

Dipartimento Interateneo di Fisica “*Michelangelo Merlin*”

Dottorato di Ricerca in Fisica XXIX ciclo

Dottoranda: Annalisa Volpe

Relazione attività I anno

Le attività di formazione svolte durante questo primo anno sono state incentrate da un lato sulla mia formazione interdisciplinare, di perfezionamento linguistico e informatico e conoscenza dei sistemi di ricerca europei ed internazionali e, dall’altro, sull’approfondimento di tematiche più specifiche inerenti la mia attività di ricerca. In particolare, ho seguito i corsi riassunti in Tabella 1, sostenendo là dove previsto una prova finale, per un totale di 16 CFU e 163 ore.

Tabella 1: Schema programma formativo

CORSO	DOCENTE	PERIODO	ORE	CFU	Prova finale
La ricerca in Europa	Piccinetti	Marzo	21	2	Attestato frequenza
How to prepare a technical speech in English	White	Luglio-Settembre	16	2	Presentazione orale
Labview	Gargano-Patimisco	Marzo-Aprile	42	4	Relazione progetto
Sensori ottici e tecniche di indagine spettroscopica	Spagnolo	Luglio	44	4	Test finale
Tecniche di trattamento laser e analisi di superfici	Ancona	Giugno-Luglio	40	4	Test finale
			TOT	16	

Inoltre, nella settimana che va dal 25 al 29 Agosto 2014 ho partecipato presso il Fraunhofer Institut für Werkstoff- und Strahltechnik (IWS) di Dresda alla terza edizione della **International Summer School "Trends and New Developments in Laser Technology"**. In tale occasione ho avuto modo di tenere una presentazione orale sul mio lavoro “Fs-laser welding of PMMA”.

Accanto all’attività didattica ho svolto una intensa attività di ricerca illustrata nel paragrafo seguente.

Avanzamento stato ricerca

Durante questo primo anno la mia attività di ricerca è stata incentrata prevalentemente sullo sviluppo del processo di saldatura laser di materiali trasparenti con sorgenti ad impulsi ultrabrevi. La sfida principale è stata quella di saldare due strati di polimetilmetacrilato (PMMA) trasparenti

alla lunghezza d'onda della radiazione laser incidente, focalizzando il fascio laser incidente all'interfaccia e sfruttando sia il fenomeno dell'assorbimento non lineare nel volume focale che l'accumulo localizzato di calore che si ottiene ad alte frequenze di ripetizione. Fino ad ora tale tecnica è stata provata con successo su diversi tipi di vetro, ma **mai** su polimeri trasparenti.

Per le lavorazioni è stato utilizzato un sistema laser a fibra amplificato con la tecnica CPA (chirped pulsed amplification) ad impulsi ultrabrevi (durata impulso 650-fs) che lavora ad una lunghezza d'onda di 1030 nm a frequenza di ripetizione variabile da 50 KHz a 20 MHz e massima energia per impulso di 100 μ J (o massima potenza media di 50 W).

Sono state in primo luogo studiate le modifiche indotte dal fascio laser focalizzato con frequenza di ripetizione nel regime dei MHz all'interno del PMMA *bulk*, cercando di trovare un opportuno insieme di parametri di processo che generasse una fusione continua e localizzata del materiale. In particolare sono state studiate le modifiche indotte nel PMMA *bulk* dagli impulsi laser focalizzati variando in un primo momento la frequenza di ripetizione, quindi l'energia per impulso e poi la velocità di traslazione (e cioè la sovrapposizione spaziale tra impulsi consecutivi). Fatto tale studio su una singola linea modificata, sono state scritte più linee parallele all'interno del materiale *bulk* al fine di valutare l'effetto della distanza laterale tra linee consecutive sulla modifica complessiva di aree più grandi.

I risultati sono stati valutati sulla base di un modello di accumulazione termica già esistente in letteratura¹. La Fig. 1 riporta il ciclo di raffreddamento durante i primi 15 impulsi calcolato a partire dal modello citato per un punto irradiato dal fascio laser in maniera statica. La simulazione ha permesso di valutare l'aumento di temperatura dovuto all'accumulazione termica (linea rossa tratteggiata).

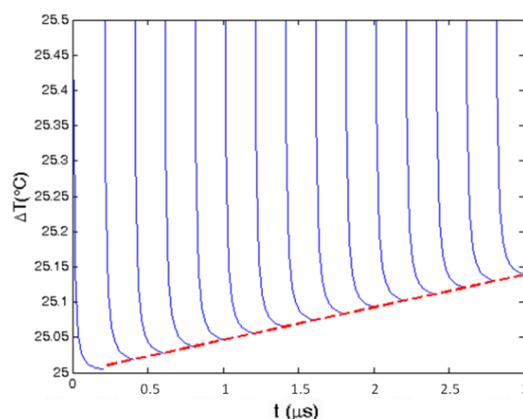


Fig. 1. Simulazione dell'andamento della temperatura del volume di PMMA irradiato (frequenza di ripetizione: 5 MHz; energia per impulso 0.4 μ J). La linea rossa tratteggiata evidenzia il riscaldamento dovuto all'accumulazione termica.

¹ D. Bäuerle, *Laser Processing and Chemistry 2nd ed.*, (Springer-Verlag Berlin, 1996), Chap. 7.

A parità di parametri, ma per diverse velocità, le simulazioni mostrano una soglia di modifica tra 0,1 mm/s e 1 mm/s (Fig. 2). Tale dato si mostra in buon accordo con i nostri dati sperimentali: abbiamo osservato una modifica del materiale solo per velocità inferiori alla soglia di fusione prevista dal modello.

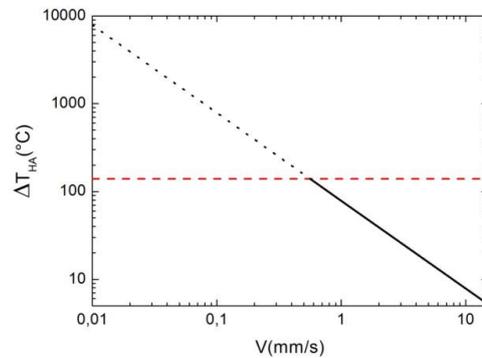


Fig. 2: Aumento della temperatura dovuto all'effetto di accumulo di calore in funzione della velocità di traslazione, calcolata sulla base del modello teorico utilizzato. La soglia di fusione PMMA ($T_{\text{melt}} = 160 \text{ } ^\circ \text{C}$) è evidenziata dalla linea rossa tratteggiata. Il modello è affidabile per $T < T_{\text{melt}}$ (linea nera), mentre per $T > T_{\text{melt}}$ (linea nera tratteggiata) esso non fornisce una stima realistica della temperatura poiché, a causa della trasformazione di fase, le condizioni al contorno iniziali non sono più valide.

In seguito sono stati con successo saldati due strati PMMA di 1 mm di spessore sovrapposti e su cui è stata esercitata una pressione uniforme.

Questa nuova tecnica di micro-saldatura laser non ha bisogno di alcun pre-trattamento dei campioni o di uno strato assorbente intermedio. Inoltre, offre numerosi vantaggi rispetto ad altre tecniche di giunzione (sia con colla o con film sottili sensibili alla pressione), perché impedisce la contaminazione e la distorsione termica dei campioni, rendendosi così particolarmente interessante per la fabbricazione laser diretta di dispositivi microfluidici.

A tale proposito si è voluta dimostrare la fattibilità della saldatura con laser al femtosecondo di un dispositivo microfluidico di PMMA, sigillando un canale provvisto di serbatoi, precedentemente fabbricati per ablazione laser sulla superficie di uno dei due strati di polimero (Fig.3a).

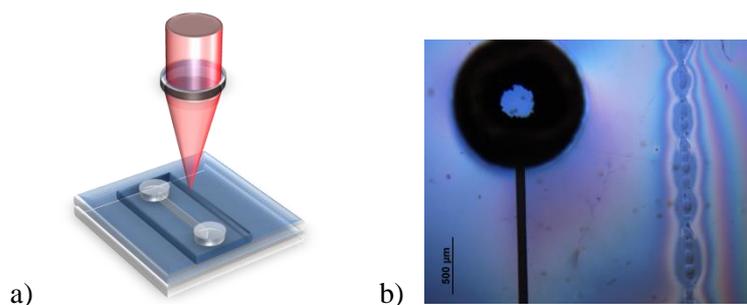


Fig.3: a) Schema del processo di saldatura laser adottato per sigillare il canale microfluidico; b) immagine al microscopio della saldatura intorno al canale e a uno dei due serbatoi visti da sopra.

Il percorso del fascio laser all'interno del materiale è stato programmato in modo da circondare completamente il dispositivo per sigillare sia i serbatoi che il canale micro-fluidico. La Fig.3b mostra il dettaglio del cordone di saldatura che circonda il canale e il serbatoio. Per eseguire la prova di tenuta statica, un serbatoio è stato collegato ad una pompa microfluidica mentre l'altro è stato tenuto ermeticamente chiuso. Un liquido blu è stato pompato nel microcanale fino a pressioni di 1 bar senza che siano state osservate perdite dal dispositivo. La prova di tenuta è stato ripetuta più volte. La Fig. 4 mostra una immagine al microscopio del canale microfluidico parzialmente riempito con il liquido blu dopo 5 cicli alla pressione massima per 3 minuti. Come evidenziato dalla figura 4 il liquido non trafila al di fuori dei microcanali.

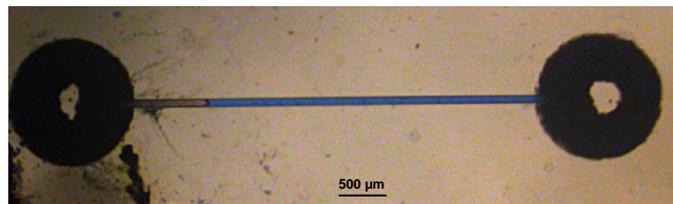


Fig. 4. Immagine al microscopio del canale microfluidico dopo 5 cicli a 1 bar di pressione: non è presente nessuna perdita del fluido blu dal microcanale.

La saldatura di due strati sottili di PMMA trasparente rientra nel progetto PLUS – “Plastic Lab-on-chips for the optical manipulation of Single-cells” (Progetto Bandiera “La Fabbrica del Futuro - Piattaforma Manifatturiera Nazionale”) a cui il gruppo CNR-IFN di Bari a cui sono associata partecipa anche per l’attività di *microfresatura mediante laser al femtosecondo di inserti rimovibili*. Sfruttando la versatilità della sorgente a impulsi ultrabrevi, che consente di ottenere un processo rapido e flessibile per la lavorazione di una larga varietà di microstrutture, si sono realizzati per ablazione laser dei micro inserti metallici. Tali inserti sono stati in seguito inseriti nello stampo principale che è servito ad ottenere il chip microfluidico con la tecnica del *micro injection moulding*. Mediante l’impiego congiunto di microscopia a scansione elettronica (SEM) e di microscopia confocale si sono correlati i parametri di processo alla geometria e alla rugosità della superficie lavorata al fine di trovare la combinazione di energia per impulso, velocità di scansione, frequenza di ripetizione, geometria che ci permettesse di rientrare nelle specifiche di dimensioni e rugosità previste.

Parallelamente a quelle appena descritte, durante l’anno ho collaborato anche ad altre attività sperimentali, di seguito brevemente riassunte:

- Sintesi di nano-compositi con proprietà antimicrobiche a base di nano-particelle di rame e chitosano prodotte per ablazione con laser al femtosecondo di targhette solide in soluzione liquida.

- Realizzazione di superfici micro-strutturate con fascio laser ad impulsi ultrabrevi per l'abbattimento del coefficiente di attrito.

Di seguito sono riassunti tutti i gli articoli su rivista e/o le comunicazioni a conferenze internazionali sottomessi e/o accettati nell'anno 2014.

Articoli di rivista:

- *“Welding of PMMA by a femtosecond fiber laser”* (autori: **A. Volpe**, F. Di Niso, C. Gaudiuso, A. De Rosa, R. Martínez Vázquez, A. Ancona, P. M. Lugarà e R. Osellame). SOTTOMESSO a *Optic Express*.
- *“Femtosecond laser full and partial texturing of steel surfaces to reduce friction in lubricated contact”* (Autori: A. Ancona, G. Carbone, M.De Filippis, **A.Volpe**, P. Lugarà), *Advanced Optical Technologies*. Volume 3, Issue 5-6, Pages 539–547, ISSN (Online) 2192-8584, ISSN (Print) 2192-8576, DOI: 10.1515/aot-2014-0045, December 2014.

Comunicazioni a conferenze:

- *“Femtosecond fiber laser welding of PMMA”* (autori: **A. Volpe**, F. Di Niso, C. Gaudiuso, A. De Rosa, R. Martínez Vázquez, A. Ancona, P. M. Lugarà e R. Osellame). Presentazione orale alla conferenza internazionale "Laser-based Micro- and Nanoprocessing IX", Photonics West 2015, 07-12 Febbraio 2015, San Francisco, California (USA).
- *“Aqueous laser ablation synthesis of hybrid Copper-Chitosan Nanoantimicrobials for applications in food packaging and bio-risk containment”* (autori: M. C. Sportelli, A. Ancona, R.A. Picca, **A. Volpe**, A. Trapani, G. Trapani, N. Cioffi). SOTTOMESSO alla conferenza internazionale “MRS Spring Meeting & Exhibit” (Symposium RR: “Solution Syntheses of Inorganic Functional/Multifunctional Materials”), 6-10 Aprile 2015, San Francisco, California.
- *“Improving the flexibility of micro injection moulding by exploiting fs-laser micro milling to realize mould inserts with complex 3D microfeatures”* (autori: G.Trotta, A. Ancona, **A.Volpe**, F.Di Niso, I. Fassi). SOTTOMESSO A 4M/ICOMM2015-International Conference on Micromanufacturing.

Bari, 05/12/2014

Annalisa Volpe