto-microfluidico. Gli errori utilizzati sono calcolati come spiegato in 3.13.

valori di lunghezza ottenuti e tra le due velocità, e si ottiene un valore di L e di u per ogni goccia. Infine si effettua una media considerando tutte le gocce, per ottenere un'unica coppia di valori per ogni accoppiamento $Q_d - Q_c$. Come in sezione 3.4.1, riportiamo preliminarmente l'andamento delle lunghezze normalizzate e delle velocità, per verificare che anche in questo caso si abbia andamento lineare, in modo da poter fare un confronto, sempre facendo riferimento a Christopher *et al.* [3]. Si specifica, per quanto riguarda le misure effettuate con Q_d fissato a $20 \frac{\mu L}{min}$, che si sono riportate le coppie (\tilde{L}, ϕ) dopo aver eseguito una rielezione, dal momento che alcune misure si trovavano evidentemente fuori dall'andamento lineare. In 3.5 si riporta però il grafico con tutte le coppie. I risultati numerici sono stati riportati in 3.5 per ragioni di spazio. Le misure a $Q_d = 20 \frac{\mu L}{min}$ sono state acquisite fino $\phi = 4.5$ per problemi tecnici con il software di acquisizione.

Come anticipato, in figura 3.14(a), l'andamento lineare non è evidente. Si è pertanto effettuata un'interpolazione lineare delle ultime 6 coppie di dati, per verificare quale fosse il valore della variabile χ^2 con 4 gradi di libertà: si ottiene $\chi^2 = 0.01$, indice del fatto che possiamo accettare l'ipotesi che le misure siano correlate linearmente nella regione in cui è stata effettuata l'interpolazione lineare.

Per quanto riguarda 3.14(b), si è dovuto eliminare il dato corrispondente a $\phi = 2.5$ (si veda 3.5 per il grafico iniziale). Per verificare che l'andamento sia quello che ci si aspetta, anche tenendo conto, come fatto in 3.5, delle velocità ottenute con acquisizione con CCD, si è effettuata anche in questo caso un'interpolazione lineare $f(\phi) = y = a + b\phi$ e si è ricavato $f(\phi = 2.5)$; tale valore è poi stato confrontato con la corrispondente velocità ottenuta mediante acquisizione con videocamera.

I risultati sono stati i seguenti: $a = (7900 \pm 300)\mu m/s$ e $b = (7200 \pm 90)\mu m/s$. Pertanto, si ha $f(\phi = 2.5) = (26000 \pm 400)\mu m/s$. Il corrispondente valore di velocità ottenuto con l'acquisizione con videocamera è $(27200 \pm 600)\mu m/s$: la compatibilità è $\lambda = 1.7$, buona, per cui possiamo supporre la presenza di errori sistematici di non facile determinazione e pertanto escludere l'acquisizione a $\phi = 2.5$.

3.5 Confronto tra le due acquisizioni

Si riportano in tabella 3.1 le compatibilità tra le velocità ottenute mediante acquisizione CCD e mediante misure con interferometro. Il primo aspetto che si nota è il fatto che, mentre le velocità sono tra loro compatibili, le lunghezze ottenute non lo sono, sia per il caso con $Q_d = 10 \frac{\mu L}{min}$ sia per quello con $Q_d = 20 \frac{\mu L}{min}$. Ciò potrebbe essere dovuto al fatto che la fase di acquisizione dei frame e la fase di acquisizione dei dati con il software apposito non sono state sincronizzate alla perfezione. Ad ogni modo, le compatibilità tra le velocità sono tutte buone (eccezion fatta, come riportato in didascalia alla tabella 3.1, per il valore di λ_{50}).

$Q_d = 10 \frac{\mu L}{min}$						$Q_d = 20 \frac{\mu L}{min}$	
λ_{10}	0.9	λ_{50}	1.4	λ_{100}	2.4	λ_{10}	0.3
λ_{15}	0.7	λ_{55}	1.7	λ_{100}	2.4	λ_{20}	0.4
λ_{20}	0.7	λ_{60}	1.7	λ_{105}	3.1	λ_{30}	0.9
λ_{25}	1.8	λ_{65}	2.3	λ_{110}	3.4	λ_{40}	0.02
λ_{30}	0.6	λ_{70}	1.6	λ_{115}	3.1	λ_{60}	2.2
λ_{35}	0.8	λ_{75}	2.2	λ_{120}	2.3	λ_{70}	2.7
λ_{40}	0.9	λ_{80}	1.7	λ_{125}	2.6	λ_{80}	3.1
λ_{45}	1.2	λ_{85}	1.8			λ_{90}	3.1

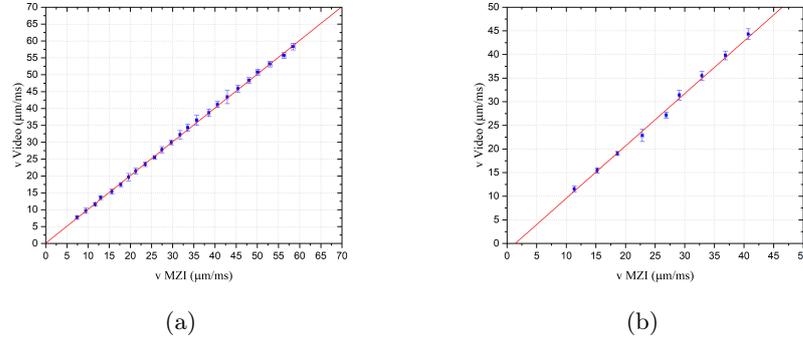


Figura 3.15: Grafico delle velocità ricavate dall'acquisizione in funzione delle velocità ricavate dall'analisi dei dati dell'interferometro. In (a) sono raffigurate le misure con $d = 10 \frac{\mu L}{min}$ e in (b) quelle con $Q_d = 20 \frac{\mu L}{min}$.

Tabella 3.1: Tabelle riportanti le compatibilità calcolate tra le velocità ottenute mediante acquisizione CCD e mediante misure con interferometro, nei due flussi Q_d in cui si è operato. Nel caso $Q_d = 20 \frac{\mu L}{min}$ non si è riportato in tabella il valore per la compatibilità con $\phi_c = 2.5$, dal momento che si ottiene $\lambda = 12$; una possibile spiegazione di questo fatto è riportata alla fine di 3.4.2

Dopo aver verificato la compatibilità tra le due misurazioni di velocità, è necessario confrontare precisione e accuratezza dei singoli metodi, al fine di dimostrare che l'utilizzo di un dispositivo opto-microfluidico integrato in niobato di litio, consente comunque di avere per l'appunto una precisione maggiore.

Per verificare l'accuratezza dell'interferometro, si è eseguita un'interpolazione lineare del tipo $f(VMZI) = \alpha + \beta(Vvideo)$. Se l'interferometro riproduce bene le misure delle velocità delle gocce, allora la media delle velocità ottenute con CCD e quelle con MZI deve coincidere, pertanto ci si aspetta che l'interpolazione abbia come parametri $\alpha = 0$ e $\beta = 1$. Per le misure a $d = 10 \frac{\mu L}{min}$ (3.15(a)) si ottengono $\alpha = (1.1 \pm 0.4)\mu m/ms$, e $\beta = (0.9 \pm 0.5)\mu m/ms$: le incertezze sono molto elevate, ma le compatibilità con i valori attesi sono rispettivamente $\lambda_\alpha = 0.25$ e $\lambda_\beta = 1.8$. Il χ^2 ridotto vale 1.12, per cui la retta interpolante riproduce in modo abbastanza buono l'andamento dei dati sperimentali. Per quanto riguarda le misure a $d = 20 \frac{\mu L}{min}$ (3.15(b)) si ottengono $\alpha = (1.6 \pm 0.4)\mu m/ms$, e $\beta = (0.9 \pm 0.1)\mu m/ms$: le compatibilità con i valori attesi sono rispettivamente $\lambda_\alpha = 1.5$ e $\lambda_\beta = 9$, molto alta. Il χ^2 ridotto vale 1.35, per cui l'interpolazione è peggiore rispetto al caso precedente, cosa che si nota anche dall'ultimo valore di compatibilità riportato. Di fatto, ci si aspettava un risultato del genere, visti i problemi avuti con il dato a $\phi = 2.5$. Tuttavia, avendo visto che si tratta probabilmente di un errore sistematico, possiamo

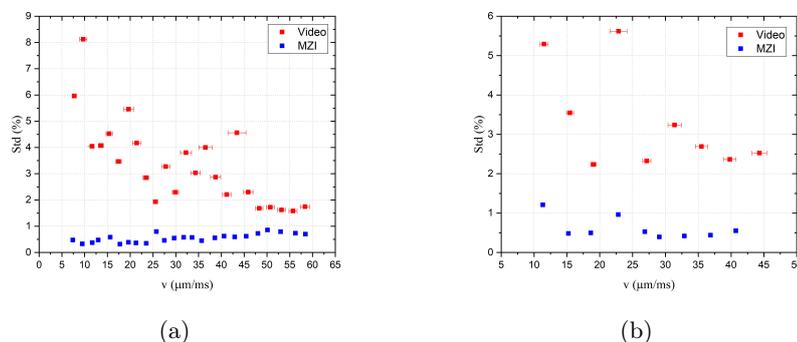


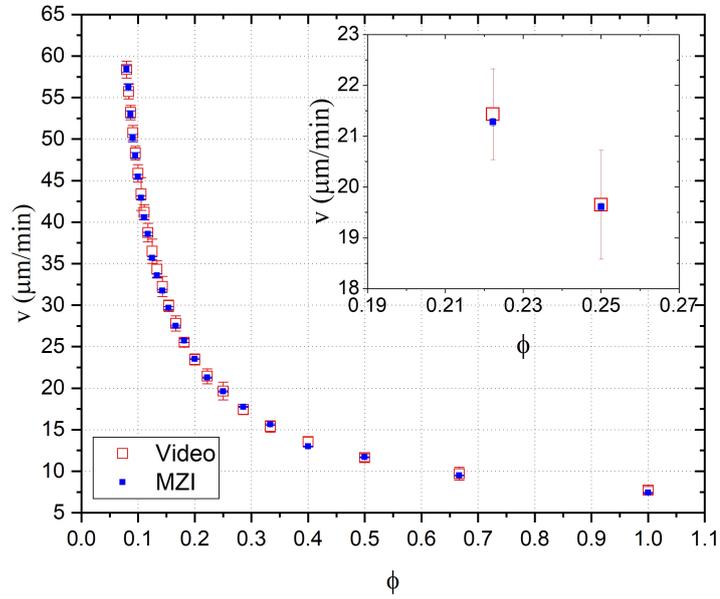
Figura 3.16: Grafico degli errori percentuali relativi alle velocità in funzione delle velocità stesse. Si sono inserite anche le barre di errore relative alle velocità. In (a) sono raffigurate le misure con $Q_d = 10 \frac{\mu L}{min}$ e in (b) quelle con $Q_d = 20 \frac{\mu L}{min}$.

affermare che il dispositivo opto-microfluidico riproduce bene la misura delle velocità delle gocce, nel range di flussi che abbiamo utilizzato.

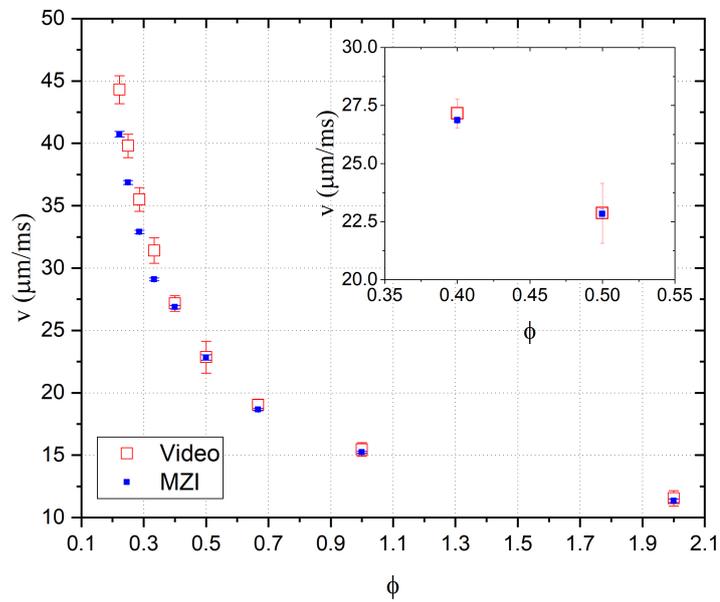
Per verificare quale dei due sistemi abbia precisione maggiore, si sono calcolati i vari errori percentuali relativi alle velocità, sia per i risultati ottenuti con la videocamera che per quelli ottenuti con l'interferometro Mach-Zehnder. I risultati ottenuti sono esposti in figura 3.16. Si nota chiaramente che le misure ottenute utilizzando l'interferometro sono maggiormente precise.

A velocità basse si ha un errore elevato sulle misure ottenute con acquisizione CCD, che può essere dovuto alla maggiore lunghezza delle gocce per rapporti ϕ bassi, e quindi a una minore precisione nell'indicizzazione dei menischi da parte del software di analisi.

Infine, si espongono i grafici contenenti le misure di entrambi i metodi di acquisizione (figura 3.17). Come si può vedere, l'errore commesso quando si utilizza il dispositivo opto-microfluidico è minore rispetto a quello commesso utilizzando la videocamera.



(a)



(b)

Figura 3.17: Grafici delle velocità in funzione dei rapporti ϕ con entrambi i metodi di acquisizione. In (a) sono raffigurate le misure con $Q_d = 10 \frac{\mu\text{L}}{\text{min}}$ e in (b) quelle con $Q_d = 20 \frac{\mu\text{L}}{\text{min}}$.

Conclusioni

L'obiettivo di questa tesi era analizzare un nuovo metodo per misurare la velocità di gocce prodotte in canali microfluidici facenti parte di un dispositivo opto-microfluidico integrato in niobato di litio. Nel lavoro si richiede che tale metodo sia indipendente dai metodi di imaging, veloce ed estremamente preciso ed accurato. Come alternativa ai metodi di imaging si propone una piattaforma in cui è integrato un interferometro Mach-Zehnder e, con lo scopo di valutarne le prestazioni, oltre ad effettuarne una caratterizzazione generale, si è effettuato un confronto diretto con l'approccio che sfrutta metodi di acquisizione digitale. Tale configurazione costituisce una novità nell'ambito degli impieghi dell'interferometro Mach-Zehnder.

Dai risultati ottenuti si evince che l'utilizzo della piattaforma opto microfluidica, descritta in 3.2, non solo garantisce la riproducibilità dei risultati ottenuti con l'approccio che sfrutta il metodo a imaging, ma permette di ottenere anche una precisione maggiore: tutti gli errori percentuale relativi ai risultati ottenuti utilizzando MZI sono inferiori all' 1%, mentre quelli derivanti dal metodo a imaging sono compresi tra l'1.5% e l'8%. Inoltre, quello interferometrico è un metodo di acquisizione rapido e versatile: l'elaborazione del segnale è praticamente automatizzata, dal momento che l'acquisizione dipende solamente dal fotodiode e dall'elettronica in gioco, salvo naturalmente il controllo della stabilità dei flussi impostati mediante software. La registrazione di immagini e la successiva analisi, invece, richiedono una continua calibrazione dei parametri di acquisizione (per esempio il frame rate, che deve essere adattato al tipo di gocce), senza contare il costo in termini economici di una videocamera CCD di alta qualità.

Di contro, come visto in 3.4.2, eventuali errori sistematici possono essere di difficile determinazione, soprattutto nel caso di un malfunzionamento dell'apparato che gestisce i flussi nei due canali della configurazione T-junction. Inoltre è possibile operare solo in 3 dei 4 possibili regimi di lavoro dell'interferometro integrato (3.2), fatto che potrebbe essere un problema nel caso si volessero studiare gocce particolarmente piccole. Ulteriori problematiche potrebbero sorgere con gocce particolarmente lunghe, data la difficoltà di lettura del segnale.

In conclusione, i risultati sono incoraggianti: la piattaforma opto-microfluidica raggiunge l'obiettivo prefissato (nel range di flussi considerato e nei limiti dei

fluidi utilizzati), ma il suo potenziale lascia comunque intravedere numerose possibilità di utilizzo, anche interdisciplinari, e di miglioramento della configurazione già esistente.

Appendice

Risultati CCD

Nelle tabelle seguenti si riportano i risultati ottenuti mediante acquisizione con CCD.

$$Q_d = 10\mu L/s$$

ϕ_{theo}	ϕ_{exp}	$\sigma_{\phi_{exp}}$	$L_{goccia}(\mu m)$	$\sigma_{L_{goccia}}(\mu m)$	$u_{goccia}(\mu m/s)$	$\sigma_{u_{goccia}}(\mu m/s)$
1	0.99	0.05	595	4	$7.7 \cdot 10^3$	$0.5 \cdot 10^3$
1.5	1.49	0.06	471	6	$9.7 \cdot 10^3$	$0.8 \cdot 10^3$
2.0	1.98	0.07	428	3	$11.6 \cdot 10^3$	$0.5 \cdot 10^3$
2.5	2.51	0.08	386	3	$13.6 \cdot 10^3$	$0.5 \cdot 10^3$
3.0	2.99	0.09	352	2	$15.4 \cdot 10^3$	$0.7 \cdot 10^3$
3.5	3.5	0.1	337	5	$17.5 \cdot 10^3$	$0.6 \cdot 10^3$
4.0	4.0	0.1	306	3	$19.7 \cdot 10^3$	$1.0 \cdot 10^3$
4.5	4.6	0.1	303	3	$21.4 \cdot 10^3$	$0.9 \cdot 10^3$
5.0	5.0	0.1	293	2	$23.5 \cdot 10^3$	$0.7 \cdot 10^3$
5.5	5.6	0.1	279	3	$25.5 \cdot 10^3$	$0.5 \cdot 10^3$
6.0	6.1	0.2	269	3	$27.8 \cdot 10^3$	$0.9 \cdot 10^3$
6.5	6.5	0.2	263	3	$29.9 \cdot 10^3$	$0.7 \cdot 10^3$
7.0	7.1	0.2	255	3	$32.2 \cdot 10^3$	$1.2 \cdot 10^3$
7.5	7.6	0.2	248	3	$34.3 \cdot 10^3$	$1.0 \cdot 10^3$
8.0	8.0	0.2	244	3	$36.5 \cdot 10^3$	$1.5 \cdot 10^3$
8.5	8.5	0.2	239	2	$38.7 \cdot 10^3$	$1.1 \cdot 10^3$
9.0	9.1	0.2	232	3	$41.2 \cdot 10^3$	$0.9 \cdot 10^3$
9.5	9.6	0.2	229	3	$43.4 \cdot 10^3$	$2.0 \cdot 10^3$
10.0	10.1	0.2	219	3	$45.9 \cdot 10^3$	$1.0 \cdot 10^3$
10.5	10.5	0.2	221	2	$48.3 \cdot 10^3$	$0.8 \cdot 10^3$
11.0	11.0	0.3	219	2	$50.8 \cdot 10^3$	$0.9 \cdot 10^3$
11.5	11.6	0.3	213	2	$53.2 \cdot 10^3$	$0.9 \cdot 10^3$
12.0	12.1	0.3	207	2	$55.7 \cdot 10^3$	$0.9 \cdot 10^3$
12.5	12.6	0.3	202	2	$58.4 \cdot 10^3$	$1.0 \cdot 10^3$

$$Q_d = 20 \mu\text{L}/s$$

ϕ_{theo}	ϕ_{exp}	$\sigma_{\phi_{exp}}$	$L_{goccia}(\mu\text{m})$	$\sigma_{L_{goccia}}(\mu\text{m})$	$u_{goccia}(\mu\text{m}/s)$	$\sigma_{u_{goccia}}(\mu\text{m}/s)$
0.5	0.51	0.04	1255	51	$11.5 \cdot 10^3$	$0.6 \cdot 10^3$
1	0.99	0.05	584	4	$15.5 \cdot 10^3$	$0.6 \cdot 10^3$
1.5	1.50	0.06	467	16	$19.0 \cdot 10^3$	$0.4 \cdot 10^3$
2.0	1.99	0.07	400	24	$22.3 \cdot 10^3$	$1.3 \cdot 10^3$
2.5	2.50	0.08	365	4	$27.2 \cdot 10^3$	$0.6 \cdot 10^3$
3.0	2.99	0.09	334	16	$31.4 \cdot 10^3$	$1.0 \cdot 10^3$
3.5	3.5	0.1	313	11	$35.5 \cdot 10^3$	$1.0 \cdot 10^3$
4.0	4.1	0.1	298	7	$39.8 \cdot 10^3$	$0.9 \cdot 10^3$
4.5	4.6	0.1	282	4	$44.3 \cdot 10^3$	$1.1 \cdot 10^3$
5.0	5.0	0.1	267	4	$48.8 \cdot 10^3$	$1.3 \cdot 10^3$
5.5	5.5	0.1	257	4	$53.3 \cdot 10^3$	$1.4 \cdot 10^3$
6.0	6.1	0.2	251	4	$57.9 \cdot 10^3$	$1.3 \cdot 10^3$
6.5	6.5	0.2	243	3	$62.3 \cdot 10^3$	$1.5 \cdot 10^3$
7.0	7.0	0.2	234	4	$67.7 \cdot 10^3$	$1.6 \cdot 10^3$
7.5	7.5	0.2	217	3	$71.5 \cdot 10^3$	$1.4 \cdot 10^3$

Risultati MZI

Nelle tabelle seguenti si riportano i risultati ottenuti mediante acquisizione utilizzando il dispositivo opto-microfluidico.

$$Q_d = 10\mu L/s$$

ϕ_{theo}	ϕ_{exp}	$\sigma_{\phi_{exp}}$	$L_{goccia}(\mu m)$	$\sigma_{L_{goccia}}(\mu m)$	$u_{goccia}(\mu m/s)$	$\sigma_{u_{goccia}}(\mu m/s)$
1	1.0	0.05	368	7	$7.06 \cdot 10^3$	$0.03 \cdot 10^3$
1.5	1.50'	0.06	395	1	$9.03 \cdot 10^3$	$0.03 \cdot 10^3$
2.0	1.99	0.07	351	1	$11.13 \cdot 10^3$	$0.04 \cdot 10^3$
2.5	2.50	0.08	299	1	$12.36 \cdot 10^3$	$0.06 \cdot 10^3$
3.0	2.98	0.09	288	1	$14.88 \cdot 10^3$	$0.09 \cdot 10^3$
3.5	3.5	0.1	265.2	0.6	$16.91 \cdot 10^3$	$0.05 \cdot 10^3$
4.0	4.0	0.1	246.7	0.8	$18.68 \cdot 10^3$	$0.07 \cdot 10^3$
4.5	4.6	0.1	231.7	0.7	$20.27 \cdot 10^3$	$0.07 \cdot 10^3$
5.0	5.1	0.1	220.6	0.6	$22.41 \cdot 10^3$	$0.08 \cdot 10^3$
5.5	5.5	0.1	208.2	1	$24.5 \cdot 10^3$	$0.2 \cdot 10^3$
6.0	6.1	0.2	197.0	0.7	$26.2 \cdot 10^3$	$0.1 \cdot 10^3$
6.5	6.5	0.2	190.3	0.7	$28.3 \cdot 10^3$	$0.2 \cdot 10^3$
7.0	7.0	0.2	180.6	0.7	$30.2 \cdot 10^3$	$0.2 \cdot 10^3$
7.5	7.6	0.2	171.5	0.7	$32.0 \cdot 10^3$	$0.2 \cdot 10^3$
8.0	8.0	0.2	165.6	0.6	$34.0 \cdot 10^3$	$1.5 \cdot 10^3$
8.5	8.6	0.2	164.2	0.7	$36.7 \cdot 10^3$	$0.2 \cdot 10^3$
9.0	9.1	0.2	157.0	0.8	$38.7 \cdot 10^3$	$0.2 \cdot 10^3$
9.5	9.6	0.2	151.6	0.7	$40.8 \cdot 10^3$	$0.2 \cdot 10^3$
10.0	10.0	0.2	146.3	0.7	$43.3 \cdot 10^3$	$0.3 \cdot 10^3$
10.5	10.5	0.2	140.9	0.8	$45.7 \cdot 10^3$	$0.3 \cdot 10^3$
11.0	11.1	0.3	136.2	0.8	$47.7 \cdot 10^3$	$0.3 \cdot 10^3$
11.5	11.5	0.3	133.8	0.8	$50.5 \cdot 10^3$	$0.4 \cdot 10^3$
12.0	12.0	0.3	131.5	0.8	$53.6 \cdot 10^3$	$0.4 \cdot 10^3$
12.5	12.6	0.3	124.9	0.7	$55.7 \cdot 10^3$	$0.4 \cdot 10^3$

$$Q_d = 20\mu L/s$$

ϕ_{theo}	ϕ_{exp}	$\sigma_{\phi_{exp}}$	$L_{goccia}(\mu m)$	$\sigma_{L_{goccia}}(\mu m)$	$u_{goccia}(\mu m/s)$	$\sigma_{u_{goccia}}(\mu m/s)$
0.5	0.51	0.04	1255	51	$11.3 \cdot 10^3$	$0.1 \cdot 10^3$
1	0.99	0.05	584	4	$15.22 \cdot 10^3$	$0.07 \cdot 10^3$
1.5	1.50	0.06	467	16	$18.70 \cdot 10^3$	$0.09 \cdot 10^3$
2.0	1.99	0.07	400	24	$22.9 \cdot 10^3$	$0.2 \cdot 10^3$
2.5	2.51	0.08	365	4	$19.23 \cdot 10^3$	$0.08 \cdot 10^3$
3.0	3.00	0.09	334	16	$29.1 \cdot 10^3$	$0.1 \cdot 10^3$
3.5	3.6	0.1	313	11	$32.9 \cdot 10^3$	$10.1 \cdot 10^3$
4.0	4.1	0.1	298	7	$36.9 \cdot 10^3$	$0.2 \cdot 10^3$
4.5	4.6	0.1	282	4	$40.7 \cdot 10^3$	$0.2 \cdot 10^3$

Di seguito si riportano i grafici contenenti tutte le misure effettuate prima della reiezione, come riportato in sezione 3.4.2.

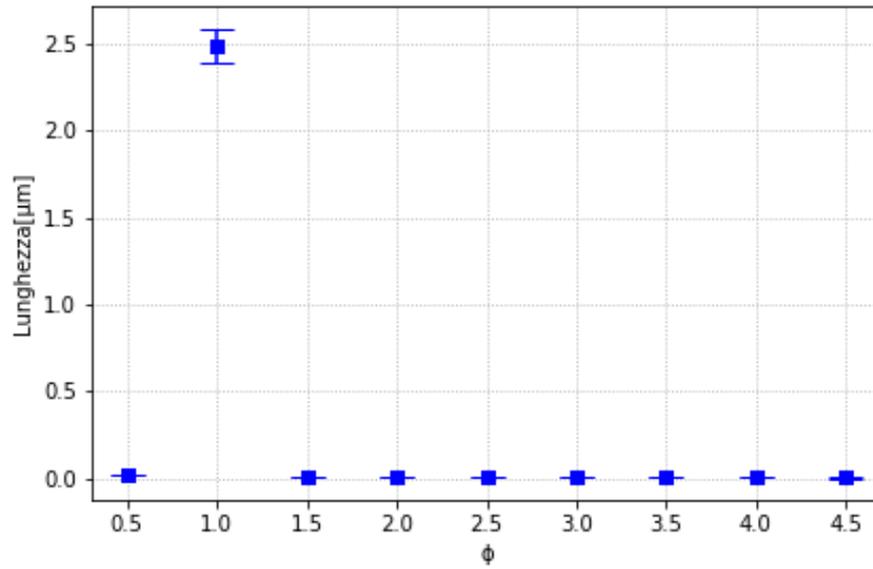


Figura 3.18

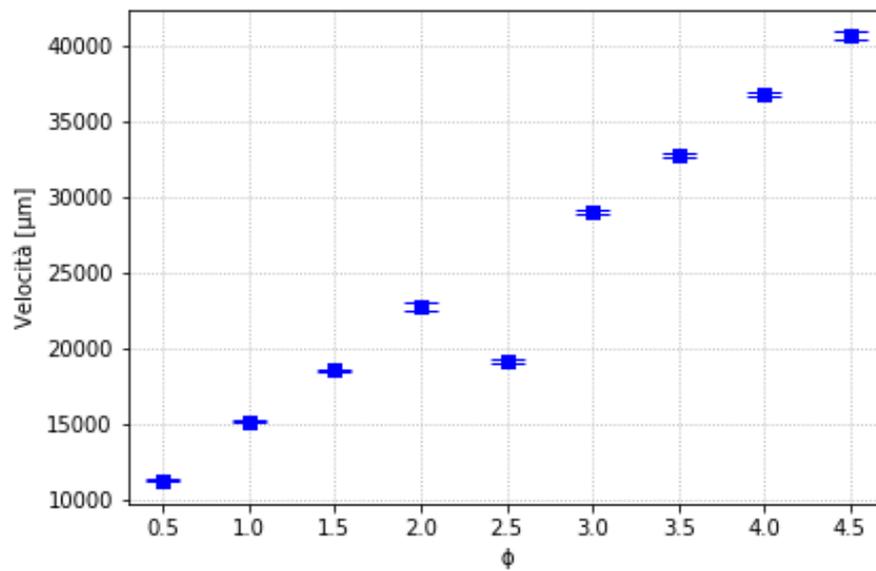


Figura 3.19

Bibliografia

- [1] Giacomo Bettella. Integrated opto-microfluidic lab-on-a-chip in lithium niobate for droplet generation and sensing. 2016.
- [2] Sung Hwan Cho, Jessica M Godin, Chun-Hao Chen, Wen Qiao, Hosuk Lee, and Yu-Hwa Lo. Recent advancements in optofluidic flow cytometer. *Biomicrofluidics*, 4(4):043001, 2010.
- [3] Gordon F Christopher, N Nadia Noharuddin, Joshua A Taylor, and Shelley L Anna. Experimental observations of the squeezing-to-dripping transition in t-shaped microfluidic junctions. *Physical Review E*, 78(3):036317, 2008.
- [4] Lorenzo De Bortoli. Study of light driven phenomena in integrated opto-microfluidic lithium niobate platforms. 2017.
- [5] RS Weis and TK Gaylord. Lithium niobate: summary of physical properties and crystal structure. *Applied Physics A*, 37(4):191–203, 1985.
- [6] Riccardo Zamboni. Optofluidic application of a mach-zehnder interferometer integrated in lithium niobate for droplet sensing. 2016.