



**Facoltà di Ingegneria**

Elettronica Applicata

XXX Ciclo di Dottorato

# **Sviluppo di Sensori per un Sistema Indossabile di Smart Sensing**

**Relatore**

**Prof. Lorenzo Colace**

**Dottorando**

**Dott. Andrea Ferrone**

## Sommario

Introduzione .....	5
Capitolo 1 Obiettivi del progetto .....	6
1.1 Il Progetto.....	6
1.1.1 Obiettivi dei progetti Fabbrica del Futuro ed APIC.....	12
1.1.2 Obiettivi, partner e Fasi del Progetto di ricerca .....	14
Capitolo 2 Tecnologia a Thin Film Transistor (TFT).....	20
2.1 TFT su substrati flessibili.....	20
2.2 Materiali Flessibili.....	24
2.3 Nozioni generali sui TFT .....	27
2.3.1 Il campo elettrico all'interfaccia .....	29
2.3.2 Conduttanza di canale .....	30
2.3.3 Regime di sottosoglia .....	31
2.3.4 Regime di soprasoglia .....	32
2.3.5 L'effetto "Kink" .....	34
2.3.6 L'effetto transistor bipolare parassita.....	36
Capitolo 3 Tecniche di micro-fabbricazione per la realizzazione di dispositivi a film sottile .....	39
3.1 Tecniche di deposizione di film sottili .....	39
3.1.1 Tecniche di deposizione fisica da fase vapore (PVD).....	40
3.2 Tecniche di realizzazione del silicio policristallino .....	48
3.2.1 LPCVD.....	48
3.2.2 SPC del silicio amorfo.....	49

3.2.3	ELC Excimer Laser Crystallization .....	50
3.3	La fotolitografia.....	53
3.3.1	Apparato di fotolitografia e limiti tecnici.....	54
Capitolo 4	Progettazione e realizzazione di dispositivi TFT .....	58
4.1	La progettazione delle maschere .....	58
4.2	Il processo di realizzazione dei dispositivi su Polyimide.....	61
4.2.1	Il substrato polimerico ed il buffer .....	61
4.2.2	Silicio amorfo e strato drogante. ....	62
4.2.3	De-Idrogenazione, ricristallizzazione ed attivazione. ....	64
4.2.4	Litografia del silicio policristallino e deposizione degli strati di ossido e metallizzazione.....	66
4.3	Dispositivi su substrati flessibili realizzati.....	69
4.3.1	I resistori.....	70
4.3.2	Il TFT N-MOS .....	72
4.3.3	Inverter Pseudo C-MOS .....	78
4.3.4	Ring Oscillator .....	81
Capitolo 5	I sensori Ottici di prossimità .....	84
5.1	Il sensore infrarosso basato su Germanio Amorfo Idrogenato (a-Ge:H) .....	85
5.1.1	Processo di produzione dei sensori a-Ge:H.....	87
5.1.2	Analisi del materiale a-Ge:H.....	91
5.2	Misurazioni sui dispositivi ottici a-Ge:H .....	96
5.3	Introduzione ai sensori Pb-X.....	101
5.4	Processo di fabbricazione dei PbS .....	102
5.4.1	Analisi del materiale.....	104
5.4.2	Misurazioni sui dispositivi ottici PbS .....	106

Capitolo 6 Sensori di Gas Layered Double Hydroxide (LDH) .....	110
6.1 Introduzione ai sensori LDH .....	111
6.1 Processo di fabbricazione .....	113
6.2 Sensori chimico resistivi LDH .....	117
6.2.1 Il setup di misurazione .....	118
6.2.2 Misurazione di monossido di carbonio con i sensori LDH .....	119
Capitolo 7 Sensori per il riconoscimento dei gesti .....	125
7.1 Introduzione ai sensori investigati .....	126
7.2 Set di movimenti monitorati .....	127
7.3 I prototipi per il riconoscimento dei gesti .....	128
7.4 Il setup per la classificazione .....	130
7.5 Esperimenti .....	132
7.5.1 Primo set di movimenti .....	132
7.5.2 Secondo set di movimenti .....	134
Capitolo 8 La prototipazione .....	137
8.1 Tecnologie investigate .....	137
8.2 Prototipazione per i test funzionali .....	143
8.2.1 I sensori del sistema .....	144
8.3 Progettazione del sistema .....	146
8.3.1 Il circuito elettronico .....	155
Conclusioni .....	161
Elenco delle pubblicazioni durante il periodo del dottorato di ricerca .....	164
Appendice .....	167

## Introduzione

Si introduce qui il lettore al progetto di ricerca sviluppato, che ha mirato a soddisfare un'esigenza industriale che negli ultimi anni sta crescendo dato lo sviluppo di tecnologie come l'Internet Of Things, la robotica e l'elettronica indossabile. Considerando il rapido avanzamento tecnologico, uno dei problemi principali per le industrie è l'interazione uomo macchine robotizzate nell'ambiente industriale. In questo lavoro si è cercato di esplorare le tecnologie più promettenti per realizzare una piattaforma elettronica multi-sensore. Questa piattaforma è stata ideata come un sistema prettamente indossabile, atto ad aumentare la sicurezza degli operatori nell'interazione con i robot industriali. Nel primo capitolo viene introdotto principalmente il panorama tecnologico-economico e vengono presentati i progetti di ricerca nati conseguentemente alle necessità industriali. Viene inoltre illustrato il progetto di ricerca di dottorato con le collaborazioni e gli obiettivi che si sono prefissati all'inizio della ricerca. Dal capitolo secondo al capitolo quarto si descrive in dettaglio la tecnologia elettronica su substrati ultra flessibili per creare micro dispositivi. Inoltre sono presentati i micro dispositivi elettronici sviluppati in questa ricerca. Il quinto capitolo parla dei sensori ottici di prossimità, considerati importanti per la realizzazione di un sistema di sicurezza che include l'interazione a corto raggio con bracci robotici. Nel capitolo sei sono descritti i sensori di gas studiati e sviluppati per questa ricerca. Nel settimo capitolo vengono inquadrati i sensori per il riconoscimento dei gesti da parte dell'operatore. Tutti i sensori ed i dispositivi sono selezionati per essere compatibili per l'implementazione su substrati ultra-flessibili. In fine, nel capitolo otto vengono fatte delle considerazioni sulla maturità tecnologica dei dispositivi e sensori ricercati e realizzati, introducendo anche delle soluzioni alternative e la progettazione di un sistema per l'interazione uomo-robot in sicurezza con una piattaforma di smart sensing.

## Capitolo 1 Obiettivi del progetto

### 1.1 Il Progetto

L'attività di questo dottorato in ingegneria elettronica applicata è stata progettata tenendo conto del panorama tecnologico ed economico degli ultimi 3 anni. Sono stati tenuti in considerazione i possibili sviluppi futuri e la potenzialità della ricerca per possibili collaborazioni nazionali ed internazionali. Questa preliminare ricerca ha portato in evidenza alcune macro aree in forte crescita come *l'Internet of Things (IoT)* e l'automazione. Queste due grandi macro aree hanno influenzato lo sviluppo di nuovi settori di ricerca come il *wearable technology*, *e-textile*, *smart home /industries device*, *maker community*. Inoltre alcuni campi come l'elettronica e più in particolare la sensoristica hanno beneficiato di questo cambiamento. In Figura 1 è illustrato uno schema concettuale che introduce il panorama innovativo che si sta concretizzando negli ultimi anni.

L'IoT, termine coniato da Kevin Ashton nel 1999 [1], per i primi anni è stato solamente un termine per esprimere una filosofia di cambiamento che doveva essere intrapresa da parte degli ingegneri e del mondo scientifico per rimanere al passo con l'evoluzione di internet e dell'elettronica. IoT poteva essere applicato concettualmente a qualsiasi dispositivo od oggetto elettronico creando così una rete globale che abilitava oggetti a collezionare e scambiare dati tra di loro. Questa visione così ampia ha cominciato ad avere un riscontro reale quando l'influenza dell'IoT ha fatto sviluppare nuovi mercati e riprendere, come già accennato, mercati come la sensoristica. Al giorno d'oggi, grazie anche alla spinta di grandi aziende come Google, Amazon, Tesla, General Motors, Arduino ed Atmel, l'IoT sta diventando una realtà tangibile. Atmel e Arduino realizzano sistemi ed elettronica alla portata di studenti ed appassionati alle prime armi, per realizzare prototipi avanzati, oltretutto con la facile ed ormai onerosa possibilità di connettere tali prototipi ad una rete dati con diretto accesso ad internet. Questi sistemi sono creati con la filosofia dell'*open source* dove tutti gli utenti possono contribuire al miglioramento della tecnologia e dove l'utente finale, anche con basiche conoscenze di elettronica ed informatica, può costruire un sistema come se fosse una struttura "Lego" (ad esempio i componenti elettronici, sensori e attuatori *Brixx* hanno letteralmente la forma di blocchi lego [2]). Questa spinta alla prototipazione aperta a

tutti ha creato una nuova comunità di ingegneri e non, i cosiddetti “*Maker*”, e ha reso possibile che siano gli stessi clienti ad identificare le esigenze e a realizzare i relativi prototipi di prodotti. Questa nuova consapevolezza si è addentrata anche nelle istituzioni come le università che ora in Nord America insieme, ai corsi base di elettronica ed informatica, aggiungono dei corsi base di Prototipazione con Arduino e relativi similari.

La visione dell’IoT si evolve grazie a tecnologie che si irrobustiscono come il Wifi ed il *Bluetooth low energy* il *Low-Power Wide-Area Network*<sup>2</sup>, inoltre il “*Machine learning*”<sup>3</sup> ed sensori integrati *low energy* aiutano IoT a fondersi con la robotica.

Google ed Amazon forniscono prodotti come Google Home [3] ed Amazon Echo [4] per collegare facilmente i dispositivi presenti in casa, come il condizionatore, il sistema di illuminazione e i computer, per rendere la stessa una Smart Home. Inoltre dispositivi come Amazon Dash possono ordinare semplicemente con un clic i prodotti alimentari che mancano nella dispensa.

A questo si aggiungono anche Tesla; General Motor e ancora Amazon che hanno fortemente robotizzato le loro strutture di produzione e stoccaggio. Questa modernizzazione e robotizzazione delle strutture ha diminuito la manodopera ed incrementato l’efficienza di produzione non solo per i ritmi lavorativi ma anche per l’analisi dati dei processi e dei prodotti. I cosiddetti dati “off line” di un prodotto o catena di produzione ora stanno diventando informazioni utilizzate non solo “off-line” dalla azienda, ma anche analizzate da un punto di vista statistico per creare dei modelli aziendali di qualità, così che le aziende possano monitorare le loro operazione. Quando una grande quantità di dati viene analizzata statisticamente prende il nome di *Big data analytics*<sup>1</sup>. Google con il progetto Cloud IoT vuole fornire alle aziende di qualsiasi grandezza uno strumento per analizzare le proprie prestazione ed operazioni. Con queste informazioni le aziende possono agire in tempo reale per anticipare eventi e proattivamente per risolvere piccoli incidenti prima che diventino dei problemi [5,6].

---

<sup>1</sup> Big data analytics is the process of examining large and varied data sets -- i.e., big data -- to uncover hidden patterns, unknown correlations, market trends, customer preferences and other useful information that can help organizations make more-informed business)

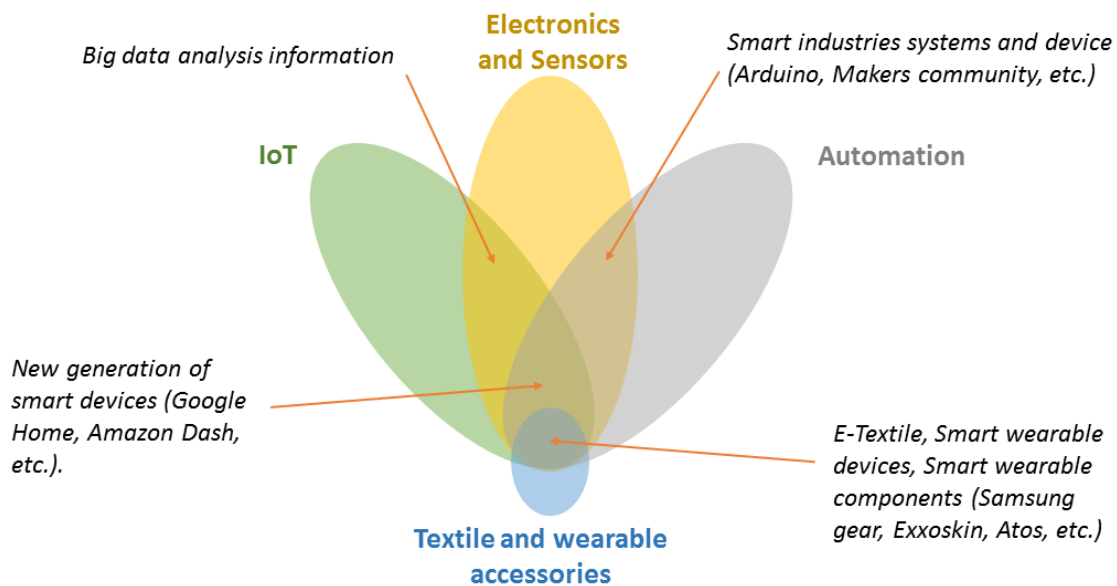


Figura 1. Schema concettuale del panorama innovativo tecnologico ed attuali aree di competenza ed interesse.

Amazon robotizza tutto l'impianto di smistamento delle merci, non più solo tramite nastri trasportatori con sistemi di feedback ma con veri e propri robot che si muovono all'interno della fabbrica di stoccaggio e smistamento (Figura 2 a). General Motor e Tesla aumentano l'implementazione dei bracci robotici impiegando nuove generazioni di KuKa robot (Figura 2 b).

In questo panorama si prospettano nuove problematiche e diversi scenari da risolvere come la proprietà dei dati, la privacy e la sicurezza degli operatori negli impianti industriali sempre più robotizzati. Mentre aziende prevalentemente informatiche come Google, Microsoft, Apple e Facebook accendono il dibattito sulla proprietà dei dati e la privacy [7.8], le aziende industriali sono proiettate a garantire la sicurezza sul lavoro degli operai che ora e nel futuro saranno sempre più in contatto con processi robotizzati ed automatizzati. Anche se la robotica ha raggiunto livelli molto elevati di precisione del processo, ci sono ancora alcune mansioni che devono essere monitorate da un operatore. Inoltre, spesso, le industrie preferiscono che parti di processi siano realizzati da operatori per aggiungere valore al prodotto finale.



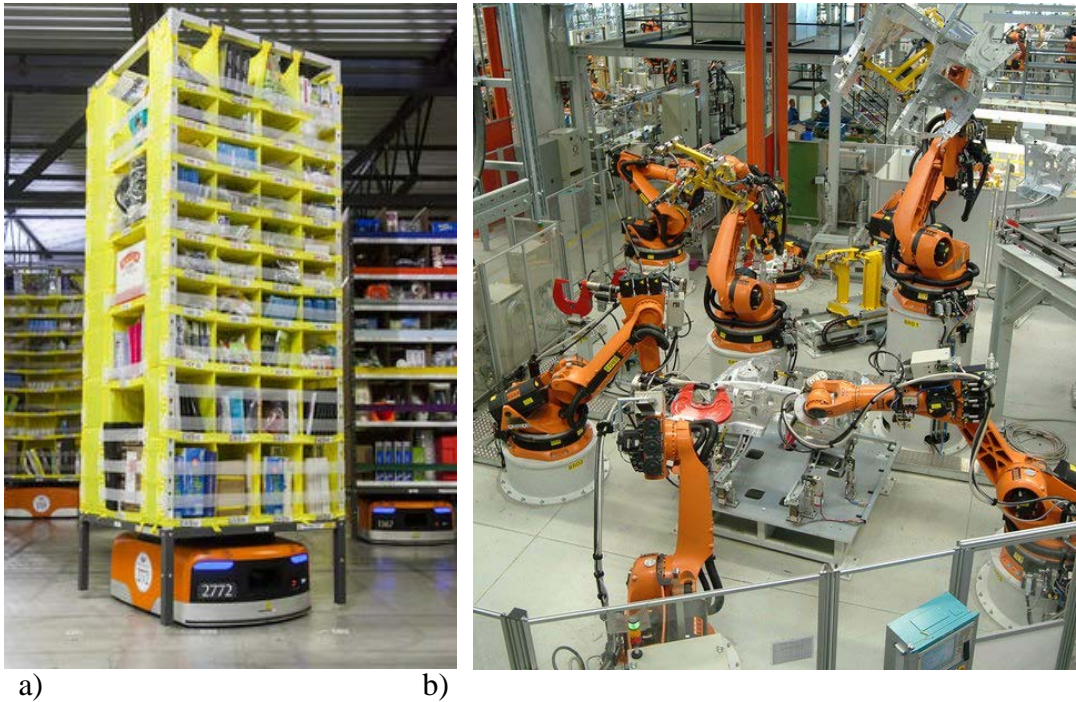


Figura 2. a) Amazon robot aiutano a distribuire ed organizzare la merce nell'impianto di stoccaggio e smistamento [9], b) KUKA robot in azione in una industria automobilistica [10].

L'obiettivo di queste aziende per incrementare la flessibilità e l'efficienza della linea di produzione è quello di avere una stretta interazione tra uomo e macchina. La maggior parte degli standard di sicurezza esistenti assicurano che i robot e l'operatore umano siano isolati durante i processi ed in alcuni casi che i robot vengano arrestati se è identificata la presenza umana nelle vicinanze dei robot (ANSI/RIA R15.06-2012). Nessuno di questi scenari è desiderabile nelle aziende moderne. Per soddisfare un ambiente dinamico dove uomo e macchina interagiscono contemporaneamente per la realizzazione di un processo, gli standard di sicurezza andranno aggiornati e nuove tecnologie dovranno essere implementate affinché questo sia possibile. In questo caso le informazioni che le tecnologie di supporto dovranno acquisire saranno molteplici. Un esempio di proposta fatta per questo problema è quella di aggiungere un tappeto sensibile al calpestamento per identificare esattamente la posizione dell'operatore. Questo sistema però non restituisce alcuna informazione sul singolo operatore come ad esempio la sua postura, la posizione di braccia e mani, la sua altezza. Quindi è stato proposto di combinare questo sistema con un controllo tramite video camera con riconoscimento della persona e della postura. La combinazione dei due sistemi ha portato a dei miglioramenti anche se il monitoraggio tramite videocamera mostra alcune

lacune come il campo visivo e la possibilità che la visuale sull'operatore sia oscurata dallo stesso braccio robotico in azione. Inoltre, processare il video in “*real-time*” ed azionare un protocollo basato sul “*decision making*” non è banale e richiede una elevatissima potenza di elaborazione. Il problema quindi non può essere risolto in maniera banale e rimane una tematica attuale su cui diversi gruppi di ricerca e sviluppo sono impegnati per trovare la migliore soluzione.

Spinti da questa ondata di innovazione e nuove esigenze industriali i centri di ricerca e gli istituti nazionali hanno iniziato a promuovere programmi di ricerca dedicati. In Italia un chiaro esempio di questo sforzo sono i progetti bandiera promossi dal Consiglio Nazionale della Ricerca (CNR) e dal Comitato Interministeriale per la Programmazione Economica (CIPE) [11]. Il progetto bandiera Fabbrica del Futuro fu diviso in cinque principali Macro – obiettivi di ricerca per l'industria e per la ripresa economica Elencati in tabella 1.

### Progetto Bandiera Fabbrica del Futuro

Macro – Obiettivi	Descrizione
Fabbrica per prodotti personalizzati	Nuove generazioni di prodotti complessi realizzati su misura per le esigenze dell'utente finale al fine di potenziare il settore manifatturiero italiano.
Fabbrica evolutiva e riconfigurabile	Contesti di produzione dinamica caratterizzati da domanda e tecnologie in evoluzione che richiedono fabbriche in grado di co-evolversi unitamente a prodotti e processi in modo efficiente e redditizio.
Fabbrica ad elevate prestazioni	La fabbrica ad elevate prestazioni in grado di realizzare la produzione prevista, riducendo contemporaneamente al minimo le inefficienze causate da guasti, difficoltà di gestione, manutenzione, in grado di individuare i difetti e le relative cause e di riparare immediatamente i guasti.
Fabbrica per la produzione sostenibile	La fabbrica in grado di realizzare una produzione sostenibile caratterizzata da massima efficienza energetica, prodotti e processi di produzione di nuova generazione, nuove logiche di produzione, logistica sostenibile.
Fabbrica per le persone	La fabbrica del futuro chiamata ad esplorare nuove forme di interazione tra processi di produzione, macchine e uomini, in modo tale da offrire ai lavoratori un ambiente più confortevole, stimolante e appagante.

Tabella 1 tabella riassuntiva con i macro-obiettivi del progetto bandiera fabbrica del futuro.

Nello stesso periodo in Canada, dove sono presenti le industrie manifatturiere dei cinque grandi giganti dell'automotive – FIAT, Chrysler, Ford, General Motor, Honda e Toyota – per un totale di 14 fabbriche di assemblaggio e oltre 1000 siti produttivi, nasce il progetto intitolato *“Improving human-robot cooperation and safety in shared automated workplaces in the automotive industry”*. Il progetto partito a fine 2013 finanziato con oltre un milione di dollari dalla *automotive Partnership Canada* (APC) si prefiggeva in cinque anni di raggiungere lo stesso obiettivo del progetto bandiera italiano Fabbrica del futuro (macro obiettivo fabbrica per le persone). Così, nello stesso anno, dall' interazione della ambasciata

Italiana e Canadese, nasce una collaborazione Canada-Italia sullo stesso argomento di ricerca intitolato Automotive Partnership Italy – Canada (APIC).

Il progetto di dottorato ispirato dal panorama economico e di ricerca descritto ha seguito le linee guida della collaborazione APIC. In dettaglio, è stato deciso di sviluppare un sistema e dei sensori per un dispositivo indossabile di *smart sensing*, dove i sensori sono stati selezionati in base alle conoscenze chiave del gruppo di ricerca e dei gruppi di ricerca che hanno collaborato a questo lavoro, le possibilità di sviluppo tramite i laboratori e l'interesse personale di ricerca. I sensori e la piattaforma verranno illustrati in seguito nel proseguo del lavoro. Sebbene la collaborazione APIC fosse iniziata un anno prima del dottorato ed il gruppo di ricerca dell'università di Roma tre non fosse direttamente coinvolto nella collaborazione, il progetto di ricerca ha suscitato interesse ed il proseguimento del dottorato è stato seguito anche dai partner del progetto APIC che hanno fornito strutture e strumentazioni per favorire il successo della ricerca.

### **1.1.1 Obiettivi dei progetti Fabbrica del Futuro ed APIC**

Il progetto fabbrica del futuro con il macro obiettivo “Fabbrica delle persone” fu assegnato al gruppo di ricerca che propose il programma *FACTOTHUMS (Factory Technologies for Humans Safety)*. La proposta del gruppo composto da una cordata di ricercatori del CNR e di piccole medie industrie era incentrata, come citato nella proposta, *sul realizzare nuove soluzioni esplorando emergenti tecnologie e modelli di comportamento per la definizione di un posto di lavoro sicuro dove l'interazione uomo e macchina è richiesta.*

Il gruppo si propose di creare un sistema robotizzato multi sensore per una supervisione del processo industriale dinamica ed adattativa. Il gol della supervisione dinamica ed adattativa fu quello di coordinare il sistema multi sensore con una rete ad hoc WAN (Wide area Network) e WPAN (Wireless Personal Area Network) estesa fino all'area del robot. La combinazione è stata inoltre assistita dallo sviluppo di un algoritmo cognitivo per la percezione e la rappresentazione dello spazio-tempo associato ad un processo di decisione-azione. In dettaglio gli obiettivi riproposti sono stati:

1. Creare un sistema di sensori personalizzato per gestire il lungo raggio (1-2 m) e il corto raggio (<30 cm) di interazione. Il primo basato su RFID e o sensori capacitivi

ed il secondo basato su sensori infrarossi o capacitivi. In entrambi i casi il sistema sarà integrato su sugli indumenti intelligenti – *smart garments*-.

2. Modello cognitivo ad hoc per migliorare il processo decisionale automatico relativo al flusso di informazioni proveniente dai sensori condivisi tra il robot e l'operatore.
3. Progettazione di una rete WAN per la gestione dei dati provenienti dai sensori dalla RWPAN (Robot wireless personal area network) utilizzando un collegamento sicuro ad alte prestazioni di integrità e sicurezza (SIL 2<sup>2</sup>)
4. Realizzazione di un Framework<sup>3</sup> per la sicurezza dei dati.
5. Realizzare una strategia adattativa (cambiare impostazione del robot) in relazione con le condizioni del sistema (work flow step) e l'interazione con l'operatore.

Dovuto principalmente alle differenti tempistiche e finanziamento tra il progetto Fabbrica del futuro ed il progetto APC, nella collaborazione APIC il gruppo di ricerca relativo al FACTOTUM, ha avuto compiti ed obiettivi più limitati. Principalmente avendo obiettivi simili il gruppo ha solamente condiviso alcuni risultati e valutato i risultati del gruppo Canadese durante il loro primo anno di attività.

Gli obiettivi del progetto APIC sono stati divisi nelle seguenti task:

1. Realizzazione di una Smart-Skin: si propone di realizzare una *Smart-Skin* implementata con un numero di sensori flessibili in grado di classificare la postura della mano e del polso e stimare la forza adoperata. Per realizzare la *Smart-Skin* è stato ipotizzato l'utilizzo di materiali a base di polimeri
2. Realizzazione di un sensore infrarosso direzionale: l'obiettivo è realizzare innovativi sensori ad infrarossi (IR) capaci di stimare la distanza dell'operatore dal robot in un range dai 25 cm ai 2 m. Nuove tecniche di fabbricazione saranno proposte per questo task.

---

<sup>2</sup> Il livello di integrità di sicurezza (SIL) è definito come un livello relativo di riduzione dei rischi fornito da una funzione di sicurezza o per specificare un livello di riduzione del rischio obiettivo. In termini semplici, SIL è una misura delle prestazioni richieste per una funzione di strumentazione di sicurezza (SIF). I requisiti per un dato SIL non sono coerenti tra tutti gli standard di sicurezza funzionali. Nelle norme di sicurezza funzionali basate sullo standard IEC 61508 sono definite quattro SIL, con SIL 4 il più affidabile e SIL 1 il meno. Un SIL è determinato in base a un certo numero di fattori quantitativi in combinazione con fattori qualitativi quali il processo di sviluppo e la gestione del ciclo di vita della sicurezza.

<sup>3</sup> Nei sistemi informatici, un framework è spesso una struttura stratificata che indica quali tipi di programmi possono o devono essere costruiti e come potrebbero interfacciarsi. Alcuni sistemi di sistemi informatici includono anche programmi effettivi, specifiche di interfacce di programmazione o strumenti di programmazione per l'utilizzo dei framework.

3. Realizzazione di un sensore capacitivo di prossimità: per stimare la distanza dell'operatore al disotto dei 50 cm è stata ipotizzata la realizzazione di un sensore capacitivo a basso consumo. Inoltre il sensore potrà essere dotato di circuiteria integrata basata su standard Complementary metal-oxide semiconductor (CMOS).
4. Integrazione e test dei sensori: l'ultimo obiettivo del progetto a cui il gruppo di ricerca ha mirato è stato quello di integrare il sistema ed analizzare i risultati. Inoltre sono stati pianificati alcune sezioni di test (preliminari, simulazioni in laboratorio, test in fabbrica).

### **1.1.2 Obiettivi, partner e Fasi del Progetto di ricerca**

Come già anticipato il progetto di dottorato si è ispirato al panorama economico e allo sviluppo della ricerca e si è principalmente ispirato ai due progetti di ricerca Italo-Canadesi.

Essere coinvolti nei progetti di ricerca menzionati ha reso possibili molte collaborazioni con scambi di conoscenze strutture e servizi. Inoltre, Essere stati inquadrati solo come collaboratori esterni ha portato una certa libertà nella scelta delle strategie, delle tecnologie da esplorare e dell'organizzazione temporale. Quindi è stato deciso di realizzare un sistema multi sensore indossabile. Un sistema indossabile non invasivo risulta invisibile per l'utente inoltre da una analisi della IDTechEx [12] risulta che il mercato della tecnologia indossabile avrà un forte incremento nei futuri anni. Questo porterà e sta portando anche ad un adeguamento della ricerca che è sempre più interessata nell'indagare nuove soluzioni per questo mercato innovativo. In Figura 3 è illustrato come esempio il grafico del reddito derivante a tutte le tecnologie indossabili nel mercato e le future proiezioni fino al 2026.

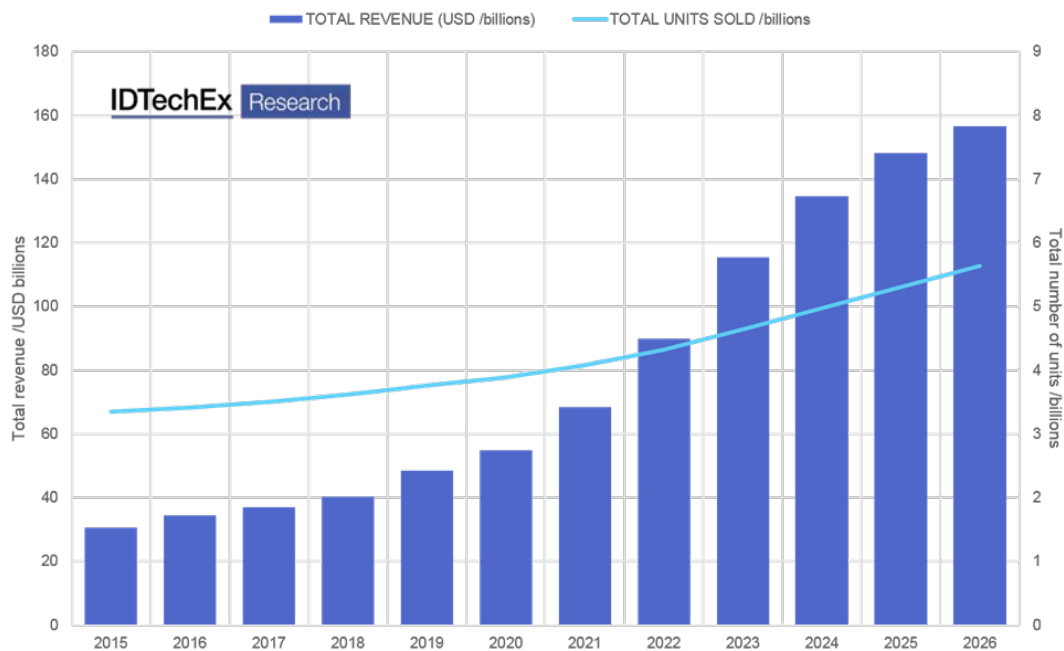


Figura 3. IDTechEx Research, wearable technology 2017-2027, reddito derivante a tutte le tecnologie indossabili nel mercato e le future proiezioni fino al 2026 in bilioni di dollari americani. Nel 2016 il reddito è stato di 35 bilioni di dollari e si prevede fino ad un incremento del 100% nei prossimi 4 anni.

In particolare per questa ricerca si è deciso di indagare e sviluppare:

1. Elettronica di lettura e comunicazione

- a. Studiare la tecnologia ultra flessibile basata su Thin Film Transistor (TFT) per investigare se questa tecnologia potrebbe essere utilizzata per realizzare un front end di lettura dei sensori, ultra leggero ed integrabile in un indumento.
- b. Realizzazione ed analisi dei dispositivi TFT su substrati ultra flessibili.
- c. Realizzazione di un front-end di lettura e comunicazione basato sulla migliore tecnologia sviluppata od in commercio, incluso firmware e software per la lettura dei sensori la comunicazione dell'interfaccia e registrazione dei dati su dispositivi tecnologici come computer o smart device.
- d. Progettare una scheda elettronica su substrati flessibili che possa essere facilmente integrabile su indumenti a basso consumo energetico.

2. Sensore di rilevamento ad Infrarosso (IR):

- a. Investigare, realizzare e testare un sensore di prossimità ad infrarosso. Il sensore di prossimità potrebbe essere integrato nel sistema per identificare la presenza dell'operatore nelle vicinanze del robot. Il sensore dipendentemente dalla strategia che si vorrà utilizzare sarà integrato lato Operatore, robot o entrambi.
  - b. Sviluppare un prototipo con la tecnologia realizzata in laboratorio od una alternativa avviabile in commercio.
  - c. Sviluppare un algoritmo con strategia adattativa (cambiare il settaggio del robot) in accordo con le condizioni del flusso di lavoro (Work-flow step) e l'interazione con l'operatore.
  - d. Sviluppare un software base per simulare l'algoritmo e testare il sistema.
3. Sensore di rilevamento gas nocivi
- a. Investigare e realizzare un sensore di gas innovativo per il rilevamento di gas pericolosi per la salute dell'operatore. Questo tipo di requisito per la piattaforma non è all'interno di nessun documento dei due progetti Italo-Canadesi, ma aggiungere tale funzionalità alla piattaforma potrebbe essere molto attrattivo per industrie dove agenti chimici ed inquinanti sono spesso utilizzati durante i processi di fabbricazione.
  - b. Realizzare un setup di misurazione per i sensori di gas. Per analizzare gas nocivi sarà necessario costruire un sistema di flussimetri in grado di gestire flussi con elevata accuratezza ( $>2$  ppm) e che siano capaci di supportare gas corrosivi.
4. Sensori Miografici di forza
- a. Investigare e testare sensori miografici di forza per il riconoscimento della postura di polso e della mano.
  - b. Progettare un prototipo che dovrà essere indossabile e poco ingombrante (come un braccialetto o una porzione di guanto) per l'operatore durante le sue routine di lavoro.  
Classificare un set di gesti/posture della mano/polso che potrebbero essere utili per applicazione industriali e non. Per questo tipo di



classificazione sarà necessario utilizzare anche algoritmi avanzati di Machine Learning.

- c. Realizzare un prototipo con la tecnologia proposta durante la ricerca. Essendo un dispositivo indossabile il prototipo dovrà inoltre essere testato almeno da un campione di volontari (beta test) che dovranno indossare il prototipo.
- d. Valutare le prestazioni del prototipo durante il “Beta test” con algoritmi di Machine Learning.

Per realizzare tutte le *milestone* proposte è stato necessario consolidare e creare nuove collaborazioni con istituti di ricerca ed università coinvolte nel progetto Italo-Canadese e non. In particolare per lo svolgimento del lavoro di ricerca di dottorato sono state coinvolte le istituzioni riassunte in tabella 2.

Istituzione	Ruolo principale	APIC Partner
<b>Università di Roma Tre</b> Dipartimento di ingegneria Sezione di Elettronica Applicata	Inserimento nel mondo della ricerca, Coordinare il progetto, promuovere le collaborazioni con altri istituti, Trasferire il know-how per la progettazione di sensori integrati, trasferire il know-how per la progettazione e realizzazione di sensori ottici.	
<b>CNR-IMM</b> Istituti per la Microelettronica e Microsistemi	Trasferire il know-how di progettazione e realizzazione TFT su substrati ultraflessibili, facilities (clean room, banchi di misura, Laser XeN etc.), laboratori, uffici e strumentazioni.	Fabbrica del Futuro ed APCI Partner.
<b>CNR- IMEM</b> Istituto dei Materiali per l'Elettronica ed il Magnetismo	Analisi sui materiali (Monocromatore, Diffrattometro)	
<b>Università di Tor Vergata</b> Dipartimento di qualcosa	Trasferimento Know-how fabbricazione sensori di gas, strutture e laboratori, analisi materiali (SEM).	
<b>Simon Fraser University</b> Burnaby Applied Science Department	Trasferimento Know-how progetto APC, Machine Learning, bio-ingegneria, Smart textile. Integrazione e prototipazione sistemi industriali. Sperimentazione e test su volontari.	APIC Partner

<b>Simon Fraser University</b> Surrey Mechatronics Department	Analisi sui materiali (esempi), test sensori ottici,	APIC Partner
---	--	--------------

Tabella 2 Tabella riassuntiva con le istituzioni ed i laboratori coinvolti nel progetto.

Inoltre nella durata dei 36 mesi di dottorato è stato incentivato lo scambio culturale tra i Laboratori dell'Università di Roma 3 del Dipartimento Ingegneria – Sezione di Elettronica Applicata e l'Università Simon Fraser - Dipartimento di scienze applicate, con la formula Exchange student per lunghi periodi di permanenza (dai 6 ai 18 mesi). Nel diagramma di Gantt in

Figura 4 è illustrato come è stato programmato il periodo di dottorato in base anche alle esigenze scientifiche di ricerca e allo stato del progetto.

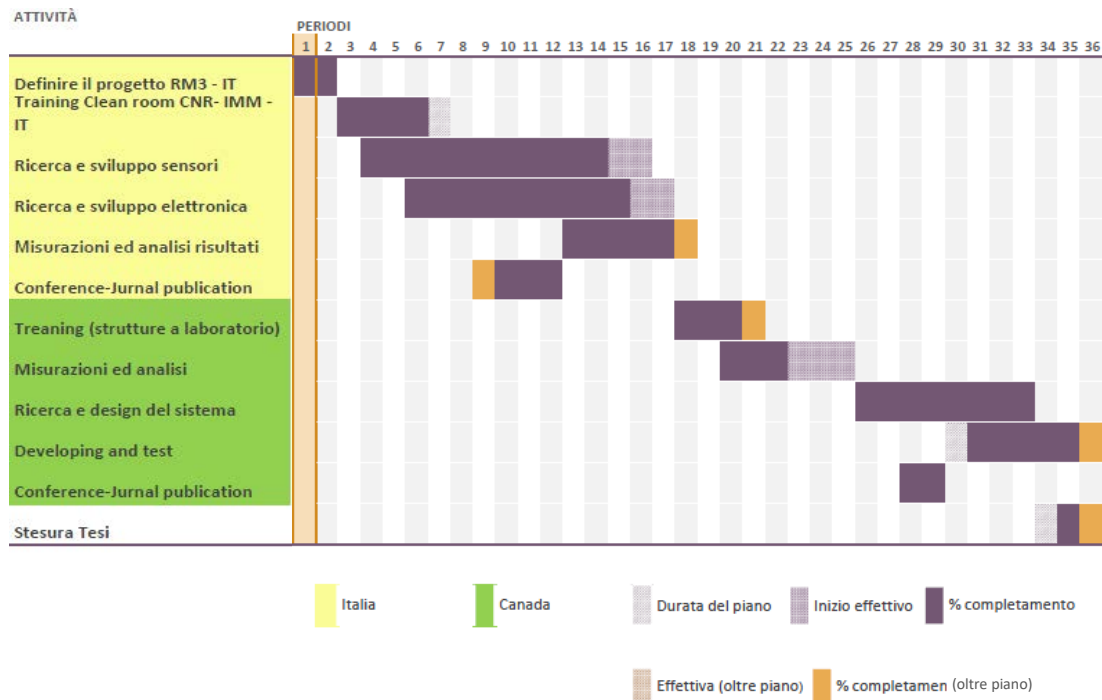


Figura 4. Diagramma di Gantt delle attività di ricerca nel periodo del dottorato.

RIFERIMENTI CAPITOLO 1:

- [1] Ashton, K. (22 June 2009). "That 'Internet of Things' Thing". Retrieved 9 May 2017. Chaoxuan Liu,
- [2] Brixo tecnology [online], Available: <http://brixotoys.com/>. [Accessed: 05/10/2017].
- [3] Google Home [online], Available: <https://www.ifixit.com/Teardown/Google+Home+Teardown/72684>. [Accessed: 05/10/2017].
- [4] Amazon Echo [online], Available: [https://en.wikipedia.org/wiki/Amazon\\_Echo](https://en.wikipedia.org/wiki/Amazon_Echo). [Accessed: 05/10/2017].
- [5] Google Cloud Platform [online], Available: <https://cloud.google.com/solutions/iot/> [Accessed: 05/10/2017].
- [6] Google IOT Core [online], Available: <https://cloud.google.com/iot-core/> [Accessed: 05/10/2017].

- [7] The Telegraph, Thehology, Social media, Facebook terms and conditions: why you don't own your online life [online], Available: <http://www.telegraph.co.uk/technology/social-media/9780565/Facebook-terms-and-conditions-why-you-dont-own-your-online-life.html> [Accessed: 05/10/2017].
- [8] The Telegraph, Thehology, Google, Google must delete your data if you ask, EU rules, [online], Available: <http://www.telegraph.co.uk/technology/google/10827005/Google-must-delete-your-data-if-you-ask-EU-rules.html> [Accessed: 05/10/2017].
- [9] Bernd Wimmer “KUKA Robots Now with zenon Plug-in” Smart factory, Industri 4.0, IoT, Energy Management; The copa-data magazine, Issue#26, 2014.
- [10] Jay Greene, Seattle Times business Technology, “15,000 Amazon robots help send gifts on their way”, [online], Available: [http://old.seattletimes.com/html/business/technology/2025138315\\_amazonkivaxml.html](http://old.seattletimes.com/html/business/technology/2025138315_amazonkivaxml.html) [Accessed: 05/9/2017].
- [11] Progetto bandiare fabbrica del futuro, [online], Available: <http://www.fabbricadelfuturo-fff.it/?lang=en/> [Accessed: 05/9/2017].
- [12] James Hayward, E-Textiles 2017-2027: Technologies, Markets, Players, IDtechEx, February 2017.
- [13] Read more at: <https://www.idtechex.com/research/reports/e-textiles-2017-2027-technologies-markets-players-000522.asp>
- [14] Read more at: [https://www.idtechex.com/contact/team/mr\\_james\\_hayward.asp](https://www.idtechex.com/contact/team/mr_james_hayward.asp)

## Capitolo 2 Tecnologia a Thin Film Transistor (TFT)

I Thin film transistor (TFT) negli ultimi dieci anni sono stati il “riso” dell’industrie di elettronica di display a schermo piatto. Vengono realizzati più di un milione di display per anno, integrati su qualsivoglia dispositivo elettronico, dal cellulare alla tv ad alta definizione. In ogni dispositivo, in media sono presenti circa un milione di TFT. I transistor a film sottile sono realizzati su substrati vetrosi. Il passo innovativo successivo è stato quello di realizzare transistor su substrati di plastica flessibili creando così una nuova generazione di elettronica flessibile. Per elettronica flessibile si intende un tipo di tecnologia capace di assemblare ed integrare diversi dispositivi elettronici su un unico substrato pieghevole generalmente plastico (poliimmidi, polietileni, ecc.). Ci sono diverse tecniche di integrazione di elettronica su substrati flessibili e, in particolare, la realizzazione di dispositivi TFT (*Thin Film Trasistor*) su substrati ultra flessibili implica numerose difficoltà realizzative. Alcuni di questi processi e difficoltà realizzative sono state analizzate in questo studio.

### 2.1 TFT su substrati flessibili

Allo stato dell’arte ci sono metodi per ottenere circuiti di lettura flessibili su plastica, di cui l’unità principale è costituita dai TFT (Thin Film Transistor).

I TFT si basano sul principio dei dispositivi ad effetto di campo, tali dispositivi sono stati teorizzati per la prima volta negli anni ’30 da Lilienfeld, successivamente realizzati nel 1959 presso i Bell Laboratories [15]. Nel 1960 ci fu una primordiale variante dei TFT realizzata da Brody [16,17] che fu il pioniere dei TFT e delle matrici display. Un altro importante contributo fu dato da Spear a Le Comber [18,19] nella metà degli anni 70. Essi dimostrarono che il silicio amorfo idrogenato a-Si:H, aveva minore densità di stati di trappola e poteva essere drogato ed utilizzato per le strutture TFT.

Negli ultimi anni è maturato un crescente interesse per l’uso di substrati polimerici per la realizzazione di un’ampia gamma di applicazioni elettroniche, quali display, etichette elettroniche, identificatori a radiofrequenza (RFID), celle solari, scanner per impronte, memorie, sebbene le prestazioni dei dispositivi elettronici basati su tali substrati siano al momento inferiori a quelle dei dispositivi basati su silicio cristallino. Le motivazioni per cui tale lavoro di ricerca viene seguito con particolare interesse si basano su alcune

caratteristiche dei dispositivi flessibili quali: il basso costo di fabbricazione, basso peso (caratteristica fondamentale per applicazioni aerospaziali), brevi tempi di fabbricazione in processi industriali e flessibilità. Queste caratteristiche peculiari aprono lo scenario a molteplici campi applicativi, come: la biomedica [20] (con sensori poco invasivi ad esempio all'interno di fasciature), automotive (basti pensare lo sforzo di questi ultimi anni di Mercedes e BMW nel realizzare schermi interattivi su porzioni di parabrezza), aerospazio [21,22,23] (progetto Moon-base della NASA in cui si utilizzeranno strutture gonfiabili per serre e laboratori che necessitano di circuiti e sensori leggeri e flessibili che possano monitorare le strutture stesse), robotica, e-skin, militare, dispositivi indossabili [24,25].

Tecnologie come *wafer thinning* (Figura 5), *printing technology* o fabbricazione diretta su substrati flessibili sono tecnologie ampiamente investigate per realizzare elettronica flessibile [26-29]. In ogni caso, differenti materiali possono essere utilizzati come substrato raggiungendo diversi gradi di flessibilità. Si possono distinguere tre categorie principali: piegabili e ed arrotolabili; flessibili con forma permanente e dispositivi elastici e stretchable [30]. La tecnica del *wafer thinning* (esempio in figura 31), che consiste nel diminuire il più possibile lo spessore del wafer di silicio cristallino, può essere molto attrattiva per la stabilità e le performances dei dispositivi ormai ben consolidate.

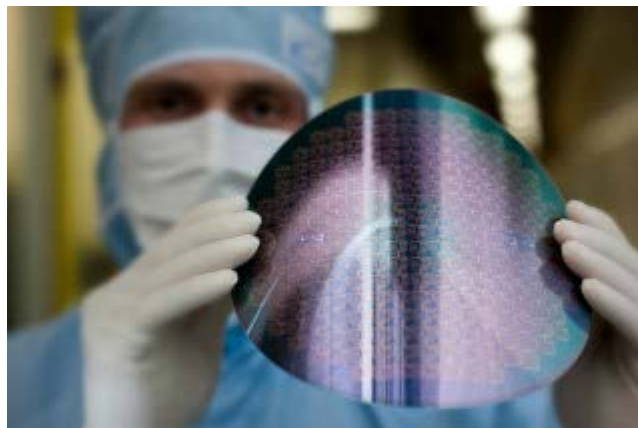


Figura 5. Esempio di wafer flessibile con TFT realizzato con la tecnologia *wafer thinning* [31].

D'altronde questa tecnica restituisce dei dispositivi non realmente arrotolabili che possono essere adattati solo ad alcune particolari superfici non planari. Inoltre, il processo fabbricativo coinvolge un alto numero di passi. D'altro canto, le tecniche *printig technology*

basate su dispositivi organici, sebbene processabili tramite tecniche a basso costo (*e.s. roll to roll*), presentano mediamente basse prestazioni e diversi problemi di stabilità relativi all'invecchiamento ed all'esposizione all'aria.

Allo stato dell'arte esistono numerosi materiali organici utilizzati per la realizzazione di TFT su substrati flessibili, tra cui il più utilizzato è il pentacene, data la sua relativa elevata mobilità (0.1–3 cm<sup>2</sup>/Vs) [32,33]. Una valida alternativa per l'elettronica flessibile TFT è rappresentata dalla tecnica *low temperature polycrystalline silicon* (LTPS) che combina un' accettabile caratteristica elettrica di mobilità (fino a 40cm<sup>2</sup>/Vs) e la possibilità di creare architetture CMOS con una buona stabilità meccanica ed elettrica, e la compatibilità di fabbricare il dispositivo direttamente su substrato flessibile con un minimo cambiamento del processo di produzione rispetto al processo relativo alla normale elettronica su substrato di silicio [34]. La fabbricazione di TFT tramite tecnica LTPS su substrati polimerici è principalmente realizzata seguendo due strategie: (1) fabbricazione standard con LTPS TFTs su substrato di silicio seguito da un processo di trasferimento sul substrato polimerico; (2) diretta fabbricazione del dispositivo sul substrato polimerico.

Questo primo approccio fu proposto da Shimoda e i suoi collaboratori alla Seiko EPSON, dove svilupparono la tecnica *surface-free by laser annealing* (SUFTLA), che abilita il trasferimento del TFT su un altro substrato usando l'irraggiamento laser [35,36]. La tecnica con il processo di trasferimento risulta interessante perché, per implementare la tecnica nella produzione di massa, non c'è bisogno di realizzare nuovi macchinari, come svantaggio il costo della produzione rimane molto alto considerando la resa del processo di trasferimento. Per questo motivo, la fabbricazione diretta sul substrato polimerico risulta più attrattiva, malgrado anche essa abbia alcuni difetti relativi all'instabilità della dimensione del substrato quando sottoposta alle tipiche temperature di processo ed al range di temperature dello stesso che il substrato può sopportare. In generale, i polimeri hanno coefficiente di espansione termica (CTE) più grande degli strati inorganici utilizzati per la fabbricazione dei TFT [37].

In tabella 3 sono messe a confronto alcune peculiarità dei materiali organici ed inorganici evidenziando vantaggi e svantaggi di entrambe.

Inorganici	Organici
VANTAGGI:	VANTAGGI:

<ul style="list-style-type: none"> <li>• I sistemi di produzione dei TFT inorganici sono compatibili con i sistemi di produzione dei circuiti a semiconduttore.</li> <li>• La mobilità dei policristallini ha un range da 1 a circa 100 cm<sup>2</sup>/Vs.</li> <li>• La possibilità di realizzare circuiti logici CMOS (Complementary Metal Oxide Semiconductor)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Potenziale basso costo di produzione in serie.</li> <li>• Processi di realizzazione veloci grazie alla possibilità dell'uso di tecniche di stampa come: inkject, gravure, screen, roll to roll.</li> </ul>
<p>SVANTAGGI:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Alte temperature di processo.</li> <li>• Sistemi di ricristallizzazione costosi</li> </ul>	<p>SVANTAGGI:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Sistemi non in vuoto comportano interfacce difettate.</li> <li>• Instabilità in al contatto con l'aria.</li> <li>• Instabilità con la luce.</li> <li>• Bassa mobilità a temperatura ambiente (0,1 – 3 cm<sup>2</sup>/Vs)</li> </ul>

Tabella 3 Tabella riassuntiva con il confronto fra materiali organici e inorganici per la costruzione di TFT.

Tutti i materiali organici studiati fino ad oggi non riescono a presentare vantaggi tali da abbandonare la strada dei materiali inorganici. L'elevata mobilità dei materiali, la possibilità di realizzare circuiti logici CMOS e la compatibilità con le linee di produzione dei circuiti a semiconduttore, sono vantaggi che rendono i materiali inorganici i principali candidati per il lavoro di ricerca.

Tra i materiali inorganici attualmente in studio per la realizzazione dei TFT si trova il silicio policristallino (Si-Poly) che presenta mobilità elevata (circa 200 cm<sup>2</sup>/Vs) e temperature medie di ricristallizzazione intorno ai 350°C [37]. Volendo utilizzare temperature di realizzazione più basse (≈100°C) si può utilizzare lo ZnO (ossido di zinco) che ha una mobilità di 10-20 cm<sup>2</sup>/Vs. Questo materiale presenta però delle instabilità e per questo motivo viene legato insieme ad altri materiali realizzando ad esempio leghe IZO (Indium Zinc Oxide) o leghe GIZO (Indium Gallium Zinc Oxide), la mobilità di questa ultima si aggira sui 30 cm<sup>2</sup>/Vs [38,39].

Sebbene esistano diversi materiali semiconduttori adatti a essere impiegati su plastica (organici, ossidi metallici, silicio policristallino, microcristallino, ecc.) e diverse tecnologie di fabbricazione, il silicio policristallino (Si-Poly) su polimeri ad alta temperatura di transizione vetrosa rappresenta un buon compromesso in termini di prestazioni dei dispositivi e di resa su singolo batch. Con tale tecnologia è possibile infatti realizzare

direttamente su plastica circuiti basati su transistori a film sottile (TFTs) con frequenze di taglio fino a decine di MHz che permettono di interfacciare, amplificare e condizionare i segnali di sensori integrati.

Attualmente per realizzare un TFT in Si-Poly su un substrato polimerico è necessario risolvere alcuni problemi tecnologici, che consistono nella difficoltà di cristallizzare il Silicio, nel realizzare un buon ossido di gate a temperature non superiori ai 100°C e nell'utilizzare substrati con coefficiente termico di espansione simile a quello del Si-Poly (dato che i materiali polimerici mediamente hanno coefficiente termico di espansione  $\alpha$  maggiore di 50ppm/K mentre i materiali inorganici mediamente hanno  $\alpha \leq 3$ ppm/K).

## 2.2 Materiali Flessibili

La scelta del materiale di supporto per realizzare elettronica flessibile basata su TFT non può essere casuale. Un materiale da utilizzare come substrato flessibile deve essere capace di mantenere inalterate le sue proprietà di stabilità a seguito delle diverse operazioni atte alla realizzazione dei dispositivi e dovute al loro ambito di utilizzo. Si parlerà quindi di: Stabilità elastica: la maggior parte delle applicazioni (carta elettronica, display flessibili, e-clothes), tranne casi sporadici, richiede al substrato di poter subire un numero notevole di piegature (migliaia di volte) durante il suo ciclo di vita. Stabilità termica: il substrato deve poter sostenere elevate temperature di processo (fino a 400°C) senza perdere le proprietà elastiche e senza subire restringimenti o allargamenti apprezzabili. Inoltre, il coefficiente termico di espansione (CTE) deve poter essere compatibile con i valori dei layer inorganici (tipicamente silicio, ossido di silicio, metalli vari) al fine di evitare delaminazioni e stress meccanici durante le varie fasi di processo. Stabilità chimica: il materiale flessibile deve dimostrarsi resistente a solventi (alcol isopropilico, acetone, toluene, ecc.), acidi (acido fluoridrico, solforico, nitrico, ecc.) ed a sostanze che rientrano nella procedura di fabbricazione.

Inoltre per mantenere inalterate le proprietà dei dispositivi realizzati è necessario che il polimero utilizzato presenti una bassa interazione con ossigeno, umidità, biossido di carbonio e gli altri contaminanti dei substrati inorganici.

Le proprietà superficiali del materiale sono un altro punto fondamentale per la selezione del substrato. Ad esempio, a causa della natura stessa dei transistor a film sottile, è indispensabile che la superficie del substrato sia planare a liscia. Ogni imperfezione sulla



superficie potrebbe generare un *crack* o de-laminazione del substrato, portando al malfunzionamento del dispositivo. È necessario inoltre che il polimero presenti una buona adesione agli strati che verranno successivamente depositati minimizzando così lo stress meccanico e permettendo di mantenere una certa proprietà di elasticità e flessibilità.

Esistono in commercio differenti materiali plastici che vengono usualmente utilizzati come incapsulanti o passivanti. Questi polimeri possono essere depositati, e funzionalizzati attraverso differenti tecniche da fase liquida o solida come electrospinning, indurimento tramite radiazione UV, plasma, deposizione in vuoto etc. Per il progetto in analisi il polimero deve diventare il substrato flessibile per in TFT realizzato tramite processo a polisilicio (>300°) utilizzato nelle facilities del CNR-IMM che collabora al progetto. Inoltre il substrato ha la necessità di avere CTE dell'ordine di qualche ppm/°C di differenza con quello del silicio (CTE Si: 3 ppm/°C). Sono stati quindi presi in considerazione i substrati polimerici elencati in tabella 1.

Base Polymer	PET	PEN	PC	PES	PCO	PAR	PI
CTE (-55 to 85 C) ppm/°C	15	13	60-70	54	74	53	3-20
% Transparency (400-700 nm)	>85	85	>90	90	91.6	90	Yellow
Water absorption (%)	0.14	0.14	0.2-0.4	1.4	0.03	0.4	1.8
Young's modulus/Gpa	5.3	6.1	1.7	2.2	1.9	2.9	2.5
Tensile strength/Mpa	225	275	NA	83	50	100	231
Tg °C	150	200	150	220	-	300	350/400

Tab 1 Dati fisico-meccanici su diversi polimeri plastici: PET (PolyEthylene Terephthalate), PEN (PolyEthylene Naphthalate), PC (PolyCarbonate), PES (PolyEtherSulfone), PCO (Poly-Carbazole-Oxadiazole), PAR (PolyARylate) e PI (PolyImide).

Come si evince dalla tabella, secondo i due requisiti appena elencati, il miglior polimero risulta la PI. Inoltre il sistema utilizzato nei laboratori dell'IMM CNR, è costituito da un laser ad eccimeri (XeCl) che opera a una lunghezza d'onda di 308 nm. Al fine di investigare il comportamento del substrato plastico sono stati eseguiti dei test preliminari di irraggiamento, tramite spettrofotometro, su due tipi diversi di Polyimide (Kapton e Upilex) nudi o con coating inorganico (Ossidi-nitruri di silicio dello spessore di circa 400 nm). Come mostrato in Figura 6 i substrati studiati assorbono la radiazione laser per circa il 90-100% e di conseguenza vengono danneggiati irrimediabilmente se non protetti da strati termici isolanti e/o da strati assorbenti. Nel seguito del lavoro sarà descritta la strategia fabbricativa

applicata per poter proteggere il substrato polimerico durante la fase di irraggiamento laser essenziale per la ricristallizzazione del Si.

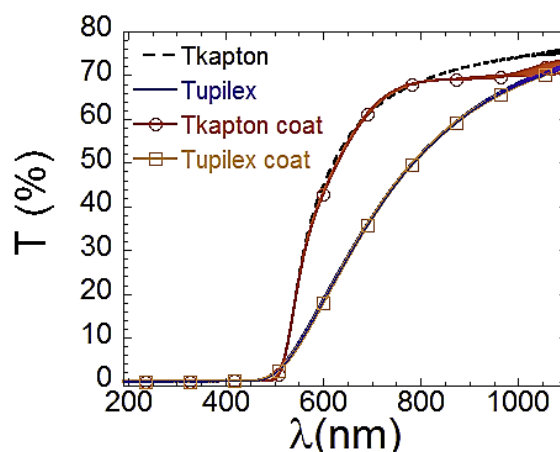


Figura 6. Analisi della trasmittanza per lunghezze d'onda, nel range 200-1000 nm su campioni di Kapton e Upilex. Per tutti i tipi di plastiche osserviamo un assorbimento completo della radiazione con una lunghezza d'onda intorno a 308 nm, che è il valore del fascio laser utilizzato per la ricristallizzazione del silicio amorfo.

Al fine di garantire un'adeguata aderenza dei film sottili di dielettrico da depositare sul substrato plastico è necessario che questo non presenti sulla sua superficie picchi o difetti superiori a pochi nanometri.

L'approccio scelto per minimizzare la rugosità superficiale dello strato plastico, è stato quello di lavorare con polimeri liquidi che possono essere depositati su wafer o su un altro supporto rigido attraverso tecniche di spinning: in questo modo, il polimero aderisce al substrato rigido e, con opportune procedure di riscaldamento in forno (curing), esso viene stabilizzato per le fasi successive della fabbricazione.

Per semplicità come carrier è stato scelto un wafer di silicio, dove successivamente è stata versata la Polyimide a base liquida (HD2611). Tramite spinning a 2000 rpm il substrato plastico si è steso uniformemente sul wafer con uno spessore di circa 8  $\mu\text{m}$ . Successivamente il wafer è stato inserito in un forno al quarzo per i trattamenti di curing fino a 350°C. Da analisi AFM (Atomic Force Microscope) i substrati così realizzati presentano una rugosità superficiale molto bassa (<10 nm). Come mostrato in Figura 7 lo spessore di 8  $\mu\text{m}$  si è dimostrato sufficiente per avere uno strato plastico ultra-flessibile resistente e facilmente rimovibile al termine del processo.

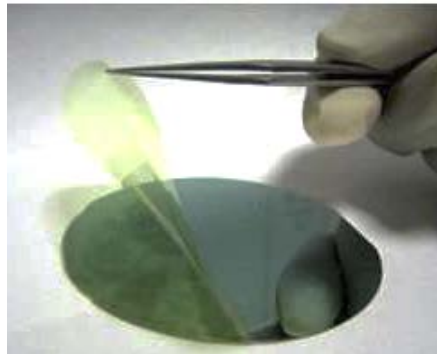


Figura 7. Fase di distacco meccanico di un film di Poliimide HD2611 da wafer di silicio ossidato termicamente

L'ultimo test effettuato sul substrato polimerico è stato quello della compatibilità con i solventi e gli acidi che vengono usualmente utilizzati durante il processo di fabbricazione dei TFT in polisilicio su substrato flessibile raggiungendo la completa compatibilità. In particolare il substrato di poliimmide è stato testato per resistere con solventi largamente utilizzati nelle fasi di pulizia come acetone, toluene, alcool isopropilico. Sono state sperimentate anche soluzioni debolmente basiche, come gli sviluppi impiegati negli step litografici quali MF319 e AZ400K; sono stati eseguiti test con acidi per la rimozione dell'ossido di silicio come l'acido fluoridrico e per l'attacco del silicio amorfo come l'acido nitrico.

### 2.3 Nozioni generali sui TFT

Si definisce TFT (Thin Film Transistor) un dispositivo a 3 terminali basato su una struttura MOS (Metal-Oxide-Semiconductor) i cui componenti sono film con spessori minori di 1  $\mu\text{m}$ , depositati su un substrato isolante: la corrente che fluisce tra i contatti di drain e source è controllata dalla tensione del contatto di gate. Il dispositivo opera perciò come uno switch controllato dalla tensione di gate [40]. L'utilizzo di transistor a film sottile sta diventando sempre più frequente in elettronica. L'ambito di maggiore utilizzo è sicuramente quello degli AM-LCD (Active Matrix – Liquid Crystal Display), dove la capacità del singolo pixel viene caricata da un apposito TFT nel momento in cui l'indice di riga e di colonna dovessero essere attivi. La proprietà di possedere spessori ridotti (si parla comunemente di “film sottili” per spessori sub-micrometrici) li rende preferibili ai MOSFET per l'elettronica flessibile in quanto permettono di minimizzare lo stress meccanico (tensile, compressivo o torcente) del sistema complessivo.

Le principali caratteristiche che differenziano i TFT dai comuni MOSFET sono: Il substrato su cui è realizzato il dispositivo è un isolante, tipicamente vetro o SiO<sub>2</sub> e nel nostro caso un substrato flessibile polimerico; Lo strato attivo di un TFT è solitamente intrinseco; I vari grani del silicio policristallino sono separati da interfacce dette “bordi di grano”, che non compaiono nei MOSFET cristallini.

Per quanto riguarda l’influenza degli stati nei bordi di grano sulle caratteristiche elettriche dei dispositivi, si può assumere che la distribuzione spaziale degli stati di trappola sia uniforme all’interno di tutto il canale [41]. L’approssimazione di distribuzione uniforme dei difetti è tanto più valida quanto più la *lunghezza di Debye*<sup>4</sup> è grande rispetto alle dimensioni dei grani. Dunque, i difetti ai bordi di grano, ed eventualmente anche quelli all’interno dei grani stessi, si possono schematizzare come livelli energetici nella *gap* del semiconduttore, corrispondenti a stati localizzati (o di “trappola”), che influenzano le caratteristiche del transistor (densità di stati localizzati, *Local Density of State* - LDOS). La DOS nella *gap* determina l’efficacia del drogaggio, le proprietà di trasporto e la cinetica di ricombinazione. Inoltre influenza il profilo del potenziale (*lunghezza di Debye*) e la densità spaziale di carica del semiconduttore.

Nella fisica dei TFT, gli stati localizzati intrappolano i portatori, sottraendoli al processo di conduzione. La densità di carica totale ha pertanto due contributi:

$$\rho_{TOT} = \rho_f + \rho_t \quad (2.1)$$

in cui  $\rho_f$  indica la carica mobile, dovuta ai portatori in banda di conduzione o di valenza, e  $\rho_t$  indica la carica localizzata, cioè portatori catturati dagli stati di trappola. Il peso relativo di questi due contributi determina il regime di funzionamento del TFT mostrato nella seguente tabella.

---

<sup>4</sup> Nei plasmi e negli elettroliti la lunghezza Debye (chiamata anche il raggio Debye), chiamata dal fisico olandese Peter Debye, è la distanza spaziale entro la quale le cariche elettriche mobili schermano il campo elettrico all’interno di un plasma o di altri insiemi di cariche, ovvero è la distanza entro la quale si verifica separazione di carica in modo significativo.

Condizione	Tipo di regime
$\rho_f \ll \rho_t$	<i>regime sottosoglia</i> , in cui la dipendenza della conduttanza del dispositivo dipende fortemente dalla densità di stati nella gap.
$\rho_f \cong \rho_t$	<i>regime di transizione</i> , in cui le densità di portatori liberi e intrappolati sono paragonabili.
$\rho_f \gg \rho_t$	<i>regime soprasoglia</i> , meno dipendente dalla DOS, poiché la maggior parte degli stati di trappola sono già riempiti. In questo regime la conduttanza del canale aumenta linearmente con la VGS.

Tabella 4

Allo scopo di analizzare quantitativamente il funzionamento del TFT di silicio policristallino è necessario derivare quelle che si possono definire le equazioni fondamentali che governano la fisica del dispositivo.

### 2.3.1 Il campo elettrico all'interfaccia

Schematizzando un TFT come una struttura unidimensionale (in cui tutte le variabili dipendono da una sola coordinata) è possibile ricavare le proprietà elettriche partendo dall'equazione di Poisson unidimensionale [40]:

$$\frac{d^2\Psi(x)}{dx^2} = -\frac{\rho(x)}{\epsilon_s} \quad (2.2)$$

Dove  $\epsilon_s$  è la permeabilità elettrica del semiconduttore e  $\rho(x)$  è la densità di carica su  $x$  che dipende dalla concentrazione di elettroni e lacune.

Si consideri il caso di un TFT a canale n: essendo il livello di Fermi nella metà superiore della gap è possibile ricavare analiticamente la densità di carica totale trascurando i contributi deep e bandtail dei donatori. La  $\rho$  complessiva risulterà così somma di due contributi [42]:

$$\rho_t(\Psi) = -q \int_{E_V}^{E_C} D_t(E)(f - f_0)dE \quad (2.3)$$

$$\rho_t(\Psi) = -q \int_{E_C}^{\infty} D_f(E)(f - f_0)dE$$

con  $E_V$  ed  $E_C$  rispettivamente il minimo della banda di conduzione e il massimo della banda di valenza,  $q$  carica elementare,  $D_t(E)$  densità degli stati di trappola in prossimità della banda di conduzione,  $D_f(E)$  densità degli stati in banda di conduzione, e  $f$  distribuzione di Fermi-Dirac ed  $f_0 = f(\Psi = 0)$ . Risolvendo analiticamente l'equazione di Poisson è possibile ricavare la formula del campo elettrico in superficie:

$$F_s^2 = \frac{2q}{\epsilon_s} \int_{E_V}^{E_C} D_t(E)H(\Psi, E, E_F)dE + \frac{4qN_C}{(kT)^{\frac{3}{2}}\pi^{\frac{1}{2}}\epsilon_s} \int_{E_V}^{\infty} (E - E_C)^{\frac{1}{2}}H(\Psi, E, E_F)dE \quad (2.4)$$

$$\text{Con: } H(\Psi, E, E_F)dE = \frac{kT}{q} \left\{ f_0 \left[ \exp\left(\frac{q\Psi_s}{kT_G}\right) + \exp\left(\frac{E-E_C}{kT_G}\right) \right] \right\} - \Psi_s f_0$$

dove  $KT_G$  è l'energia caratteristica della *Local Density Of States (LDOS)*<sup>5</sup> e  $\Psi_s$  il potenziale di interfaccia. L'equazione 2.4 rappresenta l'espressione del campo elettrico all'interfaccia ossido/semiconduttore e si risolve con metodi numerici.

### 2.3.2 Conduttanza di canale

Nota l'espressione del campo elettrico all'interfaccia, è possibile definire la conduttanza del canale, adottando l'approssimazione di canale uniforme  $V_{DS} \ll V_{GS}$

$$G = G_0 + \frac{G_0}{t_{Si}} \int_0^{t_{Si}} \left[ e^{\left(\frac{q\Psi(x)}{kT}\right)} - 1 \right] dx \quad 2.5$$

Dove:  $G_0 = \frac{Wq\mu_n n_0 t_{Si}}{L}$  è la conduttanza del canale in condizioni di bande piatte, con  $n_0$  numero di elettroni in banda di conduzione,  $\mu_n$  mobilità ad effetto campo degli elettroni,

<sup>5</sup> LDOS is a physical quantity that describes the density of states, but space-resolved. In materials science, this term is useful when interpreting the data from an STM, since this method is capable of imaging electron densities of states with atomic resolution. According to crystal's structure, this quantity can be predicted by computational methods, as for example with density functional theory.

$t_{Si}$  spessore dello strato attivo - nel nostro caso si tratta di Silicio Policristallino -,  $W$  larghezza del canale,  $L$  lunghezza del canale.

Avendo ricavato le 2.4 e 2.5, si può analizzare il comportamento del TFT nei vari regimi operativi. Quindi l'espressione analitica della conduttanza di canale  $G$  può essere ricavata sia nel regime di sottosoglia sia in quello di soprasoglia partendo da questa relazione [43].

### 2.3.3 Regime di sottosoglia

Per valori di  $V_{DS}$  tali che  $\rho_t \gg \rho_f$ , ovvero che la densità di carica localizzata è molto maggiore della carica libera ha senso trascurare l'effetto di quest'ultima. Differenziando l'equazione 2.5, si ha quindi che:

$$\frac{dG}{d\Psi_s} = - \frac{G_0 e^{\frac{q\Psi(x)}{kT} - 1}}{t_{Si} \frac{\delta\Psi}{\delta x} |_{x=0}} \quad 2.6$$

La relazione  $V_{GS} - V_{FB} = V_{Ox} + \Psi_s$ , con  $V_{Ox}$  tensione che cade ai capi dell'ossido e  $V_{FB}$  tensione di bande piatte, può essere scritta come:

$$V_{GS} - V_{FB} = t_{Ox} \frac{\varepsilon_s}{\varepsilon_{Ox}} \frac{\delta\Psi}{\delta x} |_{x=0} + \Psi_s \quad 2.7$$

In cui  $t_{Ox}$  è lo spessore dell'ossido di gate.

A questo punto la relazione  $G-V_{GS}$  si ottiene una volta nota la densità degli stati di trappola  $N_{TA}$ . Nel caso di alti valori del potenziale di superficie  $\Psi_s$ , si può ottenere per l'espressione analitica per la derivata di  $G$  rispetto a  $V_{GS}$ :

$$\frac{dG}{dV_{GS}} = - \frac{G_0 \varepsilon_{Ox}}{q N_T t_{Si} t_{Ox}} \left( \frac{V_{GS} - V_{FB}}{V_{Ox}} \right)^{\left( \frac{2T_G}{T-2} \right)} \quad 2.8$$

Con  $V_{Ox} = \frac{\varepsilon_s t_{Ox} F}{\varepsilon_{Ox}}$ . Integrando con la 2.8 si arriva ad ottenere:

$$G = G_0 + K_0(V_G - V_{FB})^{\frac{2T_G}{T-1}}$$

Con:

$$K_0 = q\mu_n N_c \left[ \frac{T}{(2T_G - T)} \right] \left( \frac{2\varepsilon_s}{N_G q^2} \right)^{\frac{1}{2}} \left[ \frac{\varepsilon_{ox}^2}{2\varepsilon_s d N_G (kT_G)^2} \right]^{\left( \frac{T_G}{T} - \frac{1}{2} \right)}$$

Come è possibile osservare,  $kT_G$  (l'energia caratteristica della LDOS) e  $N_G$  (concentrazione di trappole per unità di volume per  $E = E_c$ ) giocano un ruolo fondamentale in tale espressione a testimonianza della forte influenza in questa regione di funzionamento del dispositivo.

### 2.3.4 Regime di soprasoglia

In questo caso, per determinare il modello per la conduttanza in funzione della tensione di gate a bassi valori della  $V_{DS}$ , ovvero  $V_{DS} \ll V_{GS}$ , si procede esattamente come il caso precedente. L'unica differenza è che in questo caso non si può trascurare il termine della carica libera, dato che essa diventa predominante ( $\rho_t \ll \rho_f$ ). La forma analitica di  $G$  in funzione di  $V_G$  è data da:

$$G = \mu_n \left( \frac{\varepsilon_{ox}}{d} \right) (V_{GS} - V_{FB} - V_T)$$

Dove:

$$V_T = \frac{d}{\varepsilon_{ox}} \left( \frac{N_c q}{kT_G N_G} \right)^{\frac{T}{2(T-T_G)}} \left[ \frac{2\varepsilon_{ox} N_G}{q} (kT_G)^2 \left( 1 + \frac{T}{T_G} \right) \right]^{\frac{1}{2}}$$

è la tensione di soglia ricavata imponendo la condizione di uguale densità di carica all'interfaccia ossido-semiconduttore,  $\rho_t(\Psi_s) = \rho_f(\Psi_s)$  [44]. L'andamento teorico della caratteristica  $I_{DS} - V_{DS}$ , in regime di soprasoglia, si ottiene integrando la conduttanza  $G(V_G)$  tra 0 e  $V_{DS}$ ,



$$I_D = \frac{W}{L} \int_0^{V_{DS}} G(V_G) dV$$

Per  $V_{DS} < V_G - V_T$  si ha:

$$I_D = \frac{W \mu_n \epsilon_{ox}}{2Ld} [2(V_G - V_T)V_{DS}]$$

Dove  $W$ ,  $L$  e  $d$  sono rispettivamente larghezza del canale, lunghezza del canale e spessore dell'ossido.

La relazione della corrente  $I_D$  è formalmente identica a quella dei MOSFET cristallini, anche se concettualmente i due casi presentano alcune sostanziali differenze. In questa espressione, infatti, i parametri  $\mu_n$  e  $V_T$  sono fortemente influenzati dalla LDOS, al contrario di quanto avviene nei dispositivi cristallini. In Figura 8 vengono mostrati gli andamenti della tensione di soglia  $V_T$  e della mobilità ad effetto campo  $\mu_n = \mu_{fe}$  in funzione dei parametri caratteristici della densità degli stati di trappola  $N_G$  e  $T_G$ .

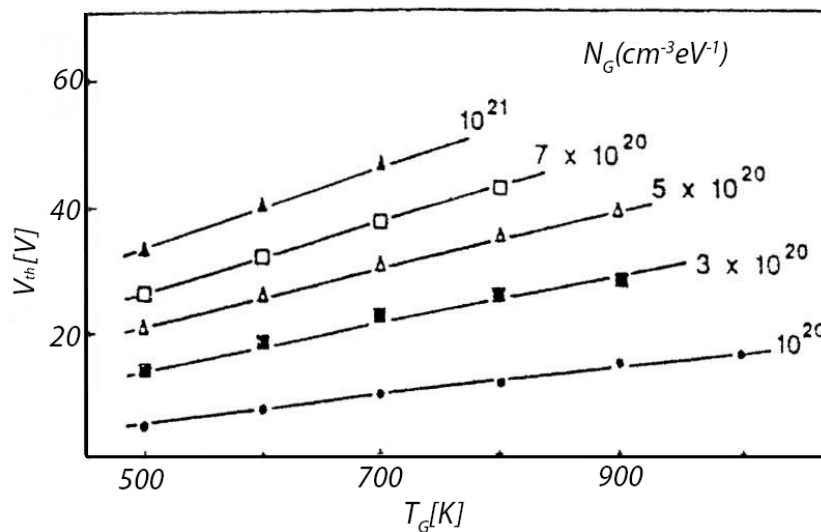


Figura 8. Tensione di soglia in funzione di  $T_G$  per differenti valori di  $N_G$  [44]

I TFT in polisilicio vengono generalmente impiegati in circuiti con tensioni di drain  $V_D$  abbastanza elevate, facendo quindi operare i dispositivi in presenza di alti campi elettrici. In questi casi l'energia cinetica degli elettroni può dare origine a diversi fenomeni:

- L'effetto "kink" [45];
- l'effetto transistor bipolare parassita (PBT) [46];
- l'effetto degli "hot carriers" [47,48];
- l'effetto di self-heating (specifico della tecnologia su plastica)[ 49];
- fenomeni di perdita nella regione di spegnimento (off) del transistor [50]

Per completezza e per fornire il supporto necessario per interpretare alcuni grafici presenti nel proseguo del lavoro saranno brevemente illustrati di seguito l'effetto *Kink* e l'effetto transistor bipolare parassita.

### 2.3.5 L'effetto "Kink"

Nei TFT in silicio policristallino si osserva un aumento della  $I_D$  per alte  $V_{DS}$ . Il fenomeno viene chiamato "*kink effect*" [45], in analogia con il termine utilizzato per descrivere un fenomeno simile nei dispositivi SOI (*Silicon On Insulator*) [46]. In Figura 9 vengono mostrate le tipiche caratteristiche di uscita per TFT convenzionali dove questo problema risulta ben visibile

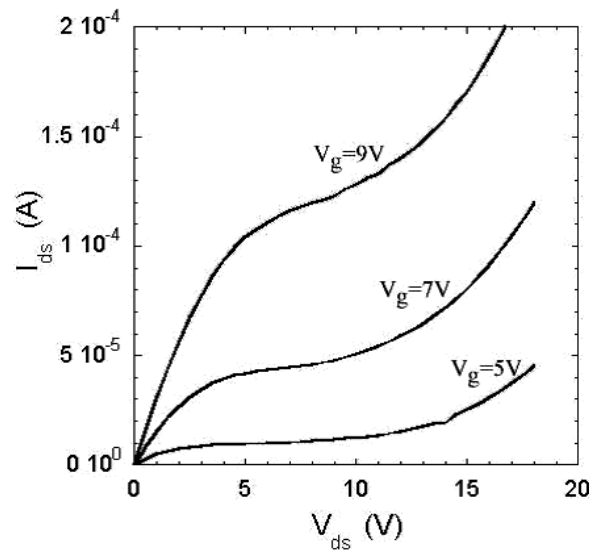


Figura 9. Caratteristiche di uscita di un TFT in cui è evidente l'effetto kink [45]

La spiegazione di questo effetto può essere data considerando che per alte  $V_{DS}$  i fenomeni di generazione di coppie elettrone-lacuna per ionizzazione da impatto diventano importanti. I portatori acquistano energia dai campi elettrici e la dissipano attraverso svariati meccanismi di *scattering*; uno di questi è la produzione di coppie elettrone-lacuna per ionizzazione da impatto. Un portatore, molto energetico, per esempio un elettrone in banda di conduzione accelerato da un campo elettrico molto intenso, viene ad interagire con un elettrone in banda di valenza, fornendogli energia sufficiente perché passi in banda di conduzione. L'elettrone molto energetico produce una coppia elettrone-lacuna addizionale. Ovviamente è possibile anche il processo analogo che vede protagonista una lacuna. Caratteristiche di uscita di questo tipo, oltre a concretizzare il rischio di una rottura prematura del dispositivo, rendono i TFT inutilizzabili in quei circuiti in cui la saturazione della corrente o il range di funzionamento dinamico (Es. specchi di corrente, amplificatori) sono un fattore indispensabile. Il processo è governato dalla formula:

$$G_{imp} = \alpha_n n v_n + \alpha_p p v_p$$

Con  $n/p$  concentrazione di elettroni/lacune,  $V_{n,p}$  velocità di deriva di elettroni/lacune e  $\alpha_{n,p}$  tasso di generazione, la cui forma analitica è data dall'espressione di Chynoweth [51]:

$$\alpha(E) = a \exp\left(-\frac{F_{crit}}{F}\right)$$

dove  $a$  è una costante,  $F$  il campo elettrico parallelo alla corrente e  $F_{crit}$  il campo critico oltre il quale inizia la generazione da impatto.

### 2.3.6 L'effetto transistor bipolare parassita

In seguito alla ionizzazione da impatto, mentre gli elettroni fluiscono verso il drain (elettrodo positivo) incrementando la corrente di uscita, le lacune si portano verso il source (elettrodo negativo) attraverso il retro canale. Lungo questo cammino alcune lacune si ricombinano con gli elettroni o vengono catturate dagli stati di trappola, in base ai parametri geometrici del canale, alla sezione d'urto e numero delle trappole. Se il canale è abbastanza lungo e la sezione d'urto di cattura sufficientemente grande, tutte le lacune generate si ricombinano con gli elettroni prima di raggiungere il source. Se questo non succede, solo una parte delle lacune generate si ricombina mentre la maggior parte di queste si accumula all'interfaccia source-canale. L'accumulo di lacune provoca un abbassamento della barriera di potenziale tra source (drogato  $n+$ ) e il canale (intrinseco), tale da polarizzare la giunzione sempre più in diretta (Figura 10). Si ha di conseguenza un notevole aumento del flusso di elettroni, che raggiunge il drain. Questo effetto viene detto "Effetto transistor bipolare" [46] (Figura 11)

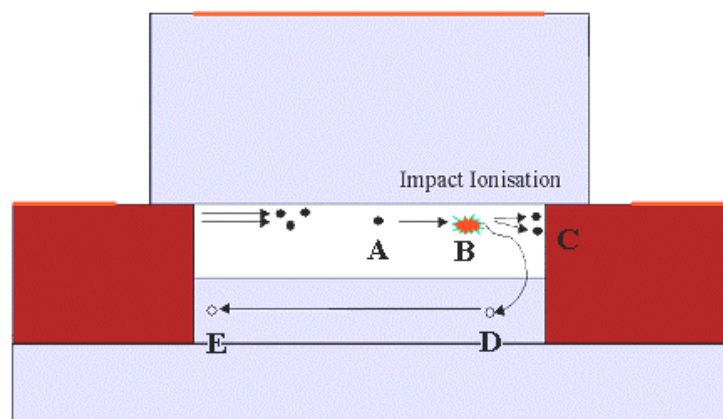


Figura 10. Schematizzazione dell'effetto PBT conseguente alla ionizzazione da impatto: gli elettroni vengono catturati dall'elettrodo di drain mentre le lacune, tramite retrocanale, migrano verso il source

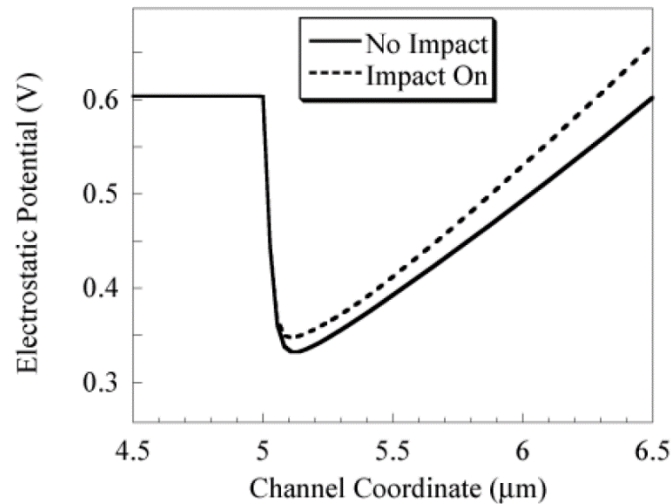


Figura 11. Diminuzione della barriera di potenziale presente tra source e canale dovuto all'accumulo di lacune all'interfaccia source-canale [46]

L'aumento della conduttanza di uscita dovuto al *kink* nei TFT convenzionali polarizzati ad alti  $V_{DS}$  pone rilevanti problemi nella realizzazione di circuiti con dispositivi in silicio policristallino: infatti, in regime di *kink*, la potenza dissipata dal dispositivo aumenta sensibilmente. Oltre a ciò, il guadagno massimo ottenibile diminuisce, così come il rapporto di reiezione di modo comune (CMRR).

#### RIFERIMENTI CAPITOLO 2:

- [15] Computer History - 1960 - Metal Oxide Semiconductor (MOS) Transistor Demonstrated, [online] available: computerhistory.org. [Accessed] 4/12/2010.
- [16] Brody TP (1984) The thin film transistor—a late flowering bloom. IEEE Trans Electron DevED-31(11):1614–1628
- [17] Brody TP (1996) The birth and early childhood of active matrix—a personal memoir. J SID4(3):113–127
- [18] Spear WE, Le Comber PG (1972) Investigation of the localised state distribution in amorphous Si films. J Non-Cryst Solids 8 10:727–738
- [19] Spear WE, Le Comber PG (1975) Substitutional doping of amorphous silicon. Solid State Commun 17(9):1193–1196.
- [20] Dara Feili, Martin Schuetler et al, “Flexible organic field effect transistors for biomedical microimplants using polyimide and parylene C as substrate and insulator layers”, Journal of Micromechanics and Microengineering, vol. 16 Num. 8.
- [21] P. Gruber et al., Deployable structures for a human lunar base, Acta Astronautica 61 (2007) 484–495.
- [22] E. J. Brandon et al., Structural health management technologies for inflatable/ deployable structures: Integrating sensing and self-healing, Acta Astronautica 68 (2011) 883–903.
- [23] R.E. Freeland et al., Inflatable deployable space structures technology summary, Proceedings 49th IAC, Melbourne Australia (1998).
- [24] G Fortunato, L Maiolo, A Pecora, F Maita, A Minotti, D Ricci, G Metta, “Flexible tactile sensors based on polysilicon TFT technology for robotics application”, IMID DIGEST 2012.

- [25] F. Maita, L. Maiolo, A. Minotti, A. Pecora, D. Ricci, G. Metta, G. Scandurra, G. Giusi, C. Ciofi and G. Fortunato “Ultra-flexible Tactile Piezoelectric Sensor Based On Low-temperature Polycrystalline Silicon Thin Film Transistor Technology”, *Sensors Journal*, IEEE . Vol:PP Issue:99,2015.
- [26] W. Christiaens, E. Bosman, J. Vanfleteren, Multiple chip integration for flatflexible electronics, in: 2nd IEEE International Interdisciplinary Conference on Portable-Polytronic, 2008.
- [27] A. Dodabalapur, Organic and polymer transistors for electronics, *Materials Today* 9 (April (4)) (2006) 24–30.
- [28] M. Berggren, D. Nilsson, N.D. Robinson, Organic materials for printed electronics, *Nature Materials* 6 (2007).
- [29] A. Pecora, L. Maiolo, M. Cuscunà, D. Simeone, A. Minotti, L. Mariucci, G. Fortunato, Low-temperature polysilicon thin film transistors on polyimide substrates for electronics on plastic, *Solid State Electronics* 52 (2008) 348–352.
- [30] W.S. Wong, A. Salleo, *Flexible Electronics: Materials and Applications*, Springer, New York, 2009.
- [31] Wafer Bonding, Thinning, Thin Wafer Handling [online] available: [https://www.izm.fraunhofer.de/en/abteilungen/high\\_density\\_interconnectwaferlevelpackaging/process\\_technologies/bonding\\_thinning.html](https://www.izm.fraunhofer.de/en/abteilungen/high_density_interconnectwaferlevelpackaging/process_technologies/bonding_thinning.html) [accessed] 10/05/2017.
- [32] Hagen Klauk<sup>1</sup>, Marcus Halik, et al., “High-mobility polymer gate dielectric pentacene thin film transistors”, *Journal of Applied Physics*, Vol. 92, Iss. 9, 2002.
- [33] F. De Angelis, S. Cipolloni, L. Mariucci and G. Fortunato, “High-field-effect-mobility pentacene thin-film transistors with polymethylmetacrylate buffer layer”, *Applied Physics Letters* Vol. 86, Issue 20, 2005.
- [34] A. Pecora, L. Maiolo, M. Cuscunà, D. Simeone, A. Minotti, L. Mariucci, G. Fortunato, Low-temperature polysilicon thin film transistors on polyimide substrates for electronics on plastic, *Solid State Electronics* 52 (2008) 348–352.
- [35] I. French, D. McCulloch, I. Boerfijn, N. Kooyman, “Thin plastic electrophoretic displays fabricated by a novel process”, *SID 2005 Boston Conf. Proc.*, 36 p.1634, 2005.
- [36] S. Inoue, S. Utsunomiya, T. Saeki and T. Shimoda, “Surface-Free Technology by Laser Annealing (SUFTLA) and Its Application to Poly-Si TFT-LCDs on Plastic Film With Integrated Drivers”, *IEEE Trans. on El. Dev.*, vol.24-8, 2002.
- [37] G. Fortunato, A. Pecora, L. Maiolo, Polysilicon thin-film transistors on polymer substrates, *Materials Science in Semiconductor Processing* (2012), <http://dx.doi.org/10.1016/j.mssp.2012.05.012>.
- [38] E. Fortunato, P. Barquinha, and R. Martins, “Oxide Semiconductor Thin-Film Transistors: A Review of Recent Advances”, *Advanced Materials*, 10 May 2012.
- [39] Kenji Nomura, Hiromichi Ohta, Akihiro Takagi, Toshio Kamiya, Masahiro Hirano & Hideo Hosono “Room-temperature fabrication of transparent flexible thin-film transistors using amorphous oxide semiconductors”, *NATURE*, Vol 432, 25 November 2004.
- [40] G. Fortunato and L. Mariucci, This film transistor, *Capitolo su The Encyclopedia of Electrical and Electronics Engineering*, Editor John Webster (John Wiley & Sons, 1999).
- [41] G. Fortunato, D.B. Meakin, P. Migliorato, and P.G. Le Comber, “Field effect analysis for the determination of gap-state density and fermi level temperature dependence in polycrystalline silicon”, *Philosophical Magazine B*, vol. 57, no. 5, pp. 573-586, 1988.
- [42] G. Fortunato and P. Migliorato, *Appl. Phys. Lett.*, vol. 49, p. 1025, (1986)
- [43] M. Cuscunà, “Realizzazione e analisi di transistor a film sottile con architettura a doppio canale”, tesi di laurea, aa.2000/2001.
- [44] G. Fortunato and P. Migliorato, *Appl. Phys. Lett.*, vol. 68, p. 2463, (1990).
- [45] G. Fortunato, D.Saias, A. Pecora, R. Carluccio, L. Mariucci, and F. Massussi, *AM-LCD '98*
- [46] J.J.Y. Choi and G. Fossum, *IEEE Transactions on electron device*, vol 38, p. 1384 (1991)
- [47] L. Mairiucci, G. Fortunato, R. Carluccio, A. Pecora, S. Giovannini, F. Massussi, L. Colalongo, and M. Valdinoci, *J. Appl. Phys.*, vol.84, p. 2341 (1998).
- [48] S.K. Lai, *J. Appl. Phys.*, vol. 54, p.2240 (1983)
- [49] G. Fortunato, M. Cuscunà, P. Gaucci, L. Maiolo, L. Mariucci, A. Pecora and A. Valletta, “Selfheating effects in p-channel polysilicon TFTs fabricated on different substrates”, *J. Korean Phys. Soc.*
- [50] L. Colalongo, M. Valdinoci, G. Baccarani, P. Migliorato, G. Taillarda, and C. Reita, *Solid State Electronics* (1997) 627.
- [51] A. G. Chynoweth, “Ionization rates for electrons and holes in silicon”, *Phys. Rev.*, vol. 109, no. 5, pp. 1537-1540, Mar. 1958.

## **Capitolo 3 Tecniche di micro-fabbricazione per la realizzazione di dispositivi a film sottile**

In questo capitolo viene presentata una panoramica delle tecnologie che permettono la realizzazione di dispositivi microelettronici, soffermandosi con più attenzione su quelle che sono state utilizzate per la realizzazione di dispositivi TFT su PI, tra cui: tecniche di deposizione per i diversi materiali (metalli, semiconduttori, dielettrici), modalità di definizione di un pattern specifico su di essi e tecniche per la loro rimozione più o meno selettiva. Infine, sarà illustrato in dettaglio il processo fabbricativo impiegato per la realizzazione di dispositivi su plastica. Le apparecchiature descritte di seguito sono collocate presso la camera pulita dell'Istituto per la Microelettronica e i Microsistemi (IMM) del CNR di Roma

### **3.1 Tecniche di deposizione di film sottili**

Le tecniche di deposizione da fase vapore sono state raffinate e maturate grazie al gran successo degli ultimi dieci anni della tecnologia a film sottile. Le tecniche di deposizione in vuoto di film sottile possono essere suddivisi in due categorie principali, dette PVD (Physical Vapor Deposition), e CVD (Chemical Vapor Deposition).

Nelle tecniche PVD i vapori che condensando realizzano il film, sono ottenuti con mezzi fisici di vaporizzazione, mentre nelle tecniche CVD i vapori sono ottenuti mediante dissociazione di opportune specie gassose. Sostanzialmente, la differenza tra le due tecniche è costituita dal tipo di precursore, rispettivamente solido e gassoso, che consente la formazione del film.

La forte dipendenza tra i parametri dei processi (come temperatura, pressione di deposizione, concentrazione dei gas, geometria della camera di deposizione, etc.) e le proprietà meccaniche ed elettriche dei rivestimenti prodotti, ha portato alla diversificazione degli apparati di deposizione con relativi sforzi nella ricerca per migliorare le condizioni di deposizione e la qualità dei film realizzati.

### 3.1.1 Tecniche di deposizione fisica da fase vapore (PVD)

Con tecniche PVD è possibile realizzare film sottili con differenti tipi di materiali per applicazioni microelettroniche (contatti ohmici, resistori e conduttori, contatti a barriera Schottky, etc.).

Le principali tra queste tecniche sono [52, 53]:

- Evaporazione termica – dove l'effetto Joule ricopre un ruolo essenziale
- Evaporazione a fascio elettronico – un fascio di elettroni incide sul materiale, perdendo la sua energia riscalda localmente il materiale da evaporare.
- Sputtering – Il materiale da depositare viene eroso da un plasma alimentato a corrente continua o a radiofrequenza;
- Evaporazione ad arco – l'evaporazione viene prodotta da una scarica elettrica diretta sul materiale.
- Pulsed laser deposition – un laser ad alta potenza vaporizza il materiale.

Il principio che accomuna queste tecniche è la trasformazione di fase (da solido a vapore) del materiale che si vuole deporre sotto forma di film sottile.

Di seguito sono introdotte brevemente solamente le tecnologie a cui è stato possibile accedere durante il periodo di ricerca tramite la collaborazione con l'IMM-CNR di Roma Tor Vergata.

#### 3.1.1.1 *Evaporazione termica*

L'evaporazione termica in vuoto è una tecnica utilizzata per la deposizione di film sottili di diversi materiali tra i quali ossidi e metalli. La sostanza da evaporare (detta carica di evaporazione) è posta in un crogiolo di metallo opportunamente sagomato, solitamente ad alta temperatura di fusione (tungsteno, molibdeno o tantalio). Il crogiolo è racchiuso in una camera di deposizione in cui, tramite un sistema di pompaggio viene generato un alto vuoto. La geometria delle camere ed il sistema di pompaggio vengono progettati accuratamente per poter raggiungere alti vuoti (Figura 12). Il crogiolo, riscaldato per effetto Joule a seguito del passaggio di un'elevata corrente elettrica (centinaia di Ampère), trasmette il calore necessario all'evaporazione. Gli atomi, evaporati dalla sorgente, si diffondono nella camera di deposizione e condensano andando a contatto con la superficie del substrato. Generalmente la camera di deposizione è progettata, inoltre, per poter scaldare il substrato,



in modo tale che si possa scegliere la temperatura del substrato durante il processo di condensazione degli atomi, cambiando così un parametro della condensazione. Alcune soluzioni, utilizzabili per avere buona uniformità nella stesura del film, prevedono la rotazione dei substrati e/o la loro disposizione su un porta-substrati emisferico, opportunamente collocato rispetto alla sorgente. La purezza del film depositato dipende da tre fattori: purezza della carica di evaporazione, contaminazioni indotte dal crogiolo e presenza di gas residui nella camera di deposizione.



Figura 12. Evaporatore/sputtering e cabinet di controllo (CNR-IMM Tor Vergata);

### 3.1.1.1 *Evaporazione da cannone elettronico (e-Beam evaporation)*

Nell'evaporazione da cannone elettronico (*e-beam evaporation*) un fascio di elettroni viene prodotto da un filamento incandescente di tungsteno per effetto termoionico [54]. Le componenti essenziali di una sorgente a cannone elettronico sono: il filamento emettitore di elettroni; il crogiolo ed il magnete di deflessione per il controllo della traiettoria del fascio elettronico.

Il filamento funge da catodo ed è connesso al terminale negativo di un generatore di tensione, mentre l'anodo è costituito dal crogiolo dove si trova il materiale da depositare. I

crogioli sono realizzati in rame e vengono raffreddati con acqua per proteggerli dalle alte temperature e per evitare la contaminazione del materiale da evaporare. Gli elettroni del fascio, attraverso gli urti con gli atomi del bersaglio, trasferiscono la loro energia cinetica sotto forma di energia termica. In base all'energia del fascio si possono raggiungere temperature di 3500°C, quindi è possibile evaporare elementi puri, composti, leghe, materiali a bassa tensione di vapore (tungsteno, molibdeno, carbone), buoni conduttori termici, come rame ed alluminio, e leghe anche con grandi differenze tra la tensione di vapore dei componenti.

Per impedire che il materiale evaporato si depositi sul cannone elettronico, il filamento è di solito disposto al di sotto del crogiolo ed il fascio emanato viene curvato sul target (solitamente di 180° o di 270°) attraverso un campo magnetico generato da un magnete (Figura 13). Il sistema può essere reso, in alcuni casi, molto versatile per la possibilità di montare sorgenti a più crogioli con diverse capacità, muovendoli mediante passanti di moto rotativo o lineare. A seconda che si metta solo uno dei crogioli sotto il fascio di elettroni, oppure si faccia deflettere il fascio su uno o l'altro crogiolo, è possibile depositare sequenzialmente o contemporaneamente più materiali.

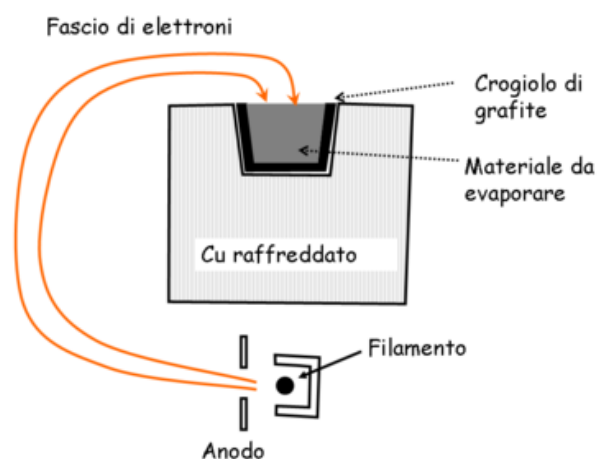


Figura 13. a) Principio di deflessione del fascio elettronico attraverso l'applicazione di un campo magnetico [52].

### 3.1.1.2 Sputtering

Nella tecnica dello sputtering il materiale da depositare (target) viene bombardato con particelle energetiche (ioni) che causano il distacco di atomi o molecole, che poi vanno a depositarsi sulle superfici dei substrati. Le particelle rimosse dal target arrivano sul substrato con energie molto maggiori di quelle evaporate con i metodi in precedenza descritti e questa caratteristica, in genere, influisce favorevolmente sulla qualità dello strato depositato. Lo schema di base di un sistema di sputtering (Figura 13) è composto da una camera di deposizione in cui è praticato un alto vuoto ( $10^{-6}$ - $10^{-7}$  mbar) mediante una pompa turbo molecolare, da due elettrodi disposti orizzontalmente, generalmente a forma di disco, affacciati a qualche centimetro di distanza tra loro, dei quali uno è costituito dal materiale che si vuole depositare, il target, e l'altro è il porta substrati, l'anodo. Le diverse varianti del sistema differiscono per il modo con cui si fornisce energia alle particelle proiettile: accelerando ioni con un campo elettrico in continua si ha la versione base detta sputtering DC; impiegando un campo rapidamente variabile nel tempo si ha lo sputtering a radiofrequenza (RF); modificando infine la traiettoria delle particelle cariche con un magnete si ha il magnetron (DC o RF).

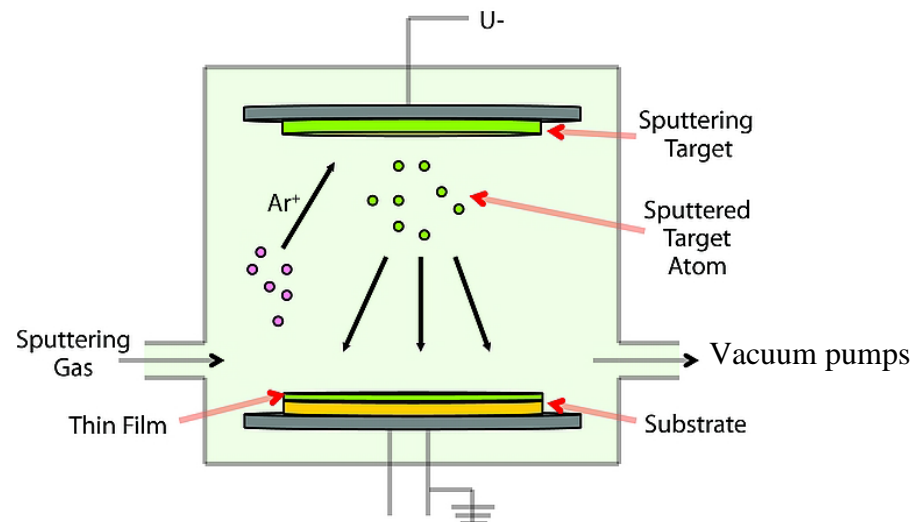


Figura 14. Schema di base di un processo di deposizione tramite sputtering [55]

I vantaggi di questa tecnica rispetto all'evaporazione sono principalmente: migliore aderenza dello strato depositato al substrato, miglior controllo dello spessore, migliore sfruttamento del materiale di partenza, grande versatilità nella scelta dei materiali e dei substrati, film depositati con la stessa composizione chimica del target.

### 3.1.1.3 Deposizione chimica da fase vapore assistita da plasma in condizione di risonanza elettronica di ciclotrone.

La tecnica *electron cyclotron resonance plasma-enhanced chemical vapor deposition* (ECR-PECVD) produce film dielettrici con buone proprietà meccaniche ed elettriche. Con questo arrangiamento, l'eccitazione a microonde dell'ECR crea un plasma ad alta densità e relativa bassa energia e pressione per prestazioni di deposizione più elevate [56-58]. In Figura 14 è illustrato lo schema del reattore ECR-PECVD.

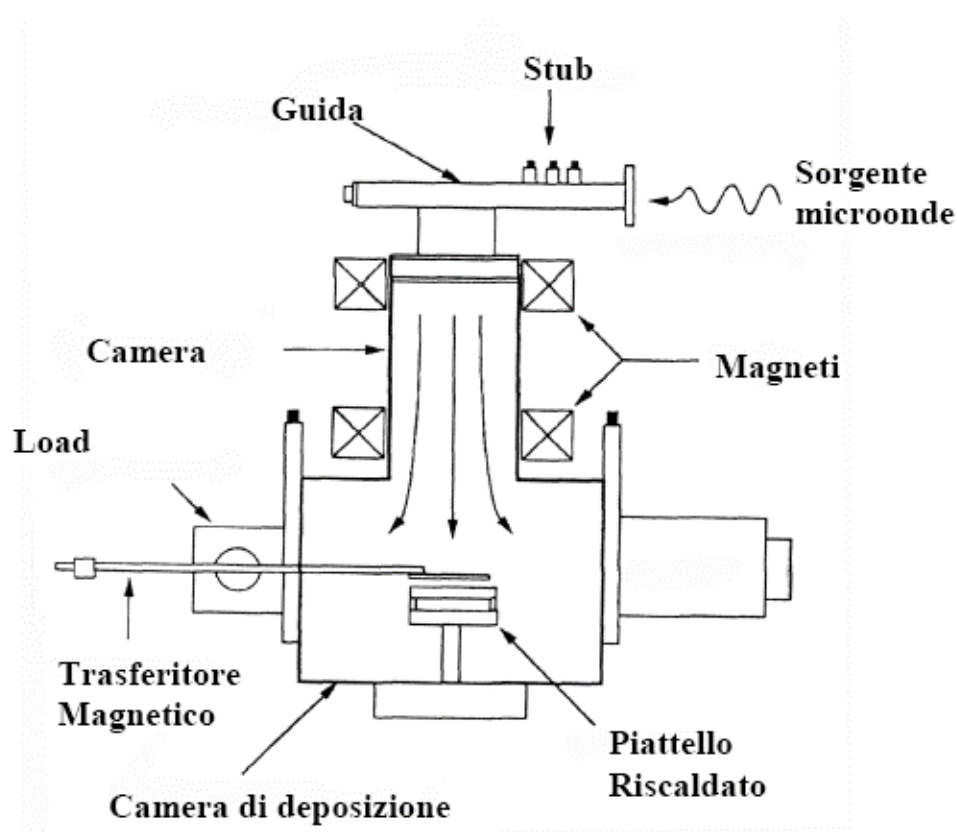


Figura 15. Schema strutturale di una camera di deposizione ECR

Come si può osservare dalla Figura 15, il substrato su cui si ha la crescita del film è disaccoppiato dal plasma, ossia, le reazioni chimiche che formano i precursori di crescita, avvengono nella camera di deposizione che è separata da quella in cui si ha l'innescò del plasma (camera ECR). La deposizione, avviene inviando all'interno della camera di deposizione opportune miscele di gas che subiscono la dissociazione per mezzo di un'eccitazione elettrica a microonde. Il processo è condotto a bassa pressione, a bassa temperatura ed in ambiente di ultra alto vuoto, per ridurre al minimo la presenza di elementi contaminanti quali carbonio ed ossigeno. Per fare in modo che le specie reattive, generate nel plasma, si combinino sulla superficie del substrato per formare il film desiderato bisogna impostare una serie di condizione di deposizione quali temperatura, pressione dei gas, potenza delle microonde ed intensità del campo magnetico.

La bassa temperatura di deposizione, requisito indispensabile per rendere il processo compatibile con l'utilizzo di una vasta gamma di materiali, è resa possibile sia grazie all'efficienza della sorgente ECR sia grazie alla possibilità di dissociare indipendentemente i gas reagenti; il sistema consente di inserire i gas con maggiore energia di dissociazione ed eccitazione direttamente nella testa ECR dove ha luogo il plasma, mentre quelli con minore energia di dissociazione e di eccitazione (maggiormente reattivi) direttamente nella camera di deposizione. In questa tecnica, poiché il plasma generato da una sorgente ECR è dotato di un'elevata densità ionica e di una moderata energia degli ioni, non si creano difetti microscopici alla superficie del substrato a seguito di un'eccessivo bombardamento ionico. Per una tipica sorgente ECR si ha, infatti, un flusso di ioni circa 10 volte più grande rispetto a quello prodotto da un plasma generato da una sorgente a radio-frequenza di ordine pari a  $1 \text{ mA/cm}^2$  mentre l'energia degli ioni è  $10 \div 50 \text{ eV}$  [59]. Nel reattore di deposizione il plasma a microonde è generato nella zona di sorgente (camera ECR), utilizzando l'effetto di risonanza di ciclotrone degli elettroni. Esternamente alla camera ECR sono posizionati elettromagneti che producono un campo magnetico statico all'interno della camera stessa. Gli elettroni liberi del plasma muovendosi nel campo magnetico subiscono l'azione della forza di Lorentz, esprimibile come:

$$F = evB\sin(\alpha)$$

dove  $\alpha$  è l'angolo formato dalla traiettoria dell'elettrone con le linee di induzione magnetica  $B$ ,  $e$  è la carica dell'elettrone,  $v$  la velocità dell'elettrone. Sotto questa condizione possono verificarsi i seguenti casi:

- velocità degli elettroni inizialmente parallela alle linee del campo magnetico: l'elettrone non subisce alcuna azione di forza ( $a = 0$ );
- velocità degli elettroni inizialmente ortogonale alle linee del campo magnetico: l'elettrone verrà a descrivere una traiettoria circolare contenuta nel piano ortogonale alle linee di campo;
- velocità degli elettroni inizialmente obliqua rispetto alle linee di campo magnetico: l'elettrone andrà a percorrere una traiettoria elicoidale a causa della componente di velocità parallela alle linee di campo che si aggiunge alla velocità del moto rotatorio impresso dalla forza elettromagnetica. L'equazione del raggio può anche essere espressa in termini dell'energia cinetica degli elettroni KE:

$$r = \frac{2meKE}{eB}$$

Da questa relazione si comprende che gli ioni, con più alta energia e con massa maggiore rispetto agli elettroni, compiono orbite più ampie e non hanno effetto, in termini di collisioni, sulle molecole del gas da dissociare.

La frequenza di rotazione degli elettroni, anche detta frequenza di ciclotrone, è:

$$\omega = eB / me$$

Se tale frequenza è uguale a quella delle microonde si ha risonanza, cioè gli elettroni, poiché le linee di forza del campo elettrico delle microonde e le linee di forza del campo magnetico statico sono perpendicolari tra loro, vengono accelerati e vanno a percorrere una traiettoria a spirale (Figura 16) crescente fino a quando non collidono con una molecola del gas reagente presente nella camera; dalla collisione si generano specie eccitate neutre,

radicali liberi, ioni ed elettroni che a loro volta danno luogo ad ulteriori collisioni, consentendo un'efficace dissociazione dei gas di processo.

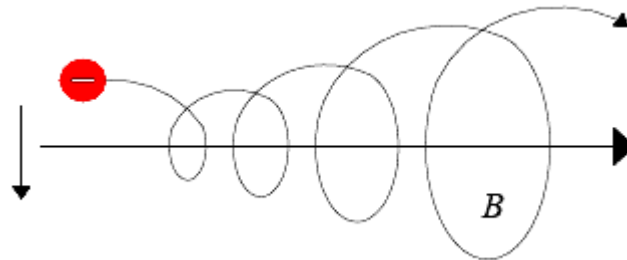


Figura 16. Traiettoria degli elettroni in risonanza di ciclotrone.

Un elevato grado di decomposizione dei gas e l'elevata concentrazione di specie eccitate e radicali nel plasma generato da sorgenti ECR, comportano un'alta velocità di crescita ed un miglior controllo sulla stechiometria del film che cresce; quindi i film depositati con questa tecnica risultano essere decisamente migliori dei film depositati con la tecnica RF-PECVD. In Figura 17 è mostrata una foto della camera di deposizione ECR utilizzata per la deposizione dell'ossido di gate all'interno dei laboratori del CNR di Roma Torvergata.



Figura 17. Camera di deposizione ECR utilizzata per la deposizione dell'ossido di gate (CNR-Torvergata, Roma)

### 3.2 Tecniche di realizzazione del silicio policristallino

La tecnologia per la produzione di silicio policristallino è volta all'ottimizzazione della qualità dello strato attivo, che andrà a costituire il canale del dispositivo.

La struttura del silicio policristallino si differenzia da quella del silicio cristallino, essenzialmente per la presenza di una periodicità solo locale nella struttura. Esso è infatti, costituito da singoli grani con struttura cristallina le cui dimensioni e proprietà dipendono fortemente dalle tecniche di realizzazione del film. All'interno e principalmente ai bordi dei grani, sono localizzati molti difetti dovuti alla presenza di legami insaturi, che portano alla formazione di stati di trappola all'interno della gap proibita del semiconduttore, influenzando pesantemente le caratteristiche elettriche dei TFT.

Di seguito verranno descritte alcune delle più comuni tecniche per la realizzazione dello strato di silicio policristallino nei TFT. La maggior parte di queste tecniche prevedono dei processi ad alta temperatura (maggiore di 350°C) e quindi risultano poco compatibili con il substrato polimerico, come precedentemente accennato. Principalmente si parlerà di Low Pressure Chemical Vapor deposition (LPCVD), Solid Phase Crystallization (SPC) e Excimer Laser Crystallization (ECL).

#### 3.2.1 LPCVD

Essa consiste nella deposizione di silicio policristallino per pirolisi del gas di silano (SiH<sub>4</sub>), ad una temperatura superiore ai 600°C. La reazione chimica che si sviluppa è:



La struttura del materiale dipende fortemente dai parametri di crescita, quali pressione e temperatura [60].

Nella Figura 18 è riportata la sezione di un film di silicio policristallino depositato a T=630°C, p=100 mTorr ed una velocità di crescita 5-10 nm/min. I grani sono disposti a "V", ossia con vertice verso il substrato con un angolo di circa 15° rispetto alla normale [61]; la grandezza media è circa 100-200 nm e l'orientazione tipica dei cristalli in ogni singolo grano è <110>. Le ridotte dimensioni dei grani danno luogo ad un numero elevato di bordi di grano e quindi innumerevoli difetti interni che impediscono di avere TFT con valori elevati di mobilità ad effetto campo. I valori di mobilità ottenuti con la LPCVD sono compresi tra 5-10 cm<sup>2</sup>/Vs.



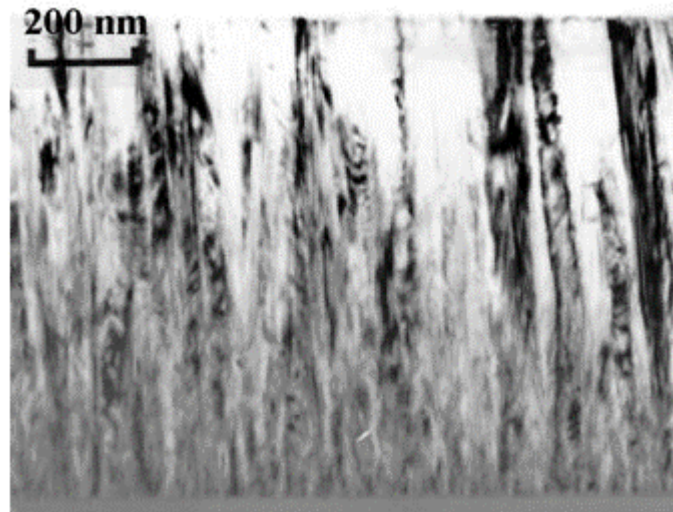


Figura 18. Sezione trasversale di film in polisilicio depositato mediante LPCVD a  $T=630^{\circ}\text{C}$ ,  $p=100\text{mTorr}$  [61].

A causa della struttura a “V”, la dimensione dei grani in superficie, ossia nella zona in cui si troverà il canale del transistor, aumenterà al crescere dello spessore del film con conseguente diminuzione dei bordi di grano e significativo incremento della mobilità. Tale incremento è però accompagnato da un innalzamento della corrente di spegnimento (“off-current”) che rende questo tipo di processo poco consigliabile per la fabbricazione di TFT volti alla progettazione di circuiti digitali. Le alte temperature coinvolte ( $>600^{\circ}\text{C}$ ) rendono inoltre questo processo non compatibile ad una realizzazione su supporto plastico.

### 3.2.2 SPC del silicio amorfo

Questa tecnica si basa sulla deposizione di un film di silicio amorfo mediante LPCVD a temperature inferiori ai  $550\text{-}600^{\circ}\text{C}$  e conseguente conversione in polisilicio tramite ricristallizzazione termica, per un periodo prolungato di tempo, dalle 10 alle 100 ore. Il silicio amorfo è, infatti, una struttura priva di periodicità che si trova in uno stato metastabile, pertanto l’energia della fase policristallina è più bassa rispetto a quella dello stato amorfo. Questo implica che il passaggio dalla fase amorfa a policristallina è energeticamente favorita; basta fornire l’energia sufficiente al sistema affinché abbia inizio la trasformazione. Inizialmente si ha un processo di nucleazione seguito dallo sviluppo di agglomerati (semi) cristallini che crescono spontaneamente quando viene raggiunta una dimensione critica

I grani ottenuti da questo processo hanno generalmente forma ellittica a causa della crescita preferenziale lungo la direzione  $\langle 112 \rangle$  e raggiungono grandi dimensioni, circa

1mm, ma sono ricchi di difetti similmente a quelli ottenuti mediante tecnica LPCVD tradizionale. La crescita parallela della dimensione media dei grani e della densità di difetti spiega perché, nonostante le maggiori dimensioni dei grani, rispetto a quelle tipiche della LPCVD, la mobilità sia limitata a valori di 30-50 cm<sup>2</sup>/Vs [62]. La dimensione dei grani raggiunta mediante SPC dipende fortemente sia dalla temperatura di annealing sia da quella di deposizione come mostrato in Figura 19.

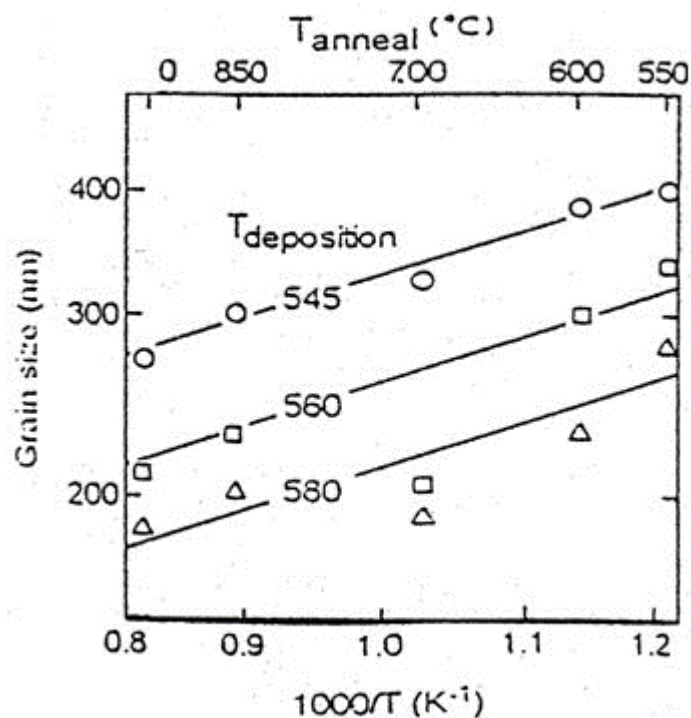


Figura 19. Andamento della dimensione dei grandi in funzione della temperatura di annealing e di deposizione del silicio amorfo [62].

Come si può vedere dal grafico, la dimensione dei grani è inversamente proporzionale alla temperatura di annealing e di deposizione. Questo suggerisce l'utilizzo del disilano (Si<sub>2</sub>H<sub>6</sub>) che ha una temperatura di dissociazione più bassa del silano, circa 460-480°C.

### 3.2.3 ELC Excimer Laser Crystallization

Questa tecnica offre la possibilità di ricristallizzare un film di silicio amorfo tramite irraggiamento con laser ad eccimeri. A differenza delle precedenti tecniche presentate, questa tecnica permette di lavorare a temperature compatibili con il substrato polimerico e pertanto di interesse per questo progetto.

Il processo parte dalla realizzazione di un substrato di a-Si tramite tecniche LPCVD (operante ad alte temperature  $\approx 600^\circ\text{C}$ ) o PECVD in cui la deposizione avviene ad una temperatura inferiore, circa  $250\text{-}350^\circ\text{C}$ . Il silicio amorfo ottenuto viene successivamente irraggiato mediante laser ad eccimeri, il quale emette nella regione degli ultravioletti (UV) a lunghezze d'onda che variano a seconda della miscela di gas utilizzati (es: ArF, KrF, XeCl) con impulsi di breve durata, circa 10-30 ns. Esso è particolarmente adatto alla ricristallizzazione del silicio amorfo, essendo quest'ultimo caratterizzato da un forte assorbimento della radiazione UV ( $\alpha \gg 10^6 \text{ cm}^{-1}$ ) e da una bassa diffusione del calore (lunghezza di diffusione pari a 100 nm). Queste due proprietà del silicio amorfo permettono di lasciare l'intero substrato a temperature inferiori a  $400^\circ\text{C}$  [63], rendendo la ELC una tecnica compatibile con l'uso di economici substrati polimerici.

Alla base del fenomeno di ricristallizzazione c'è la così detta "cristallizzazione esplosiva" (XC, explosive crystallization) [64], fenomeno che tiene conto della differenza esistente tra i calori latenti di fusione del silicio amorfo e policristallino. Rispetto alle energie l'a-Si è, infatti, ad un livello metastabile, mentre il poly-Si è ad un livello più basso (Figura 20), e quindi favorito, una volta fornita al substrato l'energia necessaria a fondere.

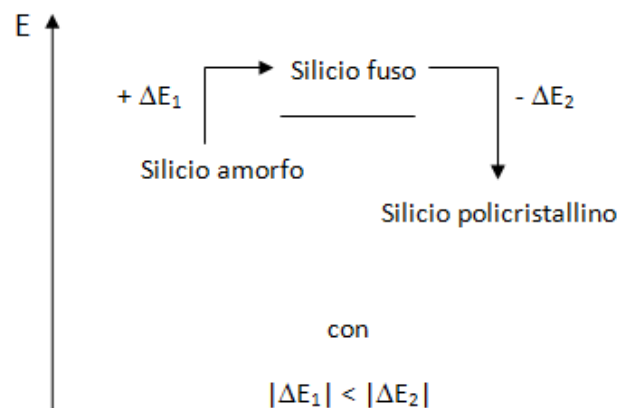


Figura 20. Stato metastabile del silicio amorfo.  $\Delta E_1$  è il minimo livello di energia che il laser deve fornire per fondere il film.

L'impulso di energia emesso dalla sorgente ( $> \Delta E_1$ ) va quindi a fondere lo strato superficiale di a-Si che ricristallizza in una struttura a piccoli grani detta microcristallina. Cristallizzando, il silicio libera un'energia più alta di quella servitagli a transire di stato, permettendo così la fusione dello strato sottostante. Si origina così un effetto a catena molto più rapido del tempo di impulso tanto che, se questo possiede l'energia necessaria a fondere lo strato microcristallino, si ha una seconda ri-cristallizzazione (questa volta a partire da

struttura poly-Si, e quindi con grani finali di dimensione maggiore rispetto alla prima). Per quanto detto si ha, quindi, una forte dipendenza della struttura reticolare finale dall'energia dell'impulso.

Inoltre, ci sono altri fattori che possono rendere il film non uniforme come: le fluttuazioni dello spessore del film e dell'energia dell'irraggiamento laser e gli agglomerati cristallini (semi) non uniformemente distribuiti sulla superficie.

Una delle tecniche usate per rendere più uniforme il materiale policristallino consiste nell'aumentare il numero di impulsi laser ricevuti da ciascun punto del campione. In Figura 21 è mostrato l'andamento della mobilità in funzione del numero di colpi ricevuti da ciascun punto.

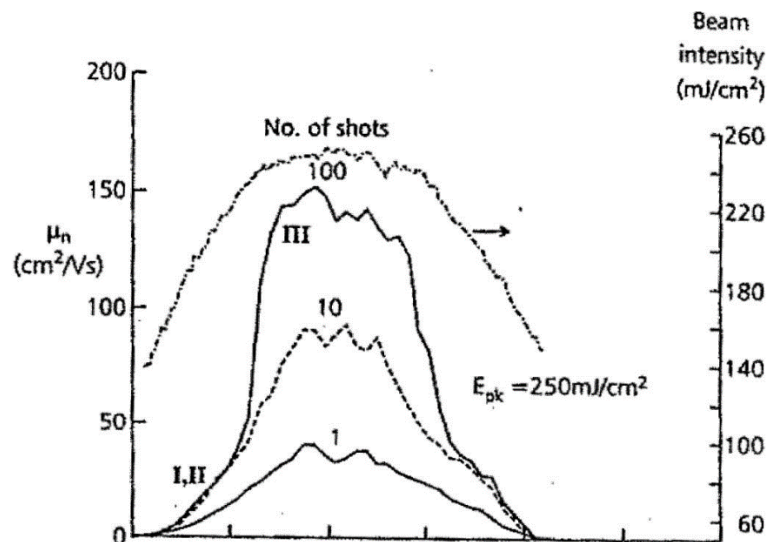


Figura 21. Variazione spaziale della mobilità degli elettroni, nel silicio policristallino, in funzione del numero di colpi, per irraggiamenti statici mediante un fascio laser con profilo gaussiano. Nei casi I e II si ha una fusione parziale del film, mentre nel caso III si ha una fusione quasi completa del film (regime di SLG) [64].

Come si evince dalla figura, nei regimi I e II corrispondenti ad una fusione parziale del film, la mobilità dipende poco dal numero di colpi. Viceversa nel regime III, condizione di SLG, la mobilità aumenta sensibilmente all'aumentare del numero di colpi. Studi SEM e TEM hanno dimostrato che l'incremento della mobilità non dipende soltanto da un aumento della dimensione dei grani, ma anche da un effettivo miglioramento della omogeneità delle loro dimensioni. Infatti, i campioni che hanno ricevuto 10 colpi sono costituiti da grani con estensione compresa tra 50-300nm di diametro. Simile è la situazione di quelli che hanno ricevuto un solo colpo, ma con una percentuale più alta di grani a bassa dimensione; invece,

i campioni che hanno ricevuto 100 colpi sono molto più omogenei dei precedenti e presentano grani che hanno dimensione pari a 300nm [65].

Per migliorare ulteriormente l'omogeneità dello strato attivo si può utilizzare un fascio laser con profilo gaussiano. Attraverso piccoli spostamenti del fascio è possibile irraggiare ogni singolo punto del campione alle diverse energie del profilo gaussiano (Figura 22).

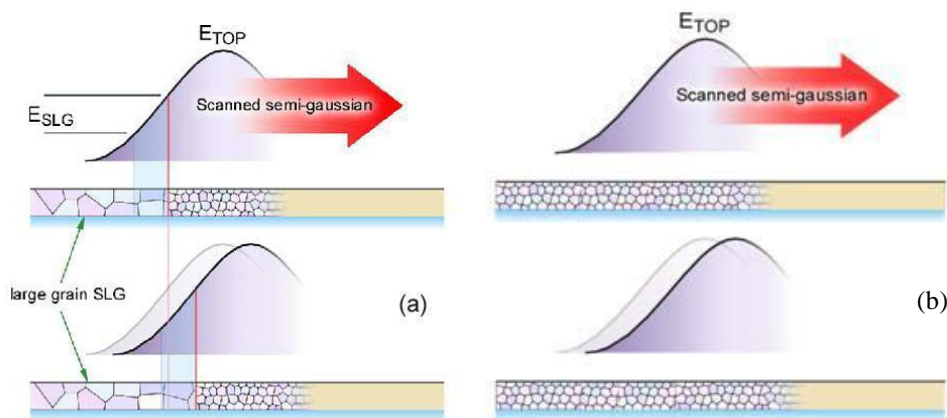


Figura 22. Scansione del profilo gaussiano a due differenti valori di energia massima della distribuzione del fascio laser  $E_{max}$ : (a) "trailing edge mode", (b) "leading edge mode" [66]

Nel caso in cui l'energia massima della distribuzione gaussiana,  $E_{max}$ , sia maggiore dell'energia,  $E_T$ , necessaria per fondere completamente lo strato di silicio policristallino a piccoli grani (microcristallino),  $E_{max} > E_T$ , lo strato di silicio amorfo viene convertito dalla parte avanzante della distribuzione del fascio laser in silicio microcristallino. Con un ulteriore avanzamento del fascio, la coda posteriore della gaussiana (trailing edge mode Figura 22 b) induce, in un opportuno intervallo spaziale e quindi di energia, la condizione di "super lateral growth"  $E = E_{SLG}$  e i grani arrivano a dimensioni di circa  $1\mu m$ . Il materiale trasformato in grani più grandi sarà poi esposto ad altri impulsi di energia sempre inferiore  $E < E_{SLG}$  che non ne cambieranno la struttura (Figura 22).

### 3.3 La fotolitografia

Per la realizzazione dei componenti con micro geometrie semplici o complesse sono necessari dei passi fotolitografici ad alta accuratezza. La fotolitografia utilizza la luce per trasferire un "pattern geometrico" proveniente da una foto-maschera per illuminare uno strato polimerico fotosensibile – *photo-resist* –, posto al disopra del substrato di interesse. Il *photo-resist* interagisce con la radiazione luminosa, di definita lunghezza d'onda, in maniera tale che i fotoni che colpiscono la superficie esposta causino un rafforzamento dei legami tra

le catene polimeriche -*Cross-link*- o, al contrario, indebolisce gli stessi legami in dipendenza del tipo di *photo-resist* (positivo o negativo). Conseguenzialmente al cambiamento del legame tra le catene polimeriche viene modificata la solubilità del polimero *photo-resist* rispetto ad alcune soluzioni dette “sviluppi”. Quindi esponendo solo alcune aree del *photo-resist* alla radiazione luminosa ed immergendo successivamente il campione nella soluzione di sviluppo, si ottiene una rimozione selettiva del film polimerico.

Lo scopo della litografia è, dunque, quello di ottenere sulla superficie del campione una maschera protettiva di *photo-resist* di forma voluta, al fine di eseguire un dato processo (generalmente di attacco) solo sulle regioni non coperte del campione. Al termine del processo la maschera di *photo-resist* verrà rimossa con un opportuno solvente. I processi di litografia, come del resto tutti i processi di realizzazione dei dispositivi, devono essere eseguiti in un ambiente con temperatura e umidità controllate e con basso contenuto di polvere nell'aria, per evitare che le particelle di polvere depositate sul *photo-resist* provochino dei difetti nel disegno trasferito sul campione. A seconda che la sorgente sia ottica (fotolitografia) o elettronica (electron beam lithography - EBL) [67], le tecniche di esposizione e le caratteristiche della litografia risultano diverse.

### 3.3.1 Apparato di fotolitografia e limiti tecnici

In un tipico sistema di litografia ottica la sorgente è una lampada ultravioletta (il CNR dispone di un'apparecchiatura con sorgente UV a 365 nm mostrato in Figura 23) la cui radiazione viene fatta incidere sul campione attraverso una maschera posta a contatto con esso. La maschera è costituita da una lastra di vetro su cui è depositato uno strato metallico riflettente, (in particolare è stata utilizzata una maschera in Cromo), che riproduce il disegno da trasferire e che impedisce che le zone del *photo-resist* protette dal metallo vengano colpite dalla radiazione. Il limite di risoluzione ottenibile con la litografia ottica è dovuto a fenomeni di diffrazione ed è, quindi, dell'ordine di qualche lunghezza d'onda della radiazione incidente. Inoltre, considerando gli errori di allineamento (errore umano, più limite tecnologico della macchina) ed i limiti dovuti ai successivi passaggi di *wet-etching isotropo*<sup>6</sup>

---

<sup>6</sup> L'attacco, o *etching*, è una delle tecniche fondamentali nel trattamento dei materiali per la microelettronica. Con il termine *etching* si indica il generico processo di rimozione del materiale - sia esso semiconduttore, isolante o metallico - che interviene nella realizzazione di un dispositivo. Si parla quindi di profilo isotropo ed anisotropo quando vengono ottenuti rispettivamente con l'*etching* bagnato e con *reactive ion etching* (RIE). Nel caso isotropo l'attacco procede ugualmente in tutte le direzioni, rimuovendo materiale anche sotto i bordi

[68] ed *lift-off*<sup>7</sup> effettuati, il limite ottenibile di risoluzione aumenta il suo valore. A questo scopo sono state effettuate numerose prove per identificare il reale limite di risoluzione ottenibile. Dopo numerosi tentativi per strutture non troppo complesse il limite di risoluzione è stato di circa  $3 \mu\text{m}$  [ $\pm 1 \mu\text{m}$ ]. Considerando la dimensione dei dispositivi disegnati per il progetto ( $L_{TFTmin} = 10\mu\text{m}$ ) questo limite di risoluzione non rappresenta un vincolo stringente.



Figura 23. *Mask aligner* -apparato per la litografia ottica- utilizzato presso il CNR – IMM di Roma Torvergata.

Nei processi a più maschere per ridurre l'errore di allineamento, occorre predisporre su ogni maschera dei riferimenti “*markers*” che ne permettano un corretto allineamento rispetto alle precedenti litografie eseguite sul campione.

---

della maschera (*underetching*) fino ad una distanza uguale alla profondità dello scavo. Nel secondo caso le pareti sono pressoché verticali.

Il marker si presenta composto da due gruppi di elementi: una grande croce centrale che consente l'allineamento lungo gli assi X e Y; un set di 4x2 croci che garantiscono l'allineamento della maschera rispetto a tutti i passi litografici precedenti; è così possibile correggere manualmente un errore derivante da un'errata litografia precedentemente effettuata. Ne è mostrato un esempio in Figura 24.

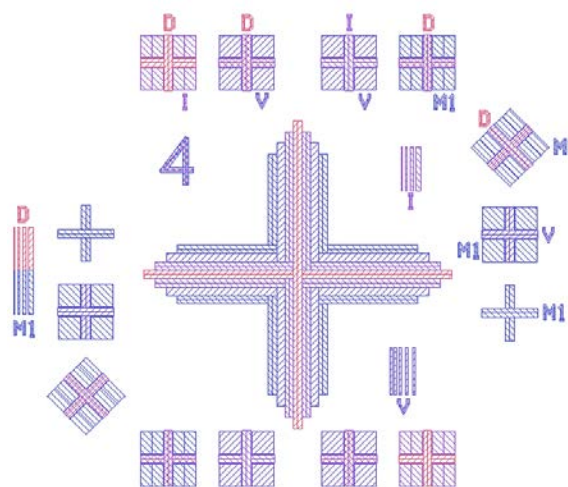


Figura 24. Marker di allineamento utilizzati nelle maschere di realizzazione dei dispositivi

L'apparecchiatura usata per la litografia ottica, il *mask aligner*, permette di controllare tutti i parametri dell'esposizione (intensità della radiazione, tempo di esposizione, ecc.) e di realizzare l'allineamento della maschera sopra il campione attraverso rotazioni e spostamenti micrometrici, osservati mediante un microscopio a luce filtrata. La fotolitografia deve essere eseguita in ambienti, oltre che depolverizzati, privi di radiazione ultravioletta a cui il *photo-resist* è sensibile.

### RIFERIMENTI CAPITOLO 3:

- [52] Deposizione fisica da vapore [online] available: [https://it.wikipedia.org/wiki/Deposizione\\_fisica\\_da\\_vapore](https://it.wikipedia.org/wiki/Deposizione_fisica_da_vapore) [Accessed] 9/10/ 2017.
- [53] M. J. Madou, *Fundamental of Microfabbrication* (2002), CRC, Florida.
- [54] E-beam evaporation, enea laboratories [online] available: [https://it.wikipedia.org/wiki/Deposizione\\_fisica\\_da\\_vapore](https://it.wikipedia.org/wiki/Deposizione_fisica_da_vapore) [Accessed] 9/10/ 2017.
- [55] D. A. Glocker, S. I. Shah: "Handbook of thin film process technology" , Institute of Phisicis Publishing
- [56] Schema di base di un processo di deposizione tramite sputtering [online] available: <http://www.sigmaaldrich.com/materials-science/material-science-products.html?TablePage=108832720> [Accessed] 9/10/ 2017.
- [57] P.V. Bulkin, P.L. Swart, B.M. Lacquet, *Thin Solid Films* 241 1994. 247.
- [58] P.V. Bulkin, P.L. Swart, B.M. Lacquet, *J. Non-Cryst. Solids* 187
- [59] P.V. Bulkin, P.L. Swart, B.M. Lacquet, *Proc. SPIE* 2253.
- [60] D. A. Glocker, S. I. Shah: "Handbook of thin film process technology" , Institute of Phisicis Publishing.
- [61] S. M. Sze: "Semiconductor Devices, Physics and Technology", John Wiley & Sons (1985)



- [62] G. Fortunato and L. Mariucci, Thin film transistor, Capitolo su The Enciclopedia of Electrical and Electronics Engineering, (John Wiley & Sons, 1999).
- [63] G. Fortunato, L. Mariucci, R. Carluccio, A. Pecora, and V. Foglietti, Appl. Surface Science 154-155, (2000).
- [64] Geileret al. , “Explosive crystallization in silicon”; J. Appl. Phys., Vol. 59, No. 9, 1 May 1986.
- [65] M. Elwenspoek: “Etching Technology”, UETP MEMS (1993)
- [66] A. Pecora , L. Maiolo, Introduction of IMM-CNR Roma Tor Vergata Labs, 15-02-2015, digital support PPT.
- [67] M. A. McCord, M. J. Rooks: “Electron Beam Lithography” (Handbook of microlithography, micromachining and microfabrication), Rai-Choudhury (1997).
- [68] M. Elwenspoek: “Etching Technology”, UETP MEMS (1993).

## Capitolo 4 Progettazione e realizzazione di dispositivi TFT

In questo capitolo si illustrerà la progettazione ed il flusso del processo di realizzazione impiegato per la realizzazione di dispositivi TFT su substrato flessibile. Inoltre, saranno descritte e discusse le strutture realizzate, i dispositivi e le misurazioni. Per ogni fase verranno illustrati i parametri utilizzati (spessori, geometrie, settings), i problemi riscontrati e le possibili soluzioni, motivando, quando necessario, le scelte effettuate.

### 4.1 La progettazione delle maschere

Un passo fondamentale per la progettazione di dispositivi, è la progettazione delle maschere per la fotolitografia tramite l'ausilio di un software CAD. A tale scopo è stato selezionato il software LASI<sup>®</sup>. Questo software è stato selezionato perché è quello utilizzato nei laboratori CNR-IMM. Quindi, sebbene l'interfaccia fosse poco intuitiva e i pochi *tools software* a disposizione abbiano reso la progettazione molto macchinosa, il *know-how* trasferito dal CNR riguardo al programma ha compensato tale svantaggio.

La progettazione avviene su diversi layer ad ognuno dei quali corrisponde una maschera fisica e un diverso step litografico. Ad esempio un TFT può essere realizzato tramite la sequenza di un set di quattro maschere litografiche (Figura 25) composte da:

- DOPING (Figura 25a): delimita la posizione del source, del drain e di tutto ciò che deve risultare composto da uno strato drogato (es. resistenze);
- ISOLE (Figura 25b): definisce le zone del wafer in cui verrà rimosso il silicio policristallino. Corrisponde, di fatto, al contorno dei dispositivi, isolandoli gli uni dagli altri;
- VIA HOLES (Figura 25c): la deposizione di un ossido di gate, indispensabile per la realizzazione di una struttura MOS e per garantire un corretto isolamento dei dispositivi tra loro, rende necessaria la possibilità di effettuare dei fori (VIAS) che permettano al metallo di effettuare i contatti
- METAL (Figura 25d): è la maschera che definisce le piste metalliche che uniscono tra loro le strutture presenti sul wafer, nonché i pad attraverso cui effettuare collegamenti con l'esterno (pad per il bonding, per effettuare test e per la caratterizzazione dei circuiti).

In Figura 25e è riportata in dettaglio la sovrapposizione delle maschere a, b, c, d. Come è possibile osservare dalla figura, i diversi layer sono sovrapposti mantenendo lo stesso centro di simmetria. Ciò è dovuto alle tolleranze richieste dalla tecnologia che viene utilizzata. Le tolleranze sono un aspetto cruciale da valutare durante la progettazione. Un errore nel loro dimensionamento può portare a disallineamenti tali da impedire il corretto isolamento, il contatto e la sovrapposizione di determinate strutture provocando il malfunzionamento dei dispositivi realizzati.

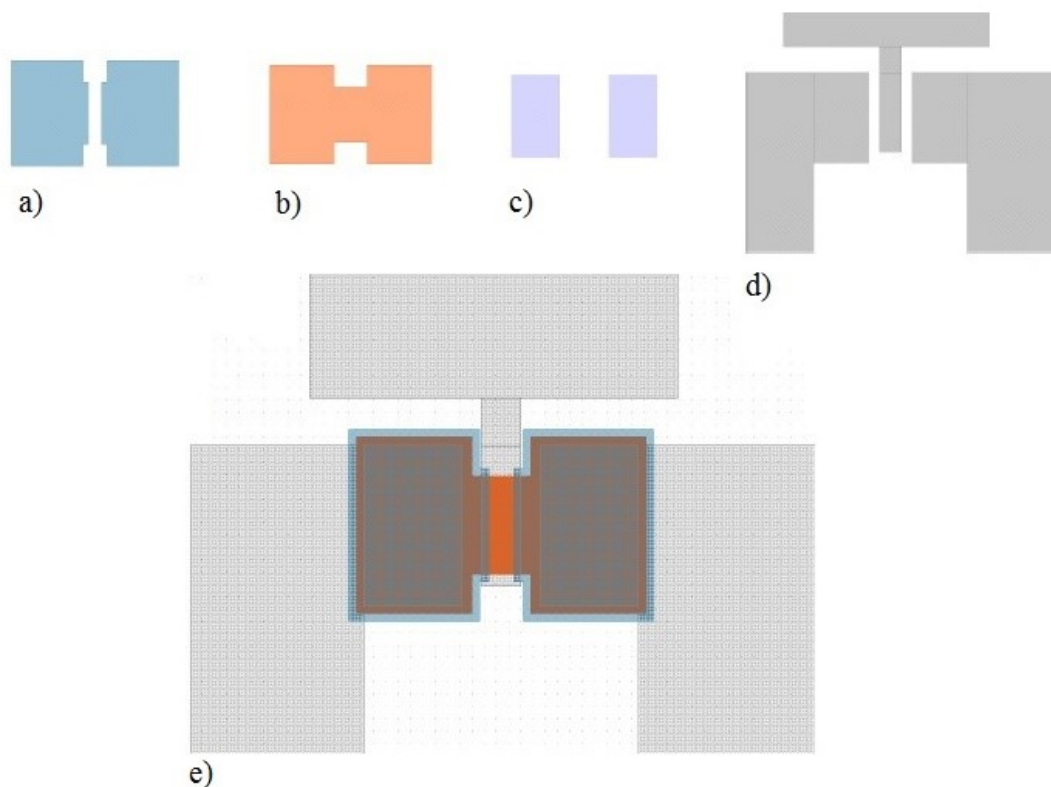


Figura 25. Definizione di un TFT con  $L = 10\mu\text{m}$  e  $W = 100\mu\text{m}$  disegnato tramite CAD per la progettazione delle maschere sui diversi layer necessari: Doping, Isole, Via holes, Metal

Oltre al rispetto delle tolleranze e all'utilizzo di marker per l'allineamento precedentemente menzionati nel paragrafo 3.3.1, si deve tenere conto di altri aspetti fondamentali per la progettazione di dispositivi, come ad esempio la dimensione e la larghezza minima delle piste metalliche (tra i 35 e i 40  $\mu\text{m}$ ) per minimizzare la possibilità che la presenza di impurità possa interrompere i collegamenti tra i dispositivi. Inoltre i dispositivi vanno posizionati fisicamente il più vicino possibile tra loro alla luce del fatto che molte configurazioni di dispositivi (come ad esempio oscillatori, ponti, specchi di

corrente, etc.) necessitano, per un corretto funzionamento, di avere TFT il più possibile simili tra loro. Considerata la struttura granulare del silicio policristallino e lo spread (in termini di mobilità, di stati di trappola, etc.) che questo comporta, risulta indispensabile posizionare i transistor geograficamente vicini e con accortezze strutturali. Rispettare queste accortezze nella progettazione risulta il minimo indispensabile per il buon funzionamento dei dispositivi. In Figura 26 è mostrato il design della maschera disegnata. Essendo il laboratorio del CNR un istituto di ricerca, il design finale ha dovuto subire dei compromessi strutturali come ospitare altre strutture relative ad altri progetti per limitare i costi di produzione ed il tempo macchina impiegato per ciascun progetto. Inoltre, sono stati consigliati design non industriali senza pattern ripetitivi e “dummy components” per il mantenimento dell’omogeneità strutturale, quindi design semplici con larghi pad di accesso per la lettura con probe e la possibilità di investigare visivamente e con strumenti di misura varie parti dei componenti.

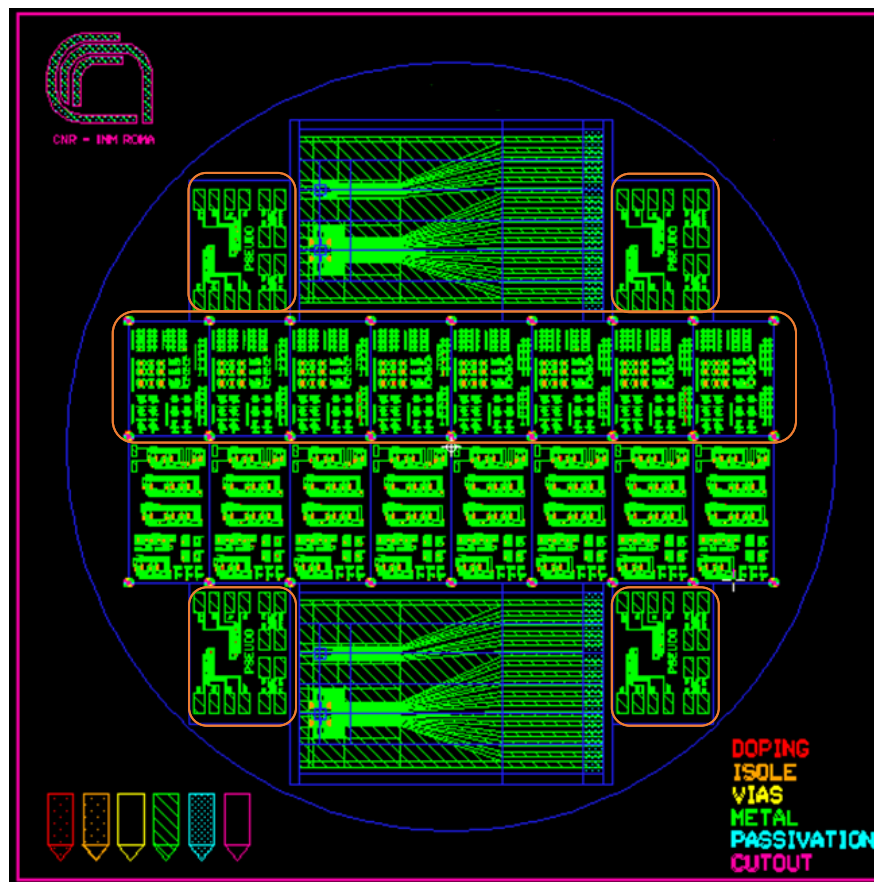


Figura 26. Design delle maschere per il wafer di componenti, evidenziate in arancioni le parti inerenti al progetto.

## 4.2 Il processo di realizzazione dei dispositivi su Polyimide

La diretta fabbricazione dei dispositivi TFT su un substrato polimerico presenta differenti sfide. Nei prossimi paragrafi si descriveranno, scendendo nel dettaglio, i processi utilizzati, le difficoltà incontrate e le soluzioni adoperate per il completamento di un TFT su substrato polimerico ultra flessibile.

### 4.2.1 Il substrato polimerico ed il buffer

Nel paragrafo 2.2 è stata introdotta la poliimmide PI2600 come polimero scelto per la nostra applicazione. La sintesi della poliimmide è raggiunta aggiungendo *Dianhydride* e *Diamine* all'interno di un *solvente aprotico dipolare*<sup>8</sup> (come il N,N-dimethylacetamide o il N-methylpyrrolidinone) che formano rapidamente un poly(amic acid) a temperatura ambiente. Questo precursore della poliimmide può facilmente essere immagazzinato, spedito e poi usato per realizzare film sottili e *coating* di poliimmide [69]. La conversione dal poly(amic acid) nel film di polyimide viene effettuata tramite processo termico di "imidizzazione" -la deidratazione del precursore della polimmide- [70]. Quindi per la realizzazione del film desiderato è stato effettuato lo spinning a 2000 giri/min su un wafer di silicio ossidato (migliori proprietà di distacco). Successivamente, il polimero è stato sottoposto a due diversi trattamenti termici: un pre-baking in forno a 120°C, per permettere il desorbimento dell'umidità e la minimizzazione della deformazione dimensionale da questa causata ed un annealing, in forno a 350°C in flusso di azoto, per consentire la stabilizzazione meccanica del polimero.

Una volta ottenuto un layer polimerico uniforme, è stato necessario deporre due diversi strati di barriera, atti a svolgere una triplice funzione: prevenire ogni interazione chimica tra il substrato plastico ed i vari reagenti utilizzati durante il processing dei dispositivi; evitare la diffusione di contaminanti dal substrato polimerico; agire come schermo termico durante il processo di laser annealing, riducendo il trasferimento di calore dalle zone irraggiate di Si al substrato polimerico sottostante.

---

<sup>8</sup> In chimica, un solvente aprotico è un solvente la cui struttura molecolare non presenta un atomo di idrogeno dissociabile come ione H<sup>+</sup>. I solventi aprotici polari sono composti che hanno un'elevata costante dielettrica ed un'elevata polarità, ciò li rende in grado di sciogliere composti polari e ionici, pur non possedendo atomi di idrogeno ionizzabili [[https://it.wikipedia.org/wiki/Solvente\\_aprotico](https://it.wikipedia.org/wiki/Solvente_aprotico)].

Infatti per fondere e ricristallizzare il silicio amorfo (che sarà depositato) servono tipicamente elevate temperature di lavorazione che possono essere applicate anche solo per poco tempo. Il miglior metodo per applicare altissime temperature in tempi ristretti è quello di irraggiare il silicio con un laser ad eccimeri con una lunghezza d'onda  $\lambda$  di 308 nm dove il silicio presenta un assorbimento della radiazione pari al 90%. Quindi utilizzando degli impulsi laser di 10-30 ns a  $\lambda$  308 nm è possibile cristallizzare il silicio riscaldando localmente ad una temperatura di 400-500 °C [71].

Dato che anche il substrato flessibile di poliimmide a 308 nm presenta un elevato assorbimento, il restante 10% di radiazione non assorbita nel silicio potrebbe compromettere il substrato. Per ovviare a questo ulteriore inconveniente e dissipare il calore sono stati utilizzati strati di dielettrico che operano da buffer termico.

In particolare tramite tecnica di deposizione ECR- PCVD sono stati depositati 400 nm di nitruro di silicio e 50 nm di ossido di silicio. Tale buffer termico è sufficiente per dissipare il calore prodotto dall'irraggiamento laser e non compromettere il substrato plastico [72]. In Figura 27 è mostrato lo schema in sezione dei materiali depositati per la realizzazione del substrato flessibile su cui verranno realizzati i dispositivi TFT.



Figura 27. Schema in sezione del substrato plastico in Polyimide e del buffer termico.

#### 4.2.2 Silicio amorfo e strato drogante.

Una volta realizzati gli strati di barriera il wafer viene inserito all'interno di una camera PECVD dove viene avviata la deposizione di uno strato di 40 nm di silicio amorfo (il processo ha una rate di crescita di 20 nm/min) a partire da silano (SiH<sub>4</sub>) e con una temperatura in camera di 300°C. Lo stesso tipo di processo viene utilizzato per la deposizione dello strato di drogante. Il drogaggio viene effettuato tramite fosfina (PH<sub>3</sub>) diluita in un'atmosfera di Elio (He). Il processo viene effettuato ad alte pressioni (≈0,97mBar) con una temperatura di 130 °C e rispettivamente un flusso di He pari a 120

sccm e PH3 6 sccm. Viene così depositato uno strato con uno spessore di 25 nm pronto per essere opportunamente modellato tramite fotolitografia e passi di wet etching per creare le regioni di Source and Drain (Figura 28).



Figura 28. Schema in sezione del substrato dopo il processo di wet etching per la creazione delle regioni di Source e Drain.

Il pattern dello strato drogato viene eseguito con un processo litografico standard. Il photoresist utilizzato è il 1813, di tipo positivo (ovvero l'esposizione alla luce ultravioletta indebolisce i legami molecolari). Una volta effettuato lo spinning del polimero a 4000 giri/min per 1 minuto il campione è stato riscaldato su hot-plate a 90°C per 5 minuti, in modo da permettere la completa evaporazione del solvente. A questo punto il wafer è stato posizionato all'interno del mask aligner, dove era stata precedentemente posta, dopo accurata pulizia con acetone e isopropilico (IPA) per ridurre al minimo la presenza di impurità, la maschera di DOPING, a cui spetta il compito di definire la posizione di source, drain e delle resistenze che compongono i circuiti. Il campione è stato quindi esposto a luce UV di energia pari a 11.2 mW/cm<sup>2</sup> per circa 6 secondi (l'esposizione deve essere tale da indebolire i legami molecolari del polimero senza generare sovraesposizione, fenomeno che andrebbe a limitare l'efficacia di trasferimento del pattern) e successivamente immerso nel suo sviluppo. Lo sviluppo utilizzato per la rimozione del resist esposto è il MF319. In realtà, per questo caso specifico, lo sviluppo del resist coincide con l'etcher dello strato drogato. Si hanno quindi due fasi distinte:

- La prima (della durata di circa 1 minuto), in cui il resist esposto alla luce UV viene disciolto nel solvente di sviluppo;
- La seconda (della durata di 15-20 minuti) in cui si ha l'etching selettivo del silicio amorfo rimasto non protetto dal resist.

L'attacco chimico del silicio amorfo è un passo molto delicato nel processo di fabbricazione dei dispositivi dal momento che una rimozione non completa dello strato drogato porterebbe ad avere, a processo ultimato, un canale nei TFTs costantemente aperto, rendendo impossibile una sua modulazione ad opera del contatto di gate. Viceversa, un tempo troppo prolungato determinerebbe un over-etching, che porterebbe la geometria del canale fuori progetto. I laboratori del CNR-IMM dopo prove sperimentali di tale approccio hanno definito un etching rate di 1,5 nm/min. Seguendo questo rate, la rimozione dovrebbe essere ottimale. Non essendo però un valore assoluto, dipendendo anche da variabili poco controllabili come la qualità del MF319 o la perfetta pulizia della vetreria, l'ispezione ottica del dispositivo dopo l'etching è sempre consigliata per effettuare delle procedure di correzione del processo.

#### **4.2.3 De-Idrogenazione, ricristallizzazione ed attivazione.**

Prima di effettuare la ricristallizzazione del silicio amorfo tramite radiazione laser è assolutamente indispensabile effettuare un processo termico di de-idrogenazione. Durante la deposizione dello strato di silicio amorfo a partire da silano ( $\text{SiH}_4$ ), molto idrogeno viene intrappolato all'interno del layer, permettendo così la saturazione dei dangling bonds e riducendo in modo consistente il numero degli stati di trappola all'interno della gap. Assolta la sua funzione l'idrogeno deve essere eliminato, per evitare che l'energia irradiata dal laser ne generi una enucleazione violenta. Una situazione del genere innescherebbe, infatti, processi distruttivi dello strato attivo. Il wafer viene perciò inserito in un forno e sottoposto ad una lenta rampa termica (tsalita circa 10 ore) da  $0^\circ\text{C}$  a  $350^\circ\text{C}$  [73], lasciandolo in annealing per diverse ore. La temperatura adottata è la maggiore permessa dal polimero plastico. L'efficacia della de-idrogenazione, infatti, è tanto migliore quanto più la temperatura si avvicina ai  $450\text{-}500^\circ\text{C}$  (temperatura di esodiffusione dell'idrogeno).

Successivamente alla deidrogenazione si può procedere con la fase di ricristallizzazione ed attivazione del drogante. Questa parte del processo è stato eseguito tramite laser a XeCl (308 nm, 20 ns di tempo di impulso, per 20 colpi per punto). Il sistema completamente controllato da computer consente di omogeneizzare più colpi per punto per poi muovere il campione per eseguire una scansione completa della superficie. Il fascio laser del sistema ha un profilo semi-gaussiano (6mm x 1mm) e tramite apposito attenuatore si può regolare tramite computer la sua intensità. Il campione è mantenuto in una camera a vuoto e tramite



un sistema di lenti per la focalizzazione e specchi il raggio laser colpisce il campione all'interno della camera. La camera, mantenuta in vuoto tramite una pompa rotativa ha una finestra di puro quarzo che permette al raggio laser di vedere il campione e di minimizzare l'assorbimento dell'onda. In Figura 29 è mostrato uno schema di principio del sistema utilizzato.

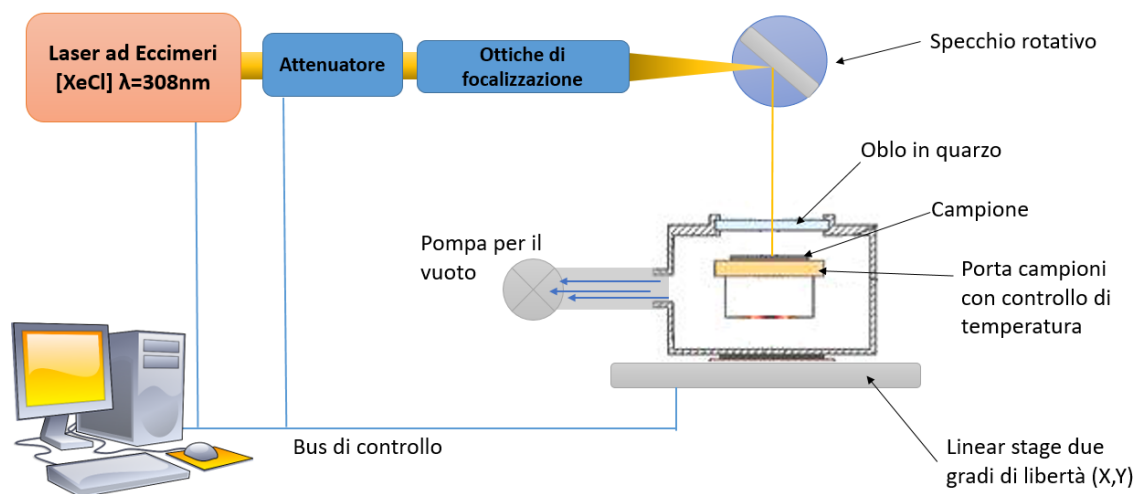


Figura 29. Schema del Sistema laser utilizzato nei laboratori IMM-CNR

Tramite il processo laser si ottengono due principali obiettivi: la ricristallizzazione dello strato di silicio amorfo e l'attivazione del drogante attraverso un processo di diffusione termica all'interno dello strato attivo. Il protocollo di irraggiamento tramite il fascio laser seguito è stato diviso in due fasi. Nella prima fase principalmente l'obiettivo è quello di effettuare una seconda de-idrogenizzazione tramite laser ed assicurarsi che l'irraggiamento per la ricristallizzazione non crei nessuna reazione distruttiva. Quindi si procede a scansionare tutto il campione diverse volte ad intensità di energia del fascio crescente per ogni passaggio (da  $50 \text{ mJ/cm}^2$  fino a  $200 \text{ mJ/cm}^2$  con step di circa  $25 \text{ mJ/cm}^2$ ). La seconda fase invece si focalizza principalmente sulla ricristallizzazione. Quindi si utilizza una intensità del fascio laser in cui il silicio amorfo si ricristallizza ( $\approx 300 \text{ mJ/cm}^2$ ), utilizzando un numero di colpi per punto uguale a 20 ed un *overlap* laterale del fascio del 80%. Contemporaneamente alla ricristallizzazione si ottiene l'attivazione del drogante nelle regioni di Drain e Source.

#### 4.2.4 Litografia del silicio policristallino e deposizione degli strati di ossido e metallizzazione

Una volta definiti i *pattern* di source e drain ed ottenuto uno strato attivo di buona qualità è necessario definire la regione del wafer in cui rimuovere il silicio policristallino.

Le “isole”, ovvero le aree occupate dai singoli TFT, sono state definite tramite processo litografico del tutto analogo a quello precedentemente introdotto nel paragrafo 4.2.2, dopo di che il silicio policristallino è stato rimosso tramite etching agli ioni reattivi (Reactive Ion Etching, RIE).

Questo processo di attacco avviene in tre fasi distinte:

- plasma con ossigeno: una miscela al 90% in ossigeno è stata immessa in camera ( $p=42$  mTorr). L’innesco del plasma è avvenuto ad opera di una radiofrequenza ( $f\approx 13$  MHz) a 40W di potenza per 1 minuto. Questa prima fase mira alla creazione di un ossido superficiale, da poter essere rimosso tramite etching selettivo;

- plasma con  $\text{CHF}_3$ : in questa fase un’atmosfera di  $\text{CHF}_3$  (Carbon Hydro-Trifluoride) viene trasformata in plasma ed agisce da remover selettivo per lo strato di ossido precedentemente formato;

- plasma con  $\text{CF}_4$ : lo strato di poly, finalmente pulito e di buona qualità, viene selettivamente attaccato da una miscela di plasma composta da  $\text{CF}_4$  al 50% e Ossigeno al 25% con una etch-rate di circa 7-8 nm/min.

Il passo successivo, dopo una adeguata pulizia del substrato, è quello di depositare l’ossido di gate. Questo passo è uno dei più critici durante il processo di fabbricazione dei TFT. Durante questa fase, dalla qualità quindi dell’interfaccia semiconduttore-dielettrico che si vuole realizzare, dipendono le caratteristiche elettriche dei dispositivi ( $V_T$ ,  $V_{\text{Break}}$ ).

Per la realizzazione dell’ossido di gate è stato utilizzato il sistema combinato ECR-PECVD. Questo sistema viene usualmente utilizzato dal CNR per la deposizione dell’ossido di gate, inoltre in letteratura è riportato che con tale sistema è possibile realizzare uno strato di  $\text{SiO}_2$  di alta qualità ed a temperatura ambiente [74-77].

L’ossido di silicio viene formato a partire da  $\text{SiH}_4$  e  $\text{O}_2$ . Il processo avviene con una rate pari a 2 nm/min, per un totale di circa 140 nm di ossido. La scelta dello spessore minimo da

deporre deve essere tale da risultare maggiore dello spessore dell'isola + drogante, in modo da garantire un buon isolamento dei dispositivi dall'ambiente (Figura 30).

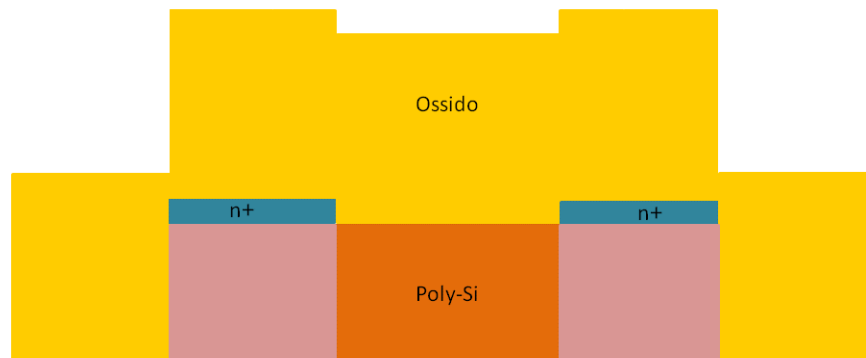


Figura 30. Profilo di un TFT dopo la deposizione dello strato di ossido (140 nm di spessore)

Una volta terminato il processo ECR-PECVD è necessario procedere con la definizione del pattern delle “via holes” tramite tecnica fotolitografica.

Dopo un'ulteriore fase di pulizia in plasma di ossigeno (RIE), l'attacco dello strato di ossido, il cui scopo è quello di garantire la contattabilità del source e del drain, è stato fatto con BHF in soluzione 7:1. La natura selettiva di questo attacco chimico ha permesso di effettuare immersioni successive allo scopo di verificare la completa rimozione dello strato (Figura 31).

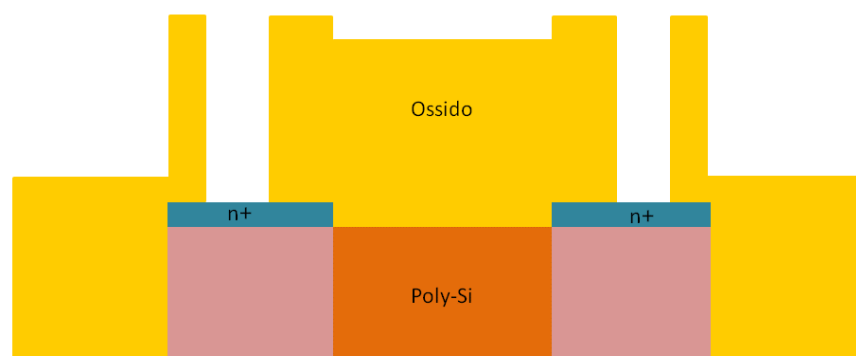


Figura 31. Profilo di un TFT dopo la fase di rimozione selettiva dello strato di ossido.

L'ultimo passaggio necessario per il completamento dei dispositivi è quello dell'evaporazione di uno strato di alluminio e successiva definizione dei contatti, piste e pad tramite *etching* selettivo.

L'alluminio è stato depositato sul wafer tramite evaporazione termica ad alta rate, per uno spessore finale di circa 200 nm. L'alto rate di evaporazione serve a mantenere basso il livello di impurità (presenti in camera) intrappolate, funzione del tempo totale di processo. Invece, la scelta dello spessore è stata effettuata considerando la necessità di formare un contatto "efficace" per la fase di misura su probe-station. La forza di pressione delle punte atte alla misura ha portato, in precedenti campioni, alla rimozione del metallo -troppo sottile-, generando errori nelle misure effettuate.

Con l'ultimo passaggio fotolitografico (maschera METAL) e successivo wet etching si ottiene la definizione delle parti metalliche (Figura 32). Il wet etching è stato effettuato con una soluzione di acido fosforico, acetico, nitrico ed acqua. La durata di questo passo è compresa tra i 5 ed i 10 minuti. La variabilità del tempo di etching è dovuta alla forte dipendenza della reazione chimica coinvolta dalla temperatura per cui, per T elevate, il processo appare molto più rapido, e viceversa.

Il wafer così realizzato viene trattato con un annealing finale in forno ASM ( $t=30$  min) ad una temperatura compresa tra i  $300^{\circ}$  e i  $350^{\circ}$  C, in modo che le eventuali cariche/impurità intrappolate possano desorbire.

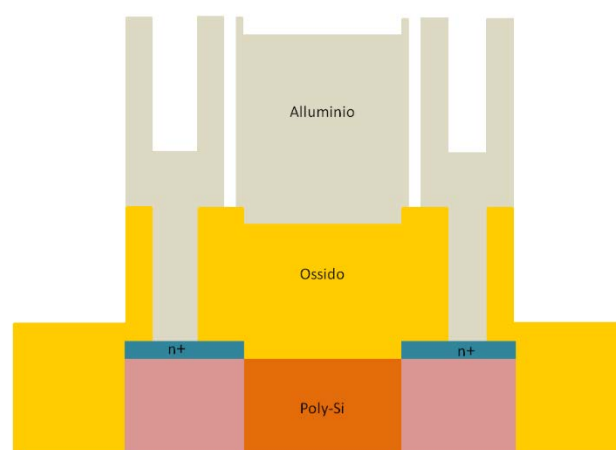


Figura 32. Profilo teorico dei TFT realizzati su poliimide.

### 4.3 Dispositivi su substrati flessibili realizzati

In questo paragrafo sono presentati i dispositivi fabbricati su substrati di poliimide secondo il processo presentato nei paragrafi precedenti. Purtroppo, essendo sia gli apparati che il tipo di processo, sperimentale, un gran numero di dispositivi realizzati non sono risultati funzionanti. Dopo alcuni tentativi di fabbricazione è stato possibile realizzare un wafer con abbastanza dispositivi funzionanti per compiere delle analisi e delle misurazioni. Nel seguito di questo paragrafo verranno illustrati i dispositivi e le analisi relative ai dispositivi fabbricati funzionanti. In dettaglio, in tabella 5, viene presentata la lista delle architetture presenti sulla machera che sono state fabbricate sul substrato polimerico di poliimide.

Architettura	Tipo	Dettagli dimensioni canale
TFT N-MOS	Standard	W100L10; W200L10; W400L10; W100L20; W200L20; W400L20
TFT N-MOS	Fingered*	W100L8-2; W100L18-2.
TFT Pseudo CMOS Inverter	Standard	W200L8-2
TFT Pseudo CMOS Inverter Ring Oscillator	Standard	W200L8-2
Resistenze	Double Structure*	---
Test pads e diodi Skotty	Standard	---

Tabella 5 Tabella riassuntiva con le architetture realizzate. \*Le architetture ed i tipi di strutture verranno introdotti nel proseguo del lavoro.

Le misure delle caratteristiche elettriche dei dispositivi sono state effettuate utilizzando il sistema di acquisizione in Figura 33. Tale sistema è composto da un generatore di tensione programmabile KEITHLEY 617, che polarizza il dispositivo in esame e da un elettrometro KEITHLEY 236, utilizzato per la misura delle correnti che circolano nel dispositivo. Questa strumentazione programmabile è controllata da un computer tramite un'interfaccia GPIB (General Purpose Interface Bus - IEEE 488).

Tutto il sistema di acquisizione dati è gestito da programmi di misura (scritti in Visual Basic) che consentono di variare i parametri di misura ( $V_{ds}$ ,  $V_{gs}$ , tempi di acquisizione tra due dati consecutivi) e di registrare i dati per la successiva elaborazione ed analisi. Per connettere i tre elettrodi di misura con il dispositivo viene utilizzato una "probe station" costituita da un sistema di aghi schermati montati su micromanipolatori che, con l'aiuto di

un microscopio, possono essere posizionati con precisione sui vari contatti di source, drain e gate. Il tutto inoltre, è racchiuso in un contenitore metallico per evitare interferenze esterne durante il processo di misura.

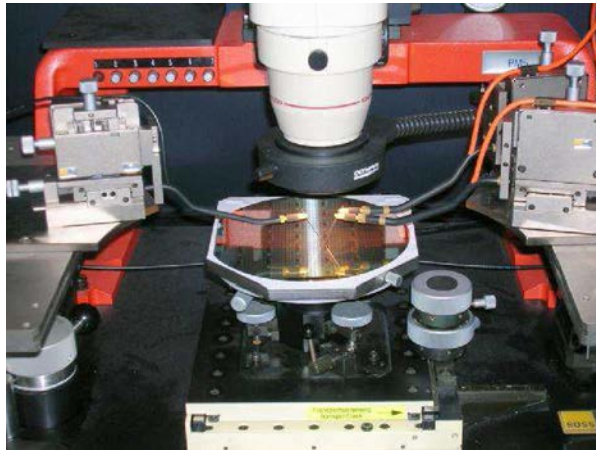
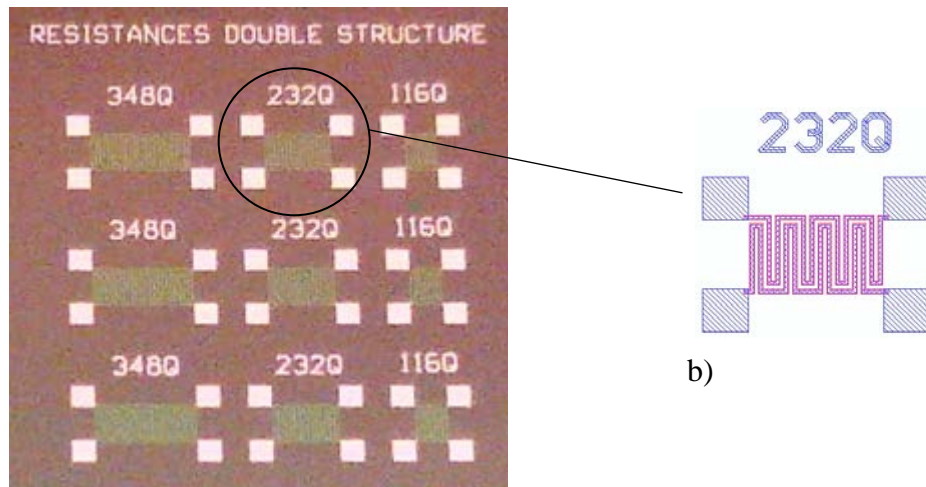


Figura 33. Foto della probe station dove sono state eseguite le misurazioni sui TFT (laboratori del CNR-IMM).

#### **4.3.1 I resistori**

Il primo componente che andremo ad introdurre sono i resistori. Questi resistori sono stati disegnati principalmente come componenti di test (Figura 34.a). Controllando il valore della resistenza per ciascun resistore, disposto in diverse zone del wafer, si può verificare l'omogeneità del a-Si. Inoltre, come mostrato in Figura 34.b, è stato proposto un pattern di due resistori affiancati per creare coppie di resistenze con stesso valore. Infatti, cercando di utilizzare la superficie limitrofa con il secondo resistore, si cerca di limitare l'effetto dovuto alla differenza spaziale di resistività sulla superficie.



a)

Figura 34. a) Sezione del wafer con le resistenze- Foto ottenuta con il Supereyes B008. b) design della struttura a doppia resistenza.

Le misure di resistenza sono state effettuate tramite lo stesso sistema per la misurazione dei TFT utilizzando solamente il KEITHLEY 236 e due probe della station descritti precedentemente. Le sessioni di misurazioni sui resistori hanno riportato che, mediamente, il valore della resistività è all'incirca di 3000 Ohm/sq. Questo valore è circa 800 Ohm/sq maggiore di quello che ci aspettavamo tramite la progettazione. Questa variazione di circa il 36.4% dal valore atteso può portare numerose difficoltà per la progettazione ed il dimensionamento dei dispositivi.

Come ulteriore analisi è stato correlato il valore della resistività dei dispositivi con la posizione spaziale degli stessi sul wafer, per identificare quanto la differenza spaziale influisca sulla variazione di resistività. In Figura 35 è mostrato il grafico con tale correlazione.

Come si può evincere dal grafico c'è una forte diminuzione della resistività verso la destra del wafer di circa il 19% dal valore iniziale. Ripercorrendo i passi del processo e controllando tutte le procedure ed i macchinari è stato riscontrato che durante il processo di De-idrogenizzazione ricristallizzazione ed attivazione del drogante tramite irraggiamento laser (paragrafo 4.2.3) la camera sotto vuoto che contiene il wafer (Figura 29) era leggermente inclinata verso destra (circa  $1^{\circ} \div 2^{\circ}$ ). Inoltre, il sistema di manipolatori della camera per portare la camera in piano erano già posizionati a fine corsa impossibilitando una correzione dell'angolazione. Anche se l'inclinazione della camera era di pochi gradi questo è bastato

per avere il fascio laser, con spot rettangolare (1mm x 6cm), che incidesse non perpendicolarmente con il wafer. La differenza di cammino dovuta all'inclinazione ha evidentemente portato ad una differenza della potenza incidente del fascio con relativo impatto sulla resistività del materiale. Come nota positiva della sperimentazione, il test sul design delle resistenze con struttura doppia ha riportato buoni risultati, malgrado il problema dell'irraggiamento, la massima differenza di valore di resistività tra i resistori nel design "Double Resistor" è stata del 5%. Questo ci conferma che lavorare sulle geometrie malgrado i limiti tecnici può aiutare molto per la realizzazione di dispositivi sperimentali.

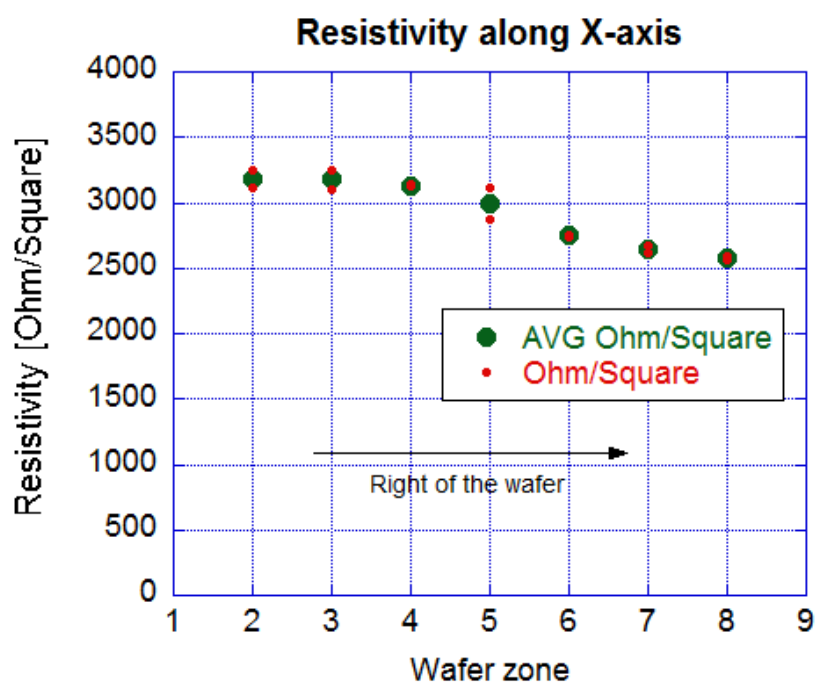


Figura 35. Resistività dei resistori sulla superficie del wafer correlati con la posizione spaziale sull'asse planare x da sinistra verso destra. In verde troviamo la media della resistività registrata mentre in rosso i valori massimi e minimi registrati per la stessa zona di wafer.

### 4.3.2 II TFT N-MOS

Per le strutture TFT N-MOS sono stati proposti due design, standard e "fingered". Le strutture e la sezione di wafer con i dispositivi sono mostrate in Figura 36. La struttura "fingered" è stata inserita nel design perché secondo lo studio di Valletta et al, realizzare un "finger" (n+) prima dell'elettrodo di drain diminuisce il kink effect [76], ovvero l'incremento



anomalo della corrente durante l'utilizzo del transistor. Inoltre, come mostrato in figura xx, per limitare gli effetti dovuti alle tolleranze, lo strato di metal del gate si sovrappone di  $6\ \mu\text{m}$  con il doping di source e drain. Questa accortezza è stata realizzata non solo per i design dei *fingered* ma per tutti i dispositivi TFT disegnati e realizzati. Come anticipato nel paragrafo 4.3 le misurazioni sui dispositivi sono state effettuate con il sistema di Figura 33.

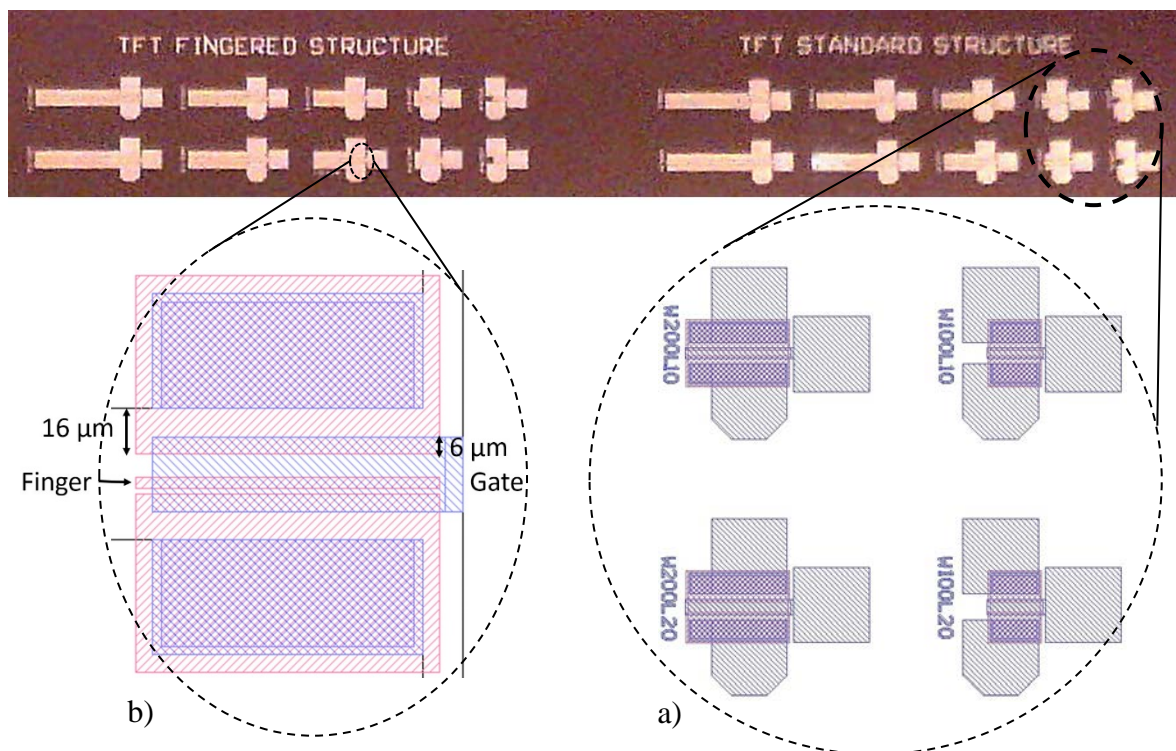


Figura 36. a ) Foto della sezione del wafer dei dispositivi fingere e dettaglio della struttura disegnata tramite CAD, b) foto della sezione del wafer con i dispositivi TFT e dettaglio della struttura disegnata tramite CAD.

Per questi dispositivi sono state misurate la curva di trasferimento -  $I_d$  al variare di  $V_{gs}$  - e le caratteristiche di uscita -  $I_d$  al Variare di  $V_{ds}$  per 3 differenti valori di tensione di  $V_{gs}$  – per differenti dimensioni di canale (Fig. 37-42). Inoltre sono stati confrontati i dispositivi standard con quelli “fingered”.

In dettaglio in Figura 37 sono riportati le misurazioni di un dispositivo TFT N-MOS con dimensioni di canale  $W=100\mu\text{m}$  ed  $L=10\ \mu\text{m}$ . Come si evince dal grafico è stata ripetuta la misurazione per  $V_{gs} = 4, 6, 8\ [\text{V}]$ . In Figura 38 sono riportate le curve di trasferimento dello stesso dispositivo. La misurazione “up-down” è stata eseguita per indentificare la perdita per isteresi del dispositivo. Inoltre è stata misurata la corrente sul gate “ $I_g$ ” per monitorare la

“leakage current” all’interno dell’ossido di gate durante le misurazioni della curva di trasferimento. Si nota in quest’ultima misurazione che c’è la presenza di una corrente di perdita - che chiameremo  $I_{loss}$  -. Questo fenomeno di iniezione di corrente nel gate è stato riscontrato sulla totalità dei dispositivi. Va inoltre notato che dopo la prima misurazione l’effetto svaniva senza influenzare in maniera evidente il funzionamento dei dispositivi.

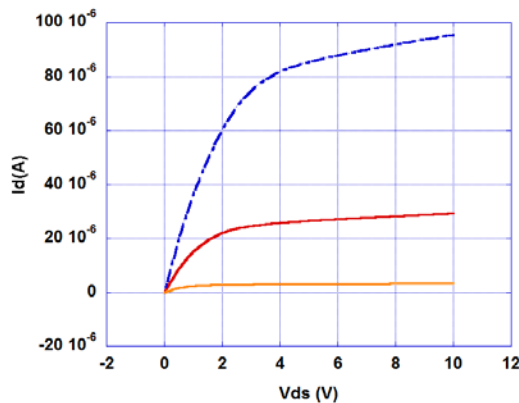


Figura 37 . Curva di uscita di un dispositivo TFT n-mos (W100L10).

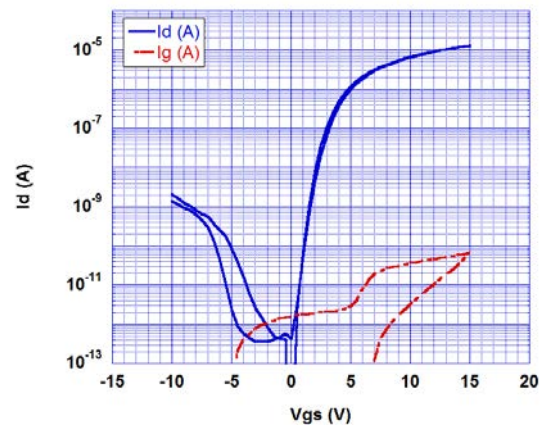


Figura 38 Curva di trasferimento di un dispositivo TFT n-mos (W100L10).

Per ogni tipologia di dispositivo è stato effettuato un “breakdown test” per verificare i limiti operativi. Mediamente il limite operativo massimo per la tensione  $V_{GS}$  è risultato 20V.

Superato questo valore si è notata una iniezione permanente di cariche all’interno dell’ossido di gate che hanno conseguentemente portato ad un innalzamento della tensione di soglia  $V_T$ . Similarmente, è stato effettuato lo stesso test per la tensione massima  $V_{DS}$  e, mediamente, il valore massimo, senza incorrere in nessun fenomeno di degradazione dei dispositivi è stato di 12V.

Come si può osservare dal grafico in Figura 37, inaspettatamente non si presenta alcun effetto di “Kink”. Il fatto che non si abbia un *kink effect* o perlomeno un contributo minimo, può essere legato allo specifico processo di formazione dei contatti che è stato effettuato. Infatti, il processo di fusione indotto dal laser causa la diffusione laterale del drogante che produce un profilo graduale del drogaggio. Il profilo graduale di drogaggio a sua volta determina un più basso campo elettrico al drain, riducendo così il tasso dei processi di ionizzazione da impatto.

In Figura 39 e Figura 40 sono riportate le curve di trasferimento e di uscita per un dispositivo “*Fingered*” con dimensioni di canale W100L8-2. Tale dimensione è comparabile con la dimensione di canale del dispositivo in Figura 37 -W100L10-. Infatti, per L8-2 si intende una struttura che dopo 8 $\mu$  ha un “finger n+” e poi altri 2 $\mu$  di canale (le dimensioni del *finger*, per i nostri dispositivi, è circa di 4 $\mu$ ). Da quanto si evince dai dati dei dispositivi *fingered* le performance sono molto simili a quelle dei dispositivi standard. Va notata una differenza nella curva di isteresi che risulta più ampia durante il processo “up-down” della curva di trasferimento (Figura 39).

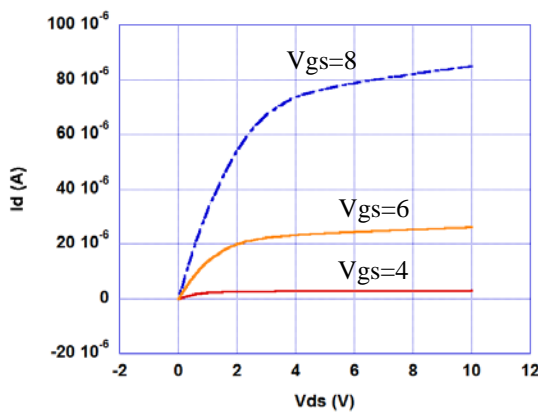


Figura 39. Curva di uscita di un dispositivo TFT n-mos - Fingered (W100L8-2).

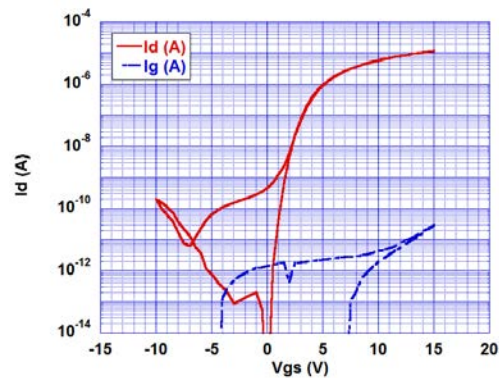


Figura 40 Curva di trasferimento di di un dispositivo TFT - mos (W100L8-2).

Considerata l’assenza dell’effetto di kink nei dispositivi standard non possiamo quantificare le performance di questa soluzione rispetto al fenomeno del “kink”. In ogni caso, confrontando le curve di uscita dei due dispositivi (standard e *fingered*) con dimensioni di canale comparabili (W100L10 con W100L8-2) alla tensione  $V_{GS}$  più alta investigata ( $V_{GS}=8$  [V]), così che sia più visibile anche graficamente la differenza, è stato riscontrato un effetto dell’architettura *fingered* sulla dinamica. Infatti, come si può evincere dalla Figura 41 la curva del *fingered* ha una dinamica leggermente diversa. Per quantificare l’effetto della architettura consideriamo per le curve in Figura 42 una approssimazione lineare. Si possono notare quindi due principali effetti dai valori delle equazioni lineari: un effetto negativo, ovvero l’intercetta della caratteristica di uscita del *fingered* ha un valore del 9.1% più basso rispetto a quella dello standard; ed un effetto positivo, ovvero il coefficiente angolare della

caratteristica di uscita del fingered ha un valore del 18,12% più basso rispetto a quello dello standard.

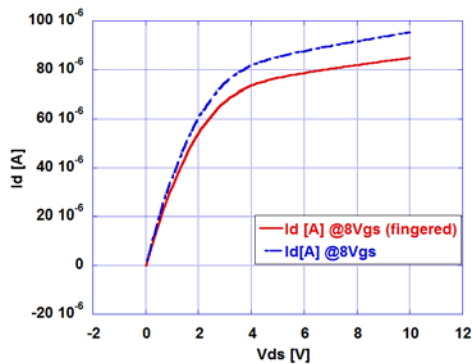


Figura 41 Confronto fra le curve di uscita tra un dispositivo standard e uno fingered. Le strutture hanno una dimensione di canale comparabile (W100L10 con W100L8-2).

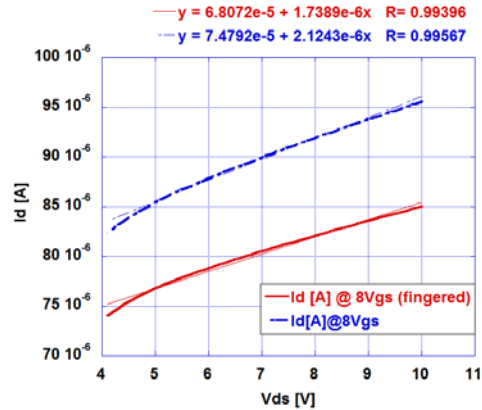


Figura 42 Dettaglio del confronto fra le curve di uscita tra un dispositivo standard e uno fingered, con le equazioni delle approssimazioni lineari della porzione di curva evidenziata.

Per completezza vengono riportati di seguito i grafici delle strutture realizzate: W100L20 in Figura 43-Figura 44; W200L10 in Figura 45-Figura 46 ed W400L10 in Figura 47-Figura 48. Come si può notare dai grafici i valori elettrici sono consistenti con le dimensioni del canale. Inoltre, le caratteristiche su tutti i dispositivi si sono dimostrate consistenti e stabili anche dopo ripetute misurazioni.

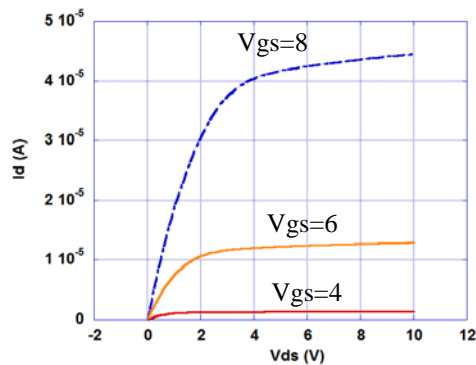


Figura 43 Curva di uscita di un dispositivo TFT n-mos (W100L20).

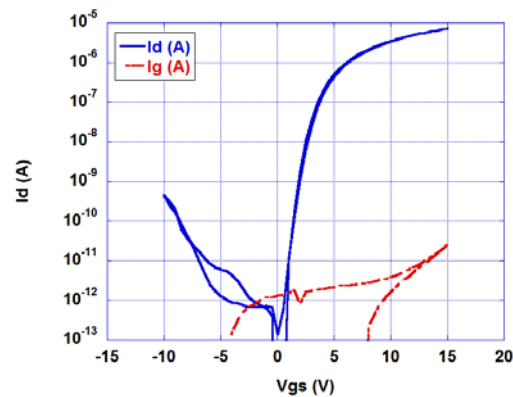


Figura 44 Curva di trasferimento di di un dispositivo TFT -mos (W100L20).

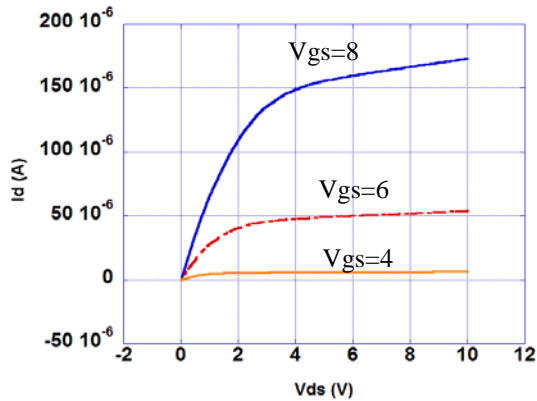


Figura 45 Curva di uscita di un dispositivo TFT n-mos (W200L10).

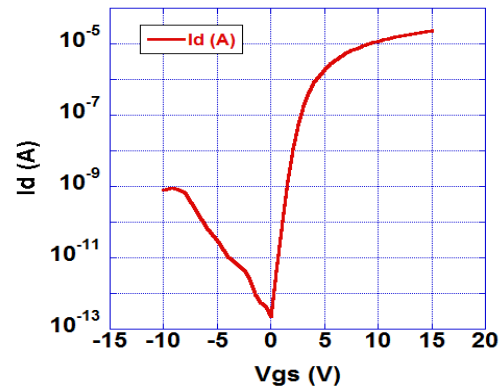


Figura 46 Curva di trasferimento di di un dispositivo TFT - mos (W200L10).

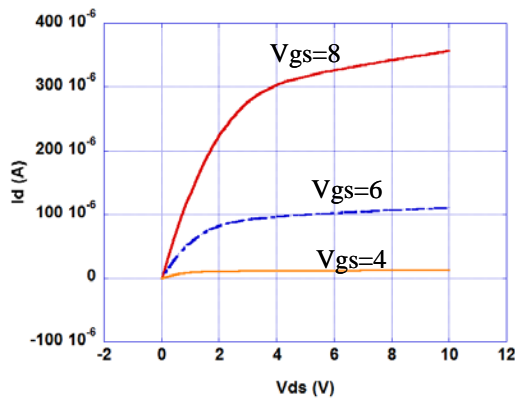


Figura 47 Curva di uscita di un dispositivo TFT n-mos (W400L10)

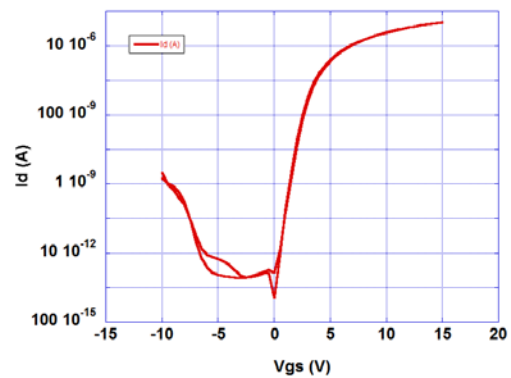


Figura 48 Curva di trasferimento di di un dispositivo TFT - mos (W400L10).

Sono stati misurati differenti dispositivi (circa 30) e per verificare l'uniformità del processo e delle caratteristiche sono state calcolate e collezionate per ciascun dispositivo i valori di *Threshold Voltage* ( $V_T$ ), *Mobility* ( $\mu$ ) e *Subthreshold Slope* ( $SS$ ); per creare, per quanto possibile, una statistica con tali valori. Mediamente i risultati ottenuti sono stati abbastanza positivi rispetto alla media dei dispositivi sperimentali realizzati nel laboratorio del IMM-CNR. Infatti è stato calcolato un buon livello di uniformità con un  $V_T$  mediamente di 4,8V, una mobilità tra 20-25  $\text{cm}^2/\text{Vs}$  ed una subthreshold slope di circa 400-450 mV/Dec. I dati di queste statistiche sono riportati graficamente in Figura 49(Threshold Voltage spread) in Figura 50 (Mobility Spread) e Figura 51 (Subthreshold slope Spread).

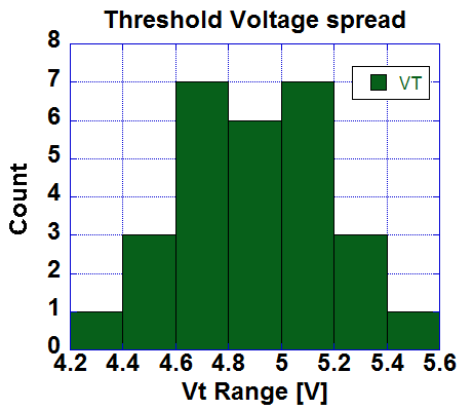


Figura 49 Statistica sulla *Threshold Voltage* ( $V_T$ ) effettuata su circa 30 dispositivi .

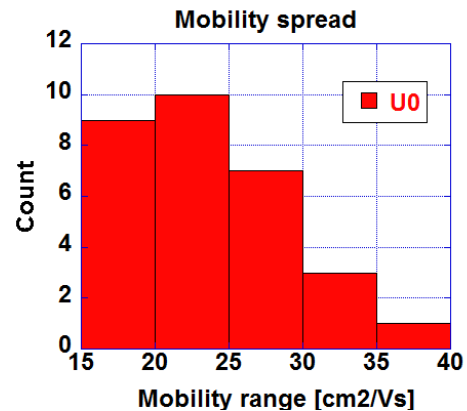


Figura 50 Statistica sulla *Mobility* ( $\mu$ ) effettuata su circa 30 dispositivi .

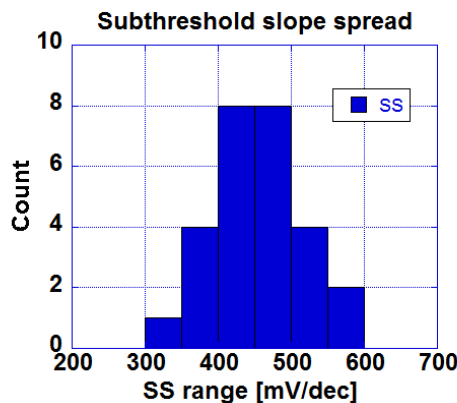


Figura 51 Statistica sulla *Subthreshold Slope* ( $SS$ ) effettuata su circa 30 dispositivi .

Si è notato, inoltre, che le migliori performance in termini di  $V_T$ ,  $SS$  e  $\mu$ , sono state ottenute al centro del wafer. Dove teoricamente, considerando anche la piccola inclinazione della camera a vuoto porta campioni, in quel punto si dovrebbe aver avuto la perfetta focalizzazione del fascio laser durante il processo di ricristallizzazione.

### 4.3.3 Inverter Pseudo C-MOS

Dopo i test sui dispositivi TFT sono state testate le strutture leggermente più complesse fabbricate sempre sul substrato polimerico di poliimide.

In particolare la prima struttura testata è stato il circuito inverter pseudo C-MOS. Le strutture inverter CMOS potrebbero essere molto utili per la realizzazione di circuiti logici

di lettura o configurazioni a “*ring oscillator*” per la lettura di sensori. Essendo per ora molto complicato realizzare strutture CMOS nei laboratori sperimentali del CNR-IMM, si è tentato di realizzare delle strutture inverter pseudo C-MOS partendo da soli componenti N-MOS. In Figura 52.a è riportata la foto del circuito sul wafer, mentre in Figura 52.b possiamo notare lo schema circuitale della configurazione pseudo C-MOS.

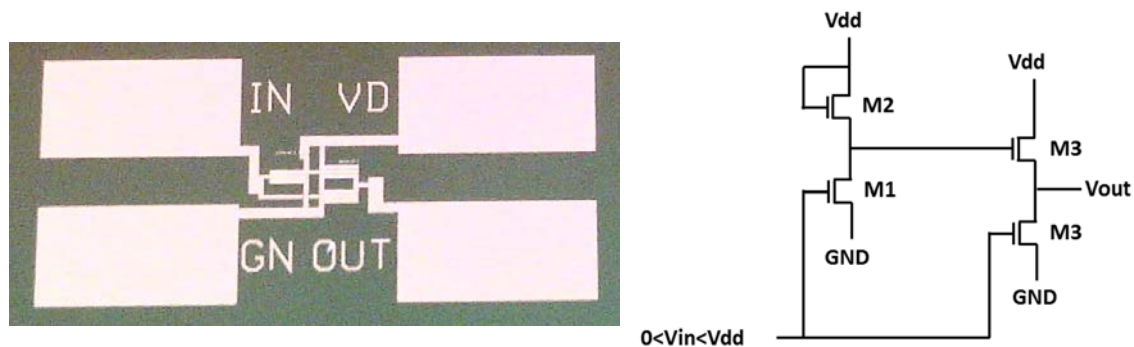


Figura 52. a) foto della porzione di wafer con il circuito in configurazione pseudo c-mos (registrato con il Supereye 800) i pads del circuito sono molto grandi per facilitare la lettura ed una ipotetica successiva connessione tramite tecnica ACF Bonding (Anisotropic conductive film bonding); b) esempio di schema circuitale della configurazione pseudo C-MOS.

Il setup di misurazione per questo circuito è stato leggermente modificato per permettere di provare il circuito. Infatti, oltre la probe station utilizzata anche per i test sui TFT N-MOS e il KEITHLEY 236 per polarizzare il circuito è stato utilizzato un generatore di funzioni ed un oscilloscopio digitale (Tektronix TBS1000) per leggere la  $V_{out}$  del circuito. Siccome i vari TFT che compongono il circuito hanno una forte disomogeneità in termini di caratteristiche e prestazioni la lettura del circuito è risultata molto difficoltosa ed affetta da rumore. Una delle difficoltà riscontrate è stata l’impedenza di ingresso per la lettura del circuito. L’utilizzo delle probe con guadagno 10:1 e 100:1 non è risultato sufficiente. Così, per eseguire i test è stato utilizzato un *Texas Instruments 4631 Opamp*, con alimentazione duale  $\pm 15V$ , come buffer di disaccoppiamento tra l’uscita dell’inverter e l’ingresso dell’oscilloscopio. Sfortunatamente, con questa configurazione non è stato possibile compensare il carico capacitivo e quindi non è stato possibile misurare con accuratezza la velocità degli stati.

Con il setup descritto sono stati eseguiti due tipi differenti di test. Nel primo test è stato stimolato il circuito con una onda rettangolare ( $0 \rightarrow V_{DD}$ ), ripetendo il test per differenti valori di  $V_{DD}$ . In questo caso, è stato verificato che l’onda di uscita andasse da  $0 \rightarrow (V_{DD} -$

$V_T$ ) (Figura 53 - linea arancione). Il problema è che la rete pull-up deve disporre di un  $V_{GS} > V_T$  per lasciare che la corrente scorra. Per questo motivo l'uscita (la sorgente del TFT pull-up) deve essere spostata di  $V_T$  Volts rispetto alla tensione di gate che è nel migliore dei casi  $V_{DD}$ . Per verificare questa ipotesi abbiamo graffiato il metallo per separare il drain del primo stadio inverter dal drain del TFT e abbiamo azionato il circuito in doppia alimentazione usando un  $V_{SS}$  superiore a  $V_{DD}$  per compensare il  $V_T$  del pull-up TFT. Come abbiamo supposto, abbiamo ottenuto risultati migliori (Figura 53 - linee rosse).

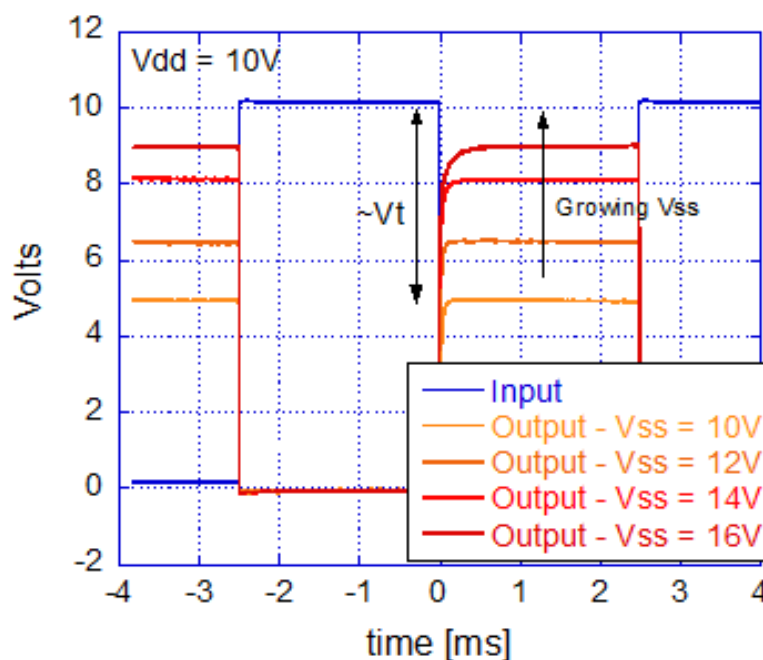


Figura 53. Analisi transitoria di un inverter pseudo-c-mos.  $V_{DD} = 10V$ ,  $V_{INPUT} = 0 \rightarrow 10V$ . Notare che il livello "0" è leggermente inferiore a 0 Volt a causa dell'offset di uscita del THS4631.

La seconda prova è stata la curva di trasferimento dell'inverter. Abbiamo eseguito questa misura stimolando l'ingresso dello stadio invertente con una curva a profilo triangolare. I risultati sono mostrati in Figura 54. Si nota un andamento della curva affetto da isteresi per tensioni inferiori a 4 Volt. Ciò è probabilmente dovuto al fatto che i circuiti sono stati realizzati utilizzando l'architettura a fingered, che abbiamo verificato, con le misure sui singoli TFT, avere un comportamento affetto da isteresi nello stesso intervallo (Figura 40). Abbiamo utilizzato questi dati per estrarre il guadagno dell'inverter, mostrato in Figura 55.



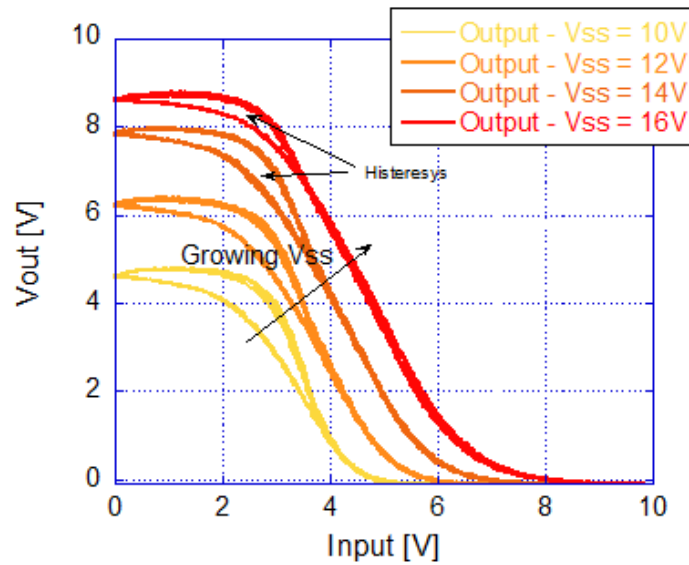


Figura 54. Curva di trasferimento dell'inverter Pseudo C-MOS.

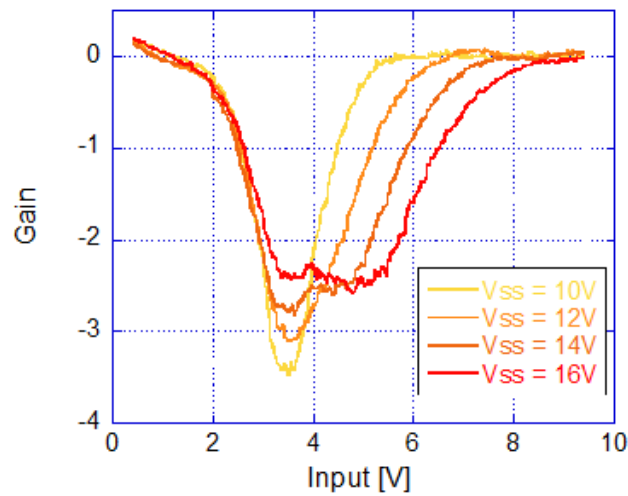


Figura 55. Curva di guadagno dell'inverter Pseudo C-MOS. Il rumore della curva è dovuto all'estrapolazione numerica dei dati.

#### 4.3.4 Ring Oscillator

Oltre alle strutture TFT-fingered pseudo C-MOS su poliimide, sono stati realizzati con lo stesso componente alcune architetture a ring oscillator. Il ring oscillator è una configurazione formata da un numero dispari di porte NOT, nel nostro caso realizzate con il singolo TFT-fingered pseudo C-MOS, dove l'uscita oscilla tra valori specifici di tensione, che rappresentano l'uno e lo zero logico. Le porte NOT (inverter) sono connesse tra di loro in modo da formare una catena e l'uscita dell'ultimo inverter è collegata all'ingresso del primo

(vedi Figura 52). Si può dimostrare che l'uscita di una catena dispari di inverter è il NOT logico dell'ingresso del primo inverter: quindi, una volta inserito in ingresso un segnale e atteso un tempo caratteristico, necessario al segnale per passare attraverso la catena di inverter, l'input presente in ingresso avrà un livello di tensione opposto a quello iniziale e il dispositivo comincerà ad oscillare. Quindi, se si collega al *ring oscillator* un sensore capacitivo, al variare della capacità il *ring oscillator* oscillerà ad una frequenza proporzionale. Per comprendere il principio di funzionamento di un ring oscillator, occorre considerare che per un transistor reale, il tempo di commutazione tra i suoi due stati non può essere zero, ma sarà una quantità finita di tempo (questo ad esempio a causa della capacità di gate). Ciascun inverter impiega una certa quantità di tempo per far variare la sua uscita, quindi, aumentando il numero di inverter, questo ritardo aumenta e la frequenza di oscillazione si riduce [77]. Per questo motivo per la nostra configurazione è stato scelto il numero minimo di stadi, ovvero tre. In Figura 56 è mostrata la sezione di wafer con il ring oscillator su poliimide realizzato con blocchi di TFT-fingered pseudo C-MOS. Sfortunatamente malgrado i molteplici tentativi effettuati per avere delle misurazioni sulle strutture ring oscillator, nessun dispositivo è risultato funzionante. Avendo inoltre una struttura più complessa ed essendo i dispositivi molto vicini tra loro, è stato impossibile cercare di tagliare le piste di collegamento per inserire le probe e testare i singoli dispositivi.

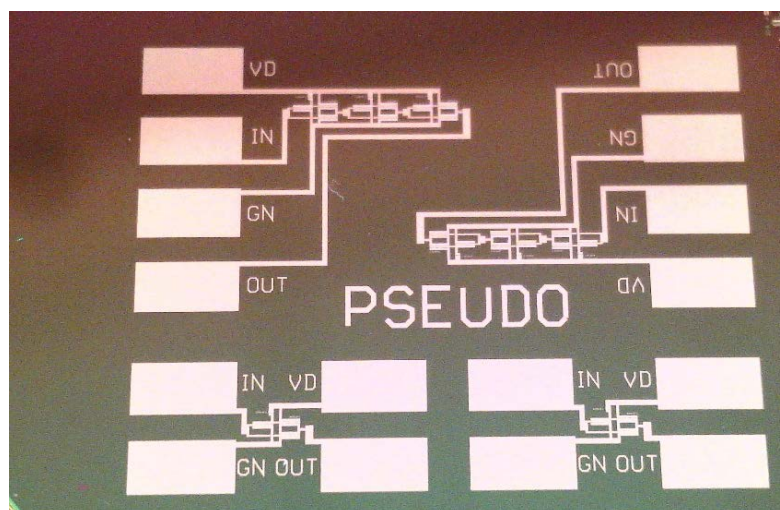


Figura 56. Dettaglio del blocco Pseudo C-MOS. In cima, due oscillatori a tre stadi pseudo c-mos (anello non chiuso). Sul fondo due pseudo inverter c-mos (logica proporzionale).

RIFERIMENTI CAPITOLO 4:

- [69] M.K. Ghosh, K.L. Mittal, Polyimides: Fundamentals and Applications, Marcel Dekker Inc., New York, 1996, pp. 1–912.
- [70] Patent: Polyimide polymer from non-stoichiometric components, Publication number: US 20120190802 A1; Publication type: Application; Application number:US 13/014,494; Publication date: Jul 26, 2012; Filing date: Jan 26, 2011.
- [71] F. Maita, L. Maiolo, A. Minotti, A. Pecora, D. Ricci, G. Metta, G. Scandurra, G. Giusi, C. Ciofi and G. Fortunato “Ultra-flexible Tactile Piezoelectric Sensor Based On Low-temperature Polycrystalline Silicon Thin Film Transistor Technology”, Sensors Journal, IEEE . Vol:PP Issue:99,2015.
- [72] L. Maiolo Alessandro Pecora, Francesco Maitaa, Antonio Minottia, Emiliano Zampettia, Simone Pantaleia, Antonella Macagnanoa, Andrea Bearzottia, Davide Riccib, Guglielmo Fortunato “Flexible sensing systems based on polysilicon thin film transistors technology”, Sensors and Actuators B 179 (2013) 114–124.
- [73] W. Beyer, Solar Energy Materials and Solar Cells, 78, 235 (2003).
- [74] S. Inoue, S. Utsunomiya, T. Saeki, T. Shimoda, Surface-free technology by laser annealing (SUFTLA) and its application to poly-Si TFT-LCDs on plastic film with integrated drivers, IEEE Transactions on Electron Devices 49 (2002) 1353–1360.
- [75] H. Takao, M. Miyasaka, H. Kawai, H. Hara, A. Miyazaki, T. Kodaira, S.W.B. Tam, S. Inoue, T. Shimoda, Flexible semiconductor devices: fingerprint sensor and electrophoretic display on plastic, in: Proceeding of the 34th European Solid- State Device Research Conference (ESSDERC) 2004, 2004, pp. 309–312.
- [76] L. Maiolo, A. Pecora, G. Fortunato, N.D. Young, Low-temperature ECR-PECVD silicon dioxide as gate insulator for polycrystalline silicon thin film transistors, Journal of Vacuum Science & Technology A 24 (2006) 280.
- [77] Valletta A. ; Fortunato, G. ; Bonfiglietti, A. ; Cuscuna, M. ; Pecora, A; Luigi Mariucci L, “Polysilicon TFT Structures for Kink-Effect Suppression”, IEE Transactions on electron device, Vol. 51, No. 7, July 2004.
- [78] J. Millman and C. Halkias, “Microelettronica”, ed. Bollati Boringhieri, (1978)

## Capitolo 5 I sensori Ottici di prossimità

I sensori ottici sono tra i più comuni ed utilizzati in una larga varietà di applicazioni, che vanno dalle comunicazioni ottiche al controllo della luminosità, all'acquisizione di video e di immagini, fino al rilevamento di distanza. L'utilizzo di sensori con risposta nella regione del vicino infrarosso (Near Infrared - NIR) con uno spettro di frequenza che va da 300 GHz a 430 THZ, hanno mostrato il più largo utilizzo nell'applicazioni di rilevamento e calcolo della distanza di un oggetto, grazie alla loro direzionalità di propagazione e l'alta sensibilità ai segnali con bassa densità di energia [79-81]. Attualmente i sensori ed i rilevatori IR e NIR hanno un ampio utilizzo nell'elettronica indossabile che comprende: il rilevamento del movimento, il monitoraggio delle attività fisiche; vestiti militari intelligenti; sistemi portatili per la guida di persone non vedenti; sensori intelligenti di temperatura flessibili per il monitoraggio della salute [82-86].

Gli elementi del gruppo IV della tavola periodica, come Silicio, Germanio e Piombo sono stati largamente investigati negli ultimi anni come foto rilevatori IR. Tuttavia, per rilevare fotoni su una gamma più ampia dello spettro NIR, sono riportati in letteratura differenti varianti con combinazioni di elementi dal gruppo III al VI come Indium Gallium Arsenide (InGaAs) o Sali di piombo come Pb-S, Pb-Se, Pb-S-Te [97,88]

In questo capitolo verranno introdotte le tecnologie indagate e sviluppate per la realizzazione dei sensori infrarossi nel vicino infrarosso NIR. In particolare sono state investigate configurazioni con Germanio Amorfo Idrogenato (a-Ge:H) e Sali di piombo come PbS. Queste scelte sono ricadute principalmente sulla compatibilità dei processi con il processo di fabbricazione di elettronica e sensori su substrati flessibili di poliimide. Inoltre, la possibilità di avere i macchinari per indagare queste due tipi di tecnologie ha influito sulla selezione dei materiali per la costruzione dei sensori di rilevamento ad infrarosso.

Seguendo le linee del progetto fabbrica del futuro il sensore di prossimità potrebbe essere integrato nei sistemi per identificare la presenza dell'operatore nelle vicinanze del robot e dipendentemente dalla strategia che vorranno utilizzare potrà essere integrato lato Operatore, robot o entrambi. Un sensore basato su uno strato attivo di germanio può identificare una sorgente infrarossa posizionata ad esempio sul braccio meccanico, oppure lavorare riconoscendo l'intensità back-scattered proveniente da una superficie, per ricostruirne il profilo e la posizione del braccio robotico [89].

Usare una tecnologia infrarossa aggiunge il vantaggio di aggirare le problematiche di rumore elettromagnetico nell'ambiente industriale ed essere non percepibile dall'uomo.

### 5.1 Il sensore infrarosso basato su Germanio Amorfo Idrogenato (a-Ge:H)

Il germanio è un noto semiconduttore di gruppo IV con una banda indiretta a 0,66eV ed una diretta a 0,8 eV. Il germanio è stato ampiamente utilizzato nell'elettronica per la realizzazione di transistor a film sottile (TFT) e optoelettronica come materiale attivo per le celle solari, nonché per la realizzazione di foto-rivelatori e rivelatori di radiazioni. Il suo punto di fusione relativamente basso e le corrispondenti basse temperature di processo, rendono i componenti elettronici a base di germanio ideali per la realizzazione del materiale su substrati flessibili organici, comunemente utilizzati in elettronica flessibile e indossabile. Un passo fondamentale nello sviluppo del processo è quello di attenuare i danni termici ai polimeri di substrato durante la fabbricazione [90]. La bassa temperatura di trattamento termico e la risposta elettrica lineare sono quindi requisiti essenziali per l'uso del germanio in componenti elettronici flessibili per la creazione di foto-resistori o *Light dependent resistors (LDRs)* [90- 92].

La scelta del a-Ge:H è dovuta principalmente al metodo di fabbricazione che utilizza basse temperature, quindi l'impossibilità di creare uno strato di germanio monocristallino e il tipo di precursore gassoso ( $\text{GeH}_4$ ) che andrà a formare il a-Ge:H mantenendo la presenza dell'idrogeno nella lega. Anche se con tentativi di annealing in forno si cerca di ridurre il contributo di H nella lega, alcuni lavori in letteratura riportano che la presenza di Idrogeno nella lega colma alcuni difetti strutturali aumentando le proprietà opto-elettriche risultanti della dello strato semiconduttore [93].

Per lo sviluppo dei sensori di a-Ge:H si sono utilizzati le conoscenze e le stesse procedure per la realizzazione dei TFT su film polimerici presentata nei capitoli precedenti. È stata utilizzata anche la tecnica ELA con un differente protocollo di irraggiamento per investigare la ricristallizzazione dello strato attivo di a-Ge direttamente sul substrato flessibile. Quindi, il processo fabbricativo del dispositivo ottico di prossimità basato su A-Ge:H ha coinvolto gli stessi macchinari utilizzati per la realizzazione dei TFT. Questo ci ha permesso di realizzare il sensore a base di a-Ge:H direttamente su substrato polimerico dotato di buffer termico. In particolare, la realizzazione dello strato sensibile a semiconduttore avviene attraverso apparati PECVD con l'ausilio di radiofrequenza accoppiata capacitivamente (RF-PECVD).

Il design di un foto-resistore IR secondo A. Rogalski [94], solitamente è costituito da uno strato di semiconduttore omogeneo con una area elettrica  $A_e$  che si accoppia con l'area ottica del fascio infrarosso  $A_o$ . Di solito le aree elettriche e ottiche dovrebbero avere lo stesso valore e l'utilizzo di concentratori ottici aumenta il rapporto  $A_o / A_e$ . In Figura 57, viene mostrato il design ideale proposto da A. Rogalski.

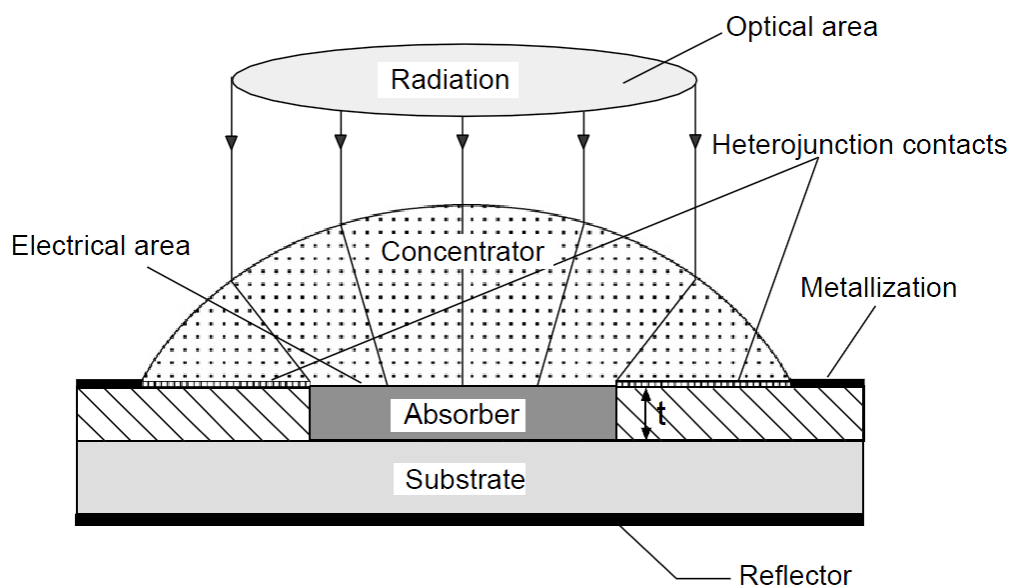


Figura 57. Design standard di una foto-resistenza secondo A. Rogalski [94]

Nel nostro caso per semplicità di realizzazione sono state disegnate delle strutture interdigitate che fungono da contatti elettrici per la lettura della parte attiva che assorbe la radiazione. Con questa struttura interdigitata, la parte dei contatti copre parte dell'ipotetica area ottica del dispositivo. In particolare avendo una struttura come in Figura 58.a, dove la proporzione tra interdigitato e zona esposta sono uguali si ha una area elettrica attiva che è il 50% della area ottica esposta. In Figura 58.b, è mostrato il disegno della struttura completa. Questa scelta è dovuta ai limiti costruttivi e alla necessità di snellire il più possibile il processo produttivo per avere una prototipazione dei primi dispositivi più rapida possibile. Inoltre per gli stessi motivi è stato ritenuto non opportuno, per questa prima fase di indagine, l'implementazione di un concentratore ottico. In ogni caso, si è deciso di passivare il

dispositivo finale con una copertura in polodimetilsilossano- PDMS<sup>9</sup>, trasparente agli infrarossi.

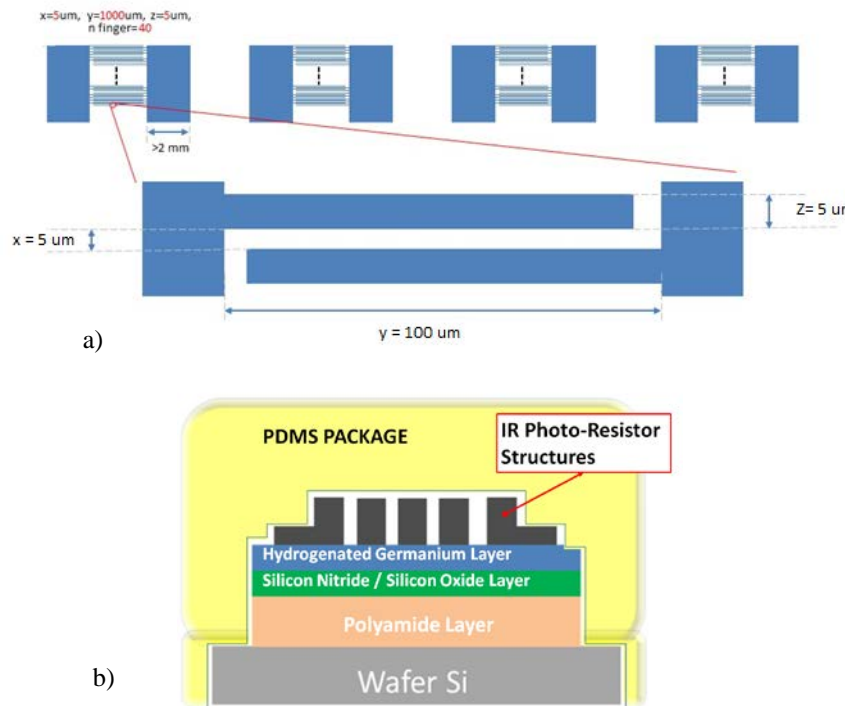


Figura 58 Schema delle strutture realizzate sopra il film di a-Ge:H a) disegno dell'intergitato tramite CAD, b) schema in sezione che riassume il dispositivo.

### 5.1.1 Processo di produzione dei sensori a-Ge:H

Il sensore, come anticipato dal design in figura 58, è composto da una struttura multi-layer che è stata deposta su uno strato di poliimide (PI HD-Microsystem 2611). Lo schema riassuntivo del processo è mostrato in Figura 59.

Il substrato di poliimide è stato formato tramite tecnica di spin-coating su un wafer di silicio che avrà il ruolo di carrier rigido per tutto il processo di fabbricazione. Per assicurarsi una maggiore aderenza della poliimide sul carrier di silicio il wafer è stato precedentemente ossidato termicamente. Inoltre, dopo la deposizione, il wafer con la poliimide ha subito un processo di “curing” in forno a 350°C (la massima temperatura per la poliimide) per ridurre gli effetti di possibili stress termici durante le successive fasi di deposizione di materiali. Per

<sup>9</sup> Il polidimetilsilossano (PDMS) è tra i più comuni polisilossani. Si ottiene a partire dal dimetilclorosilano, che è a sua volta un composto chimico prodotto per reazione diretta tra silicio e cloruro di metile. Per successiva idrolisi del dimetilclorosilano si ottengono silossani ciclici e lineari che successivamente polimerizzati danno luogo ai polimeri siliconici.

creare anche un buffer termico che protegga il substrato polimerico, come effettuato precedentemente per la creazione dei TFT, anche in questo processo sono stati aggiunti gli strati barriera, composti da 400 nm di Biossido di Silicio ( $\text{SiO}_2$ ) sopra uno strato di 50 nm di Nitruro di silicio ( $\text{SiN}_4$ ) depositati tramite tecnica ECR-PECVD a  $300^\circ\text{C}$ . Gli strati barriera oltre a fornire un buffer termico per la poiimide facilitano l'aderenza con il successivo strato di a-Ge:H. Lo strato attivo di germanio amorfo idrogenato è stato depositato introducendo un precursore gassoso di  $\text{GeH}_4$  nella camera del PECVD impostata ad una temperatura di  $250^\circ\text{C}$  con delle condizioni di lavoro in vuoto (0,3 mbar) ad una potenza di 4 W. Alla fine del processo lo strato attivo depositato è stato di 200 nm.

Similarmente come il silicio, il germanio per migliorare le sue caratteristiche elettriche e per ricristallizzare dovrebbe subire un trattamento di annealing in forno ad una temperatura maggiore di  $600^\circ\text{C}$ . Essendo il germanio depositato su un substrato organico che non può sopportare tali temperature anche per questo processo si è deciso di seguire la tecnica di ricristallizzazione ELA. Lo strato di a-Ge:H è stato così sottoposto al processo ELA usando il laser ad eccimeri Xeno-Cloro (XeCl) con lunghezza d'onda di 308 nm ed a una massima densità di energia di  $300\text{mJ}/\text{cm}^2$ .

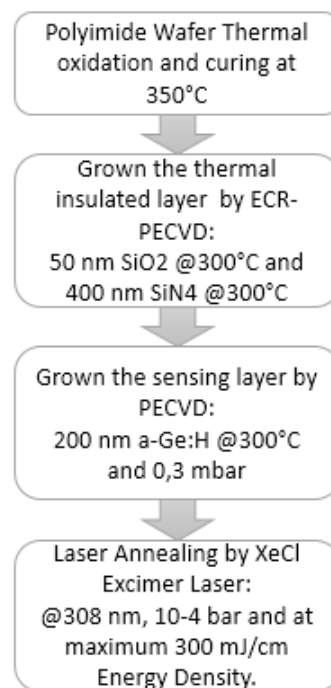


Figura 59 Schema che riassume il processo fabbricativo del dispositivo a-Ge:H.



Il laser XeCl a 308 nm ha una profondità di penetrazione nell'ordine di  $\sim 80$  nm nel film di a-Ge:H. Pertanto, l'energia irradiata viene convertita in modo efficiente, cristallizzando l'intera pellicola di germanio. Il campione è stato irradiato con incidenza normale (perpendicolare) e dopo aver messo a fuoco il fascio laser con un sistema di lenti, è stato ottenuto un fascio con spot rettangolare (larghezza: 1 mm, lunghezza: 6 cm). Il laser ad eccimeri è stato impostato con una durata di impulso di 20-30 ns, il che provoca un rapido assorbimento dell'energia nello strato a-Ge: H. La conducibilità termica relativamente scarsa del materiale di barriera limita il budget termico all'interno di a-Ge:H, mantenendo temperature inferiori a quella della transizione vetrosa del sotto-strato flessibile di polyimide ( $<360-400$  ° C). Per consentire il completo irraggiamento il campione è stato inserito dentro la camera a vuoto ( $10^{-4}$  bar) montata sugli stage lineari. Quest'ultimi hanno consentito una movimentazione uniforme durante l'irraggiamento mediante sovrapposizione di scansioni multiple (lo schema del sistema di irraggiamento è lo stesso descritto in figura 29). La struttura finale è mostrata in Figura 60.

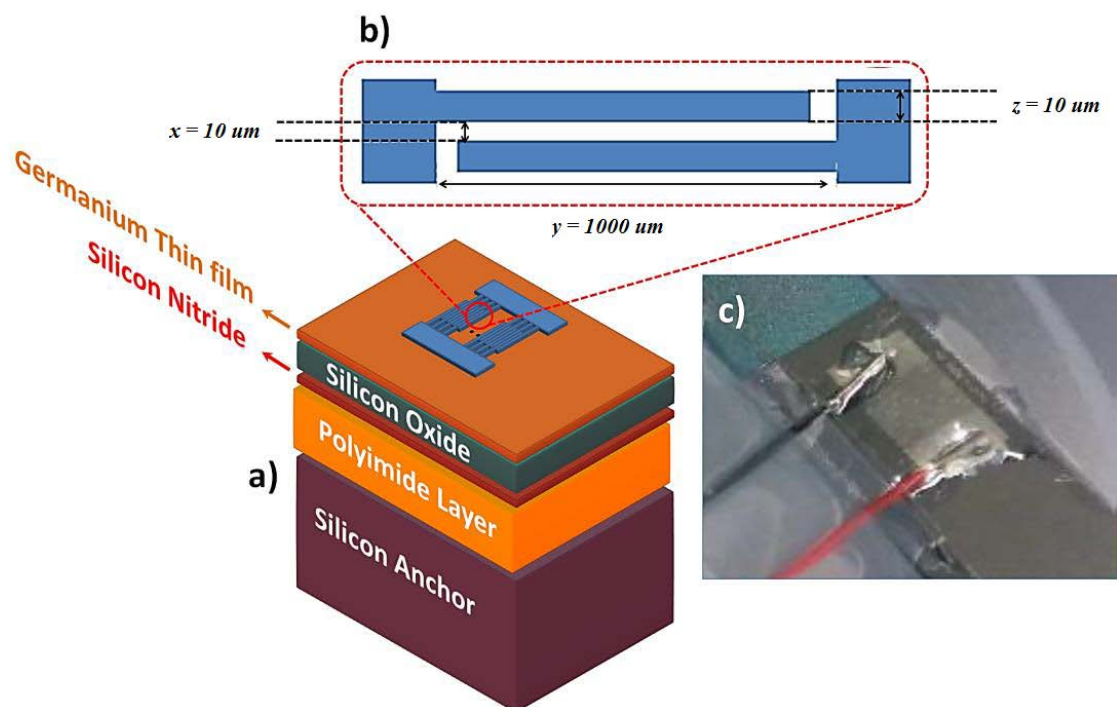


Figura 60 a) Lo schema di struttura dei dispositivi b) le dimensioni dell'elettrodo interdigitato e c) il dispositivo effettivo collegato alla circuiteria di lettura.

Per il processo di annealing, tramite laser occorre considerare i seguenti fattori: la densità di energia ed il numero di impulsi laser per ciascuna irradiazione [95,96].

Quindi i parametri di elaborazione per il processo di annealing sono stati la densità di energia e il numero di impulsi laser per ogni irraggiamento per cercare di raggiungere una combinazione ottimale di questi mantenendo delle temperature ragionevoli per il substrato di poliimide.

Diversi scatti per area e diverse densità di potenza sono state testate. In Tabella 6, vengono riportati i valori indagati. Tali valori sono stati selezionati considerando i limiti massimi di densità di energia del laser ( $300 \text{ mJ/cm}^2$ ) e le usuali procedure utilizzate nei laboratori CNR-IMM per mantenere la temperatura della poliimide al disotto dei  $350^\circ\text{C}$ .

Area del Wafer	Colpi per area esposta	Densità di Energia Iniziale ( $\text{mJ/cm}^2$ )	Densità di Energia finale ( $\text{mJ/cm}^2$ )
<b>A</b>	<b>20</b>	<b>150</b>	<b>300</b>
<b>B</b>	<b>20</b>	<b>300</b>	<b>300</b>
<b>C</b>	<b>10</b>	<b>300</b>	<b>300</b>
<b>D</b>	<b>10</b>	<b>150</b>	<b>300</b>
<b>E</b>	-	-	-

Tabella 6 Diverse procedure di ricottura utilizzate per l'esperimento fino alla massima densità di energia laser ( $300 \text{ mJ/cm}^2$ ).

Seguendo i parametri di irraggiamento della tabella 6 il laser ha compiuto dei passaggi con modalità “*raster*<sup>10</sup>” sopra il campione. I campioni A e D sono stati realizzati partendo da una intensità di energia di  $150 \text{ mJ/cm}^2$  incrementando fino al massimo di  $300 \text{ mJ/cm}^2$  con steps di circa  $25 \text{ mJ/cm}^2$ , mentre i campioni B e C sono stati irraggiati direttamente a  $300 \text{ mJ/cm}^2$ . Inoltre, è stato conservato un campione non irraggiato come riferimento etichettato come campione E.

Al fine di fabbricare il foto-resistore NIR sugli strati di a-Ge:H è stata creata la struttura interdigitata tramite processo fotolitografico e tecnica di evaporazione di uno strato di

<sup>10</sup> Una scansione raster, è il modello rettangolare di acquisizione e ricostruzione di immagini in televisione. Per analogia, il termine viene utilizzato per la grafica raster, il modello di archiviazione e trasmissione di immagini utilizzati nella maggior parte dei sistemi di immagini bitmap del computer.

alluminio. I contatti sui pad sono stati successivamente creati tramite *wire-bonding* con colla di argento (RS-Silver Loaded epoxy adhesive).

### 5.1.2 Analisi del materiale a-Ge:H

Grazie alla collaborazione con la Simon Fraser University e al laboratorio di ricerca del 4D Labs che ha messo a disposizione la strumentazione, è stato possibile effettuare delle approfondite analisi sui materiali sviluppati.

In dettaglio, è stata eseguita una analisi morfologica dei film di a-Ge:H ricristallizzati tramite Scanning Electron Microscopy (SEM). Le immagini mostrate in Figura 61 danno una diretta informazione sulla qualità del film depositato e gli effetti del laser annealing. La Figura 61.a mostra il film di riferimento (E) di a-Ge:H prima della ricristallizzazione. L'immagine contiene un particolato contaminante appartenente al substrato sottostante al a-Ge:H rimasto inglobato nel materiale, inoltre è stata ripresa una regione in cui è contenuta una frattura, selezionata specificatamente per evidenziare la planarità della superficie prima dell'irraggiamento laser. Sempre in Figura 61 è inoltre messo a confronto con stessa risoluzione, il campione D (Figura 61.b), e relativa espansione (Figura 61.c). Si possono notare gli effetti del laser annealing sul materiale a-Ge:H. Nella Figura 61.d si può notare l'interfaccia tra due regioni: la regione E non irraggiata (o anche detta *non-annealed* a sinistra) e la regione B irraggiata (anche detta *annealed* a destra). Nel dettaglio in Figura 61.e è riportata l'espansione della regione B dove è ben visibile la struttura cristallina in scala nanometrica. Alcuni dei cristalli sono della grandezza di centinaia di nanometri. Le altre regioni non sono state riportate perché non contengono ulteriori informazioni se non configurazioni similari di cristalli nanometrici.

In aggiunta al SEM è stata eseguita una analisi tramite il microscopio atomico (Atomic force microscopy-AFM), sempre per analizzare gli effetti del laser annealing sui campioni.

Ogni scansione AFM ricopre una area di  $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$  ed una risoluzione laterale di 30 nm. Le immagini acquisite tramite tale sistema sono riportate in Figura 62. Mentre il rendering tridimensionale corrispondente è illustrato in Figura 63.

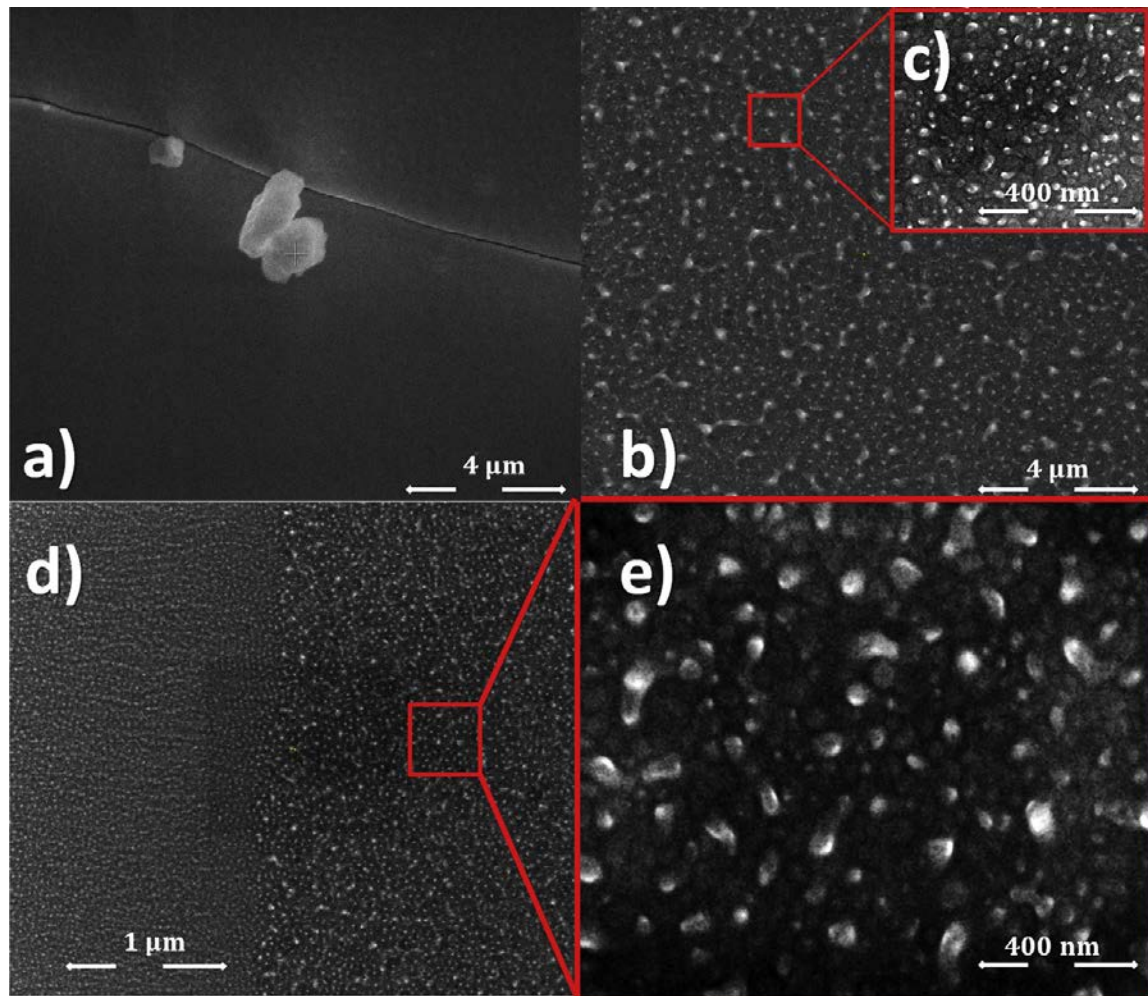


Figura 61 Le immagini SEM di a) Il campione di riferimento mostra una superficie liscia mentre b) il campione D e il suo inserto in c) mostrano la ricristallizzazione localizzata dello strato di germanio. Gli effetti sono più visibili in d) Campione B dove è visibile l'interfaccia tra l'area annealed e non annealed. L'inserto del campione B mostrato in e) conferma la formazione di nanocristalliti localizzati attraverso la superficie.

A seconda delle condizioni in cui è stata eseguita la misurazione, i dati topografici derivati dai campioni sono soggetti a errori di misura come l'inclinazione del campione, la curvatura della sonda AFM e i dati di rumore aggiunti al segnale acquisito a causa di interferenze elettriche. Per presentare una esauriente conclusione riguardo la ruvidità superficiale dei diversi campioni ricavati e per avere un'idea migliore delle relative differenze morfologiche tra i campioni, abbiamo analizzato le immagini AFM e usato la *two dimensional Radially Averaged Surface Roughness Power Spectrum* (2D RASRPS) per generare le funzioni di densità spettrale di potenza di ciascun campione. La 2D RASRPS fornisce informazioni utili sulla frequenza delle variazioni della superficie, quali le correlazioni di picco di isotropia o di rugosità. Inoltre, il RASRPS è anche un buon riferimento per la rilevazione della

distribuzione spaziale della rugosità superficiale e del suo potere distribuito. La densità spettrale di potenza (PSD) può essere calcolata come integrali limitanti per set di dati continui in due direzioni ortogonali  $x$  e  $y$  seguendo quanto riportato in letteratura [97]:

$$PSD(f_x, f_y) = \lim_{L \rightarrow \infty} \left| \frac{1}{L^2} \int_{-\frac{L}{2}}^{\frac{L}{2}} \int_{-\frac{L}{2}}^{\frac{L}{2}} h(x, y) \times \exp(-2\pi j(f_x x + f_y y)) dx dy \right|^2$$

dove  $PSD(f_x, f_y)$  è la densità dello spettro di potenza bidimensionale della superficie misurata,  $L$  è il limite di integrazione (lunghezze in cui è stata effettuata la misura AFM),  $h(x, y)$  è il topografia superficiale della superficie (misurato da AFM) e  $f_x$  e  $f_y$  sono le frequenze spaziali di rugosità in due dimensioni. Al fine di indagare le relative differenze morfologiche tra i campioni, sono state studiate le funzioni di potenza spettrale di ciascun campione. Inoltre, i risultati derivati da dati AFM così come dai calcoli RASRPS 2-DATI possono dare una misurazione di morfologia superficiale relativa ai differenti campioni basati sulle loro condizioni di annealing. Le topografie acquisite dai campioni *annealed* sono presentate in Figura 63.

I 2D PSDs calcolati dalle immagini AFM resi tridimensionali sono mostrati in Figura 62 e illustrano la distribuzione di frequenze spaziali corrispondenti a scale di lunghezza ~ 6-600 nm (frequenze spaziali,  $2\pi/\lambda$ , ~  $10^9$ - $10^7$ m<sup>-1</sup>). Come previsto dalle osservazioni visive delle immagini AFM, i PSD dei campioni ricavati hanno un contenuto di ampiezza significativamente più elevato di tutti i componenti di frequenza in questo intervallo rispetto ai campioni depositati a-Ge:H, riflettendo l'aumento della rugosità superficiale e delle dimensioni cristallite dei campioni che hanno avuto il processo di laser annealing. In particolare, i campioni *annealed* presentano ampiezze di densità di spettro di potenza di circa due ordini di grandezza superiori al campione di riferimento *non-annealed*, su frequenze spaziali ~  $10^7$ - $2 \times 10^8$ m<sup>-1</sup>, corrispondenti a scale di lunghezza ~ 30-600 nm.

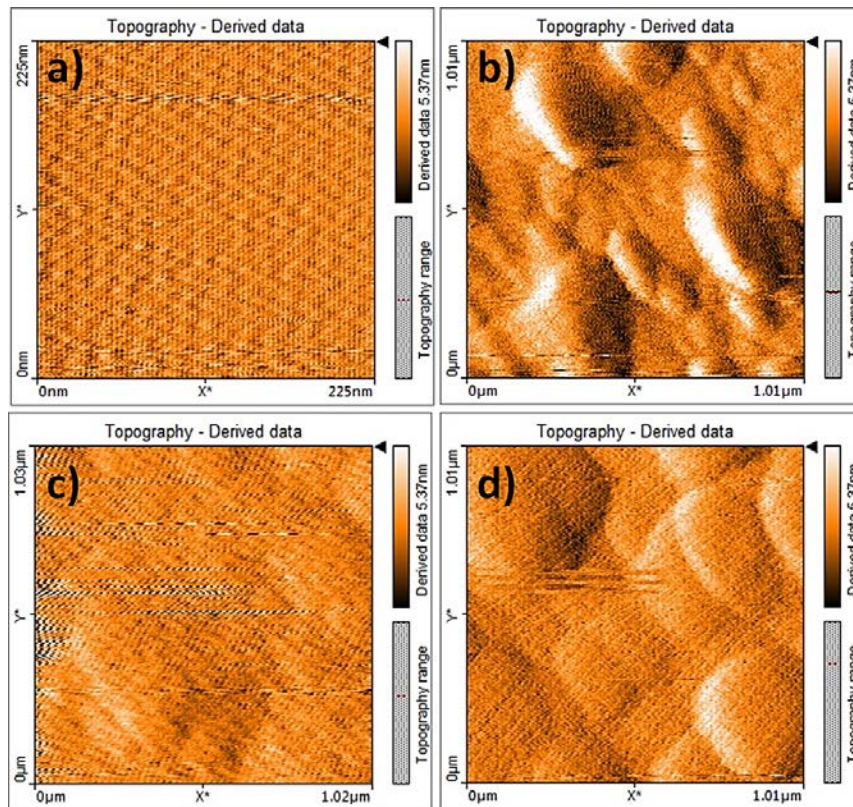


Figura 62 Dati topografici superficiali misurati per i campioni B-E (vedere la Tabella 6 per i parametri di elaborazione).

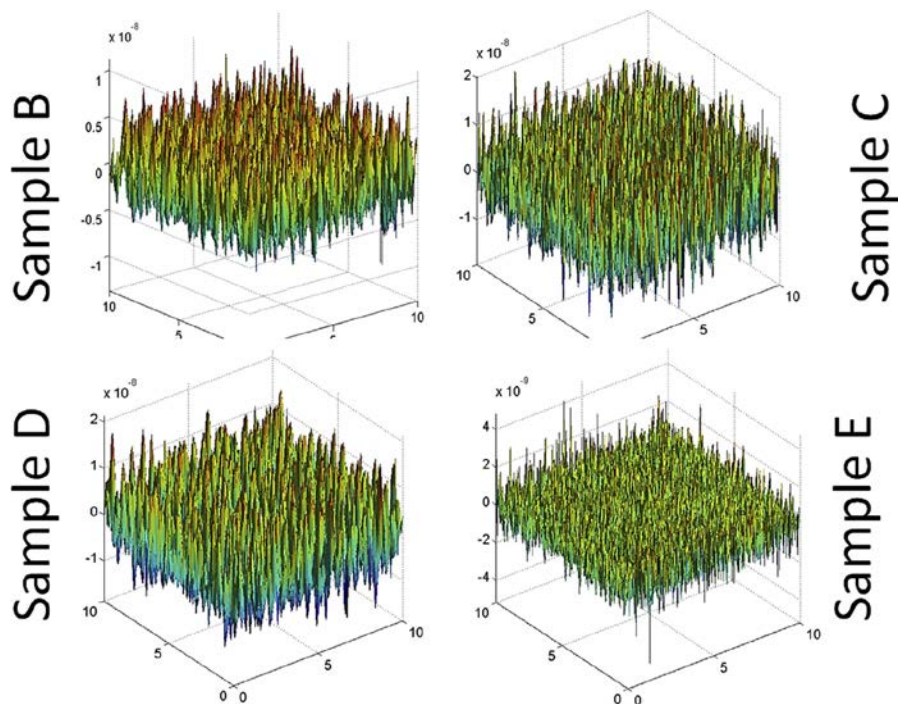


Figura 63 Rendering 3D dei dati di topografia superficiale AFM di Figura 61 utilizzando il software MATLAB®. I dati mostrano le differenze di distribuzione di rugosità superficiale per i campioni B-E che vengono utilizzati per l'analisi 2D RASRPS.

Un'analisi più dettagliata dei PSD consente di distinguere tra gli effetti dei diversi trattamenti di *laser annealing*. Ad esempio, dei campioni ricavati, il campione C (traccia verde in Figura 64) mostra il maggior incremento di ampiezza dei componenti di frequenza ad alte frequenze spaziali ( $\sim 2 \times 10^8 - 10^9 \text{ m}^{-1}$ ) e corrispondentemente piccole scale di lunghezza d'onda ( $\sim 30 - 6 \text{ nm}$ ), mentre a frequenze spaziali inferiori ( $\sim 10^7 - 10^8 \text{ m}^{-1}$ ) e corrispondentemente scale di lunghezza d'onda maggiore (600-60 nm), il campione C mostra i più piccoli PSD di ampiezza tra i tre campioni *annealed* studiati. Questa osservazione sembrerebbe indicare che il protocollo di *laser annealing*, che definisce il campione C provoca preferenzialmente piccoli cristalliti di dimensione  $\leq 30 \text{ nm}$  e dei tre protocolli di ricottura laser, produce meno cristalliti con dimensione  $> 100 \text{ nm}$ .

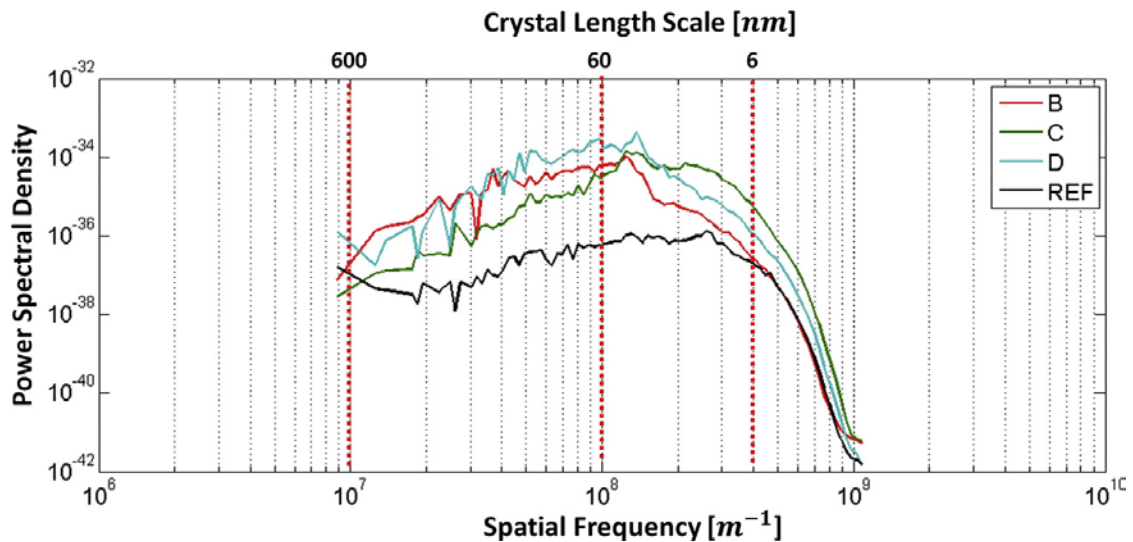


Figura 64 Spettri di potenza della frequenza spaziale calcolati, che rappresentano un maggiore contenuto di frequenza spaziale nelle bande spettrali 100-1000  $\text{m}^{-1}$  ( $\sim 600 \text{ nm} - 60 \text{ nm}$  di grandezza cristallina), potenzialmente dovuto alla ricristallizzazione localizzata della superficie a causa di processi di laser annealing.

Al contrario, il campione B (traccia rossa in Figura 64) mostra il più piccolo incremento di ampiezza dei componenti di frequenza ad alte frequenze spaziali e il maggiore incremento a frequenze spaziali inferiori, coerente con un processo di ricottura che favorisce la formazione di una frazione più elevata di cristalli di scala più grande (grandezze circa 100-500 nm). Il campione D mostra un comportamento intermedio con più contributi PSD di elevata ampiezza dovuta a cristalliti nelle scale di lunghezza d'onda da 50 a 200 nm e diminuendo i contributi delle lunghezze d'onda più elevata riportate in questo studio.

Riassumendo, se vogliamo organizzare in ordine crescente le ampiezze PDS corrispondenti alla formazione dei cristalli più grandi e delle più piccole frequenze spaziali, abbiamo che le ampiezze PDS del campione B sono maggiori di quelle del campione D che, a loro volta, sono maggiori rispetto a quelle del campione C. Questo risultato è ben correlato con le misurazioni I-V eseguite e mostrate in Figura 65 dove il campione B mostra le correnti più alte. Questa osservazione è coerente con la nozione che, l'incremento del trasporto di carica è legato alla dimensione dei cristalli e suggerisce che l'analisi della morfologia superficiale attraverso metodi come il 2D RASRPS può rappresentare un mezzo efficace per ottimizzare i protocolli di ricottura del laser per un Ge: H su substrati flessibili.

### 5.2 Misurazioni sui dispositivi ottici a-Ge:H

Al fine di testare i dispositivi prodotti (Figura 60), sono stati inseriti nella probe station e sono state eseguite delle misurazioni I-V caratterizzando ciascun dispositivo con in il source-meter (Keithley 236) a temperatura ambiente con una rampa di polarizzazione di circa 0.8V/min (Figura 65). Il dispositivo realizzato con il materiale con la massima energia di annealing (sample B) risulta essere il più conduttivo (Figura 65).

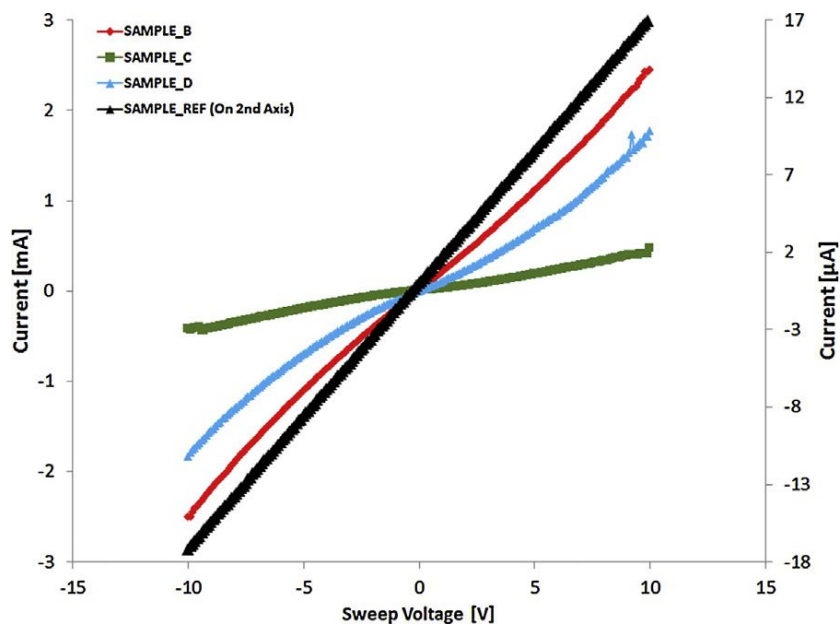


Figura 65 La risposta I-V di tre dei campioni annealed rispetto al riferimento. Sample B, ricavato con elevata velocità di impulso laser e densità di impulso, presenta migliori linearità e conducibilità rispetto agli altri campioni. L'indicatore di riferimento del campione viene mostrato nell'asse secondario a destra del grafico su una scala ingrandita in uA.



In Figura 66 sono riportate le curve I-V del campione di riferimento in condizione di buio e di illuminazione tramite luce ambientale a temperatura ambiente. Come si vede dalle curve il dispositivo riporta una bassa sensibilità alla luce ambientale (indoor)

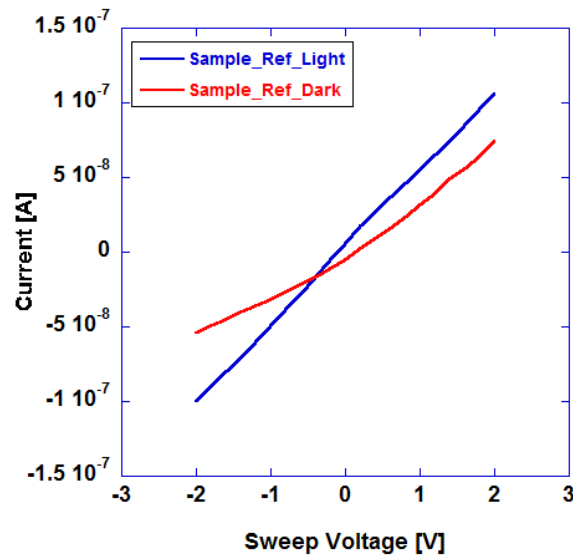


Figura 66 Curva I-V del dispositivo di riferimento in condizioni di buio e illuminato con luce ambientale.

Per studiare la risposta NIR dei dispositivi e la loro sensibilità in funzione della distanza, è stata impiegata una sorgente di radiazione NIR (LED OSRSRAM-SFH 4783) con una potenza media di 430 mW ad una lunghezza d'onda di 860 nm. Come esperimento la sorgente è stata posta su un supporto mobile in cui era possibile regolare la distanza illuminando normalmente il dispositivo. La distanza è stata variata da 8 a 1 cm con passi da 1 cm (Figura 67). L'intensità luminosa di radiazione rispetto alla misura della distanza è stata eseguita per verificare il meccanismo con il quale il rilevatore percepisce i fotoni NIR.

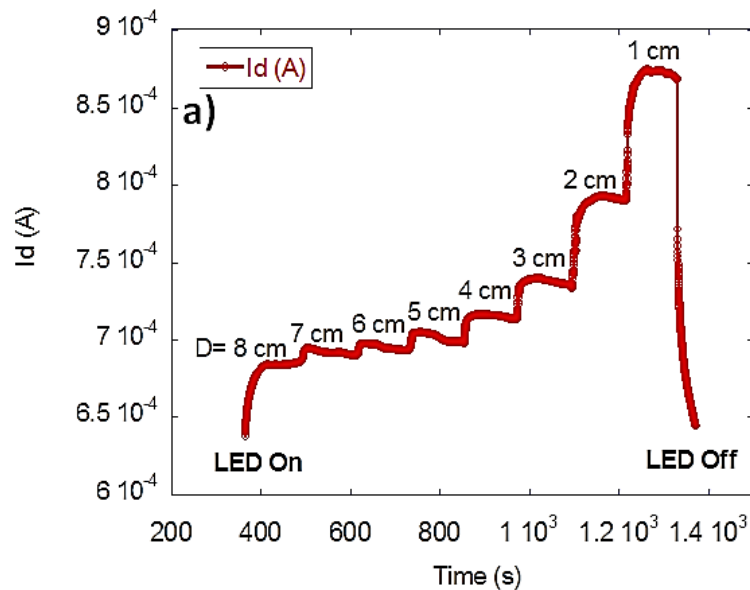


Figura 67 Foto-corrente misurata a differenti distanze partendo da 8 cm fino ad 1 cm. L'asse delle ascisse rappresenta il tempo durante la misurazione.

Lo scopo di questo esperimento era quello di determinare se i dispositivi fabbricati mostrassero una risposta termica dovuta alla sorgente di prova NIR. I risultati hanno mostrato che le risposte dei dispositivi sono ben correlate con una dipendenza quadrata inversa rispetto la distanza dalla sorgente di radiazione, confermando il comportamento dominante dei dispositivi è quello fotoconduttivo.

Tramite la media del segnale di dominio temporale acquisito sulle regioni di plateau, è possibile estrarre la distanza dipendente dalla risposta del sensore NIR. La dipendenza della distanza osservata (punti) può essere montata su un modello di legge a quadrato inverso (curva solida), indicando sia che il sensore reagisce nel NIR, che la risposta è in linea con il potere di illuminazione incidente a queste lunghezze d'onda. Il decadimento dell'intensità luminosa (o del potere radiativo ricevuto) corrisponde a un livello di confidenza di 0,994 con un margine di errore del 3% (Figura 68).

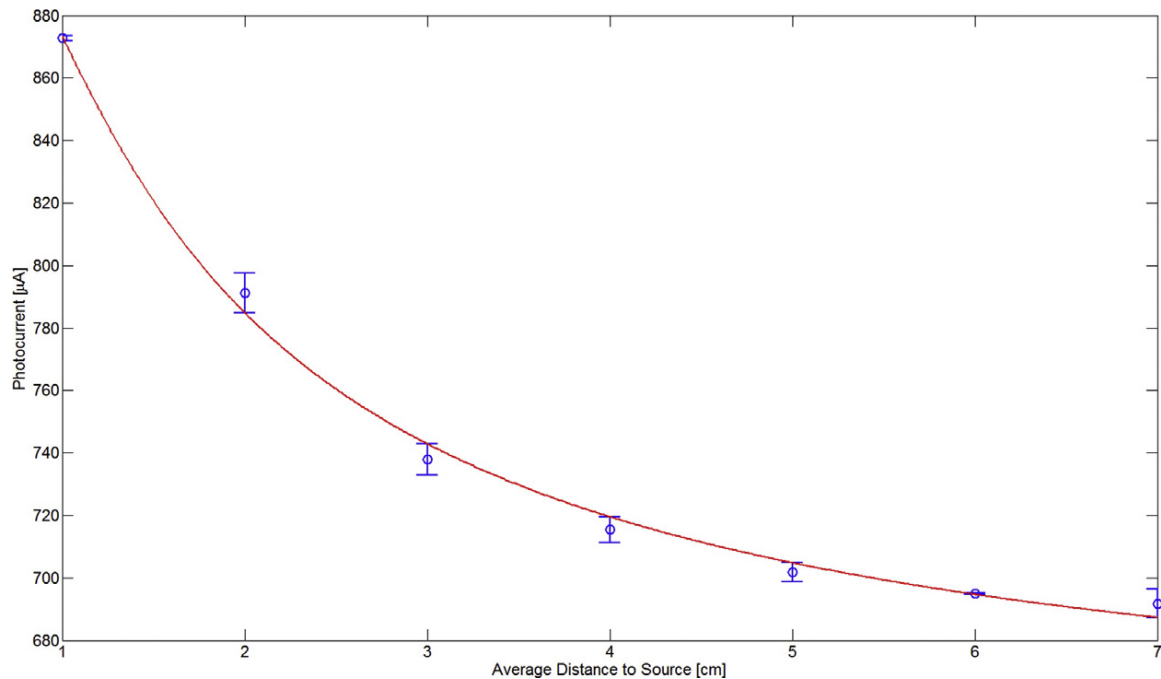


Figura 68 La foto-risposta misurata con un dispositivo realizzato con il materiale E, alla sorgente NIR con una tensione fissa di 5 V applicata sul campione. La relazione fotocorrente-distanza dipende dalla legge inversa a quadrato  $\propto x^{-2}$  (Fitting curve). L'ultimo punto è stato rimosso perché la guida su cui era montata la sorgente non restituiva una lettura della distanza affidabile verso la fine della corsa.

La responsività ( $\mathcal{R}$ ) dei fotoresistori fabbricati con a-Ge:H può essere definita dalla:

$$\mathcal{R}_R = \frac{\Delta R/R}{I_{in}}$$

Dove R è la resistenza del film misurata ai capi degli elettrodi dei dispositivi e  $I_{in}$  è l'intensità ottica incidente della luce (in  $W/cm^2$ ).

Utilizzando una sorgente luminosa con spettro da 400 a 700 nm, la sensibilità misurata per i film è aumentata da circa  $0,4 \text{ cm}^2/W$  per i campioni non-annealed a  $2,9 \text{ cm}^2/W$  per il campione D e per  $5,8 \text{ cm}^2/W$  per il campione A, confermando l'incremento della risposta del film dopo l'annealing.

Per studiare ulteriormente le caratteristiche optoelettroniche NIR del campione, abbiamo misurato l'assorbanza dei campioni usando spettroscopia di trasmissione NIR usando un spettrometro Agilent Cary 5000 UV-Vis-NIR in modalità di trasmissione. I campioni esaminati sono stati scansionati in un intervallo compreso tra 1000 nm e 2700 nm con risultati riportati in Figura 69. L'elevata assorbanza a lunghezze d'onda inferiori a 1550 nm,

che è l'inizio dell'assorbimento da Ge [98], consente di utilizzare la struttura del materiale sviluppata per Foto-resistori NIR. Si ritiene che la variazione oscillatoria dell'assorbanza e il suo aumento a lunghezze d'onda superiori a 2000 nm siano dovute alla struttura multistrato del film (Figura 69).

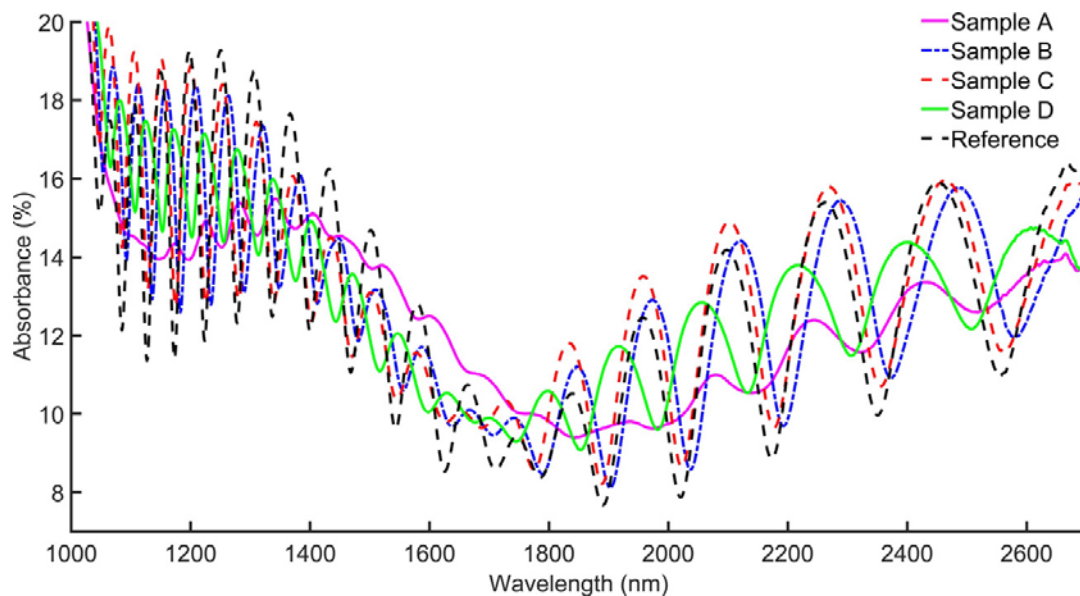


Figura 69 Assorbimento di NIR dei campioni di riferimento non annealed vs campioni annealed.

Sebbene siano stati ottenuti buoni risultati per la fabbricazione di dispositivi in a-Ge:H e sono state fatte differenti analisi sul materiale, che hanno dimostrato che il protocollo di irraggiamento migliora le qualità del film di a-Ge:H, le prestazioni del sensore come photo rilevatore non sono ancora ottimali. Il vantaggio di potere realizzare il dispositivo su substrato flessibile non è abbastanza per compensare il gap di prestazioni che esiste tra questi dispositivi e quelli commerciali. Il risultato, comunque, di ottimizzazione della procedura di irraggiamento apre nuove possibilità per il proseguo di questa ricerca. Infatti i laboratori del IMM-CNR vogliono proseguire la ricerca del perfezionamento delle prestazioni perfezionando il protocollo di irraggiamento del film di A-Ge:H.

### 5.3 Introduzione ai sensori Pb-X

Per il nostro progetto i sensori ottici IR a base di Sali di piombo sono stati dei sensori aggiuntivi che potevamo usare in base alle necessità progettuali sia come sensori ottici infrarossi [99], sia come sensori di gas [100]. Malgrado la loro flessibilità in termini di utilizzo del sensore, la loro realizzazione su substrato flessibile organico tramite tecnica di evaporazione è risultata una tecnica ancora sperimentale con poca letteratura di supporto.

La scoperta dei sensori IR fotoconduttivi a base di Sali di piombo (PbS, PbSe e PbTe) avvenne negli anni 30. Nel 1933 all'università di Berlino, Edger W. Kutzanher scopri che i Sali di piombo esibivano un comportamento fotoconduttivo alle onde infrarosse intorno alla lunghezza d'onda dei  $3\mu\text{m}$  [101]. I sali di piombo PbS, PbSe e PbTe sono semiconduttori estremamente interessanti a causa del loro piccolo gap di energia diretta e del coefficiente di temperatura negativo unico. I Sali di piombo sono materiali semiconduttori, formati da cristalli cubici con struttura simile a quella del cloruro di sodio (NaCl). In base al tipo di componente scelto hanno una band gap diversa, corrispondente alle lunghezze d'onda:  $\lambda\sim 3.0$  (PbS),  $\lambda\sim 3.9$  (PbTe),  $\lambda\sim 4.3$  (PbSe), ad una temperatura di  $26.8^\circ\text{C}$  [102,103].

Per questi motivi hanno attirato un notevole interesse come rivelatori a infrarossi in diversi campi applicativi, tra cui militare, automotive, rilevamento fuoco ed inquinanti. I rivelatori PbS vengono utilizzati nella gamma spettrale da 1 a  $3\mu\text{m}$  e presentano prestazioni eccellenti anche a funzionamento a temperatura ambiente. Il processo di deposizione più comune per PbS è la *chemical bath deposition* [104-107], ma altri approcci sono ancora in studio. Ad esempio l'evaporazione termica è una tecnologia comunemente impiegata nella microelettronica ed è compatibile con la fotolitografia, tuttavia, pochissimi riferimenti bibliografici riguardano la deposizione di PbS mediante questa tecnica [108].

Per la nostra applicazione abbiamo selezionato dei Sali di piombo a base di Zolfo (PbS) ad elevata purezza (99,995%) e prodotti tramite evaporazione termica su diversi tipi di substrati a diverse temperature di deposizione.

#### 5.4 Processo di fabbricazione dei PbS

Il sensore è stato prodotto tramite evaporazione termica con una pressione di circa  $1 \times 10^{-6}$  Torr con un coefficiente di crescita di  $2 \text{ \AA/s}$ . La morfologia del materiale, come ad esempio le dimensioni dei grani e la rugosità superficiale, dipende dalle condizioni di deposizione [109]. Per questo motivo sono stati sperimentati più processi di realizzazione variando la temperatura del substrato (25, 50, 100, 150, 200, 250, 300 [°C]), il tempo di deposizione ed il tipo di substrato (Vetro, Si, SiO<sub>2</sub>, Poliimmide o PI). Principalmente sono stati realizzati tutti campioni con lo stesso spessore (200nm), è stato eseguito solamente un set di deposizioni a 600 nm per confrontare gli effetti del cambiamento di spessore. Dato che il materiale potrebbe avere dei problemi di adesione al substrato sono state fatte delle prove su substrati diversi (Vetro, Si, SiO<sub>2</sub>, PI). Infatti, su una produzione di cinquantacinque campioni, realizzati su diverse superfici ed a temperature diverse, solamente diciannove realizzati su Si, SiO<sub>2</sub>, PI, a temperature maggiori o uguali a 100°C hanno avuto una buona aderenza ed è stato possibile proseguire i test su di essi.

Secondo L. Dereniak e D. Boreman, la tipica struttura di un sensore PbS dovrebbe essere come quella illustrata in Figura 70 [101]. Il film di materiale PbS dovrebbe essere al disopra di un substrato planare di quarzo o vetro con due elettrodi di oro alle due estremità. I cavi per il collegamento elettrico sono posti in piccole cavità sui contatti in oro e tutta la struttura poi dovrebbe essere ricoperta per proteggere il sensore con un vetro o un quarzo. Nel nostro caso è stata utilizzata un'architettura simile. Sono state realizzate delle strutture interdigitale in oro con due elettrodi laterali sopra un wafer di silicio che è servito da supporto per la struttura. Il film di PbS è stato depositato sopra la struttura interdigitata che garantisce una buona interfaccia elettrica tra i due materiali, inoltre essendo un sensore sperimentale nel nostro caso non importa proteggere la struttura per aumentare la sua longevità.

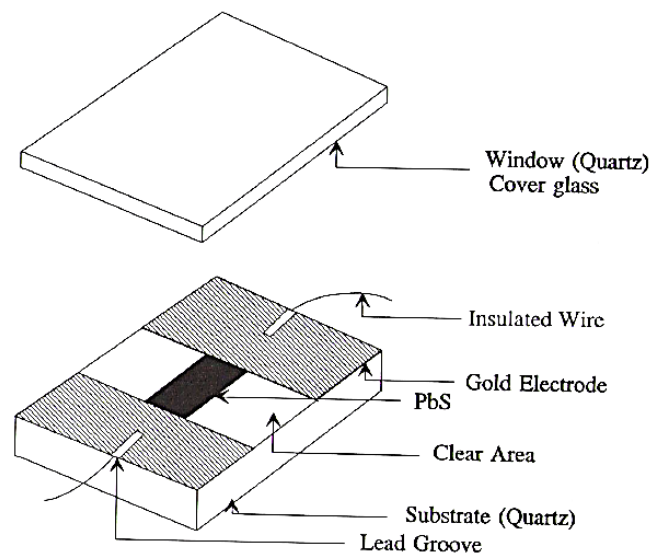


Figura 70 Tipica struttura di un sensore IR a base di PbS [101 ]

In particolare sopra il wafer, in questo caso di silicio ossidato, sono stati realizzati tramite tecniche di evaporazione di metalli e di lift off degli interdigitati in Cr-Au. Tali materiali vengono utilizzati per garantire l'adesione. Il PbS presenta una buona conformità con l'oro, mentre l'oro per aderire al substrato ha bisogno di un precursore in Cr che ha una buona aderenza con l'Ossido di silicio. In Figura 71.a è riportata la struttura dell'interdigitato realizzato. In Figura 71.b , sono mostrate due serie di sensori PbS su strutture Interdigitati in Cr-Au (50nm Cr, 100 nm Au), su wafer di SiO<sub>2</sub> con diversa spaziatura tra i fingers: 5µm, 10µm, 20µm fabbricate su substrati di PI e SiO<sub>2</sub> .

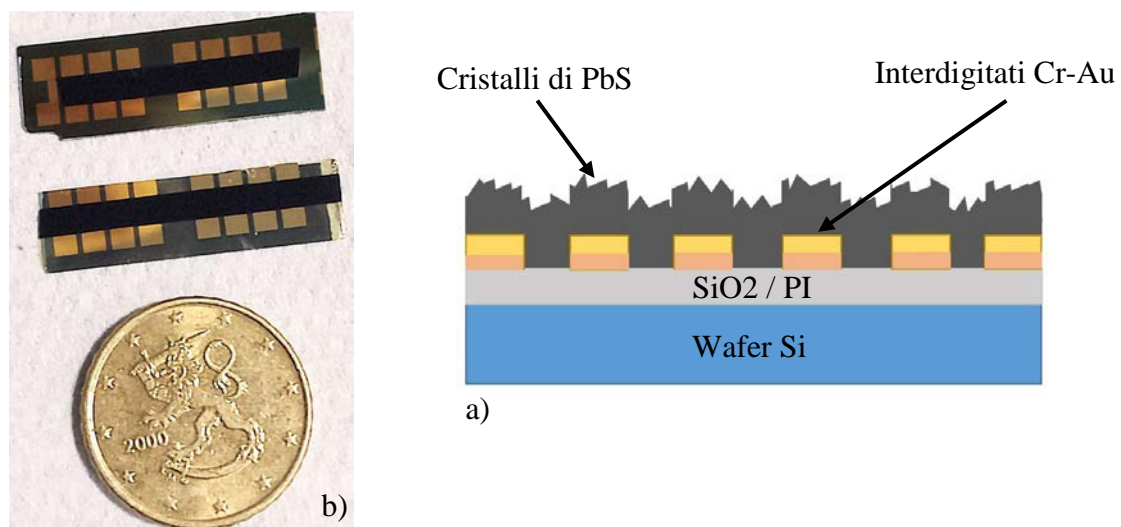


Figura 71 a) è riportata la struttura dell'interdigitato realizzato; b) due serie di sensori PbS su strutture Interdigitati in Cr-Au (50nm Cr, 100 nm Au), su wafer di SiO<sub>2</sub> con diversa spaziatura tra i fingers: 5µm, 10µm, 20µm fabbricate su substrati di PI e SiO<sub>2</sub>

### 5.4.1 Analisi del materiale

La caratterizzazione dei sensori realizzati è stata effettuata tramite diffrattometro ad alta risoluzione con monocromatore Goebel. Le figure seguenti mostrano gli spettri XRD di PbS depositati su substrati diversi a temperature diverse. La tensione e la corrente della sorgente Xray sono sempre state controllate a 40 kV e 30 mA, quindi l'intensità di picco (conteggi) può essere utilizzata per confrontare diversi campioni. Gli spettri di diffrazione sono presentati in scala lineare e spostati per chiarezza. Il picco del silicio 200 è un artefatto sperimentale. Tutti i film PbS su Si presentano un orientamento preferenziale a 200 con il campione cresciuto a  $T = 200^\circ\text{C}$  che mostra la più grande fase cristallina. Il film PbS più spesso (600 nm) presenta un'intensità di picco molto più grande rispetto a 200 nm depositati alla stessa temperatura. Dal grafico in Figura 72 a Figura 74 sono mostrati tutti i risultati con un inserto laterale che riassume le temperature di fabbricazione in relazione con l'intensità di picco misurate. Il grafico in Figura 72 rappresenta le intensità di picco per i film depositati su silicio.

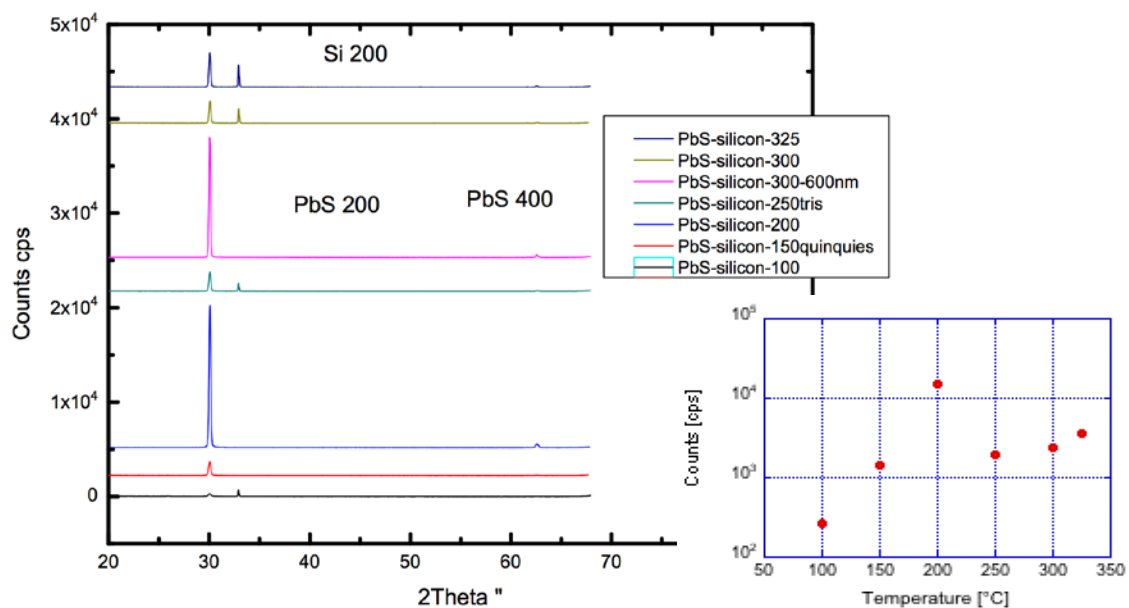


Figura 72 Spettri di diffrazione di PbS su Silicio a diverse temperature

I film PbS depositati su SiO<sub>2</sub> (Figura 73) mostrano caratteristiche simili: presentano un chiaro orientamento preferenziale 200 con il campione cresciuto a  $T = 250^\circ\text{C}$  mostrando il più grande fase cristallina.



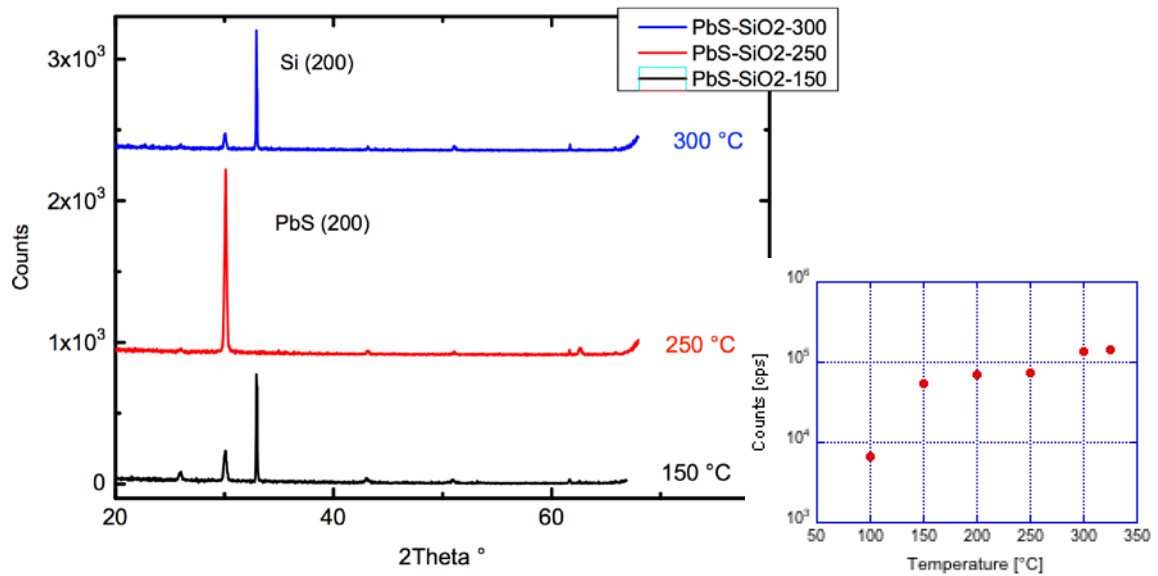


Figura 73 Spettri di diffrazione di PbS su SiO2 a temperatura differente

I film PbS depositati in PI (Figura 74) mostrano un chiaro orientamento preferenziale 200. Sorprendentemente, la fase cristallina aumenta monotonamente con la temperatura e la qualità sembra meglio rispetto al PbS depositato su Si e SiO2.

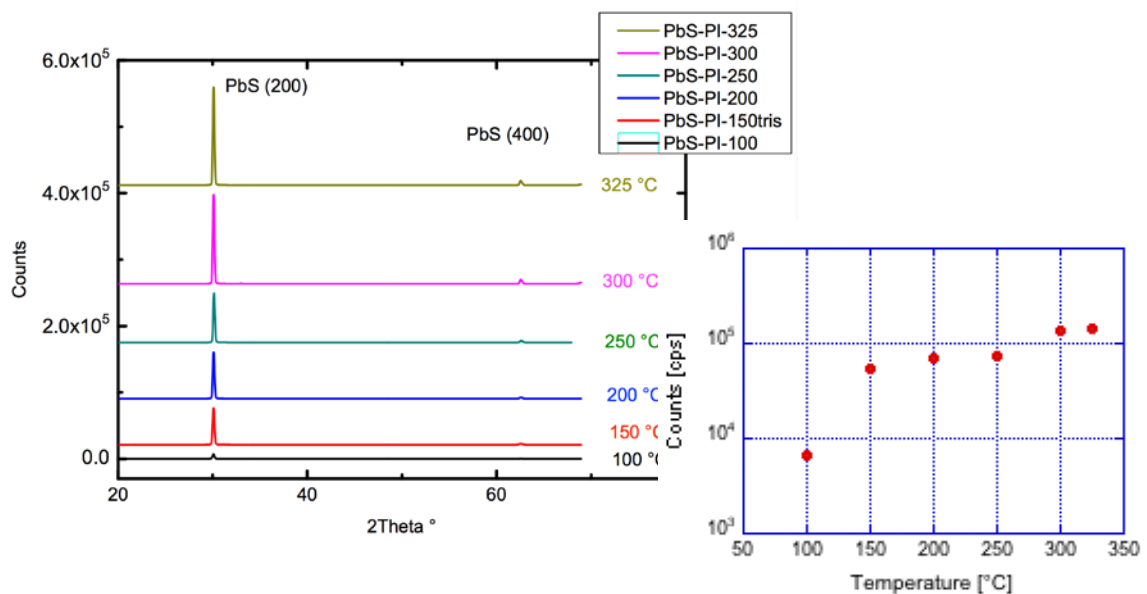


Figura 74 Spettri di diffrazione di PbS su PI a diverse temperature

In Figura 75 è mostrato lo schema riassuntivo con le maggiori intensità di picco registrate per ciascun materiale. Come si può osservare il film di PbS ha un'ottima risposta quando viene depositato su il film di Poliimide.

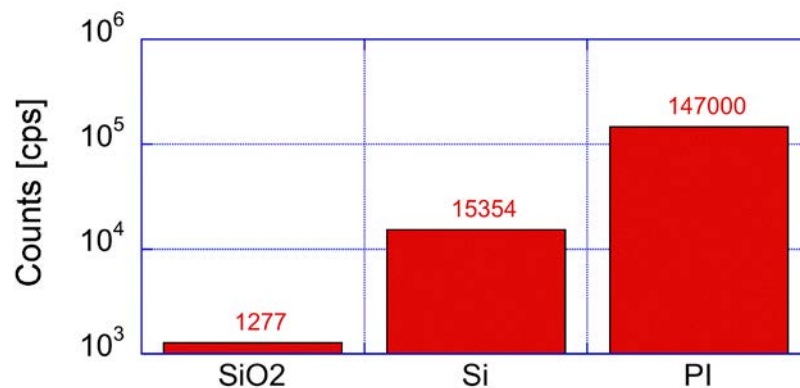


Figura 75 Confronto delle più grandi intensità di picco (PbS / SiO<sub>2</sub> a T = 250 ° C, PbS / Si a T = 200 ° C e PbS / PI a T = 325 ° C)

#### 5.4.2 Misurazioni sui dispositivi ottici PbS

Principalmente lo studio è incentrato sui fotoconduttori perché considerati relativamente facili da integrare in un circuito elettronico. In particolare, per eseguire alcune misure preliminari sui fotoconduttori fabbricati a base di film di PbS, sono state eseguite delle misurazioni di caratteristiche di tensione corrente e di responsività alla radiazione infrarossa. I sensori realizzati su substrati SiO<sub>2</sub> e PI si sono dimostrati gli unici adatti per questa misurazione. Sfortunatamente tutti gli altri dispositivi realizzati non sono “sopravvissuti” alle precedenti fasi di test. Tutti i campioni misurati mostrano un comportamento lineare con resistenza tra 30 e 100Ω. Purtroppo, la bassa resistenza produce grandi correnti di buio che limitano gravemente la sensibilità del dispositivo.

In Figura 76 è mostrato un set di dispositivi misurato su substrato flessibile di Poliimide e su substrato di ossido di silicio.

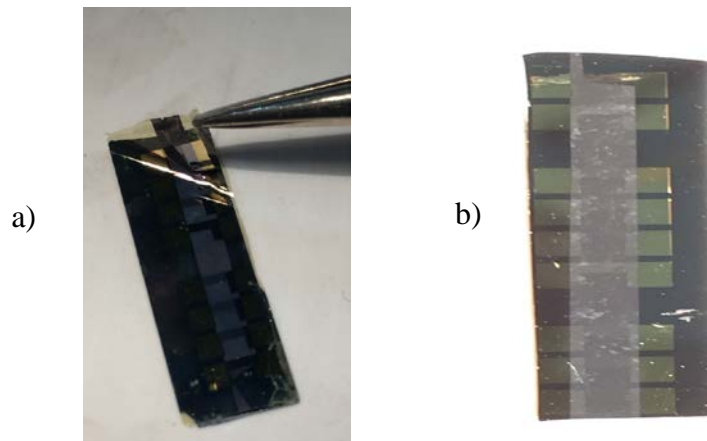


Figura 76 Sensori ottici IR a base si PbS, a) su substrato di poliimide; b) su substrato di ossido di silicio.

Al fine di determinare la *responsivity* dei campioni essi sono stati irraggiati con un laser infrarosso (con una lunghezza d'onda di  $1,3 \mu\text{m}$ ) e tramite lock-in amplifier sono state eseguite le misurazioni. Il setup è schematizzato in Figura 77. In seguito è stata misurata l'impedenza dei dispositivi tramite multimetro.

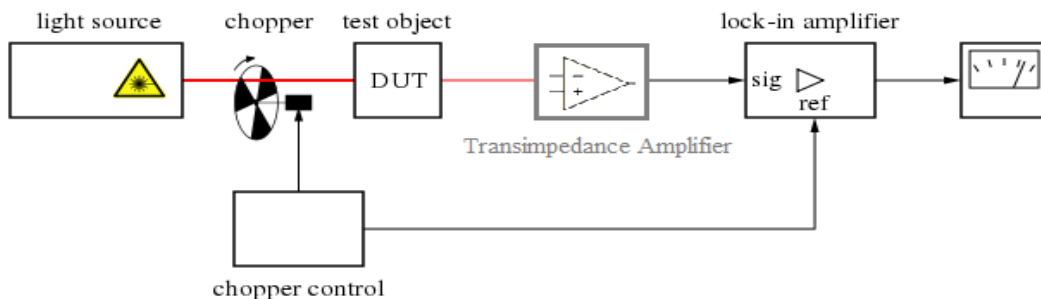


Figura 77 Setup di misura per determinare la responsivity dei dispositivi in PbS.

Del set dei campioni da  $25^\circ$  a  $250^\circ$  solamente i dispositivi sopra i  $100^\circ\text{C}$  hanno mostrato sufficiente aderenza al substrato ed hanno avuto una risposta elettrica all'illuminazione infrarossa a  $1,3 \mu\text{m}$ . Si riportano in Figura 78 i grafici di responsività (a) ed di corrente di buio (b), dei dispositivi realizzati a differenti temperature ( $100^\circ\text{C} - 300^\circ\text{C}$ ), rispettivamente su substrato di  $\text{SiO}_2$  (sinistra) ed PI (destra).

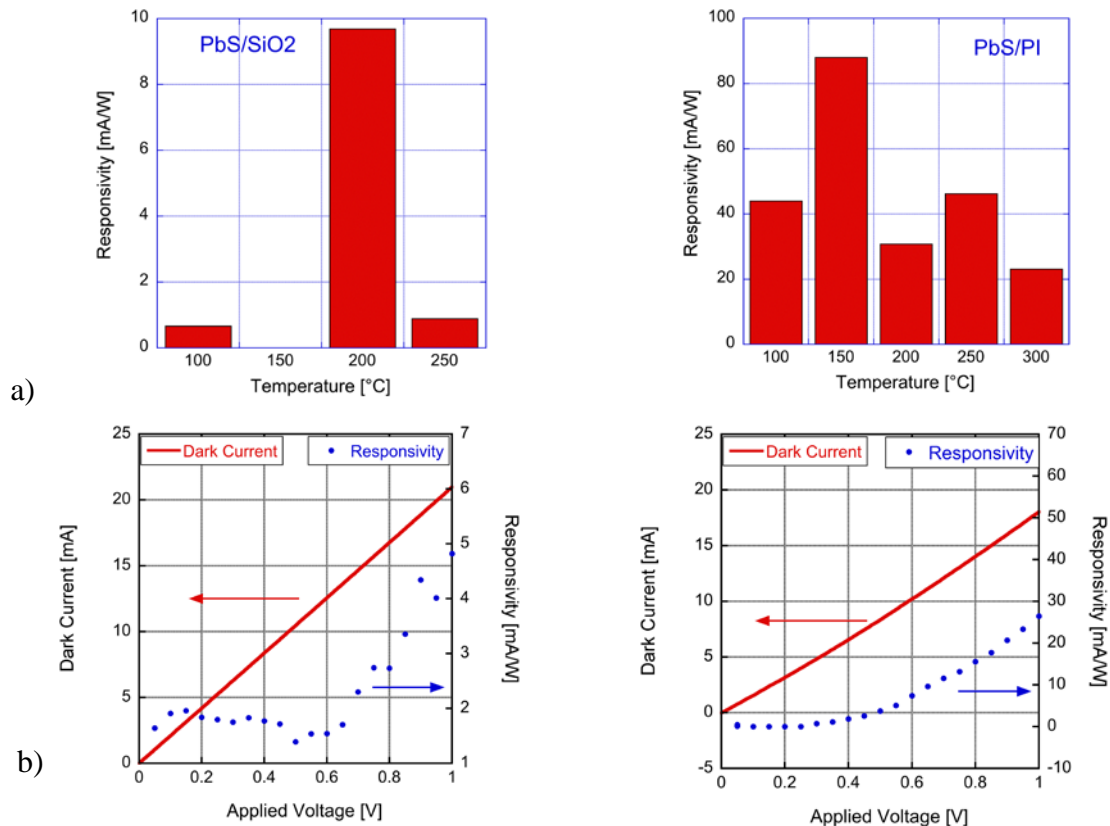


Figura 78 Grafici di responsività (a), e di corrente di buio (b) dei dispositivi PbS realizzati.

Alcuni risultati ottenuti da questo studio sono andati oltre le nostre aspettative. Infatti, non ipotizzavamo che i campioni di PbS cresciuti sui substrati di poliimide presentassero le migliori performances, rispetto agli altri substrati. Una delle ipotesi fatte è legata alla rugosità della poliimide che, non essendo uniforme come quella del silicio aumenti la superficie attiva del dispositivo. Malgrado le possibili teorie che possono essere investigate per il miglioramento di questi dispositivi, si è riscontrato che il tasso di “sopravvivenza” al processo di fabbricazione è molto basso. Inoltre, anche i dispositivi funzionanti presentano un valore di *responsivity* molto basso. Si è deciso quindi nel proseguo del lavoro di non continuare ad investigare questa tecnologia per lo studio di questo dottorato. Verranno probabilmente ripresi alcune attività di perfezionamento del processo fabbricativo nei futuri anni di ricerca.

---

 RIFERIMENTI CAPITOLO 5:
 

---

- [79] G. Masini, L. Colace, G. Assanto, 2.5 Gbit/s polycrystalline germanium-on-silicon photodetector operating from 1.3 to 1.55  $\mu$ m, *Appl. Phys. Lett.* 82 (15) (2003) 2524–2526
- [80] J. Michel, J. Liu, L.C. Kimerling, High-performance Ge-on-Si photodetectors, *Nat. Photonics* 4 (8) (2010) 527–534.
- [81] L. Chen, P. Dong, M. Lipson, High performance germanium photodetectors integrated on submicron silicon waveguides by low temperature wafer bonding, *Opt. Express* 16 (15) (2008) 11513–11518.
- [82] A.S. Al-Fahoum, H.B. Al-Hmoud, A.A. Al-Fraihat, A smart infrared microcontroller-based blind guidance system, *Act. Passive Electron. Compon* 2013 (2013).
- [83] T. Yilmaz, R. Foster, Y. Hao, Detecting vital signs with wearable wireless sensors, *Sensors* 10 (12) (2010) 10837–10862.
- [84] A. Yildiz, Z. Celik-Butler, D.P. Butler, Microbolometers on a flexible substrate for infrared detection, *IEEE Sens. J.* 4 (1) (2004) 112–117.
- [85] J. Farringdon, A.J. Moore, N. Tilbury, J. Church, P.D. Biemond, Wearable sensor badge and sensor jacket for context awareness, *Digest of Papers. The Third International Symposium on Wearable Computers* (1999) 107–113.
- [86] Z. Zhu, T. Liu, G. Li, T. Li, Y. Inoue, Wearable sensor systems for infants, *Sensors* 15 (2) (2015) 3721–3749.
- [87] J. Michel, J. Liu, L.C. Kimerling, High-performance Ge-on-Si photodetectors, *Nat. Photonics* 4 (August (8)) (2010) 527–534.
- [88] A. Gordijn, R.J. Zambrano, J.K. Rath, R.E. Schropp, Highly stable hydrogenated amorphous silicon germanium solar cells, *IEEE Trans. Electron Devices* 49 (5) (2002) 949–952.
- [89] G. Benet et al., “Using infrared sensors for distance measurement in mobile robots”, *Robotics and Autonomous Systems* 40 (2002) 255–266
- [90] Y. Xu, “Post-CMOS and post-MEMS compatible flexible skin technologies: a review,” *Sens. J. IEEE*, vol. 13, no. 10, pp. 3962–3975, 2013.
- [91] M. Dominguez, P. Rosales, and A. Torres, “Performance improvement of low-temperature a-SiGe: H thin-film transistors,” *Solid-State Electron.*, vol. 76, pp. 44–47, 2012.
- [92] B. Polyakov, B. Daly, J. Prikulis, V. Lissauskas, B. Vengalis, M. A. Morris, J. D. Holmes, and D. Ertz, “High-Density Arrays of Germanium Nanowire Photoresistors,” *Adv. Mater.*, vol. 18, no. 14, pp. 1812–1816, 2006.
- [93] A. Belfedal et al. / *Journal of Non-Crystalline Solids* 358 (2012) 1404–1409
- [94] A. Rogalski / *Progress in Quantum Electronics* 27 (2003) 59–210
- [95] L. Zhao, Y.K. Chae, D. Song, D. Wang, Z. Yuan, Crystallinity and electrical properties of hydrogenated microcrystalline silicon germanium by RF-PECVD for solar cell application, *Photovoltaic Specialists Conference (PVSC), 2011 37th IEEE* (2011) 003087–003090.
- [96] A. Banerjee, et al., High-efficiency, multijunction nc-Si: H-based solar cells at high deposition rate, *IEEE J. Photovolt.* 2 (2) (2012) 99–103.
- [97] A. Duparre, J. Ferre-Borrull, S. Gliech, G. Notni, J. Steinert, J.M. Bennett, Surface characterization techniques for determining the root-mean-square roughness and power spectral densities of optical components, *Appl. Opt.* 41 (1) (2002) 154–171.
- [98] R.F. Potter, Germanium (Ge), in: E.D. Palik (Ed.), *Handbook of Optical Constants of Solids*, Academic Press, Burlington, 1997, pp. 465–478.
- [99] Sushil Kumar, M.A. Majeed Khan, Shamshad A. Khan, M. Husain. “Studies on vacuum evaporated PbS<sub>1-x</sub>Se<sub>x</sub> thin films”, *Optical Materials* 25 (2004) 25–32.
- [100] Tiexiang Fu, “Research on gas-sensing properties of lead sulfide-based sensor for detection of NO<sub>2</sub> and NH<sub>3</sub> at room temperature”, *Sensors and Actuators B* 140 (2009) 116–121.
- [101] *Infrared detector and systems*. L. Dereniak and G.D. Boreman; Wiley Series [Book]-
- [102] R.G. Nimtz, B. Schlicht, *Narrow-Gap Semiconductors*, Springer Tracts in Modern Physics, vol. 98, Springer, Berlin, 1983, pp. 1–118.
- [103] B. Wagner et al., “Effect of growth parameters on the morphology and resistivity of PbSe”, Northrop Grumman Corporation—ES, 1212 Winterson Road, Linthicum, MD 21090, USA.
- [104] S. Seghaier et al. / *Materials Chemistry and Physics* 97 (2006) 71–80
- [105] *Journal of Alloys and Compounds* 484(1-2):463-466 · September 2009, DOI: 10.1016/j.jallcom.2009.04.127
- [106] *Solar Energy Materials and Solar Cells* 52(3):313-344 · April 1998, DOI: 10.1016/S0927-0248(97)00237-7
- [107] Popa A, Lisca M, Stancu V, Buda M, Pentia E, Botila T. Crystallite size effect in PbS thin films grown on glass substrates by chemical bath deposition. *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials*. 2006 Feb 1;8(1):43.
- [108] *Semicond. Sci. Technol.* 11 (1996) 1740–1744. Printed in the UK.
- [109] Yu.I. Ravich, in: D. Khokhlov (Vol. Ed.), M.O. Manasreh (Ser. Ed.), *Lead Chalcogenides: Physics and Applications, Optoelectronic Properties of Semiconductors and Superlattices*, Taylor & Francis, NY, 2002, vol. 18, pp. 3–30

## Capitolo 6 Sensori di Gas Layered Double Hydroxide (LDH)

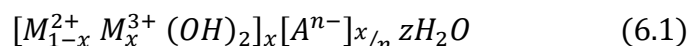
Per i sensori di gas è stato scelto di investigare i sensori Layered Double Hydroxide (LDH). Questo tipo di tecnologia ha grandi potenzialità in quanto, il processo di fabbricazione è semplice, economico e compatibile con il substrato polimerico flessibile [110], inoltre i sensori sono in grado di funzionare a temperatura ambiente.

I Layered double hydroxides, noti anche come argille anioniche, sono solidi inorganici lamellari. La struttura della maggior parte di essi corrisponde a quella dell'idrotalcite minerale, la cui struttura chimica è quella degli idrossidi a doppio strato (come mostrato in Figura 79). Come nella Brucite (forma minerale dell'idrossido di magnesio), la carica positiva dei due strati è dovuta alla parziale sostituzione di cationi trivalenti coordinati ottaedricamente con cationi bivalenti [111]. Tale carica viene bilanciata da anioni posti all'interno dello spazio interlamellare insieme a molecole d'acqua. Sebbene la composizione stechiometrica dell'idrotalcite fu determinata per la prima volta da Manasse nel 1915 [112], le proprietà strutturali degli LDHs verranno comprese ed esaminate soltanto nel 1960, per merito degli studi di Allmann [113] e Taylor [114] effettuati tramite la diffrazione a raggi X (X-ray diffraction XRD) su tali strutture. Grazie alle loro proprietà, gli LDHs sono oggetto di studio da molti anni per una vasta tipologia di applicazioni pratiche, quali la catalisi, la conversione di energia, l'elettronica, l'ottica ma anche per applicazioni in ambito biologico e medico [115].

In questo studio gli LDH sono stati realizzati anche grazie alla collaborazione con l'Università di Tor Vergata, che ha trasferito il *know-how* della fabbricazione e ha seguito i processi, ha messo a disposizione i laboratori e le strumentazioni per le indagini sulle strutture dei dispositivi (come il microscopio a scansione elettronica - SEM).

## 6.1 Introduzione ai sensori LDH

Gli LDH sono solidi inorganici lamellari appartenenti al gruppo delle argille anioniche [116]. La formula generale può essere scritta come la seguente [117]:



La struttura è formata a strati, contenenti cationi  $M^{2+}$  ( $M^{2+}$ : Mg, Zn, Ni, Co, etc.) e cationi trivalenti  $M^{3+}$  ( $M^{3+}$ : Al, Ga, Cr, etc.);  $A^{n-}$  è un anione intercalato di bilanciamento (come  $Cl^-$ ,  $CO_3^{2-}$ ,  $SO_4^{2-}$ ).

La struttura a strati è simile a quella della brucite ( $Mg(OH)_2$ ) (Figura 79). In questo minerale gli ioni magnesio  $Mg^{2+}$  sono legati a sei gruppi di cationi idrossido  $OH^-$  e organizzati in strutture ottaedriche. Le varie celle ottaedriche elementari condividono anioni e cationi, legati tra loro da legami idrossido, in modo da formare una struttura tridimensionale. In figura è presentata la struttura generale dei composti LDH.

Questo tipo materiale avendo una struttura lamellare a strati è caratterizzato da un grande rapporto superficie/volume che gli conferisce la peculiarità di assorbire molecole di diverso tipo [118], rendendolo un promettente sensore di gas chimico.

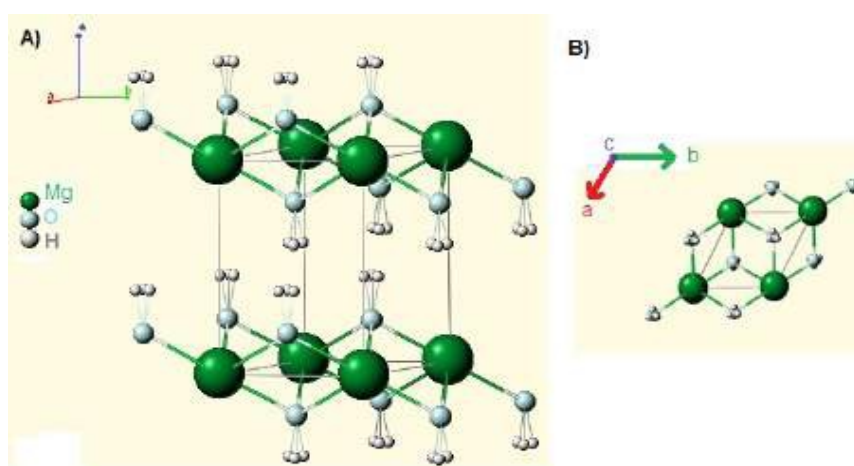


Figura 79 A) Struttura reticolare della brucite, B) Cella elementare esagonale.

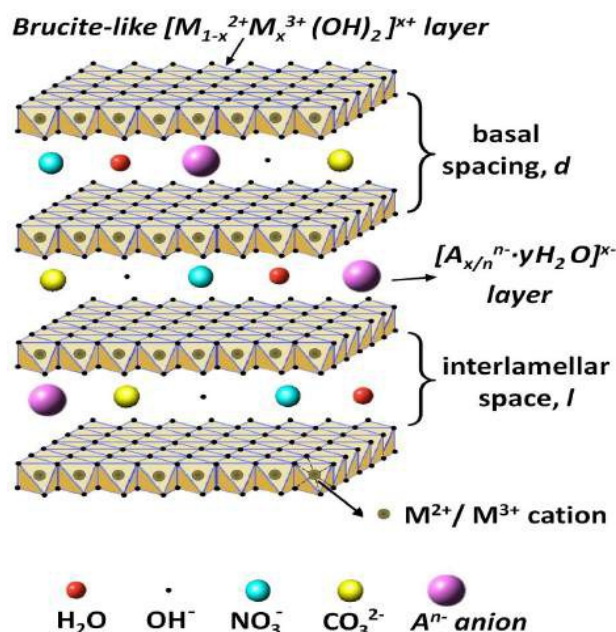


Figura 80 Struttura generale dei composti LDH. Sono indicate alcune specie anioniche che possono essere ospitate nello spazio interlamellare

Al variare dei cationi metallici e degli anioni intercalati è possibile sintetizzare una vastissima quantità di composti LDH, con proprietà e caratteristiche differenti. Le principali variabili compositive sono:

- Tipologia dei cationi  $M^{2+}$  e  $M^{3+}$
- Valore del coefficiente stechiometrico
- Tipologia dell'anione intercalato  $A^{n-}$
- Numero di molecole d'acqua intercalate
- Morfologia e dimensione del cristallo

Vi sono, però, alcuni limiti nella scelta del catione metallico. Tale ione deve avere una dimensione tale da poter assumere una coordinazione ottaedrica con 6 ossidrili all'interno di una struttura a strati brucitici. Per questo possono essere sintetizzati composti solamente impiegando ioni aventi caratteristiche elettroniche compatibili con la simmetria ottaedrica, con valori di raggio ionico molto simili a quelli di  $Mg^{2+}$  e ad  $Al^{3+}$  [119].

Il valore della frazione molare di  $M^{3+}$  al coefficiente stechiometrico (numero totale di cationi), determina la purezza della fase del composto. Allo stato dell'arte è dimostrato



sperimentalmente che tale valore, deve essere compreso nell'intervallo  $1.22 \leq x \leq 0.33$ , al fine di ottenere una fase idrotalcitica pura ed evitare la separazione, accanto alla fase idrotalcitica, dell'idrossido dello ione in eccesso [120, 121].

Invece per la scelta dell'anione intercalato, non esistono limitazioni. Infatti, esso stesso, con il suo ingombro, determina la distanza fra gli strati. L'anione più comune, presente nella idrotalcite naturale, è  $\text{CO}_3^{2-}$ . Esso stabilisce forti interazioni con gli strati brucitici e, quindi, nella preparazione di LDH contenenti anioni diversi, si verifica con facilità una contaminazione da carbonato, presente nell'atmosfera o nelle soluzioni acquose di sintesi. Modificando l'anione intercalato è possibile sintetizzare un numero elevato di composti LDHs, in cui lo spessore delle gallerie interstrato dipende fortemente dal numero, dalla dimensione, dall'orientazione e dalla forza dei legami tra le specie anioniche e i gruppi ossidrilici dei fogli lamellari.

Infine per quanto riguarda il numero massimo di molecole d'acqua che possono essere contenute all'interno dello spazio interlamellare, si ricorre alla formula di Miyata [122]:

$$m_{max} = 1 - N \frac{x}{n}$$

dove  $N$  è il numero di siti occupati dalla specie anionica di carica  $n^-$ ,  $x$  è il coefficiente stechiometrico.

### 6.1 Processo di fabbricazione

Il sensore chimico di gas a base di LDH, è stato realizzato tramite un processo di tipo idrotermale. In questa metodologia di sintesi il catione bivalente e quello trivalente vengono posti in soluzione alcalina all'interno di un reattore pressurizzato. Tale reattore viene poi sottoposto a trattamento idrotermale, cioè viene riscaldato ad una temperatura e per un tempo tali da sintetizzare LDHs di dimensione e quantità desiderate. In particolare la temperatura influenza fortemente la struttura cristallina dell'LDH ottenuto. Questa tipologia di sintesi viene utilizzata quando si vogliono intercalare nello spazio interlamellare specie anioniche con bassa affinità chimica con gli strati brucitici dell'LDH. Secondo la formula (6.1) presentata in precedenza realizzeremo delle nano-platelets di LDH di tipo Zn/Al, contenenti Zinco in qualità di catione bivalente e Alluminio in qualità di catione trivalente. Per ovviare a problemi di adesione dello strato attivo, sull'interdigitato verrà usata una tecnica di crescita idrotermale introdotta da Gao nel 2006 [123]. Questa metodologia si distingue dalla classica

crescita idrotermale per l'utilizzo in soluzione di un solo sale contenente uno dei due cationi, mentre l'altro è fornito direttamente come coating del substrato su cui avviene la crescita dell'LDH. Per la realizzazione del substrato dei sensori sono stati disegnati con il software Eagle delle strutture interdigitate in oro che successivamente sono state fabbricate esternamente (Figura 81). La crescita localizzata delle strutture LDHs, è stata ottenuta depositando tramite evaporazione termica sull'interdigitato in oro uno strato di circa 400 nm di alluminio, che partecipa come metallo trivalente al processo di formazione lasciando alla fine del processo, solamente le foglioline di LDH sopra l'interdigitato in oro.

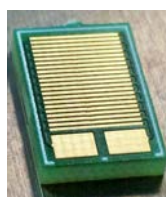


Figura 81. Interdigitato in oro progettato tramite software Eagle e prodotto esternamente su strato di vetronite RF4.

Per la procedura di fabbricazione l'interdigitato e il reattore chimico sono sottoposti ad un trattamento di pulizia per eliminare il più possibile contaminazioni. Dopo la pulizia si preparano i componenti per la soluzione, Nitrato di Zinco esaidrato ( $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) o Cloruro di Zinco ( $\text{ZnCl}_2$ ), in qualità di sali contenenti lo ione metallico e il *Hexamethylenetetramine* (HMTA,  $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4$ ), in qualità di agente basico per la regolazione del pH e catalizzatore del processo. Le quantità dei sali e il volume d'acqua deionizzata per realizzare la soluzione di crescita vengono scelti in maniera tale da ottenere la concentrazione desiderata (nel nostro variata da 5 mM e 40 mM). Dopo di che si introduce il campione nel reattore chimico per la crescita degli LDH. In Figura 82 è illustrato una schema con processo di crescita degli LDH mentre in Figura 83 è mostrato il sensore LDH realizzato con tale processo con un ingrandimento effettuato tramite SEM.

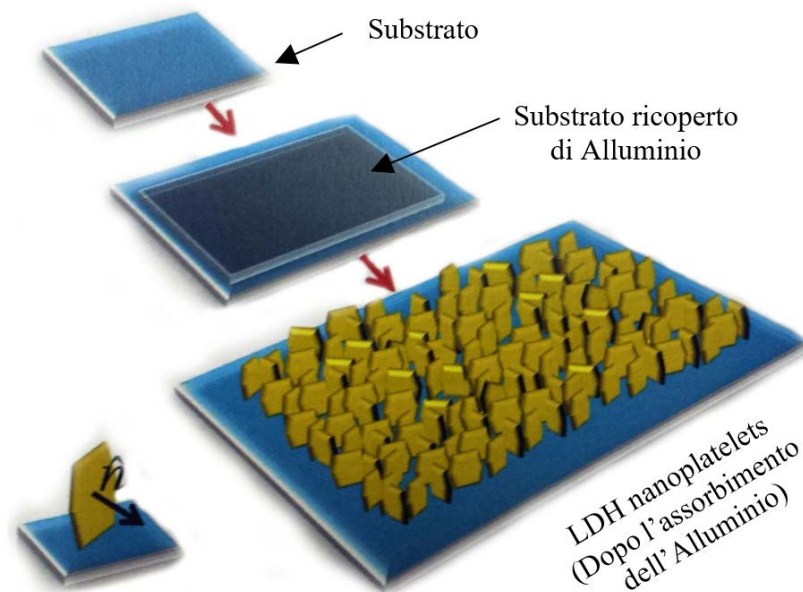


Figura 82 Schema delle principali fasi di fabbricazione degli LDHs.

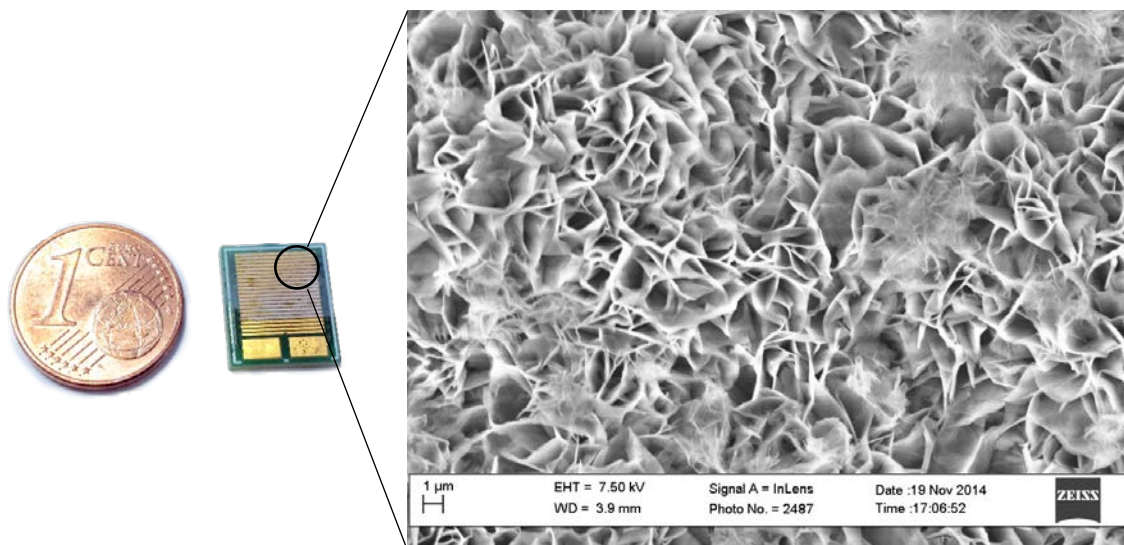


Figura 83 Sensore LDH realizzato in laboratorio con ingrandimento della struttura lamellare realizzato tramite SEM.

La morfologia e lo spessore laterale delle nano-foglie LDH sono strettamente legate ai seguenti parametri [124]:

- spessore del coating di alluminio
- temperatura di crescita
- tempo di crescita
- concentrazione del sale di zinco in soluzione

Nel nostro studio di fabbricazione dei dispositivi si è dimostrato molto efficace variare lo spessore del substrato di alluminio tramite evaporazione. Viene riportato un esempio di variazione in Figura 84 dove i campioni con spessore pari a 100nm a 50nm (Figura 84 A e B) mostrano la presenza di lamelle curve ben formate con una dimensione laterale (spessore) di circa 40 nm e 30 nm, rispettivamente. Quando lo spessore di alluminio è diminuito a 25 nm (Figura 84 C) e poi a 10 nm (Figura 84 D), le nanostrutture diventano più piccole (dimensione laterale media di 15 e 10 nm, rispettivamente), con maggiore densità ma anche forma meno regolare.

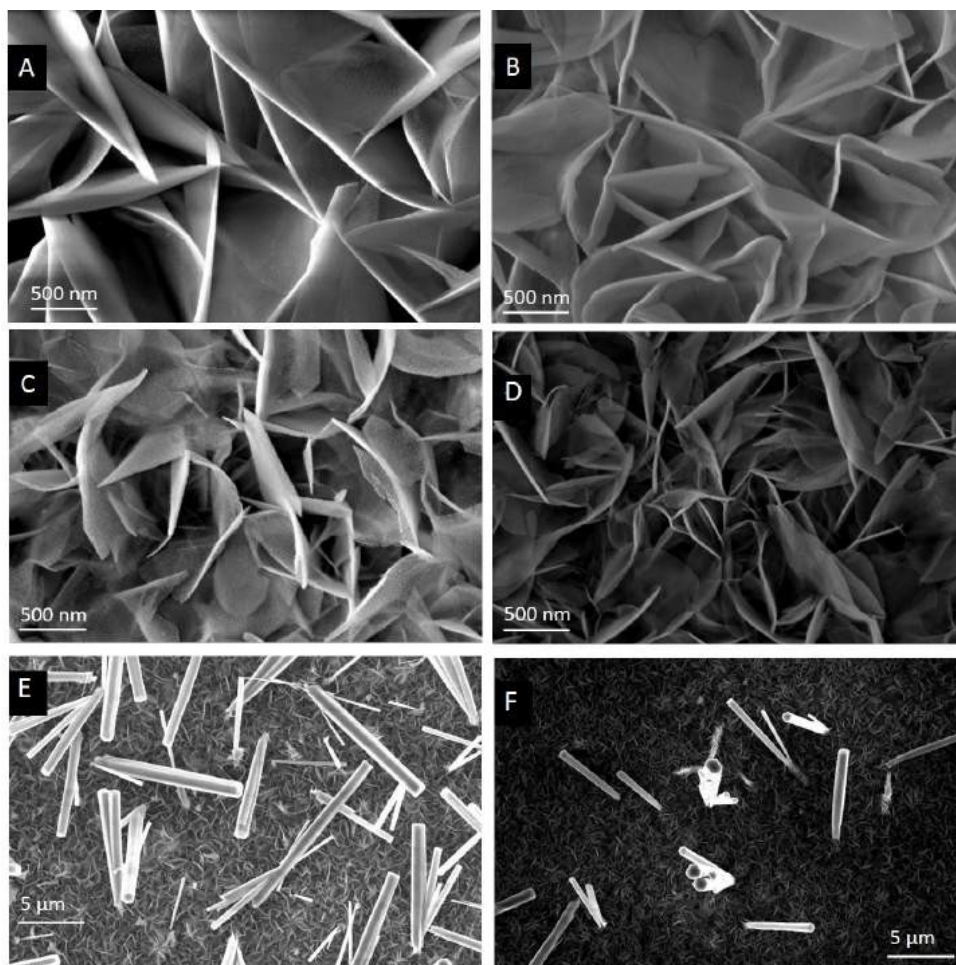


Figura 84 Set di immagine riprese tramite SEM di diversi campioni con due diversi valori di magnificazione.

Per campioni con spessore di alluminio di 5 nm, invece, non si ha nemmeno la formazione completa delle nano strutture LDHs, che è presente solo in nano-isole sparse e disomogenee sulla superficie del campione (Figura 85).

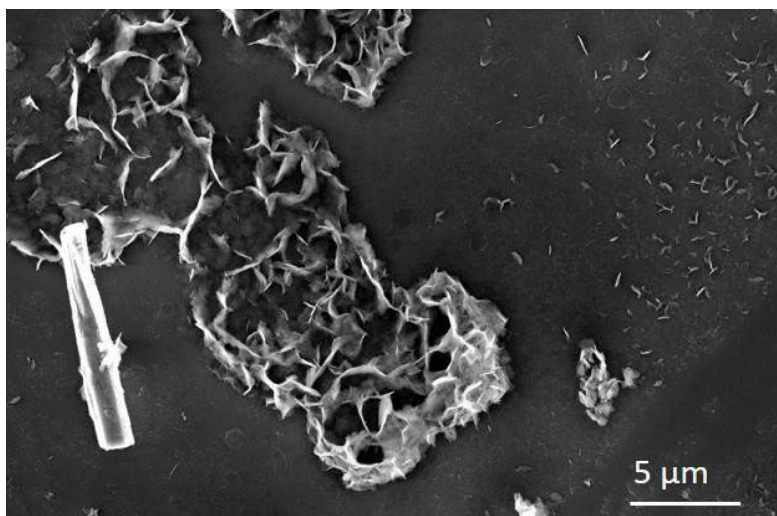


Figura 85 Dettaglio tramite microscopio SEM di un sensore LDH cresciuto con 5nm di Alluminio, con la formazione di nano-isole.

Da notare che per coating inferiori ai 25 nm, sulla superficie dei campioni sono presenti anche nanorods indesiderate di ZnO. Questo effetto potrebbe essere spiegato dal fatto che lo strato di alluminio in questi campioni è così sottile che non è sufficiente per permettere la formazione su vasta area dei cristalli di LDH. Lo zinco in eccesso non entra all'interno della struttura di LDH ma piuttosto produce nanorods di ZnO che parzialmente si depositano sul campione. La dimensione laterale media delle nano-lamelle LDHs cresce proporzionalmente allo spessore del coating di alluminio per valori compresi tra 10nm e 300nm e raggiunge il suo valore di saturazione pari a circa 170nm.

## 6.2 Sensori chimico resistivi LDH

I sensori di gas chemo-resistivi sono dispositivi basati su materiali funzionali le cui proprietà elettriche variano come risultato di un'interazione chimica con la sostanza gassosa target. Sono composti da un substrato sul quale sono depositati due elettrodi metallici interdigitali messi in contatto tra di loro da un materiale attivo (semiconduttivo o isolante), come nello schema in Figura 86. La resistenza del materiale viene modulata dalla presenza di un analita gassoso nell'atmosfera. Il sistema può presentare un circuito di riscaldamento (come nel caso dei sensori basati su ossidi metallici) per innalzare la temperatura degli elementi attivi e favorire l'interazione chimica tra il materiale attivo e il gas presente nell'ambiente circostante.

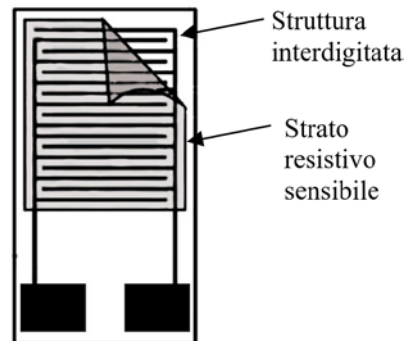


Figura 86 Schema di principio di un sensore di gas chemi-resistivo

### 6.2.1 Il setup di misurazione

Per caratterizzare il sensore di gas a base di LDH è stato costruito un sistema per la misurazione dei gas, composto da tre flussimetri ed una campana per alloggiare i sensori ed eseguire misurazioni elettriche. Il sistema è stato progettato e costruito da zero comprese: linee di flusso, flussimetri, guarnizioni resistenti al tipo di gas scelto, cavi, connettori, sistema di alimentazione etc. (Figura 87) . Inoltre, tramite il software Matlab è stato realizzato una interfaccia grafica di controllo delle linee di flusso e del multimetro collegato con la campana di misurazione dove vengono alloggiati i sensori (Figura 88).

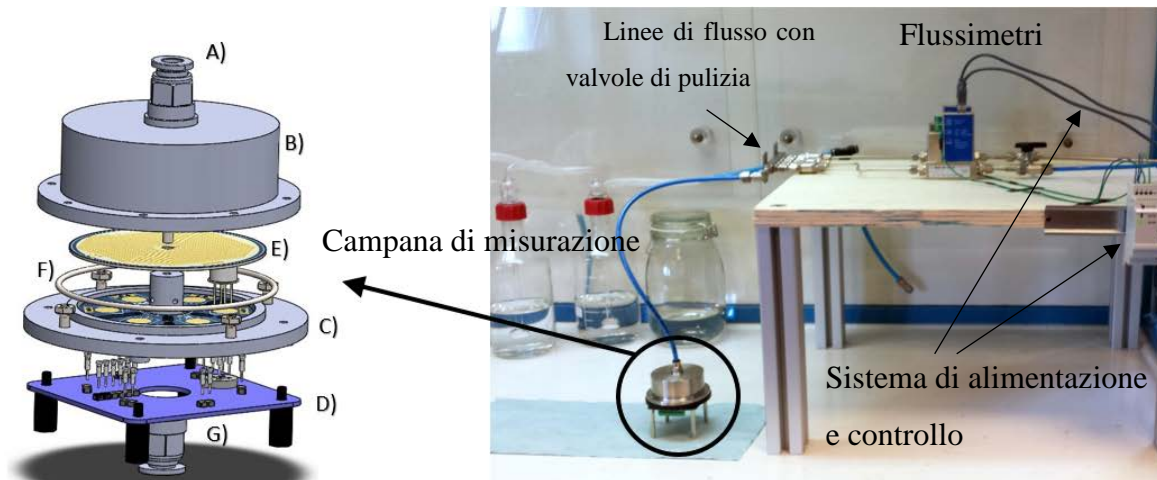


Figura 87 (sinistra) Vista esplosa della camera di misura in dettaglio: A) Ingresso gas; B) contenimento del campanello; C) Supporto Derlin®; D) scheda con connessioni elettriche E) schermo di flusso; F) anello di tenuta; G) Uscita gas; (destra) foto del sistema di flussimetri realizzato.

Il sistema realizzato con tre *mass flow* della MKS serie MF1 è in grado di gestire gas aggressivi e non con un flusso da 0 a 200 sccm ( $\pm 1\%$  full scale), con la possibilità di miscelare diversi gas e variare l'umidità tramite anche l'utilizzo di gorgogliatori.

La campana per la misurazione dei sensori può ospitare fino a sei sensori sperimentali con la possibilità di inserire anche di espansione per l'alloggiamento di sensori commerciali. Inoltre, sono stati disegnati degli schermi da posizionare nella campana per proteggere i sensori da errori dovuti a flusso diretto di gas. Il sistema ha inoltre la possibilità di scaldare i gas all'interno della campana. Tale sistema di misurazione è stato appositamente disegnato, costruito e testato nel lavoro del primo anno.

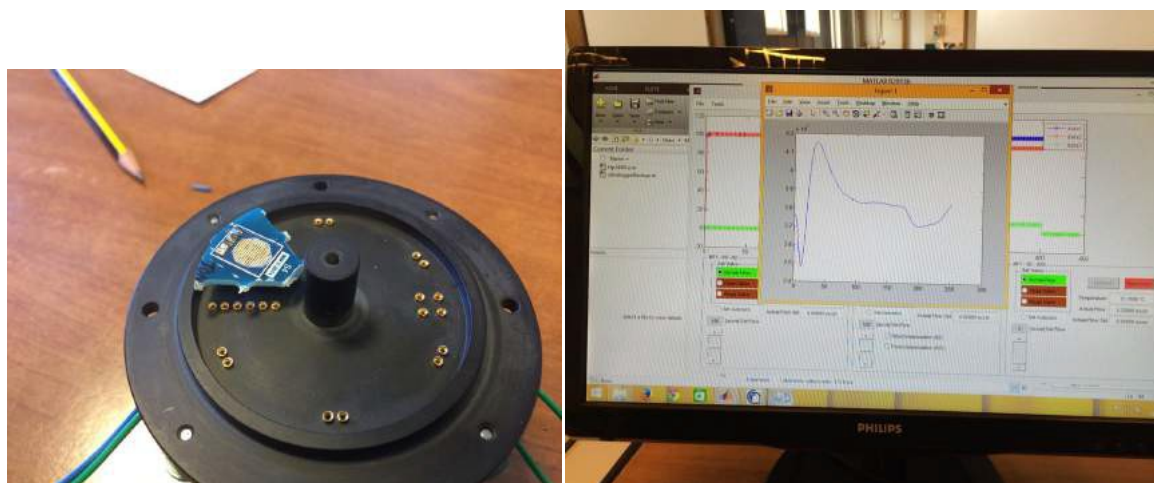
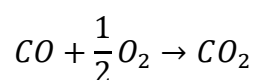


Figura 88 Dettaglio della campana di misurazione –aperta- contenente un sensore (sinistra); foto della GUI del programma scritto in Matlab durante l'esecuzione di una misurazione (destra).

### 6.2.2 Misurazione di monossido di carbonio con i sensori LDH

Il monossido di Carbonio (CO) è un gas velenoso e non semplice da rilevare in quanto inodore, incolore e insapore. È il prodotto della combustione incompleta di combustibili organici come carbone, olio, legno e carburanti spesso utilizzati da motori all'interno di grandi industrie. Tale gas è quindi di interesse per la nostra applicazione. Il monossido di carbonio è molto reattivo: si combina facilmente con l'ossigeno, lo zolfo e gli alogeni fluoro, cloro e bromo:



Per realizzare la sintesi desiderata è stato depositato un coating di alluminio di circa 300 nm sull'interdigitato di sensori ricoperto d'oro. Per questa misurazione sono stati fabbricati due diversi tipi di set di LDH con lo stesso protocollo di fabbricazione:

1. Campioni di LDH tipologia: Zn/Al con intercalati di  $\text{Cl}^-$
2. Campioni di LDH tipologia: Zn/Al con intercalati di  $\text{NO}_3^-$

Protocollo:

- Tempo di crescita: 6h
- Temperatura di crescita: 80°C
- Concentrazione: 20mM
- Substrato di alluminio: 300 nm

Il sensore posizionato all'interno della campana di misurazione è stato esposto a un flusso costante di 200 sccm composto da aria umida, aria secca e CO. Le prove sono state tutte svolte a temperatura ambiente.

Dai test effettuati è risultato che la presenza di umidità nella campana di misurazione si è rivelata fondamentale per il corretto funzionamento dei sensori, questo perché gli strati di idrossidi componenti la struttura LDH sono fortemente isolanti (si comportano come un circuito aperto), rendendo impossibile apprezzare qualsiasi variazione. Secondo le nostre ipotesi, confermate da articoli in letteratura [125], in presenza di umidità, gli strati di idrossidi (le lamelle) attirano molecole d'acqua sulla superficie favorendo la loro intercalazione nello spazio interlamellare. Il vapore acqueo contribuisce in maniera significativa ad abbassare la resistenza del materiale rendendola dell'ordine dei  $\text{K}\Omega$ , in quanto l'LDH è un conduttore ionico [126]. Dalle misurazioni effettuate sul campione 1, risulta che il sensore risponde alla presenza di CO in atmosfera, e la sua sensibilità aumenta al crescere della concentrazione di tale gas. Nella Figura 89 è riportato l'andamento della resistenza in funzione del tempo ed in corrispondenza dell'immissione di CO nella campana. Per ognuna delle concentrazioni di CO sono state effettuate tre prove. Il funzionamento dell'LDH come sensore di CO potrebbe essere dovuto ad una sua reazione di ossidazione nell'interazione con la nanostruttura. Ossidandosi, il CO libera elettroni aumentando la conducibilità del sensore che si riduce.



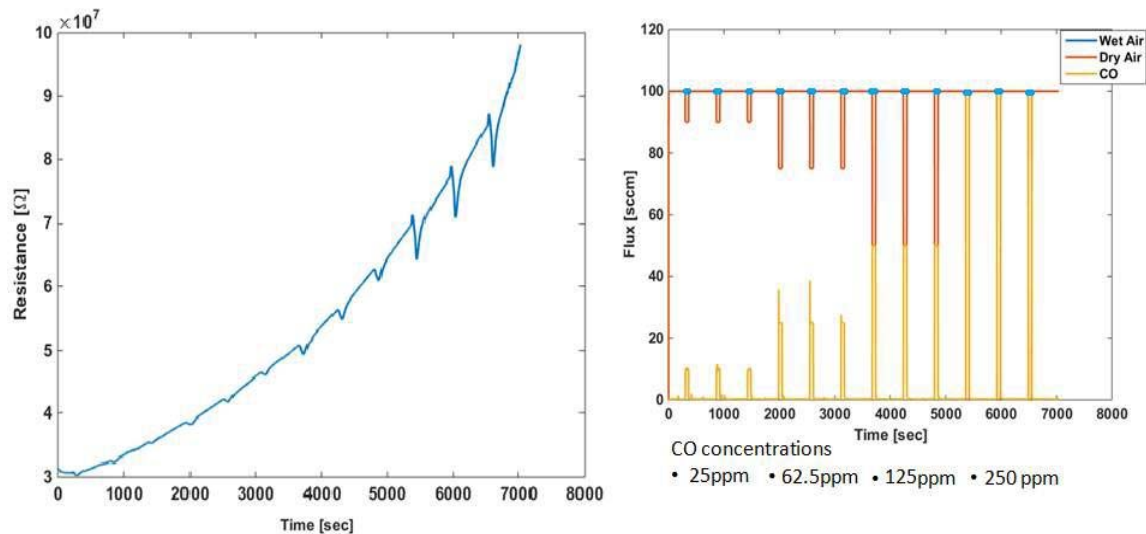


Figura 89 Andamento della resistenza del campione tipo 1 in funzione del tempo (a destra) e corrispondente flusso di CO nella campana di misurazione (a sinistra).

Analizzando il grafico in Figura 89, è evidente inoltre il drift della resistenza, che non si stabilizza mai intorno a un valore d'equilibrio, ma continua a crescere fino a raggiungere il valore di fondo scala dello strumento. In letteratura l'aumento della resistenza negli LDHs è imputato alla disidratazione della nanostruttura [127]. Nel nostro caso questo effetto potrebbe essere causato sia dalla reazione delle molecole di CO con l'acqua, sia dallo scorrere della corrente all'interno della nanostruttura (Sono in corso test per verificare tali ipotesi da parte dei ricercatori del CNR-IMM). Dal grafico in Figura 90 è evidente che immettendo in atmosfera una maggiore concentrazione di CO si ha un aumento di sensibilità del sensore, che passa dall' 1% con una concentrazione di monossido di carbonio pari a 25 ppm, a circa l'8% con una concentrazione di monossido di carbonio pari a 250 ppm.

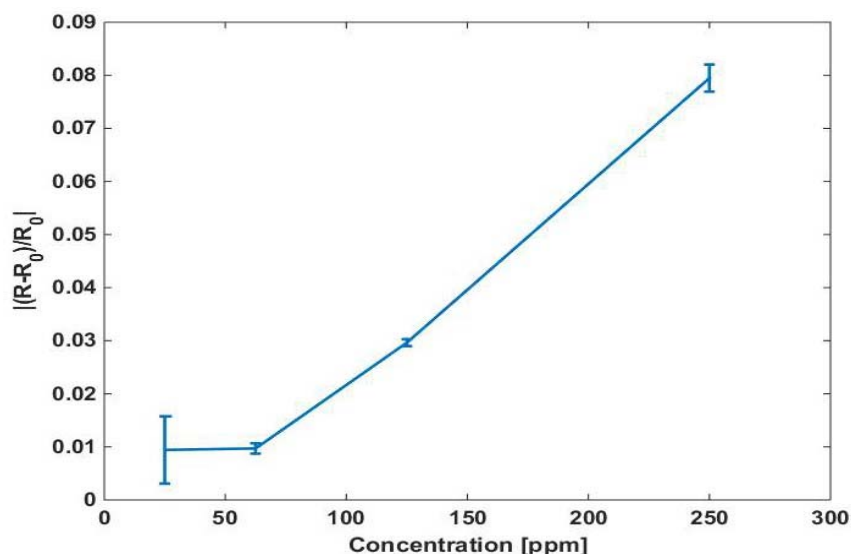


Figura 90 Andamento della sensibilità in funzione della concentrazione per il campione tipo 1

Gli stessi test sono stati effettuati sul campione tipo 2, composti da nanostrutture con intercalati anioni nitrato. Queste prove hanno evidenziato un miglioramento delle performance dei sensori, sia a livello di sensibilità che a livello di drift della resistenza (Figura 91 e Figura 92). In particolare si nota un aumento della sensibilità pari a circa il doppio di quella rilevata nel campione tipo 1, e un drift meno evidente durante il tempo di analisi. L'aumento complessivo della resistenza è infatti pari a circa  $5M\Omega$ , contro i  $7M\Omega$  rilevati nei campioni tipo 1.

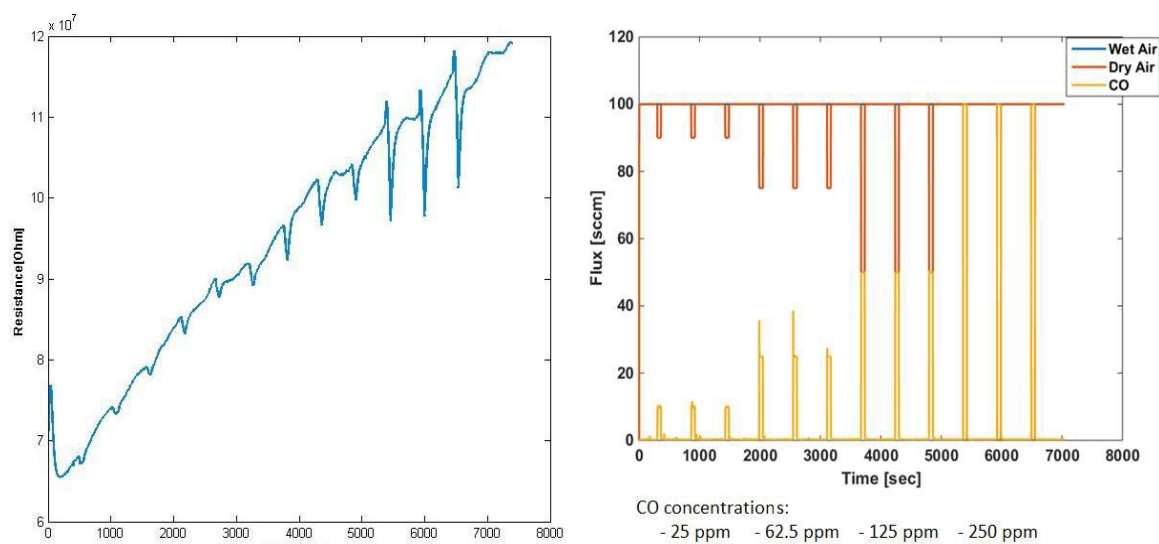


Figura 91 Andamento della resistenza del campione tipo 2 in funzione del flusso in ingresso.

Anche per questi campioni si ha un aumento di sensibilità aumentando la concentrazione del gas target. I valori di sensibilità rilevati inoltre sono superiori a quelli dei campioni precedenti, poiché passano dall' 1.1% con una concentrazione di monossido di carbonio pari a 25 ppm, a circa il 15% con una concentrazione di monossido di carbonio pari a 250 ppm (Figura 92).

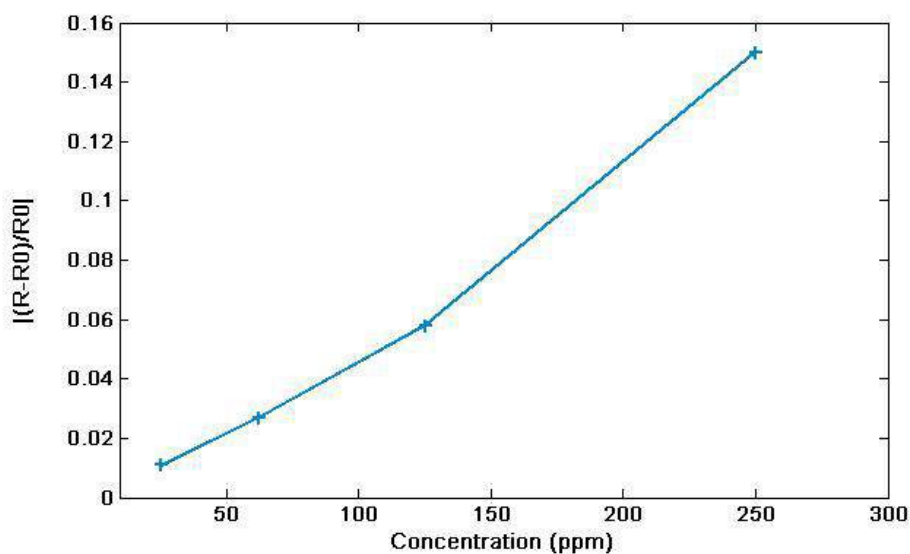


Figura 92 Andamento della sensibilità in funzione della concentrazione campione tipo 2

Dalle prove effettuate sui campioni con la stessa tipologia di anione intercalato realizzati utilizzando tempi di sintesi differenti non si osservano particolari differenze a livello di sensibilità e prestazioni. Sono in corso studi e test volti a migliorare le prestazioni di tali sensori, eliminando il drift e aumentando la sensibilità, in modo tale da poter effettuare anche un'analisi dinamica definendo caratteristiche operative fondamentali come il tempo di risposta e quello di recupero.

#### RIFERIMENTI CAPITOLO 6:

- [110] J. Han, et al. Flexible CoAl LDH@PEDOT Core/Shell Nanoplatelet Array for High-Performance Energy Storage. *Small*, (2013), 9: 98–106.
- [111] Xue Duan, David G. Evans, Layered Double Hydroxides, Springer (2006).
- [112] E. Manasse, *Atti Soc. Toscana Sc. Nat., Proc. Verb.*, Vol. 24, pag. 92 (1915).
- [113] Allmann R., Double layer structures with brucite-like ions  $[M(II)_{1-x}M(III)_x(OH)_2]^{2+}$ , *Chimia*, Vol. 24, pp. 99–108 (1970).
- [114] Taylor, H. F. W., Crystal structure of some double hydroxide minerals, *Min. Mag.*, Vol. 39, pag. 377–389 (1973).
- [115] Xiaoxiao Guo, et al., Layered double hydroxide films: synthesis, properties and applications, The Royal Society of Chemistry, Vol. 46, pag. 5197–5210 (2010).
- [116] Wang Q and O'Hare D (2012) Recent advances in the synthesis and application of layered double hydroxide (LDH) nanosheets. *Chem. Rev.* 112 4124–55
- [117] Khan, A. I., & O'Hare, D. (2002). Intercalation chemistry of layered double hydroxides: recent developments and applications. *Journal of Materials Chemistry*, 12(11), 3191–3198.

- [118] Morandi, S., Prinetto, F., Di Martino, M., Ghiotti, G., Lorret, O. et al. (2006). Synthesis and characterisation of gas sensor materials obtained from Pt/Zn/Al layered double hydroxides. *Sens. Actuators, B*, 118(1), 215-220.
- [119] V. Rives (ed.), *Layered Double Hydroxides: Present and Future*, nova Science Publishers, New York (2001).
- [120] F. Cavani, F. Trifirò, A. Vaccari, Hydrotalcite-type anionic clays: Preparation, properties and applications, *Catalysis Today*, Vol. 11, N. 2, pag. 173-302 (1991).
- [121] S.P. Newman, W. Jones in: W. Jones, C.N.R. Rao (eds.), *Supramolecular Organization and Materials Design*, Cambridge University Press, Cambridge (2001).
- [122] Miyata S., The synthesis of hydrotalcite-like compounds and their structures and physico-chemical properties-I: The systems  $Mg^{2+} - Al^{3+} - NO_3^-$ ,  $Mg^{2+} - Al^{3+} - Cl^-$ ,  $Mg^{2+} - Al^{3+} - ClO_4^-$ ,  $Ni^{2+} - Al^{3+} - Cl^-$  and  $Zn^{2+} - Al^{3+} - Cl^-$ , *Clays and Clay Minerals*, Vol. 23, pag. 369-375 (1975).
- [123] Gao Y.F. et al, "surface Precipitation of Highly Porous Hydrotalcite-like Film on Al from a Zinc aqueous Solution", *Langmuir*, vol.22, pp.3521-3527 (2006).
- [124] Scarpellini, D., Falconi, C., Gaudio, P., Mattocchia, A., Medaglia, P.G., Orsini, A., Pizzoferrato, R., Richetta, M., Morphology of Zn/Al layered double hydroxide nanosheets grown onto aluminum thin films, *Microelectronic Engineering*, Vol. 126, pag. 129-133 (2014).
- [125] Roger J. Mortimer, Russell J. Mayes, Characterisation and humidity-sensing properties of aluminium (oxy)-hydroxide films prepared by cathodically induced precipitation, *Sensors and Actuators B: Chemical*, Vol. 128, N. 1, pag. 124-132 (2007).
- [126] Yoshihiro Furukawa, Kiyoharu Tadanaga, Akitoshi Hayashi, Masahiro Tatsumisago, Evaluation of ionic conductivity for Mg-Al layered double hydroxide intercalated with inorganic anions, *Solid State Ionics*, Vol. 192, pag. 185-187 (2011).
- [127] Peilin Zhang, Sumihito Sago, Takeo Yamaguchi, Gopinathan M. Anilkumar, Mg-Al layered double hydroxides containing glycine betaine as low humidity-dependent anion conducting electrolyte material for Solid State Alkaline Fuel Cell (SAFC). *Journal of Power Sources*, Vol. 230, pag. 225-229 (2013).

## Capitolo 7 Sensori per il riconoscimento dei gesti

Monitorare i gesti delle mani ed avambraccia è sempre stato al centro dell'attenzione ambito biomedicale ed industriale [128, 129]. La principale sfida su cui la ricerca è concentrata è di realizzare un sistema che sia affidabile, con alta sensibilità e totalmente indossabile, in maniera tale di rendere i dispositivi piacevolmente indossabili da operatori, pazienti o semplici utilizzatori. Attualmente, allo stato dell'arte, tutti i sistemi hanno forti limitazioni. Per esempio, sistemi basati su camere infrarosse a 3D per riconoscere i movimenti delle dita [130] o altri dispositivi basati sul riconoscimento tramite videocamera [131], soffrono di problemi di occlusione del campo di ripresa e hanno alti carichi computazionali che rendono difficoltosa l'analisi dei dati soprattutto in tempo reale. Altri sensori che sono diventati molto famosi negli ultimi anni, anche grazie all'applicazione commerciale *Myoband* [132], sono i dispositivi basati su elettromiografia (EMG) [133]. In questo caso, i sensori hanno problemi a distinguere i movimenti fini delle dita perché, usando in questa tecnologia degli elettrodi asciutti (senza il supporto di gel come interfaccia tra elettrodo e pelle), sono molto influenzati dalla sudorazione e dall'impedenza della pelle [134]. Negli ultimi due anni sono stati sviluppati dai ricercatori due sistemi molto promettenti. Il primo chiamato *Tomo* [135], basato su tecnologia *electrical Impedance Tomography (EIT)*, ha una alta accuratezza rispetto agli altri in letteratura, ma gli elettrodi richiedono di essere posizionati a stretto contatto con la pelle. Il secondo sistema è stato proposto dai laboratori del MIT [136], ed è basato su sensori resistivi di forza (FSRs) e mostrano un alto livello di affidabilità; in ogni modo la loro efficienza ha una limitazione intrinseca dovuta al tipo di sensore. Essendo sensori di forza che vengono attuati quando viene applicata una pressione su di essi, una benda o bracciale basato su questa tecnologia deve essere stretto, intorno alla zona di interesse (ad esempio sul polso). Inoltre, la benda dovrà avere una certa rigidità per permettere che venga applicata una certa pressione sul sensore ed avere una lettura stimabile, altrimenti la benda si conformerebbe con i movimenti di muscoli o tendini.

## 7.1 Introduzione ai sensori investigati

L'identificazione dei gesti e dei movimenti dell'operatore è una funzione utile nel momento in cui si vogliono comandare attrezzature robotiche in relazione ai gesti effettuati o per ragioni di sicurezza. Dal progetto APIC per queste funzioni sono stati selezionati dei sensori miografici di Forza (*Force Sensing Resistor* – FSR), mentre come anticipato, avendo qualche perplessità sulla tecnologia FSR per questo progetto si sono selezionati dei sensori chiamati *Filament Strain sensor* (FSS). Questi sensori posizionati strategicamente sugli indumenti, nei pressi di muscoli e tendini dell'utente, tramite un'adeguata classificazione ed algoritmi di *Machine Learning*, restituiscono con alta accuratezza ed affidabilità la posizione del muscolo o del tendine di interesse relativa al movimento [135]. Con i sensori FSR, essendo disponibili commercialmente, sono state effettuate le prime prove di fattibilità nel progetto APIC. Mentre i sensori FSS sono stati fabbricati ed utilizzati in questo progetto grazie al know-how trasferito da Movit Technologies [137]. Questi sensori sono stati testati per riconoscere i movimenti della mano. In dettaglio, è stato realizzato un bracciale di cotone elastico per il polso che integra 4 sensori FSS per condurre i primi test con movimenti semplici della mano. Successivamente, è stato creato un secondo prototipo migliorando alcune caratteristiche per cercare di monitorare i movimenti fini delle dita ed un set più ampio di gesti.

I sensori sono stati fabbricati usando una miscela di materiale termoplastico e nano particelle conduttive. Questa miscela è stata successivamente estrusa tramite estrusore a caldo per creare dei filamenti di circa 0,7 mm di diametro e da 1 cm a 6 cm di lunghezza (Figura 93). I sensori sono stati posizionati per coprire la maggior superficie possibile in

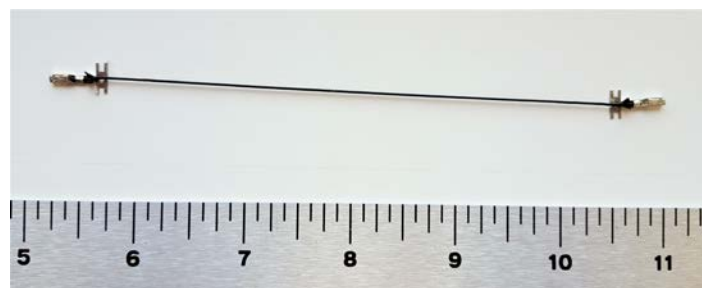


Figura 93 Sensore FSS con dei collegamenti metallici sulle estremità

prossimità del legamento carpale trasverso del polso, e rilevare il movimento dei muscoli e dei tendini attuatori dei movimenti della mano e delle dita.

I sensori integrati nel tessuto, anche se non a diretto contatto con la pelle, sono stati capaci di rilevare i movimenti delle dita e del polso. I sensori FSS trasducono la deformazione elastica della benda in cui sono integrati, in un segnale elettrico. La benda elastica a sua volta, segue le deformazioni della pelle dovute al movimento di muscoli e tendini. In questa maniera i sensori FSS anche non a contatto con la pelle riescono a trasdurre i movimenti in segnali elettrici.

## 7.2 Set di movimenti monitorati

Il primo set di movimenti investigato è stato scelto per essere semplice e facile da rilevare. In dettaglio è stato scelto un set di otto gesti divisi in tre gruppi: A) gesti 1 e 2, - estensione e flessione della mano; B) gesto 3 - chiusura del pugno; C) gesti da 4 a 8 – da mano aperta con le dita estese le dita si muovono fino a 90° senza toccare il palmo. I movimenti descritti sono riportati in Figura 94.

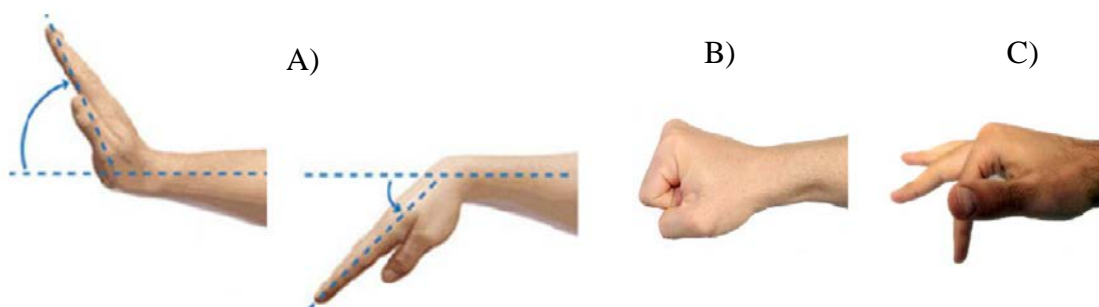


Figura 94 Esempio dei diversi movimenti di mano di interesse.

Il secondo set di movimenti investigato è stato sviluppato per testare il sistema per distinguere i movimenti complessi delle dita e le prese della mano e delle dita. A tale scopo è stato ricercato in letteratura un protocollo adatto per questo scopo. Il protocollo scelto è stato il *Cutkosky's grasp taxonomy* [138]. Esso con sedici tipi di *grasps* diversi copre un'ampia gamma di scenari di movimenti della mano, coinvolgendo differenti tipi di prese (grandi e piccole) con diverse forze e relative "forme" della mano. Questi gesti sono anche considerati i più utilizzati durante le normali attività giornaliere. In Figura 95 è presentato il set di gesti con relative illustrazioni e codici di riferimento (da G1 a G16), che verranno utilizzati per identificare il movimento nei dati.

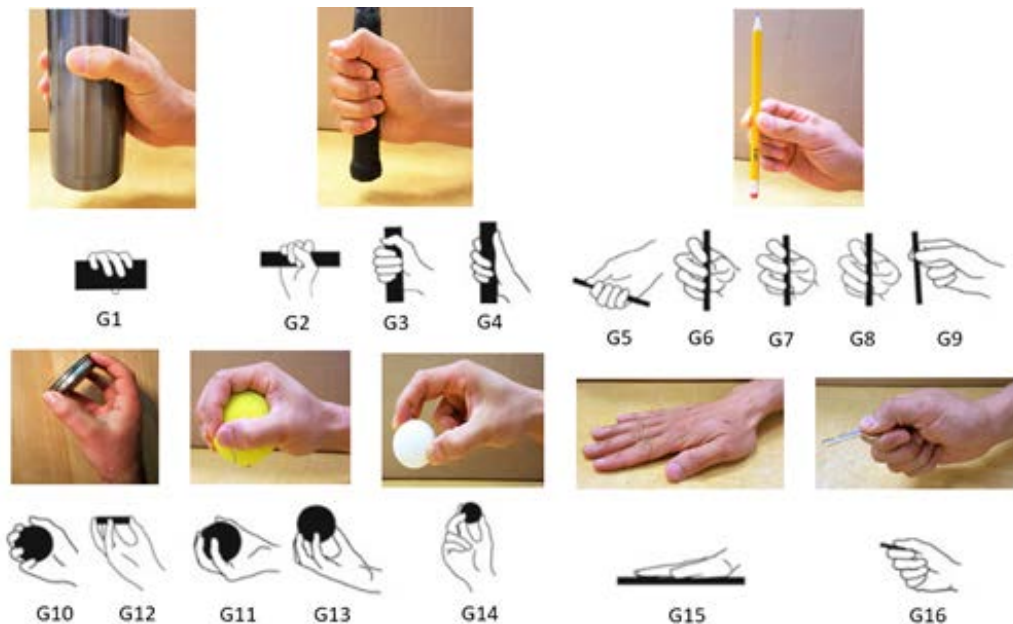


Figura 95 Lista dei movimenti tratti dalla *Cutkosky's grasps taxonomy* [138].

Secondo la *Cutkosky's grasps taxonomy* le coppie da 6 a 9 (G6-G9) e 12-14 (G12-G14) sono classificate come coppie di precisione, mentre altre sono prese con forza. È difficile per un sistema di riconoscimento dei gesti delle mani distinguere le piccole differenze tra queste prese molto simili, come G6-G9. Abbiamo scelto di utilizzare comunque tutte e 16 le prese per testare la sensibilità del braccialetto.

Inoltre, come vedremo nel seguito del capitolo, per i due set sono state eseguite procedure, realizzati prototipi e setup di verifica differenti. Questo è dovuto al fatto che i due set di gesti richiedono requisiti sperimentali molto differenti.

### 7.3 I prototipi per il riconoscimento dei gesti

Due prototipi sono stati costruiti per il riconoscimento dei due set di gesti. Ciò dipende dal fatto che per riconoscere gesti complessi il primo prototipo necessitava di alcuni cambiamenti come il numero dei sensori, il posizionamento e lo spessore del tessuto. Entrambi i prototipi comunque sono stati realizzati su tessuti elastici di cotone traspirante. I segnali dei sensori sono stati letti tramite circuito resistivo (*voltage divider*) e scheda Arduino Micro connessi ad un computer per la memorizzazione e l'interpretazione dei dati.



In Figura 96, possiamo vedere il prototipo del bracciale realizzato per testare questo tipo di sensori, insieme ad una elettronica commerciale per la lettura e l'alimentazione dei sensori.

Questo primo prototipo ha una larghezza di 7 cm per diametro di 14 cm ed uno spessore di 4 mm. I quattro sensori sono posizionati sulla superficie esterna del bracciale. Il bracciale non ha nessun tipo di chiusura e si indossa infilandolo da una estremità. Anche se il bracciale è elastico questo comporta uno stress per i sensori ogni volta che il bracciale viene indossato.



Figura 96 Prototipo del bracciale con sensori FSS ed elettronica di lettura.

In Figura 97 è possibile osservare il secondo prototipo. Esso è creato da due strati di cotone elastico realizzato dalla *Previs* (questo materiale aderisce alla normativa medica 93/42 EEC) in cui sono inseriti sette sensori FSS. Il bracciale si chiude dalle due estremità e si regola la dimensione tramite due strisce di velcro. Le dimensioni totali del bracciale sono 16 cm di lunghezza 2,5 cm di larghezza e 2,5 mm di spessore. Il numero dei sensori, lo spessore del bracciale e il tipo di chiusura sono tutti miglioramenti che possono determinare una migliore lettura dei sensori.

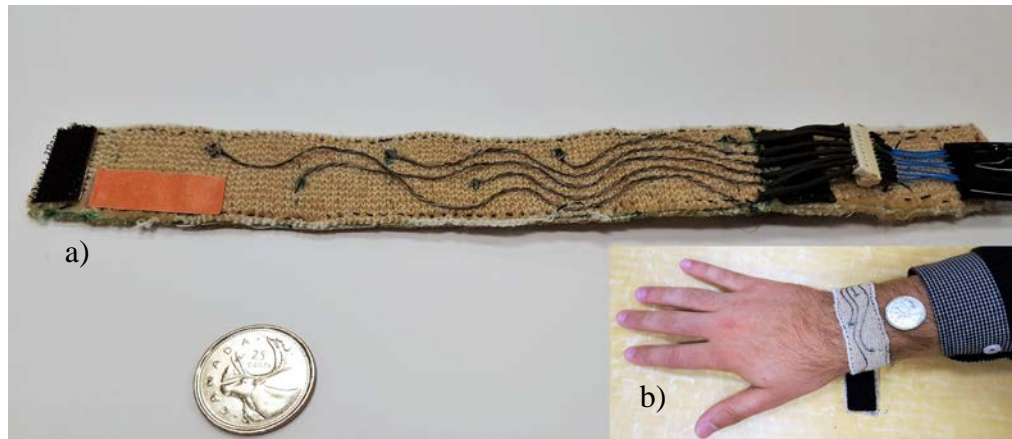


Figura 97 a) Una fotografia del secondo sistema indossabile. b) Dettaglio del sistema sul polso con la stessa moneta di riferimento.

#### 7.4 Il setup per la classificazione

Per rilevare i movimenti della mano tramite i segnali provenienti dai sensori FSS del primo prototipo, è stato realizzato un sistema di validazione basato sul sistema commerciale Leap Motion. I gesti effettuati con la mano producono, grazie ai sensori FSS posizionati sul polso, dei segnali elettrici. Questi segnali elettrici devono essere abbinati a ciascun gesto ovvero etichettati. Per etichettare i gesti è stato utilizzato il sistema Leap Motion abbinato ad una interfaccia di acquisizione software realizzata appositamente tramite LabView.

Il sistema Leap Motion utilizza la sorgente a infrarossi e due telecamere per rilevare e identificare quale tipo di movimento il tester sta eseguendo, convalidando i dati restituiti dal bracciale (Figura 98).

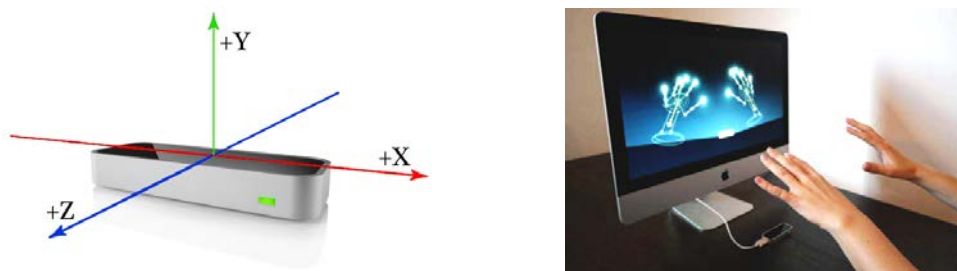


Figura 98 Un'immagine che identifica il sistema di movimento a salto (a sinistra) e la posizione normale della mano di un utente (a destra) [139]

L'interfaccia grafica (GUI) è stata realizzata con il software LabView, questa consente una convalida in tempo reale ed automatica dei movimenti attraverso le immagini ricevute da Leap Motion. Questo programma si basa sul calcolo vettoriale.

Considerando il Field of view del Leap come un sistema di coordinate cartesiano e associandolo ad ogni dito individuato della mano come unità vettoriale che si muove in questa terna, è possibile distinguere se il movimento di interesse è stato riconosciuto dal sistema con semplici operazioni cartesiane.

Un esempio di tale processo logico è rappresentato in Fig. 3, in cui viene testato il movimento della chiave delle dita. In particolare, i vettori delle dita sono classificati con cinque vettori "i-Finger Direction" ( $i.fd$ ), mentre il vettore normale al palmo prende il nome di "palm normal" ( $pn$ ) [139]. La quantità identificata dal coseno del prodotto scalare tra " $dn$ " e " $pn$ " è il discriminante per l'identificazione del movimento. Inoltre per completare il riconoscimento del gesto, una condizione iniziale deve essere impostata come un valore di soglia corrispondente alla "posizione di riposo", che in questo caso è uguale a  $\cos(\theta)$ .

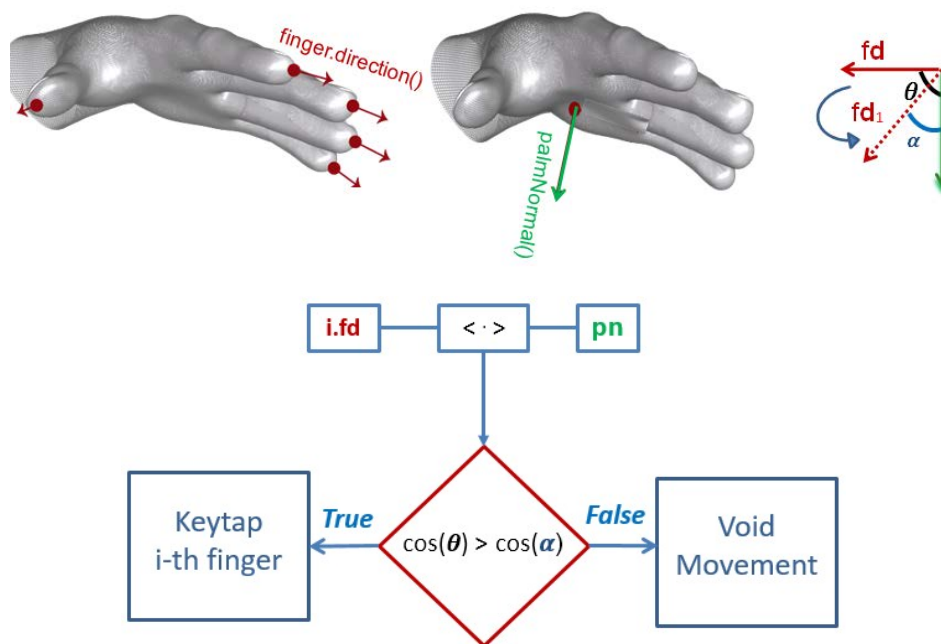


Figura 99 Il processo di riconoscimento logico eseguito dal software LabVIEW con il sistema Leap Motion.

Per il secondo set di movimenti con relativo prototipo è stato necessario cambiare il setup di validazione. La limitazione del sistema ottico del Leap Emotion è data dai limiti visivi e di occlusione della camera e dei sensori posti principalmente su un'asse. Con questa limitazione non si potrebbe lavorare con il *Cutkosky's grasps set* che contiene un alto numero di prese e "forme" della mano complesse. Quindi, per il secondo set è stato realizzato un setup costituito da due sensori FSR che posizionati tramite adesivo sul palmo e sul pollice

della mano funzionano da “interruttore” per il software, per confermare che il movimento desiderato dal protocollo è realmente avvenuto (anche appunto chiamata “etichettatura” dei gesti). In Figura 100 è mostrato il posizionamento dei sensori FSR sui punti di maggior contatto per il *Cutkosky’s grasps set*.

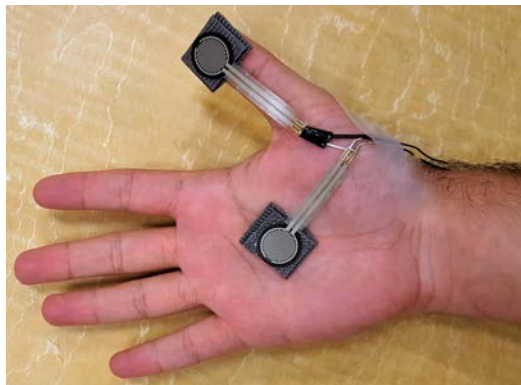


Figura 100 Una fotografia di FSR collocata sul pollice e sulla mano per etichettare ogni gesto.

## 7.5 Esperimenti

Per gli esperimenti sono stati reclutati tre volontari per eseguire i due set di gesti. Tutti i partecipanti al test hanno firmato un modulo di consenso prima di partecipare al test. Il modulo per il rispetto etico degli studi sperimentali su persone per questo esperimento è stato rilasciato dalla Simon Fraser University. Dopo aver fatto indossare la benda ai partecipanti si è passati ad una fase di calibrazione del software. Prima di far eseguire il set di movimenti ai volontari, essi sono stati istruiti su come dovevano eseguire i gesti e che regole per ciascun set dovevano rispettare.

### 7.5.1 Primo set di movimenti

Ai partecipanti è stato chiesto di eseguire i gesti con una sequenza casuale. Le limitazioni imposte sono state che ogni gesto doveva essere eseguito cinque volte con un intervallo di pausa tra un gesto e l’altro di 3-5 secondi. L’esecuzione dei gesti doveva avvenire all’interno del FOV del Leap Motion, che tramite il software scritto in LabView riconosceva il gesto e lo etichettava automaticamente. Sono state quindi eseguite 120 prove (3 soggetti, ognuno ha eseguito 8 gesti 5 volte). In Figura 101 è mostrato un esempio della lettura dei 4 sensori sul primo prototipo durante la sessione di test di un volontario.

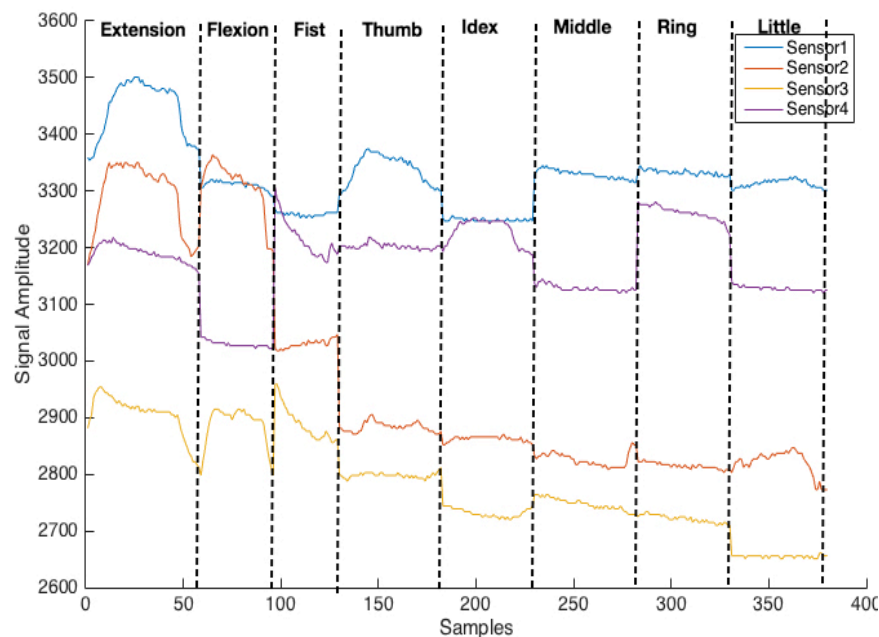


Figura 101 Esempio dei dati collezionati per un set di movimenti (soggetto 1, prima prova di ciascuno dei 8 gesti diversi).

Una volta eseguita l'etichettatura ci siamo serviti di due protocolli di *Machine Learning* per valutare le performance del sistema.

I segnali del sensore sono stati normalizzati utilizzando la seguente equazione prima di essere inseriti nei modelli di *Machine Learning*.

$$normX = \frac{X - mean}{stdev}$$

Dove  $x$  è il vettore del segnale da normalizzare e *mean* e *stdev* sono i valori dei vettori media e deviazione standard dei set di dati collezionati.

In dettaglio, sono stati impiegati due metodi di Machine Learning supervisionato, *Linear Discriminant Analysis* (LDA) e *Support Vector Machine* (SVM). Il classificatore LDA usato in studio è stato preso da *MATLAB Statistics e Machine Learning Toolbox* [140] e SVM è stato preso dalla libreria *LIBSVM* [141] all'interno del software *MATLAB*.

I risultati ottenuti da queste analisi sono altamente competitivi rispetto alle altre tecnologie presenti oggi in commercio e allo stato dell'arte [142]. Il sistema valutato tramite i due algoritmi di *Machine Learning*, *Linear Discriminant Analysis* (LDA) and *Support Vector Machine* (SVM), ha raggiunto una riproducibilità del segnale rispettivamente del 98% e 94%. Di seguito in Figura 102 si riporta la *confusion matrix* che rappresenta la percentuale di accuratezza di ciascun gesto effettuato in base ai dati raccolti.

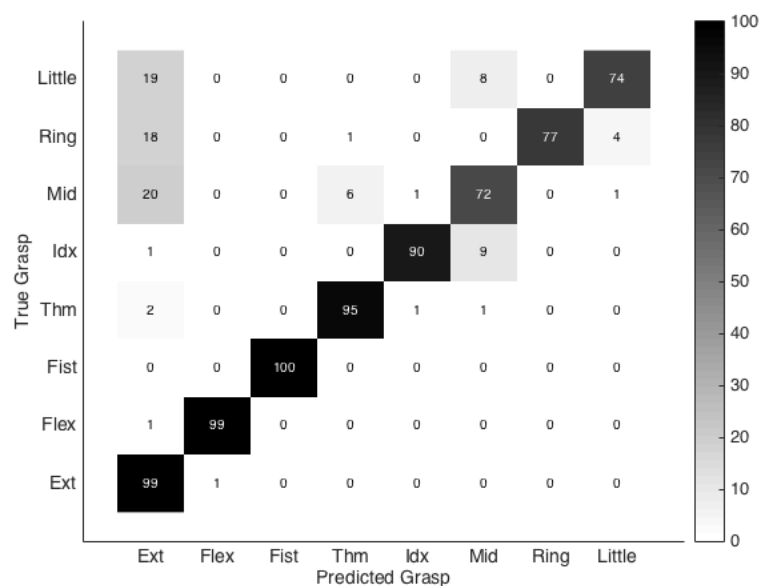


Figura 102 Confusion matrix di classificazione usando la LDA nella valutazione della media dei cross-trial dei dati dei tre soggetti; l'asse x è il tipo di gesto previsto e l'asse y è il vero gesto eseguito. Il numero dei valori nelle celle è in%.

Nell'asse delle ascisse abbiamo il valore predetto per ogni gesto. Nell'asse delle ordinate abbiamo il gesto effettivamente eseguito con il suo valore. Nelle caselle è inserita la percentuale della combinazione di ogni gesto. Per avere un risultato perfetto tutti i valori dovrebbero essere concentrati sulla diagonale. Più i valori sulla diagonale sono alti (colore nero scuro) più il sistema è accurato e buono per riconoscere quel tipo di gesto.

### 7.5.2 Secondo set di movimenti

Come nel precedente esperimento anche con il secondo set hanno partecipato tre volontari che hanno seguito la stessa procedura e firmato il consenso prima di iniziare il test.

Una volta indossata la benda e preso confidenza con il set di movimenti si è iniziato con l'esperimento. È stato chiesto ai volontari di eseguire ogni presa con la normale forza che applicherebbero nella vita quotidiana. È stato chiesto inoltre di eseguire i gesti in ordine casuale e di ripeterli cinque volte. Per ogni presa è stato chiesto di mantenere l'oggetto almeno per un secondo.

Un totale di 240 prove sono state eseguite (3 soggetti, ognuno ha eseguito 16 gesti 5 volte). I dati collezionati dai 7 sensori del secondo prototipo sono riportati in Figura 103.

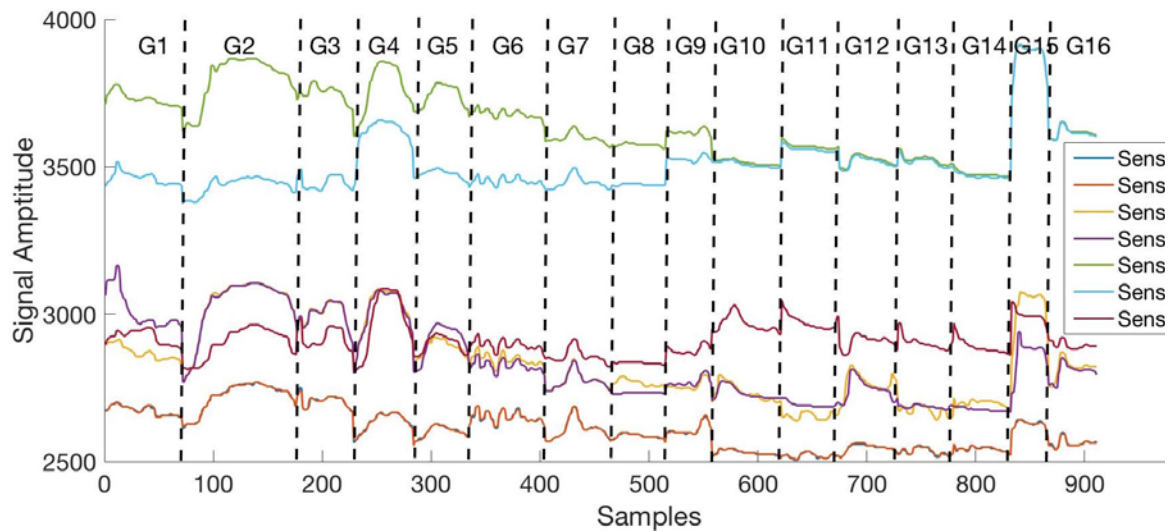


Figura 103 Un esempio dei segnali registrati con il secondo prototipo (soggetto 1, prima prova di ciascuno dei 16 gesti diversi). G1 - G16 sono le 16 coppie definite nel Cutkosky's grasps set [13].

Anche in questo caso i segnali sono stati normalizzati e sono stati utilizzati i protocolli di *Machine Learning* supervisionati SVM e LDA. (Figura 104)

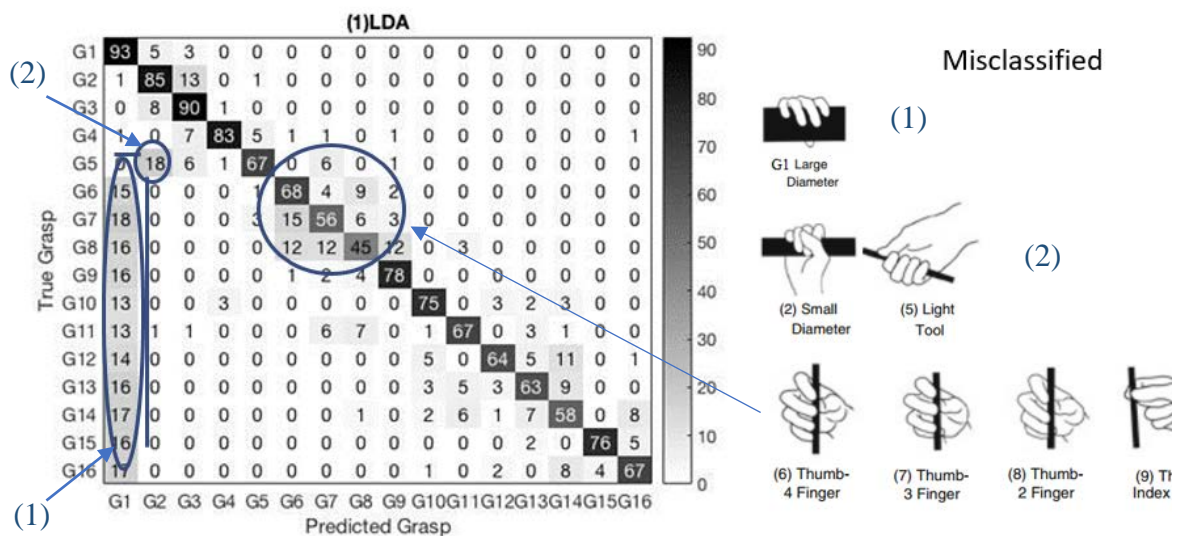


Figura 104 Confusion matrix di classificazione usando la LDA nella valutazione della media dei cross-trial dei dati dei tre soggetti del secondo set; l'asse x è il tipo di gesto previsto e l'asse y è il vero gesto eseguito. Il numero dei valori nelle celle è in%.

Come nella tabella precedente abbiamo sulle ascisse il valore predetto per ogni gesto. Nell'asse delle ordinate abbiamo il gesto effettivamente eseguito con il suo valore. Possiamo notare che dalla tabella precedente abbiamo molti più fenomeni di "misclassificazione" tra gesti (ovvero un gesto viene confuso con un altro dal sistema).

Anche se ci sono fenomeni di misclassificazione questi risultati sono molto buoni. In primo luogo perché il set di gesti era molto complesso e ci aspettavamo valori molto più bassi nella diagonale. In secondo luogo se osserviamo meglio i valori evidenziati (da cerchi e frecce) notiamo che: abbiamo la maggior parte degli errori sui gesti G1-G2 e G14.

Il gesto G1 è un gesto di forza, indagando durante le sperimentazioni abbiamo notato che i partecipanti agitati dal test eseguivano le prese di precisione applicando della forza. Infatti i gesti di precisione sono “misclassificati” con quello G1 di forza avendo anche una “forma/impugnatura” del gesto simile. In fine notiamo che le coppie G2 - G5 e G7 - G14 hanno forma della mano molto simile e quindi sono effettivamente molto difficili da identificare.

### RIFERIMENTI CAPITOLO 7:

- [128] Cho, Erina et al. “Force Myography to Control Robotic Upper Extremity Prostheses: A Feasibility Study.” *Frontiers in Bioengineering and Biotechnology* 4 (2016): 18. PMC. Web. 24 Oct. 2017. Xiao and Menon “Towards the development of a wearable feedback system for monitoring the activities of the upper-extremities”, *Journal of NeuroEngineering and Rehabilitation* 2014, 11:2.
- [129] Fukui, R., Watanabe, M., Gyota, T., Shimosaka, M., and Sato, T. , “Hand shape classification with a wrist contour sensor: development of a prototype device”. In *Proc. Ubicomp '11*, 311–314.
- [130] Kim, D., Hilliges, O., Izadi, S., Butler, A. D., Chen, J., Oikonomidis, I., and Olivier, P. , “Digits: freehand 3d interactions anywhere using a wrist-worn gloveless sensor”. In *Proc. UIST '12*, 167–176.
- [131] [5] Grau, A. M., Hendee, C., Rizzo, J.-R., and Perlin, K. , “Mechanical force redistribution: enabling seamless, large-format, high-accuracy surface interaction”. In *Proc. CHI '14*, 4137–4146.
- [132] <https://www.myo.com/>
- [133] [ Nuwer, R. , “Armband adds a twitch to gesture control”. *New Scientist* 217, 2906 (2013), 21.
- [134] H. Liu et al. “Preliminary Testing of a Hand Gesture Recognition Wristband Based on EMG and Inertial Sensor Fusion”, *ICIRA 2015, Part I, LNAI 9244*, pp. 359–367, 2015.
- [135] [Y. Zhang, C. Harrison, “Tomo: Wearable, Low-Cost, Electrical Impedance Tomography for Hand Gesture Recognition”, *UIST '15*, November 8-11, Charlotte, NC, USA, ACM 978-1-4503-3069- 5/14/10.
- [136] Artem Dementyev, Joseph A. Paradiso , “WristFlex: Low-Power Gesture Input with Wrist-Worn Pressure Sensors”, *UIST 2014* October 5–8, 2014, Honolulu, HI, USA.
- [137] [www.getmovit.com](http://www.getmovit.com)
- [138] M. R. Cutkosky, “On grasp choice, grasp models, and the design of hands for manufacturing tasks,” *Robotics and Automation, IEEE Transactions on*, vol. 5, no. 3. pp. 269–279, 1989.
- [139] Leapmotion.com [Online], Leap Motion Inc. 2012-2015, Available: [developer.leapmotion.com/documentation/cpp/devguide/Leap\\_Overview.html#coordinate-system](http://developer.leapmotion.com/documentation/cpp/devguide/Leap_Overview.html#coordinate-system), [Accessed: 23-Dec-2015]
- [140] Mathworks, “fitdiscr.” [Online]. Available: <http://www.mathworks.com/help/stats/fitdiscr.html>. [Accessed: 19-Dec-2015].
- [141] C. Chang and C. Lin, “LIBSVM : A Library for Support Vector Machines,” *ACM Trans. Intell. Syst. Technol.*, vol. 2, pp. 1–39, 2011.
- [142] Xiao and Menon “Towards the development of a wearable feedback system for monitoring the activities of the upper-extremities”, *Journal of NeuroEngineering and Rehabilitation* 2014, 11:2.



## Capitolo 8 La prototipazione

Come introdotto dal capitolo 1 gli obiettivi di questo lavoro si sono conformati seguendo principalmente alcune “mile-stone” del progetto APIC. Queste “mile-stone” puntavano alla prototipazione di un sistema completo tramite l’apporto di diversi laboratori di ricerca università ed enti privati per un totale di più di 40 professionisti coinvolti e circa 1.5 milioni di dollari di finanziamento in un programma di oltre 5 anni. Ovviamente, la nostra interazione come laboratorio interessato a fini di ricerca e di collaborazione non doveva rispettare alcuna “mile stone”. Nonostante la premessa, sono stati comunque mantenuti degli obiettivi molto ambiziosi per un lavoro di ricerca di soli tre anni di un ciclo di dottorato. In questo capitolo verranno riassunte le tecnologie che sono state investigate e di cui sono stati realizzati dei prototipi o è stato semplicemente testato il “*proof of concept*” del possibile prototipo o future applicazioni. Inoltre verrà discusso quanto le tecnologie investigate siano lontane dal poter essere impiegate per la realizzazione di un prototipo adeguato per il progetto industriale, presentando le difficoltà incontrate e gli ostacoli durante il periodo di ricerca.

### 8.1 Tecnologie investigate

Nel corso del triennio di dottorato sono state investigate e realizzate differenti tecnologie che hanno coinvolto anche altri istituti per il trasferimento di conoscenze o l’utilizzo di macchinari apposti per la costruzione dei campioni e prototipi.

La prima tecnologia investigata sono stati i dispositivi TFT. Questa scelta si è basata sul fatto

che si progettava di creare un front-end di lettura integrato su substrati flessibili leggeri ed economici che potesse ospitare sia sensori che elettronica di amplificazione ed interfaccia. Il design ideato era qualcosa di relativamente semplice come quello illustrato in Figura 105. Sostanzialmente era stato immaginato un bracciale con inserti flessibili semi flessibili e parti elettroniche non flessibili, dove parte di elettronica standard come un microprocessore, ADC e scheda Bluetooth - *low energy*- (BLE) si trovavano su normali schede elettroniche (e.s. FR4) mentre i sensori e il front-ed elettronica si trova su substrati flessibili come quello di poliimide.

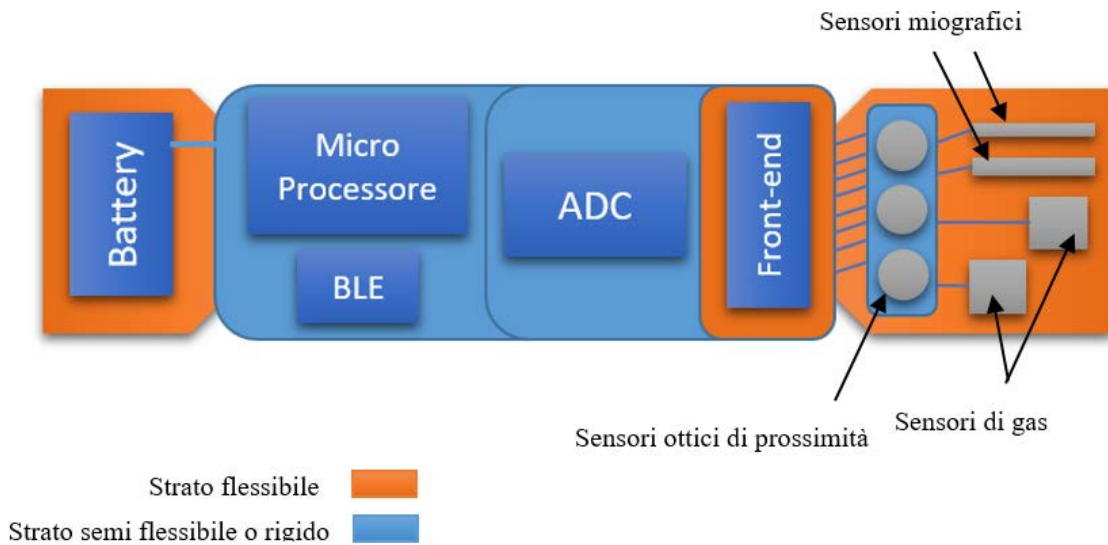


Figura 105 Schema di principio di una possibile configurazione del bracciale intelligente la sua circuiteria ed i suoi sensori.

Come si evince dallo schema in Figura 105 nel progetto iniziale tutti i sensori sono posizionati su questo ipotetico bracciale semi flessibile, dove sensori ottici, di gas e miografici realizzati anche loro su substrati flessibili potevano resistere a stress di piegatura in un'unica piattaforma.

Nel lavoro di ricerca tutti i processi di fabbricazione sono stati separati. Avere processi separati semplifica la produzione, inoltre essendo tutti processi sperimentali questo rende anche possibile controllare meglio i parametri e le variabili di costruzione e agire per eventuali correzione in maniera più rapida e controllata. Inoltre i sensori realizzati sono provenuti da collaborazioni differenti e spesso realizzati in laboratori diversi. Per integrare tutti i sensori sullo stesso substrato si è pensato di utilizzare la tecnica *foil to foil*. La tecnica *foil to foil* permette infatti di realizzare tecnologie con processi separati e poi implementarle insieme. In dettaglio in Figura 106 viene mostrato la teoria di implementazione tramite tecnica *foil to foil* del sensore di rilevamento in a-Ge:H e un TFT entrambi realizzati su substrato ultra-flessibile di poliimide ma con processi separati. I due dispositivi una volta incollati vengono connessi tra di loro tramite tracce di inchiostro di argento depositate tramite tecnica di stampa Inkjet con la Dimatix 800 presente nei laboratori del CNR.

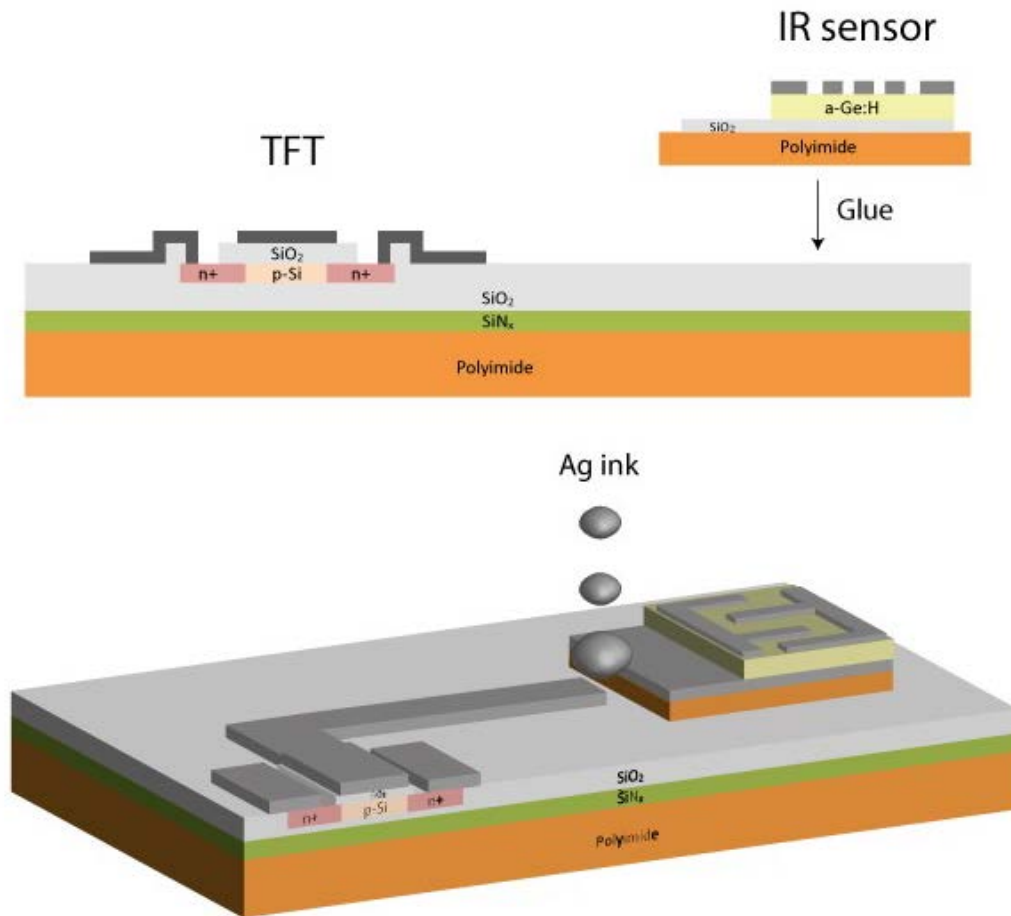


Figura 106 Tecnica foil-to-foil per l'integrazione del sensore con elettronica di readout.

Come descritto dai capitoli 2-4 la fabbricazione di elettronica su substrati flessibili è stata molto impegnativa ed ha richiesto un lungo periodo di training e di perfezionamento del processo. Sebbene siano stati realizzati dei dispositivi a film sottile su substrati ultraflessibili con risultati positivi e siano stati realizzati alcune configurazioni che avrebbero portato alla possibilità di fabbricare l'intero front-end su substrato flessibile, non è stato possibile continuare il processo di fabbricazione con ulteriori tentativi e circuiti di prova. Il primo ostacolo sono stati i macchinari e i sistemi del CNR-IMM che essendo macchinari non industriali e soprattutto per la prototipazione, essi sono personalizzati con alcune modifiche artigianali ed è molto complicato ripetere un processo esattamente nelle stesse condizioni. Questo porta ad una ripetibilità della fabbricazione molto bassa inoltre anche i dispositivi sullo stesso wafer hanno mostrato una bassa omogeneità. Questo per configurazioni semplici come singolo dispositivo (come i *fingered*) non ha portato problemi

ma, se si vuole realizzare circuiti composti da differenti dispositivi TFT combinati insieme come specchi di corrente, pseudo CMOS, amplificatori, avere un'alta omogeneità dei dispositivi in termini parametri e prestazioni è molto importante per il funzionamento e la qualità dei circuiti.

Il secondo ostacolo che ha portato non solo l'impossibilità di creare strutture complesse come dei circuiti, ma anche semplici strutture o singoli sensori, è stata l'esigenza del CNR-IMM di modernizzare le linee di gas per le strumentazioni come ad esempio PCVD, ECR-PCVD etc. Questo ha portato la chiusura di tutta la sezione della camera pulita per la deposizione di film su materiali polimerici. La prima soluzione intrapresa, mentre si attendeva la riapertura della *facilities*, fu quella di passare alla progettazione e fabbricazione degli altri sensori che coinvolgevano altri laboratori di ricerca e che non necessitavano l'utilizzo della camera pulita come i sensori di Gas LDH. Purtroppo alla luce di nuove complicazioni dei lavori che avrebbero portato al proseguimento della chiusura di circa un anno e mezzo, si è deciso di non attendere e di continuare il progetto consolidando le collaborazioni anche estere e di spendere più tempo nei laboratori della Simon Fraser University dove è stato possibile effettuare le indagini sul materiale dei sensori a-Ge:H e si è passati allo studio dei sensori miografici, alla prototipazione di una scheda elettronica di lettura ed al *testing* di un sistema similare basato su sensori commerciali che potesse comunque soddisfare gli obiettivi del progetto.

Di seguito sono elencati nella tabella 8 i dispositivi progettati realizzati e testati nel corso del progetto con relative collaborazioni che hanno permesso il raggiungimento della fabbricazione prototipale dei dispositivi. Inoltre, vengono anche aggiunte alcune considerazioni su ogni dispositivo su quanto siano lontani dall'implementazione in un prototipo e la fabbricazione industriale. Nella classificazione della tecnologia è stato scelto di usare il metodo *Technology Readiness Level* (TRL) sviluppata dalla NASA nel 1974 [143] e poi adottata nel 2013 dall'organizzazione internazionale per la normalizzazione (ISO) [144], per standardizzare il livello di maturità tecnologico. In Figura 107 è mostrato uno schema che introduce nel dettaglio ogni livello.

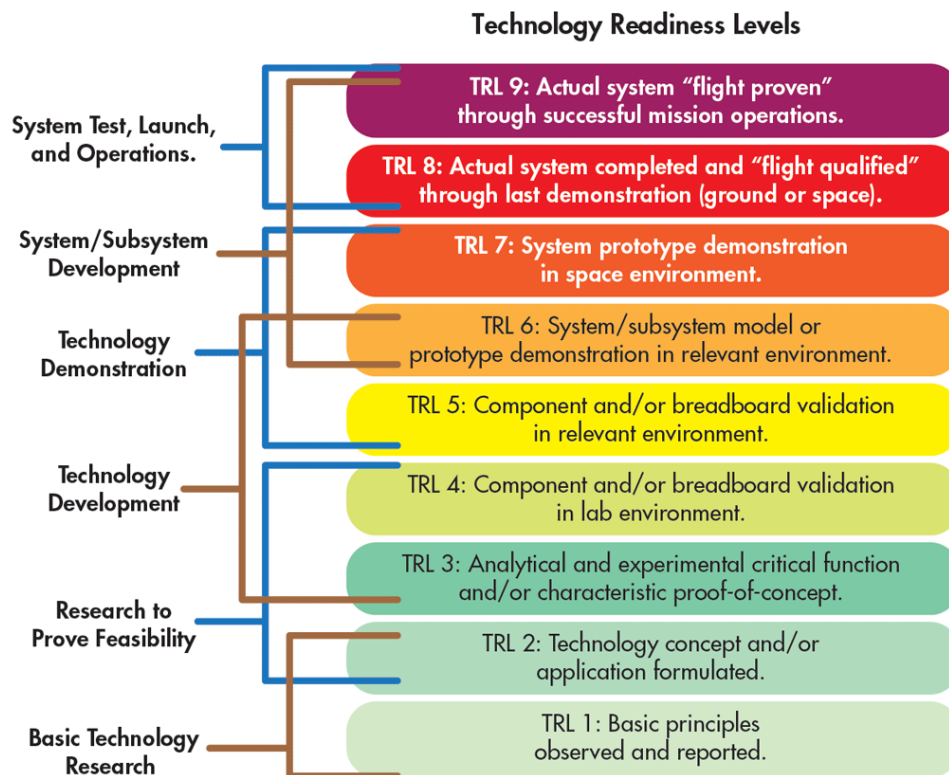


Figura 107 Classificazione della maturità tecnologica TRL [143], adottata anche nel 2013 dall' organizzazione internazionale per la normalizzazione (ISO) [145]

Ovviamente la classificazione presentata nella tabella 8 è solo riferita alla tecnologia sviluppata in questo studio e non relativa alla tecnologia di perse nello stato dell'arte. Infatti, ad esempio, la tecnologia TFT è ampiamente utilizzata su substrati flessibili per altre applicazioni con caratteristiche leggermente diverse e va oltre ad un TRL4. Con opportuni investimenti e tempo, utilizzando *facilities* industriali si sarebbe potuto ottenere un TRL6 per la nostra applicazione. Per quanto riguarda la tecnologia dei Sensori IR a Base di PbS in letteratura sono molto investigati, ma per la nostra applicazione su substrati flessibili sarà necessario svolgere ulteriori indagini in laboratorio. Mentre i sensori LDH anche se hanno un processo realizzativo semplice ed economico, essendo un sensore a base resistiva, è relativamente facile l'implementazione elettronica, ma è ancora lontana la fase di un suo utilizzo in un prototipo per una sperimentazione. Infatti, il sensore presenta ancora problemi di *cross sensitivity* ovvero ad esempio reagisce con la stessa risposta a due tipi di gas diversi

come CO e NO<sub>2</sub>. Inoltre, presenta ancora delle forti limitazioni per la fase di pulizia del sensore. Esso deve effettuare dei cicli di pulizia in Azoto dopo essere stato esposto ad un gas. In fine, i sensori realizzati hanno ancora fortemente affetti da *drift* durante le letture.

Tabella 7 Tabella riassuntiva con le tecnologie realizzate classificate secondo lo standard TRL.

<b>Tecnologia</b>	<b>Collaborazione</b>	<b>Classificazione TRL</b>
<b>TFT – n-MOS</b>	CNR-IMM/Università Roma Tre	TRL4
<b>TFT circuit (pseudo CMOS)</b>	CNR-IMM/ Università Roma Tre	TRL2
<b>IR-Sensors a-Ge:H</b>	CNR-IMM/Simon Fraser University/ Università Roma Tre	TRL3
<b>IR-Sensors PbS</b>	Roma Tre/CNR-IMEM	TRL2
<b>Gas Sensors LDH</b>	Università Tor vergata/ CNR-IMM	TRL3
<b>Myografic Sensors FSS</b>	Movit Technology.Inc/Simon Fraser University	TRL5

## 8.2 Prototipazione per i test funzionali

Per i motivi elencati nel paragrafo 8.2, per realizzare un prototipo funzionale che possa provare il funzionamento del sistema ipotizzato per interagire con un robot industriale (come il kuka), sono stati utilizzati principalmente sensori avviabili sul mercato fatta eccezione per i sensori miografici che sono sensori sperimentali ma ad un livello prototipale più avanzato resi disponibili dalla Movit Technologies Inc.

Nel progetto “fabbrica del futuro” il gruppo di ricerca FACTODUM ha disegnato un sistema che riconosca la presenza dell’operatore come quello in Figura 108. In tale sistema è posizionato un array di sensori infrarossi dal lato robot e una schiera di sensori (foto-rilevatori) sparsi in diversi punti degli indumenti dell’operatore poi i sensori miometrici *Force Sensor Resistors* (FSRs) per riconoscere i movimenti della mano e guidare il braccio robotico.

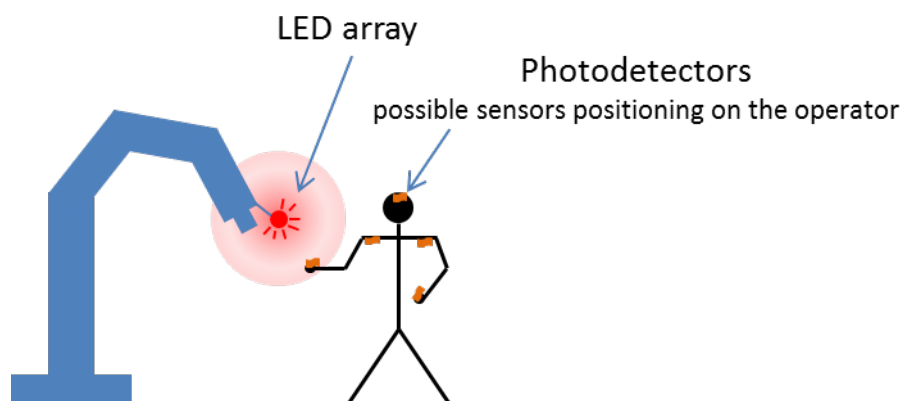


Figura 108 Schema del sistema per riconoscere la presenza di un operatore nei pressi di un robot proposto da gruppo FACTODUM.

In questo scenario vanno considerate delle condizioni al contorno. La prima è che, dal lato del robot, il consumo energetico, l’ingombro, il peso e la connessione tramite cavi non è un problema, quindi non si devono rispettare limiti stringenti. Dall’altro lato (operatore) invece, il numero dei sensori, il consumo energetico, il peso, l’ingombro, il numero di connessioni, la vestibilità o ergonomia del sistema, sono veramente importanti, se non fondamentali, per avere un sistema che venga adottato dalle industrie.

Quindi dal nostro punto di vista questo sistema di divisione delle risorse non è risultato ingegnerizzato ed è stato proposto, disegnato e testato in laboratorio un sistema che dal lato

robot abbia un array di sensori ottici e dal lato operatore il minimo possibile di sensori e elettronica. Questo si è tradotto nello scegliere per il lato robot una combinazione di sensori ottici che è in grado di conoscere la distanza da oggetto alla testa del robot e distinguere inoltre se l'oggetto in questione sia l'operatore (o un arto dell'operatore) o un oggetto. Mentre per il lato operatore è stato disegnato un dispositivo indossabile sulla mano (semi-guanto/bracciale) che contenga i sensori FSS i sensori di gas e l'elettronica a basso consumo energetico per la lettura dei sensori e la trasmissione dei dati.

### 8.2.1 I sensori del sistema

Come anticipato dal paragrafo precedente, per il possibile prototipo sono stati selezionati due sensori ottici. Il primo è un sensore di distanza *Sharp GP2Y0A21YK* con un angolo di visuale di  $11^\circ$  orizzontalmente e  $5^\circ$  verticalmente e una portata di identificazione dai 12 cm agli 80 cm. Sebbene la gamma Sharp GP2 ha una vasta gamma di sensori con diverse caratteristiche, dato che per la nostra applicazione verrà costruito un array, non è importante avere una larga visuale ma piuttosto un range di identificazione che parta da pochi decine di centimetri ad 1 metro. Inoltre questo sensore è molto economico. Una volta stabilito il sistema e il metodo di funzionamento, sostituire il sensore con sensori ottici simili più performanti non sarà un ostacolo. In Figura 109 è presentato il sensore con uno schema di funzionamento. È un sensore attivo, che ha un emettitore led IR ed un ricevitore IR che in base alla riflessione di back scattering riesce a identificare la distanza dell'oggetto [146]. Il secondo sensore è termico, precisamente è stato selezionato un *Omron D6T MEMS Termopile Array 4x4* [147]. Questo ha un angolo di visuale di  $44.2^\circ$  orizzontalmente e  $45.7^\circ$  verticalmente, e riesce a distinguere una fonte di calore fino ad una distanza di circa 3 metri. In figura è presentato il dispositivo Omron.

Il passo successivo è stato quello di combinare questi due sensori costruendo una struttura che possa essere montata sulla testa del braccio robotico creando un array di essi. Dopo di che, tramite un'elaborazione software dei segnali ricevuti si può creare un algoritmo che riesca a riconoscere la presenza di un operatore e distinguere la distanza. In base a queste variabili di ingresso il software si può complicare a piacere facendo partire dei protocolli che in relazione alla situazione facciano reagire il robot di conseguenza.



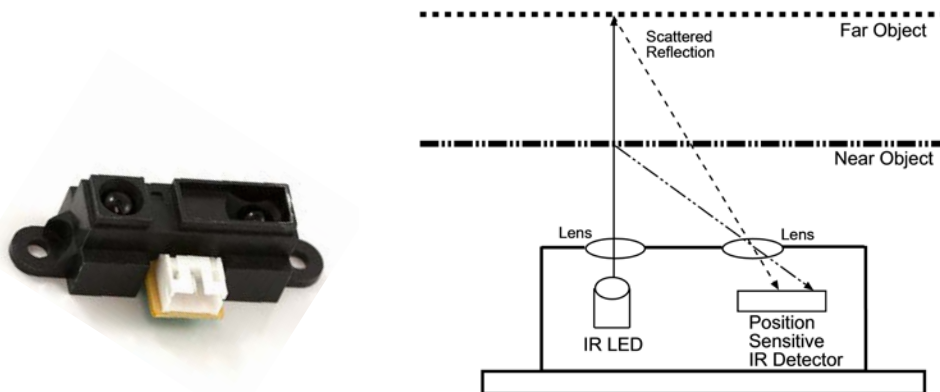


Figura 109 Dettagli del sensore IR di distanza Sharp selezionato per l'array ottico [146]

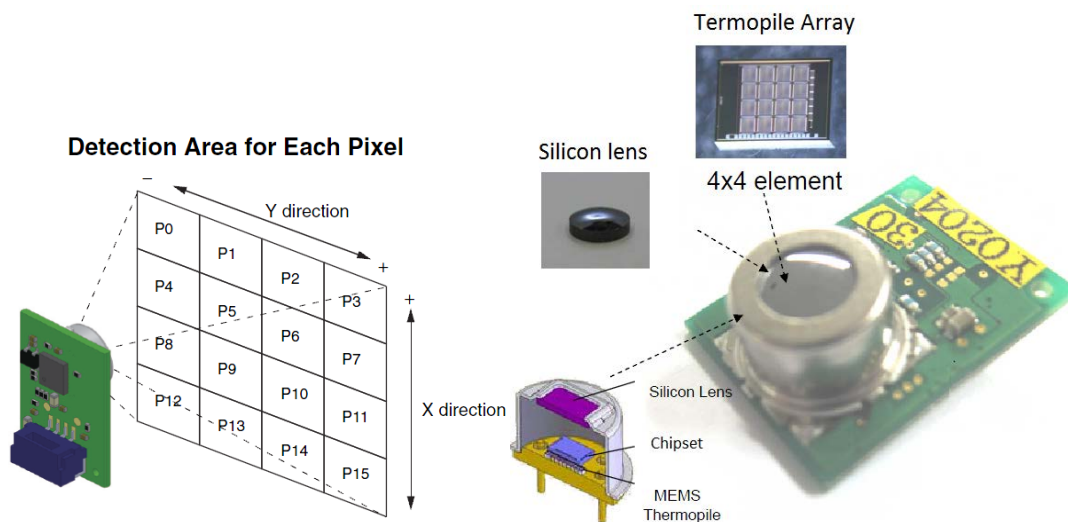


Figura 110 Dettagli del sensore termico IR della Omron selezionato per l'array ottico [147]

Sul lato operatore invece è stato ideato di inserire solamente i sensori FSS presentati nel capitolo 7 e dei sensori di gas commerciali. Per questa applicazione è stato creato un guanto dove i sensori sono posizionati sul dorso delle dita d'interesse. Questa scelta è data dal fatto che i sensori posizionati dietro le dita possono restituire un valore che sia direttamente proporzionale al movimento effettuato dall'operatore. Nell'altro caso con i sensori posizionati sul polso vengono registrati i movimenti della pelle in accordo con i movimenti di muscoli e tendini. Una volta registrati i movimenti è necessario utilizzare degli algoritmi di *Machine Learning* che interpretino i dati e ricostruiscano gli eventi. Per quanto dal punto della ricerca questo possa essere avvincente ed interessante, dal punto di vista applicativo questa strategia inserisce più carico computazionale, dovendo utilizzare algoritmi di *Machine Learning* e più incertezza, dal momento in cui una volta che l'algoritmo ricostruisce

gli eventi, esso da una stima del movimento che “potrebbe” essere avvenuto. Quindi per semplicità progettuale si è pensato che il primo prototipo dovesse essere il più semplice possibile con un sensore di elongazione per ogni dito. In questo modo il singolo sensore restituisce un valore di resistenza proporzionalmente alla contrazione del dito sotto osservazione.

Per i sensori di gas per il possibile prototipo sono stati identificati dei sensori commerciali che possono identificare la presenza di gas mantenendo bassi consumi energetici. Infatti, uno dei principali problemi dei sensori di gas è che spesso necessitano di riscaldare il substrato attivo richiedendo relativi alti consumi energetici di utilizzo. A questo scopo sono stati identificati i sensori Spec CO e NO<sub>2</sub> [148]. Questi sensori ideati per applicazioni IoT, sono basati su substrati polimerici reattivi che non richiedono alte tensioni di utilizzo da 0 a  $\pm 200\text{mV}$ , ed hanno basso ingombro (15x15x3 mm). In Figura 111 sono introdotti i sensori con i gas target e le specifiche di utilizzo.

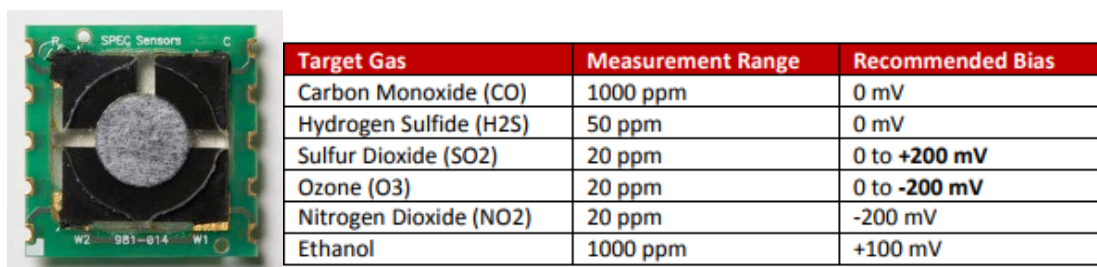


Figura 111 Dettagli del sensore di gas della Spec selezionato per la piattaforma indossabile di smart sensing [148]

### 8.3 Progettazione del sistema

Nel paragrafo precedente sono stati introdotti i sensori commerciali che possono essere utilizzati per costruire il sistema per l’identificazione della presenza di un operatore nei pressi di un braccio robotico. A tal proposito sono state progettate più in dettaglio le caratteristiche fisiche di questo sistema, come:

- Posizionamento dei sensori (dal lato robot e lato operatore).
- Minimo numero di sensori per il sistema.
- Area di azione del sistema
- Circuito per la piattaforma indossabile

- Software di controllo dei sensori.
- Protocollo di comportamento

Per il sistema si è considerato il robot LBR iiwa 14 R820 della KUKA [149]. Il robot mostrato in Figura 112 appartiene alla serie di piccola media taglia, esso può gestire carichi fino ai 14 kg ed è ideato appositamente per l'interazione con un operatore. Sebbene il robot integri dei sensori (come celle di carico), che impediscono la compressione o lo schiacciamento di arti (come dita) durante il processo lavorativo, esso non è dotato di sensori che possano stimare o restituire l'esatta posizione dell'operatore.

Usualmente questi robot sono tenuti all'interno di gabbie di protezione e interagiscono minimamente con l'operatore per mansioni ben programmate, seguendo un protocollo che ne diminuisca la velocità di lavoro per ridurre gli incidenti.

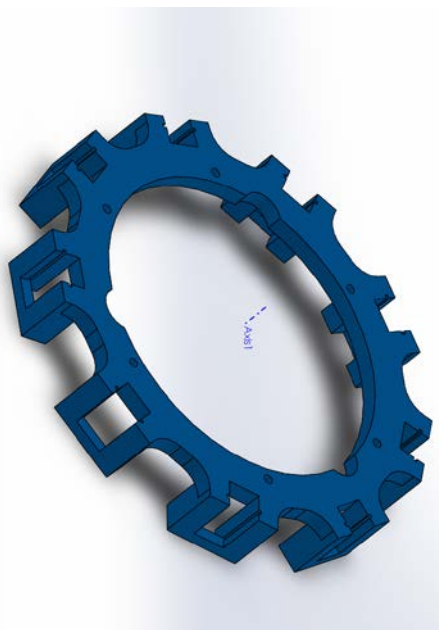


Figura 112 Foto del braccio robotico KuKa LBR iiwa 14 R820 [149]

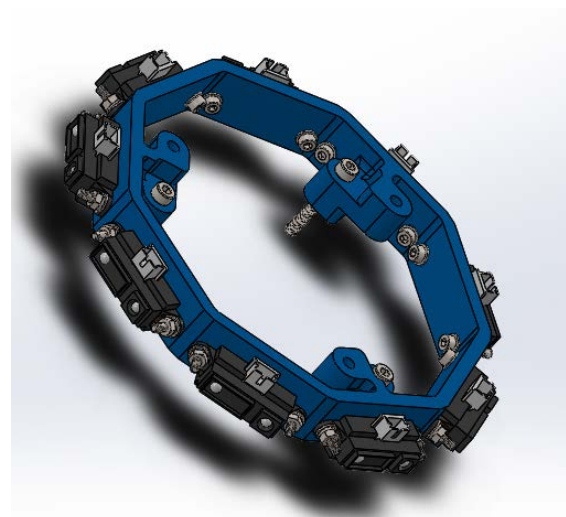
Per questo robot è stato pensato che il miglior punto per posizionare dei sensori di rilevamento sia l'estremità del robot (la testa), dove vengono montati i tools ed è la parte con maggiori gradi di libertà del robot. Quindi il sistema deve avere una visuale su 360 gradi

intorno alla testa del robot più una visione frontale. Inoltre, il dispositivo con i sensori che vogliamo aggiungere non deve impedire la possibilità di montare gli usuali tools da lavoro del robot. Considerando le caratteristiche appena descritte è stato disegnato il sistema di supporto per creare un array di sensori sulla testa del robot del robot.

I sensori selezionati hanno un FOV orizzontale di  $11^\circ$  per i sensori di distanza e  $44,2^\circ$  per il sensore termico. Con questi valori per una completa copertura a  $360^\circ$  considerando anche un certo livello di overlap tra i FOV dei singoli sensori si dovrebbero installare sull'array 36 sensori di distanza e 9 sensori termici. È stato quindi progettato tramite SolidWorks un array in base alla struttura della testa del LBR iiwa 14 R820. L'array è stato progettato in maniera tale che possa essere modulabile, costituito da anelli di 9 sensori che possano essere montati agevolmente uno su l'altro. E' stata scelta una configurazione in cui il primo anello che si connette con la testa del robot sia quello dei sensori termici. Infatti un singolo anello riesce a coprire il FOV di  $360^\circ$  e non ne necessita altri ( Figura 113), mentre per i sensori di distanza per coprire  $360^\circ$  gradi si necessita di 4 anelli montati in maniera sfasata tra loro. In Figura 113.b è mostrato il singolo anello per i sensori di distanza, mentre in Figura 115.a è mostrata la simulazione dell'array con quattro anelli per i sensori di distanza.



a)



b)

Figura 113 design dei della struttura ad anelli dell'array ottico, a) design dedicato per i sensori Omron, b) design dedicato per i sensori Sharp.

Come mostra la simulazione del sistema montato sul braccio robotico in Figura 115.a l'array è risultato troppo ingombrante per le operazioni di movimento del KUKA. Quindi è stata adottata una strategia che consideri anche delle piccole zone cieche nel sistema come riportato nello schema di Figura 114. Seguendo tale strategia si può diminuire il numero dei sensori del 50%. Inoltre, tramite protocollo software si possono impartire dei movimenti di rotazione alla testa del robot che possono compensare le zone cieche. Questo movimento di scansione delle zone cieche può essere attivato se il protocollo necessita di una maggiore sicurezza.

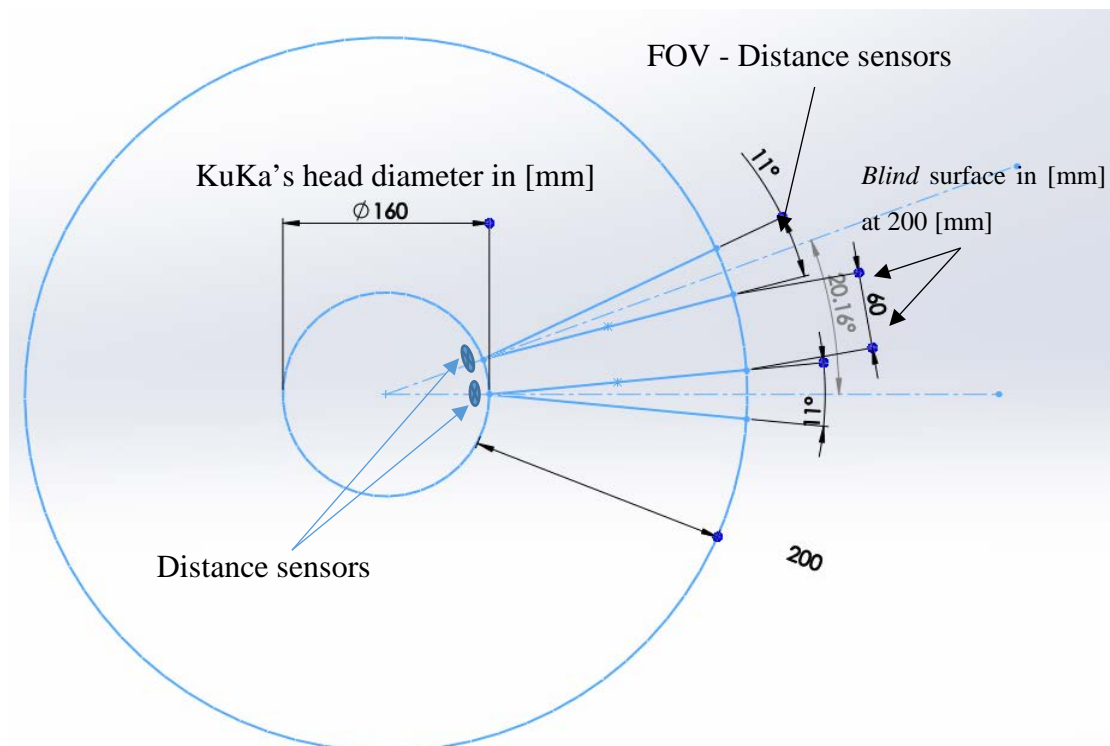
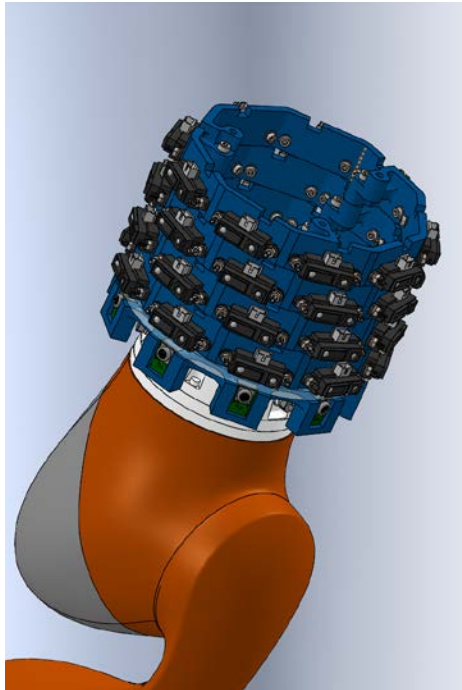


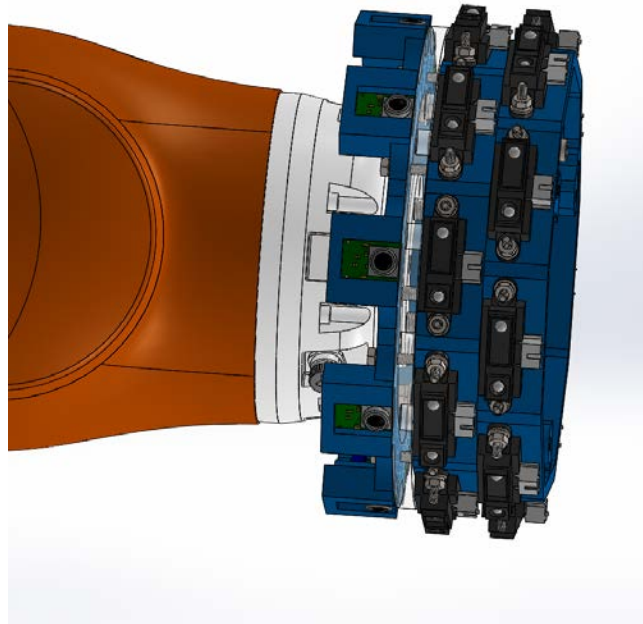
Figura 114 schema che riassume il posizionamento dei sensori con i relativi FOV. Nello schema sono aggiunte le "zone cieche" per diminuire il numero dei sensori sull'array.

In Figura 115 ed Figura 116 sono riportate le simulazioni grafiche tramite il software Solid-Works 2017 del sistema di array con l'ottimizzazione dei sensori. Come si vede dalle immagini, il sistema con un totale complessivo di tre anelli e ventisette sensori (9 termici 18

di distanza) è molto più compatto e potrà essere facilmente implementabile con i diversi tools che usualmente vengono utilizzati con il robot.



a)



b)

Figura 115 a) Array di sensori Omron e Sharp con un FOV di 360° ; b) array di sensori Omron e Sharp con l'ottimizzazione del numero dei sensori di distanza Sharp.

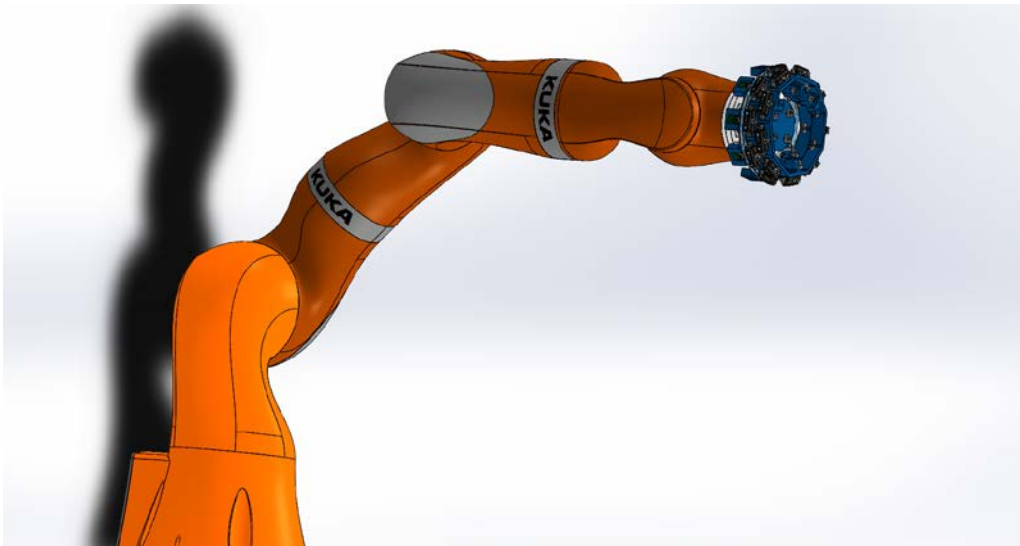


Figura 116 Simulazione grafica del braccio robotico KuKa LBR iiwa 14 R820 con array di sensori sulla testa.

Per valutare il metodo proposto della combinazione dei due sensori è stato creato un piccolo sistema di prova con la coppia di sensori ottici che lavorano in tandem per identificare la presenza dell'operatore. A tale scopo è stata utilizzata una piattaforma hardware commerciale (Arduino Mega) con un firmware scritto in linguaggio C++ per la lettura dei sensori e un programma progettato in LabView per l'interpretazione intelligente dei dati e la visualizzazione grafica degli stessi. Il sistema si basa su una procedura di calibrazione effettuata dall'utente e un successivo algoritmo di auto calibrazione, identificazione della presenza dell'operatore, definizione della distanza e scelta selettiva del protocollo in Real-time inerente alla distanza. In Figura 117 è possibile vedere il diagramma di flusso semplificato di questo ultimo algoritmo. La prima calibrazione effettuata dall'utente è per stabilire con sicurezza la differenza di temperatura che il sistema registra quando un operatore entra nel FOV del sistema. Le successive calibrazioni saranno automatiche tramite l'algoritmo che calibra il sistema per la temperatura di background.

Il sistema controlla la temperatura, la confronta con quella di background e se il  $\Delta T$  corrisponde a quello della presenza di un operatore (in uno o più pixel dell'array di termopile dell'Omron) passa al passo successivo di controllare la distanza e inizializzare uno dei protocolli prestabiliti. Ad esempio un protocollo che verrà utilizzato è quello di diminuire la velocità del robot (in presenza dell'operatore) partendo da una distanza di 80 cm. Man mano che l'operatore risulta più vicino si inizieranno altri protocolli che attueranno misure di sicurezza aggiuntive, come la funzione anti schiacciamento dita del KuKa dovuta al cambio di pressione ed alla lettura delle celle di carico interne. Oppure la rotazione dell'array per compensare i punti ciechi del sistema e l'aumento della frequenza di scanning. Per uscire dalla modalità "presenza operatore" è stato volutamente inserito che sia l'operatore stesso tramite un segnale (che potrà essere il guanto progettato tramite un'apposita gestualità o un pulsante) a tornare nella modalità standard. Ovviamente il sistema è ancora in una fase sperimentale e già sono ben chiare alcune problematiche da risolvere. Ad esempio attualmente per semplicità si distingue solamente un operatore alla volta. Oppure, la calibrazione continua aiuta in condizioni di cambio di temperatura della stanza o di presenza di fonti di calore statiche ma in presenza di una fonte di calore in movimento – che non sia l'operatore – il sistema la rilevarebbe come se ci fosse un operatore nelle vicinanze. Quindi, per ora il sistema ha ancora delle condizioni al contorno che comunque sono molto più

flessibili ed accettabili del non poter operare con sicurezza con un robot o il tenere il robot operativo solamente all'interno di gabbie di 4 m<sup>3</sup>, come attualmente viene fatto in alcune aziende.

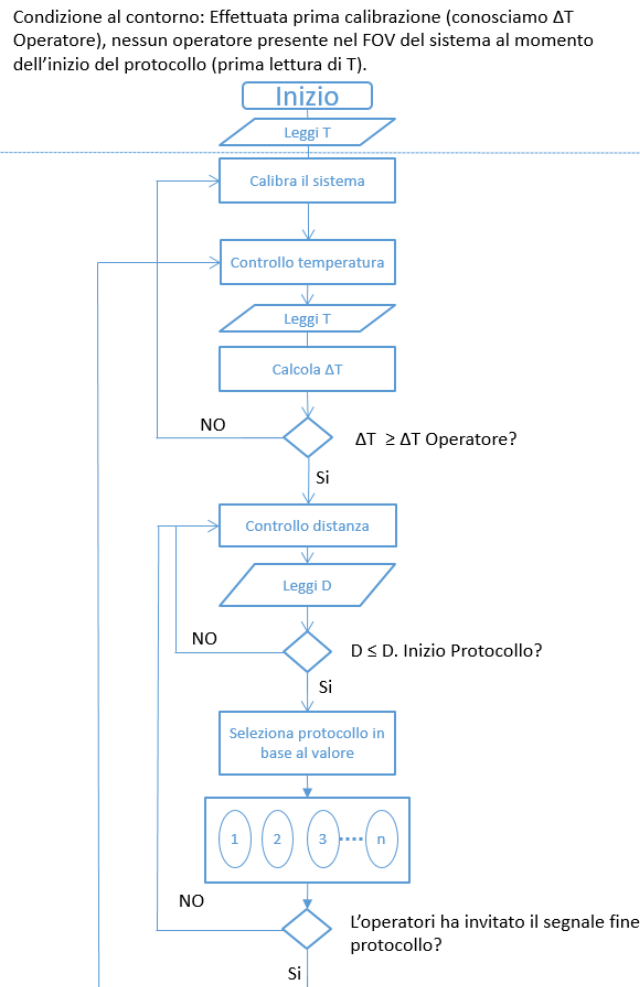


Figura 117 diagramma di flusso semplificato che descrive il comportamento del protocollo software realizzato per la simulazione con i sensori ottici.

In Figura 118 è presentata una foto della schermata del sistema LabView che rileva la mano dell'operatore a 42 cm. Come si vede dalla schermata in basso il sistema rileva la mano nel semi-quadrante in alto a destra con 3 pixel accesi, dove effettivamente è posizionata la mano (foto a sinistra). Nel secondo esempio (Figura 119), abbiamo una scatola posta a 7 cm di distanza dai sensori. Il sistema riconosce la presenza di un oggetto a 7 cm ma lo distingue come un oggetto e non accende la spia "Human Detected". Questi esempi e i dati collezionati da queste misurazioni sono stati pensati a fini di test e de-bug del software e del sistema. Per l'accuratezza del sistema, utilizzando sensori commerciali, ci possiamo affidare alle



caratteristiche dei datasheet ed in caso anche cambiare i sensori con sensori più performanti nel mercato.

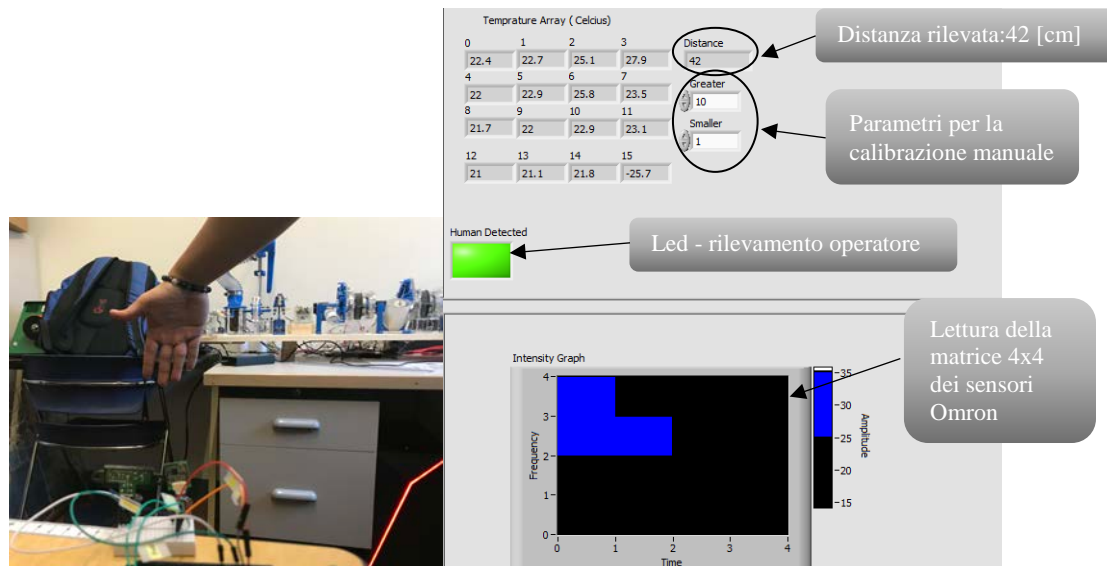


Figura 118 esempio di funzionamento dei due sensori che lavorano in tandem per l'identificazione della presenza dell'operatore. In questo caso il sistema rileva la mano a 42 cm di distanza ed accende la spia "human detected".

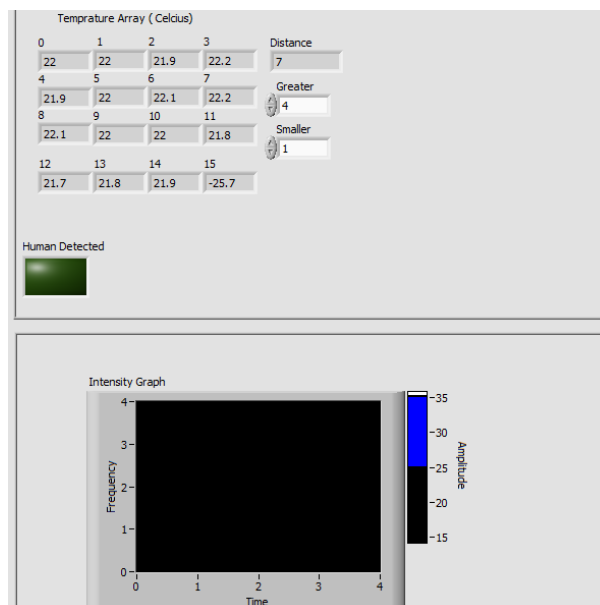


Figura 119 esempio di funzionamento dei due sensori che lavorano in tandem per l'identificazione della presenza dell'operatore. In questo caso il sistema rileva un oggetto a 7 cm di distanza ma non accende la spia "human detected".

Per i sensori dal lato dell'operatore è stato progettato un indumento per il dorso della mano che arriva fino al polso. Questa struttura lascia il palmo della mano aperto in maniera tale da poter lasciare il più possibile la sensibilità del tatto inalterata all'operatore oppure la possibilità di indossare a sua volta dei guanti da lavoro. L'indumento per monitorare i

movimenti è stato progettato per ospitare il minor numero di sensori e connessioni. Dalle prove preliminari con i sensori è stato deciso di posizionare almeno dieci sensori disposti come illustrato in Figura 120

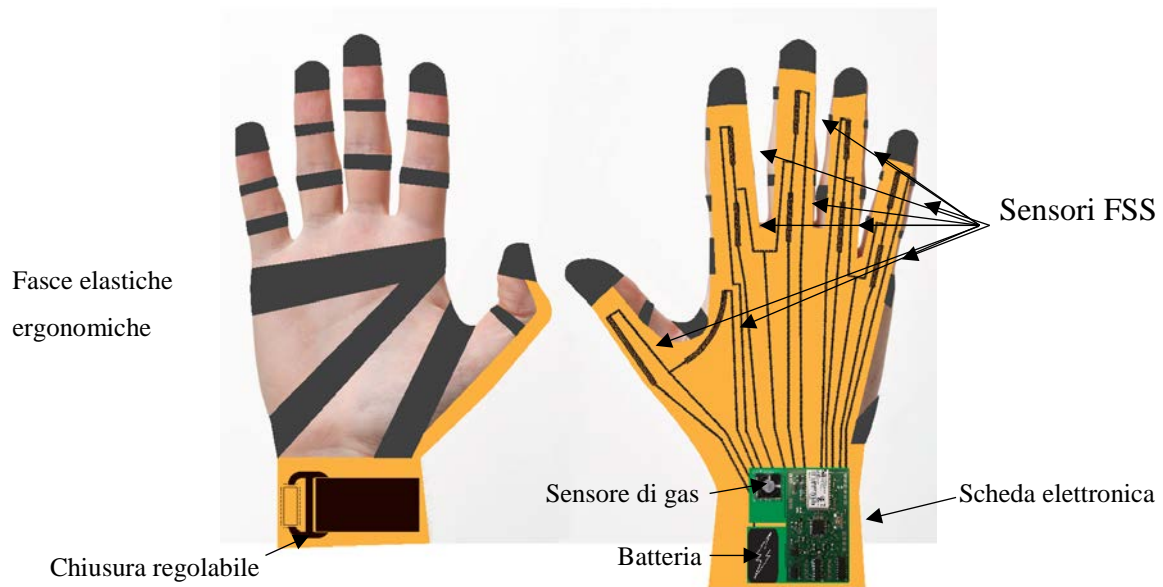


Figura 120 Design del sistema indossabile di smart sensing con la scheda elettronica progettata da noi e i sensori FSS distribuiti sulla mano.

La configurazione proposta si prefigge di monitorare i tendini flessori superficiali e profondi per la flessione (Figura 121.a) e i tendini estensori delle dita per il movimento di estensione (Figura 121.b). Per quanto riguarda il pollice si punta a monitorare il flessore e l'abduzione lungo del pollice. In questa maniera si può distinguere la flessione e l'abduzione del pollice ma non l'intero raggio dei movimenti (Figura 121.c). Inoltre, per semplicità si trascureranno i movimenti di abduzione delle dita (dita estese ed aperte) e adduzione delle dita (dita estese e chiuse).

Monitorando i suddetti movimenti e trascurando gli altri si riesce a registrare la maggior parte delle gestualità studiate nel capitolo 7 riducendo al massimo il numero dei sensori e non avendo bisogno di algoritmi di *Machine Learning* di supporto.

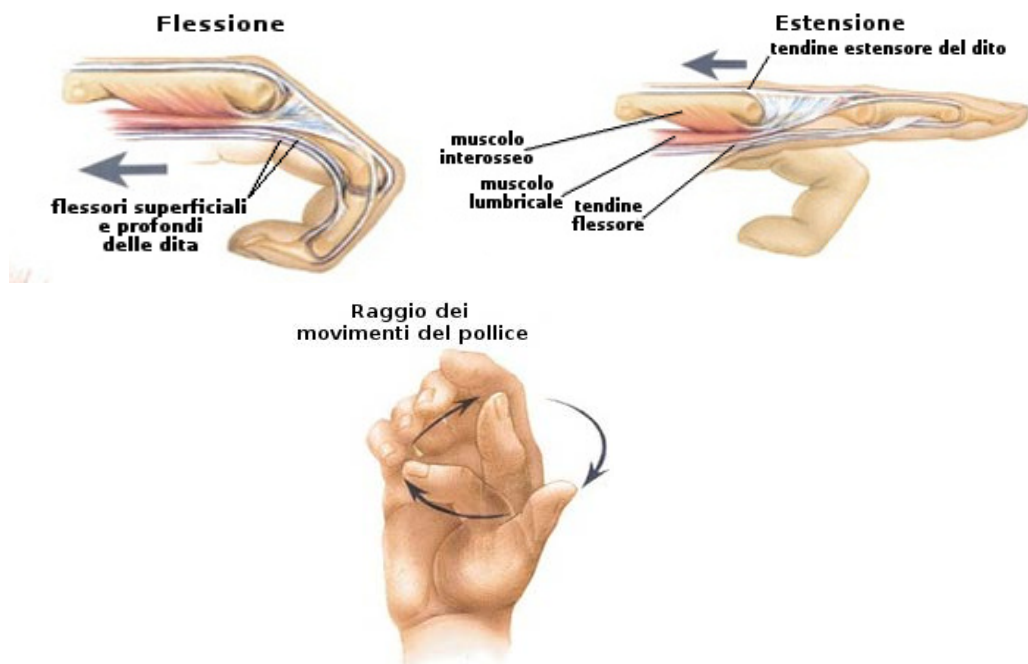


Figura 121 schema con i movimenti monitorati dai sensori FSS implementati secondo il design di figura 117.

### 8.3.1 Il circuito elettronico

La progettazione della scheda elettronica è articolata in tre fasi principali. La prima fase è stata quella di provare i sensori resistivi realizzati con delle schede commerciali (es. Arduino).

Con le schede commerciali sono state testate le prime configurazioni di lettura partendo da un semplice circuito “voltage divider” implementando di volta in volta una funzione aggiuntiva fino ad arrivare al circuito desiderato. L’implementazione delle funzionalità del circuito sono state comunque soggette a restrizioni dovute al consumo energetico ed ingombro dei circuiti.

Le funzionalità principali che si volevano raggiungere tramite la scheda sono:

- leggere con precisione i sensori e trasmettere i dati ad un dispositivo Bluetooth.
- avere una scheda poco ingombrante a basso consumo energetico.
- poter leggere diversi sensori con uscita analogica ed in caso poter espandere la lettura tramite porte *Serial Peripheral Interface bus* (SPI).
- poter riconoscere l’accelerazione e i movimenti nello spazio
- poter compensare l’errore iniziale dei sensori resistivi (Capitolo 7).

Una delle prime configurazioni testate con componenti discreti e schede di lettura commerciali è stata quella in Figura 122. Per calibrare i sensori resistivi è presente un ponte di ponte di Wheatstone dove sul ramo opposto al sensore è stato inserito un potenziometro digitale.

La lettura del ponte è effettuata in tensione tramite un Instrumentation Amplifier INA125 che ne legge il segnale e lo amplifica trasmettendolo al micro processore per l'elaborazione.

Tramite il microprocessore (ATMEGA 328) ed un programma scritto in C++, il sistema legge il sensore calibra il ponte tramite il potenziometro digitale e una volta calibrato il ponte ovvero la tensione ai capi del ponte è  $V=0$ , comincia a registrare i dati provenienti dal sensore resistivo.

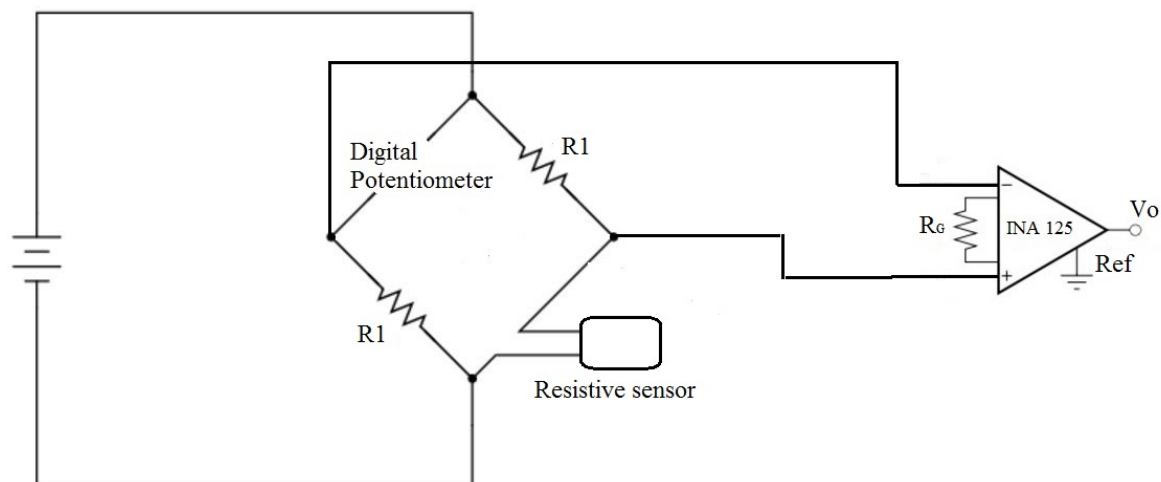


Figura 122 schema di principio del primo circuito costruito per la realizzazione della scheda di lettura dei sensori per la piattaforma di smart sensing.

Il circuito è stato successivamente ampliato inserendo un multiplexer analogico (ADG508AK), per leggere più sensori con la stessa scheda. Quindi seguendo la logica del multiplexer la lettura dei sensori viene “multiplexata” nel tempo in accordo con gli input trasmessi dal microprocessore. Come da specifiche, al sistema inoltre è stato aggiunto un modulo BLE (Bluetooth Low Energy – RN41), per la trasmissione dei dati a basso consumo energetico ed una unità per la misura inerziale (IMU- Inertial Measurement Unit) con 9 gradi di libertà (9 Degrees Of Freedom – 9 DOF). Al suo interno esso comprende un accelerometro a tre assi, un giroscopio a tre assi ed un magnetometro sempre a tre assi.

Questo dispositivo sarà utile per abbinare alla gestualità della mano una posizione relativa nello spazio. In Figura 123 è presentato il circuito descritto costruito tramite componenti discreti su bread-board.

Nella tabella Tabella 8 è riassunta la lista dei componenti selezionati con il loro rispettivo consumo energetico massimo e l'ingombro sulla scheda per il dispositivo scelto.

Componente	Funzione	Consumo energetico (Max) [mW]	Ingombro [mm]
ADG508AK – SOIC 16	Multiplexer Analogico	28	10 x 4
MPU-9150	IMU-9DOF	0.89 to 12	4 x 4
RN41 -BLE	Bluetooth module	99	25.8 x 13.4
INA 125	Instrumental amplifier	2.6	14x4
MPC41100	Digital potentiometer	2.7	6x4.9
ATMEGA 328	Microprocessor	47.5	9.25x9.25

Tabella 8 tabella con i principali componenti della scheda elettronica.

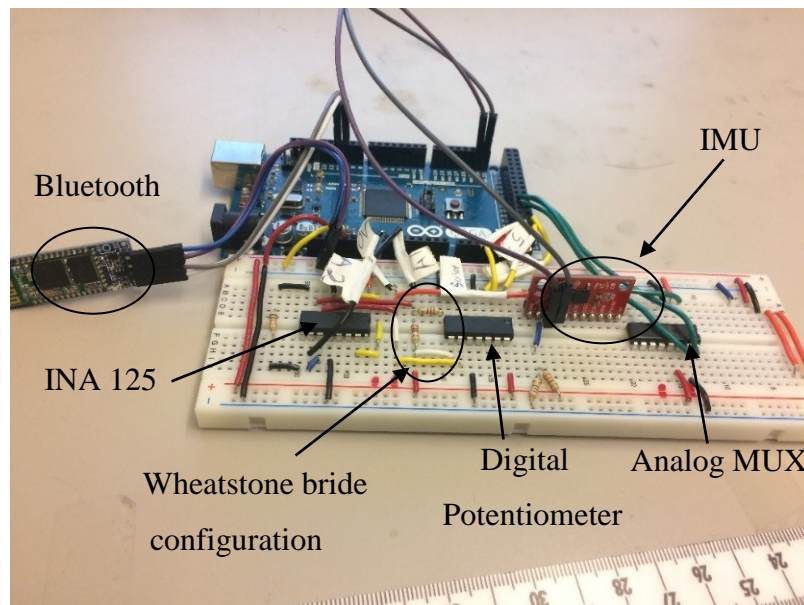


Figura 123 fase di testing e creazione della piattaforma di smart sensing tramite bread board e componenti discreti.

Dopo la prima fase di prototipazione, una volta testati tutti i componenti e realizzato il software di lettura si è pensato di realizzare il circuito su PCB. A tal proposito è stato utilizzato il Software Eagle 8.4.0 per realizzare lo schematico e il file Geber<sup>11</sup> del circuito (Appendice 1). In Figura 124 è riportato lo schematico semplificato del circuito con i principali componenti. La scheda, una volta disegnata è stata fabbricata esternamente tramite l'azienda *Etekn*, con una dimensione finale di 3.8 cm x 5 cm con uno spessore di 0.9 mm.

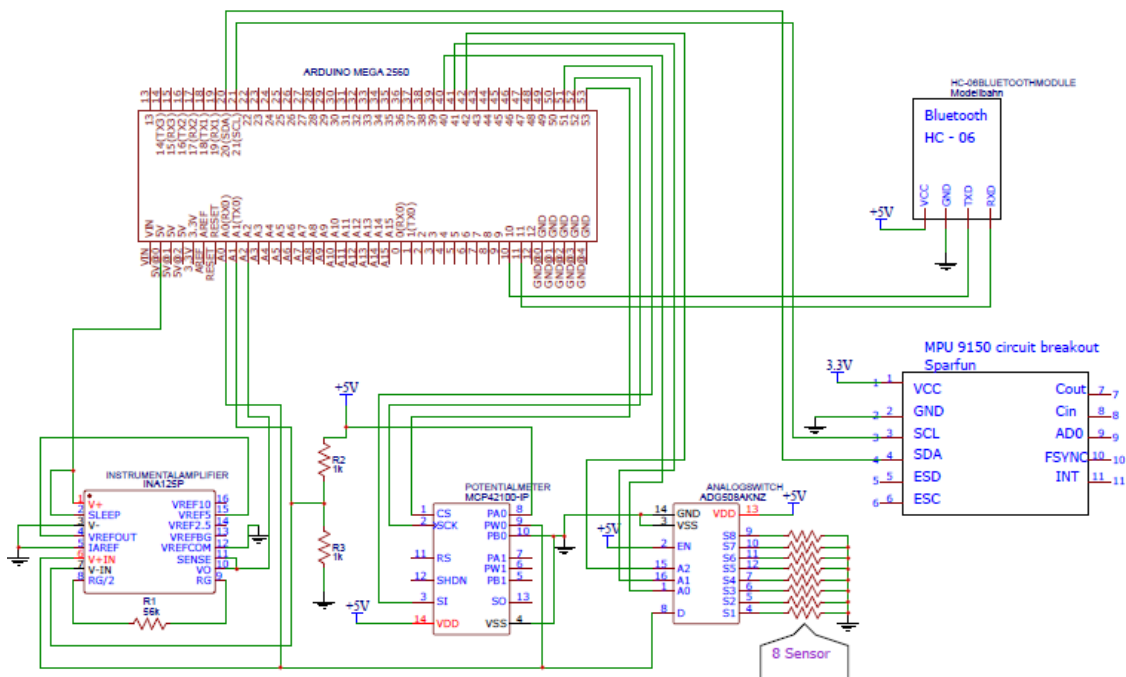


Figura 124 immagine dello schematico semplificato del circuito, realizzato tramite il software Eagle 8.4.

La scheda elettronica progettata (Figura 125), dopo i primi test è risultata funzionante, molto leggera e adeguata per applicazioni indossabili. Con questa scheda verranno realizzati i primi prototipi per il progetto APIC che ha chiesto la condivisione dei risultati di questo dottorato offrendo una collaborazione nei prossimi anni. Il passo successivo per la scheda elettronica, sarà quello di fabbricarla su substrato flessibile di poliimide con componenti elettronici standard. A questo scopo è stato disegnato il primo prototipo tramite software Eagle con relativo schematico e file Geber pronto per la produzione su substrato di poliimide.

<sup>11</sup> il formato di file Gerber è lo standard de-facto utilizzato per la produzione di circuiti stampati (PCB) per tracciare le connessioni elettriche quali piste, vias, e piazzole. In aggiunta, il file contiene informazioni per la foratura e la fresatura del circuito stampato.

Aziende come *Flexible circuit technologies* [150] offrono il servizio di prototipazione di elettronica standard su substrati flessibili.

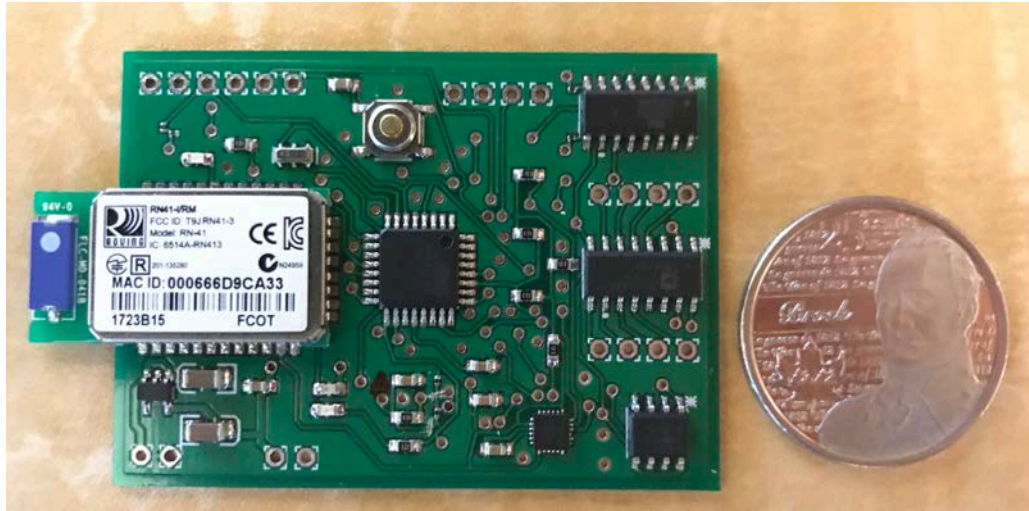


Figura 125 scheda elettronica a basso consumo per la lettura di sensori per la piattaforma di smart sensing.

In Figura 126 è riportata il file Geber del prototipo su Poliimide. Anche se questa soluzione non è completamente flessibile dato che sul supporto di poliimmide sono comunque presenti dei componenti standard. Mantenendo alcune accortezze progettuali è possibile avere una scheda che possa essere avvolta sul polso. L'accortezza di avere un design senza angoli e delimitate zone con forma oblunga che non contengono dispositivi, facilita l'ergonomicità della scheda. Inoltre una volta realizzata la scheda verrà immersa in un polimero plastico per protezione dei componenti e rafforzare i punti in cui ci sarà più sforzo dovuta al bending.

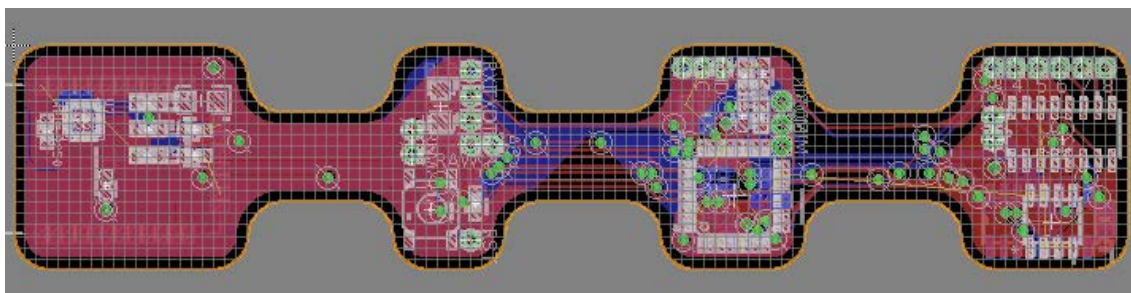


Figura 126 Immagine del file Geber del prossimo design della scheda elettronica di *smart sensing* realizzata su substrato flessibile polimerico di poliimide.

### *RIFERIMENTI CAPITOLO 8:*

---

- [143] TRL [Online]. Available: [https://www.nasa.gov/topics/aeronautics/features/trl\\_demystified.html](https://www.nasa.gov/topics/aeronautics/features/trl_demystified.html) [Accessed: 26-sept-2015].
- [144] Horizon2020 [Online]. Available: [http://ec.europa.eu/research/participants/data/ref/h2020/wp/2014\\_2015/annexes/h2020-wp1415-annex-g-trl\\_en.pdf](http://ec.europa.eu/research/participants/data/ref/h2020/wp/2014_2015/annexes/h2020-wp1415-annex-g-trl_en.pdf) [Accessed: 26-sept-2017].
- [145] TRL [Online]. Available: <http://www.machinedesign.com/industrial-automation/technology-readiness-levels-are-widely-adopted>[Accessed: 26-sept-2015].
- [146] Datasheet Sharp [Online]. Available: <https://www.sparkfun.com/datasheets/Components/GP2Y0A21YK.pdf> [Accessed: 26-sept-2017].
- [147] Datasheet Omron [Online]. Available: <http://www.mcs.anl.gov/research/projects/waggle/downloads/datasheets/lightsense/en-d6t.pdf> [Accessed: 26-sept-2017].
- [148] Spec sensors [Online]. Available: <https://www.spec-sensors.com/product/digital-gas-sensor-developer-kit/> [Accessed: 26-sept-2017].
- [149] KuKa robot [Online]. Available: <https://www.kuka.com/en-de/products/robot-systems/industrial-robots/lbr-iiwa> [Accessed: 26-Ott-2017].
- [150] Flex circuit [Online]. Available: <https://www.flexiblecircuit.com/product-category/flex-printed/> [Accessed: 26-Ott-2017].



## Conclusioni

Il lavoro di ricerca di dottorato qui presentato è nato da delle considerazioni fatte sul panorama economico-industriale e sull'osservazione di enti di ricerca che cercavano di dare risposta ad alcune esigenze di innovazione industriale. A tal proposito, si sono seguiti gli obiettivi di due programmi di ricerca (APC e Progetto fabbrica del futuro), che poi sono conferiti nella collaborazione internazionale automotive partnership Italia-Canada. Seguendo gli obiettivi dei progetti ne sono stati designati di nuovi per questa ricerca in base alle conoscenze scientifiche possedute, l'interesse personale e le possibilità realizzative, grazie anche a collaborazioni chiave. Da qui l'idea di creare un sistema di smart sensing indossabile con relativi sensori per l'interazione uomo macchina in ambienti industriali robotizzati.

Sono così state selezionate delle tecnologie considerate promettenti per uno studio di ricerca e che potessero essere compatibili con l'integrazione in substrati flessibili e in un sistema indossabile. Sono quindi stati studiati, sviluppati e testati dei dispositivi Thin Film Transistor con tecnologia n-MOS su substrati polimerici ultra flessibili progettando anche delle configurazioni di circuiti, esplorando anche dei design innovativi (come i TFT-*Fingered*). In questo processo sono state acquisite le conoscenze di micro fabbricazione di dispositivi in camera pulita ed instaurata una collaborazione con il CNR-IMM. Per i sensori di prossimità è stato investigato il materiale a-Ge:H introducendo dei protocolli di fabbricazione innovativi, che testati e caratterizzati anche grazie allo sviluppo di alcuni dispositivi ottici infrarossi, basati su tale tecnologie, hanno portato dei risultati soddisfacenti dal punto di vista dell'esplorazione del processo fabbricativo del dispositivo. È stato inoltre studiato e sviluppato un secondo sensore IR basato su tecnologia a Sali di Piombo. Si è passato quindi a studiare dei sensori di gas. Essi anche se non direttamente correlati con il funzionamento del sistema per aumentare la sicurezza dell'utente nell'interazione con robot industriali, sono stati comunque considerati interessanti per aggiungere alla piattaforma un sensore che potesse comunque avvisare della presenza di gas tossici per l'operatore. Quindi sono stati sviluppati dei sensori di gas basati su Layered Double Hydroxide caratterizzandone il materiale. Ipotizzando e basandosi su alcune misurazioni sperimentali sono state fatte delle ipotesi che hanno aperto delle possibili vie di indagine per la futura ricerca su questi sensori. Sono stati, infine, sviluppati dei prototipi con i sensori FSS, creando

dei prototipi indossabili per il rilevamento di gesti semplici e complessi di dita e mano. Sono stati inoltre testati questi prototipi su volontari acquisendo i dati e successivamente processandoli tramite algoritmi di *Machine Learning* per dare una stima della accuratezza del sistema. Per ogni sensore o prototipo realizzato sono stati sviluppati dei setup di test completi progettando e realizzando sia l'hardware che il software, come ad esempio, il sistema di flussimetri per i sensori di gas, dove è stato disegnato e realizzato tutto il sistema con un software che gestisce i flussi ed è stata costruita una campana di miscelazione che può ospitare sensori sperimentali e commerciali. Questo sistema viene ancora attivamente utilizzato nei laboratori del CNR-IMM. Come ogni progetto di ricerca di medio lungo termine si è fatto fronte a contrattempi ed impedimenti, che in alcuni casi hanno portato alla sospensione di alcune attività di ricerca che si sarebbe voluto investigare più approfonditamente. Si è cercato per quanto possibile, di agire proattivamente per mitigare gli effetti dei contrattempi e raggiungere comunque gli obiettivi desiderati considerando anche gli stessi come opportunità per esplorare altri punti della ricerca o dedicare più tempo alle collaborazioni, come nel caso della collaborazione con la Simon Fraser University che è stata fonte di scambi di know-how e di personale. Alla fine del progetto si è cercato di valutare le tecnologie realizzate e capire quali fossero abbastanza mature per competere in breve tempo con i dispositivi commerciali. Così è stato ideato un sistema basato su sensori commerciali e non che potesse interessare ai partner industriali del progetto APIC. È stato quindi ideato il sistema realizzato il software ed alcuni protocolli. Sono simulati in laboratorio i protocolli per verificare la funzionalità del sistema ideato. Durante gli anni, il lavoro realizzato ha suscitato l'interesse dei partecipanti del progetto APIC che hanno proposto di continuare la collaborazione negli anni avvenire.

Gli enti come il CNR IMM di Roma ed IMEM di Parma, l'Università di Tor Vergata di Roma e la Simon Fraser University in Burnaby Canada, insieme all'Università di Roma Tre, hanno messo a disposizione laboratori risorse e conoscenze, creando così una rete di collaborazione e di scambio di informazioni che ha fatto parte del bagaglio culturale acquisito nel lavoro del dottorato.



## Elenco delle pubblicazioni durante il periodo del dottorato di ricerca

- Title:** Fully-organic flexible tactile sensor for advanced robotic applications  
**Authors:** M Rapisarda, L Maiolo, F Maita, S Calvi, A Ferrone, A Minotti, A Pecora, L Mariucci, G Fortunato.  
**Publication Date:** 2014/10/12  
**Pages:** 45-48  
**Publisher:** IEEE
- Title:** Investigation on nanostructured biosensor for Biotin detection  
**Authors:** D Polese, A Convertino, L Maiolo, A Ferrone, L Pazzini, M Marrani, F Maita, A Pecora, G Fortunato, G Fiaschi.  
**Publication Date:** 2014/11/2  
**Pages:** 1627-1630  
**Publisher:** IEEE
- Title:** Layered double hydroxides intercalated with chlorine used as low temperature gas sensors  
**Authors:** D Polese, A Mattocchia, F Giorgi, L Pazzini, A Ferrone, L Di Giamberardino, L Maiolo, A Pecora, A Convertino, G Fortunato, PG Medaglia  
**Publication Date:** 2015/1/1  
**Pages:** 1175-1178, Volume 120  
**Publisher:** Elsevier
- Title:** Nanostructured sensing devices controlled by ultra-flexible polysilicon readout circuits  
**Authors:** Luca Maiolo, Francesco Maita, Antonio Minotti, Alessandro Pecora, Guglielmo Fortunato, Andrea Ferrone, Salvo Mirabella, Vicky Strano  
**Publication Date:** 2015/6/10  
**Pages:** 1770-1773  
**Publisher:** IEEE
- Title:** A miniaturized electrolytic pump sensorized with a strain gauge based on thermoplastic nanocomposite for drug delivery systems  
**Authors:** R Goffredo, A Ferrone, L Maiolo, A Pecora, Dino Accoto  
**Publication Date:** 2015/8/25  
**Pages:** 3205-3208  
**Publisher:** IEEE
- Title:** A Swallowable Smart Pill for Local Drug Delivery  
**Authors:** Rosa Goffredo, Alessandro Pecora, Luca Maiolo, Andrea Ferrone, Eugenio Guglielmelli, Dino Accoto  
**Publication Date:** 2016/4  
**Pages:** 362-370, Volume 25, Issue 2  
**Publisher:** IEEE
- Title:** Low working temperature operation of Layered Double Hydroxides sensors for air quality monitoring in smart cities

**Authors:** Luca Maiolo, Alessandro Pecora, Davide Polese, Luca Pazzini, Andrea Ferrone, Alessio Mattoccia, PierGianni Medaglia.

**Publication Date:** 2016/6/8

**Pages:** 986-990

**Publisher:** IEEE

8. **Title:** Advances in human machine safe interaction: How these technologies can be applied in astronautics  
**Authors:** Alessandro Pecora, Luca Maiolo Antonio Minotti, Massimiliano Ruggeri, Luca Dariz, Andrea Ferrone.  
**Publication Date:** 2016/6/22  
**Pages:** 146-150  
**Publisher:** IEEE
9. **Title:** Wearable Band for Hand Gesture Recognition based on Strain Sensors  
**Authors:** A. Ferrone, F. Maita, L. Maiolo, M. Arquilla, A. Castiello, A. Pecora X. Jiang, C. Menon, L.Colace  
**Publication Date:** 2016/6/26  
**Pages:** 1319-1322  
**Publisher:** IEEE
10. **Title:** Flexible Near Infrared Photoresistors based on Recrystallized Amorphous Germanium Thin Films  
**Authors:** A. Ferrone, L. Maiolo, A. Minotti, A.Pecora, De Iacovo, L.Colace, S. V. Grayli, G.W. Leach, B. Bahreyni.  
**Publication Date:** 2016/10/30  
**Pages:** 1-3  
**Publisher:** IEEE
11. **Title:** A Fabric-based Wearable Band for Hand Gesture Recognition Based on Filament Strain Sensors: a preliminary investigation  
**Authors:** Andrea Ferrone, X. Jiang, L. Maiolo, A. Pecora, L. Colace and Carlo Menon  
**Publication Date:** 2016/11/9  
**Pages:** 113-116  
**Publisher:** IEEE  
**Rewards:** Best Paper Students awards 3° place
12. **Title:** Schottky Barrier Thin Film Transistor (SB-TFT) on low-temperature polycrystalline silicon  
**Authors:** A De Iacovo, A Ferrone, L Colace, A Minotti, L Maiolo, A Pecora  
**Publication Date:** 2016/12/31  
**Pages:** 1-4, Volume 126  
**Publisher:** Pergamon, Solid-State Electronics
13. **Nome:** Development of Thin-Film near Infrared Flexible Photo-Resistors for Wearable Electronics Applications  
**Authors:** Siamack V. Grayli, A. Ferrone, L. Maiolo, A. De Iacovo, A. Pecora, L. Colace, G. W. Leach  
**Publication Date:** 2017/8/15  
**Pages:** 341-348 Volume 263  
**Publisher:** Elsevier, Sensors & Actuators: A. Physical

**14. Nome:** A Novel Wearable for Rehabilitation Using Infrared Sensors: A Preliminary Investigation

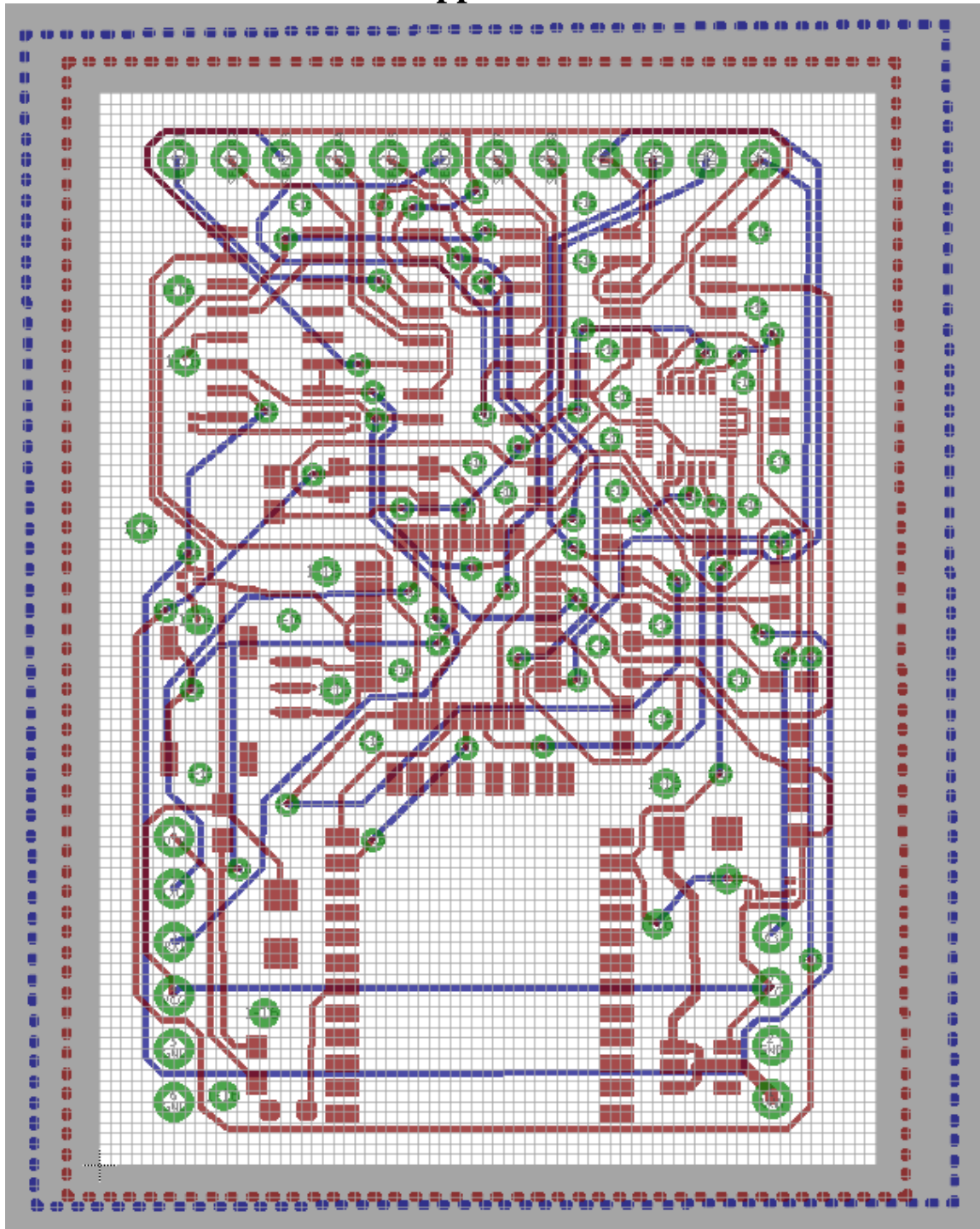
**Authors:** Jordan Lui, A. Ferrone, C. Menon, L. Colace

**Publication Date:** 2017/4/26

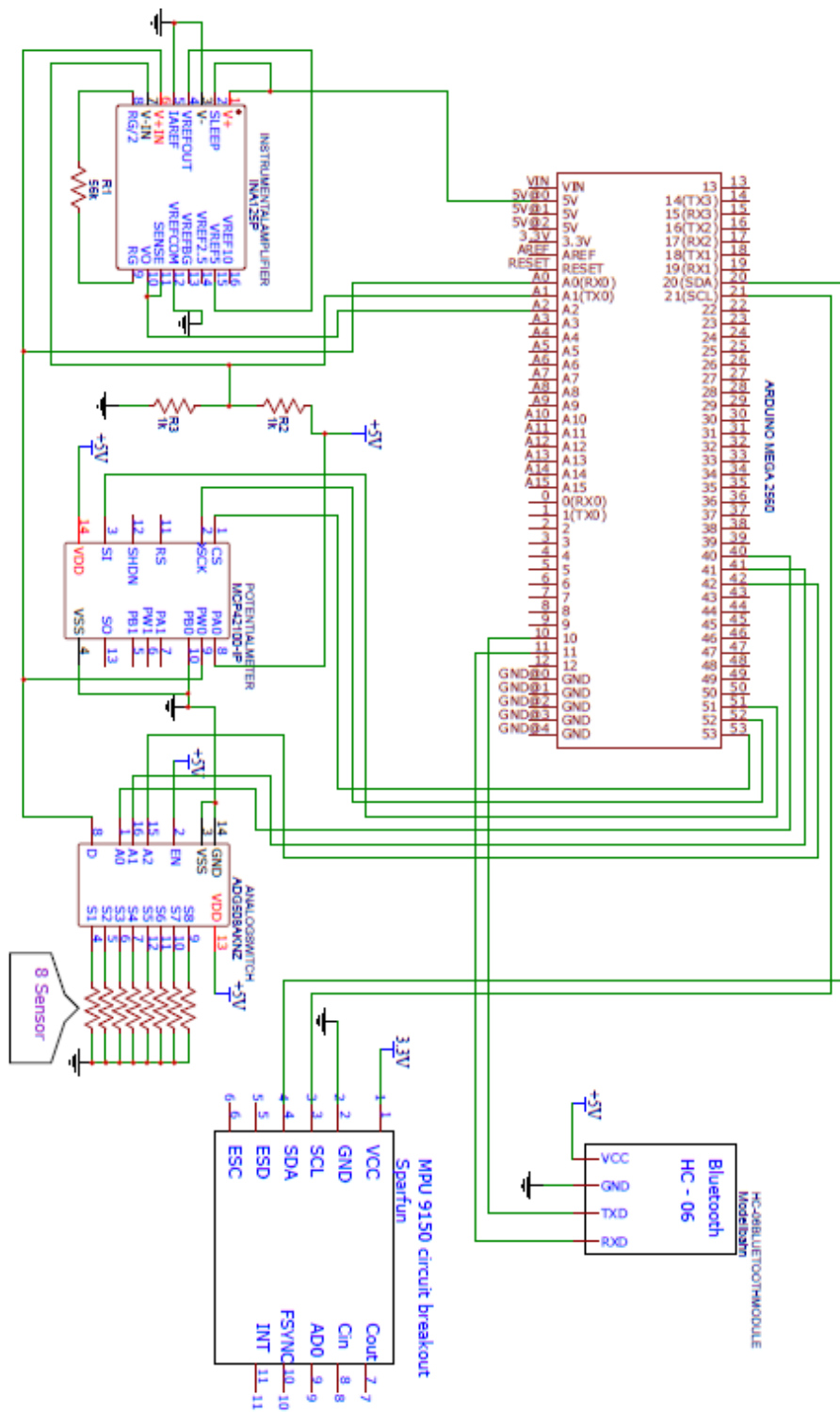
**Pages:** 573-583

**Publisher:** Springer, Cham

## Appendice



File Gerber della scheda elettronica realizzata



Schematico del circuito per la scheda elettronica di smart sensing