
Short-Term Mobility 2016

Relazione scientifica

Nonlinear behaviour of self-excited microcantilevers in viscous fluids

Attività di ricerca svolta presso

Istituto dei Sistemi Complessi - sede di Sesto Fiorentino
Consiglio Nazionale delle Ricerche
nel periodo 4-15 Luglio 2016

Dott. Bruno Tiribilli

Istituto dei Sistemi Complessi del Consiglio
Nazionale delle Ricerche ISC-CNR

Italy



Dr. Paolo Paoletti
Lecturer in Control

School of Engineering "The Quadrangle"
The University of Liverpool

United Kingdom



INDICE

- 1. Introduzione**
- 2. Descrizione apparato sperimentale**
- 3. Dinamica del cantilever in mezzi viscosi**
- 4. Risultati sperimentali**
- 5. Conclusioni e sviluppi futuri**
- 6. Riferimenti bibliografici**
- 7. Appendice A**
- 8. Appendice B**

1. Introduzione

Le vibrazioni di microstrutture flessibili sono significativamente influenzate dall'interazione con l'ambiente circostante. In particolare, in un microscopio a forza atomica e in sensori MEMS, microcantilever vengono usati per ricavare informazioni topografiche e meccaniche relative ad un campione di interesse, per rivelare la presenza di sostanze in soluzioni e per misurare proprietà fisiche dell'ambiente in cui il sensore opera. Tradizionalmente le proprietà reologiche di fluidi vengono misurate con reometri che richiedono volumi significativi di fluido su cui operare, sebbene i cambiamenti di tali proprietà siano solitamente dovuti a variazioni a livello microscopico, quindi esiste un gap di diversi ordini di grandezza tra la causa di tali variazioni e le variazioni osservate. Recentemente sensori MEMS sono stati proposti per colmare tale gap, grazie alla possibilità di effettuare misure reologiche su piccole quantità di fluidi, con applicazioni in biologia, cosmesi, processi industriali ecc.

La visita del Dr Paoletti presso il Laboratorio di Microscopia dell'Istituto dei Sistemi Complessi di Sesto Fiorentino è volta a sviluppare ulteriormente una tecnica di auto-eccitazione di un microcantilever e a caratterizzare la risposta dello stesso al variare di vari parametri sperimentali. In tale setup sperimentale il segnale di deflessione del cantilever è amplificato e re-iniettato come segnale di eccitazione dopo essere stato amplificato, ritardato e saturato da un circuito elettronico (come descritto in sezione 2). Tale attività si inserisce in un filone iniziato con la visita del Dr Tiribilli presso il laboratorio del Dr Paoletti a Liverpool nel mese di Ottobre 2015 (si veda relazione STM2015 [1]) ed è mirata a indagare ulteriormente la presenza di fenomeni non lineari emersi durante tale visita. In particolare gli obiettivi di questa attività sono i seguenti:

- miglioramento del setup sperimentale per migliorare la qualità dell'eccitazione della levetta quando opera in fluido
- progettazione e realizzazione di un circuito in grado di variare il ritardo introdotto dal circuito di auto-oscillazione
- indagine sperimentale della presenza di salti in frequenza al variare del ritardo di anello

Al fine di raggiungere tali obiettivi un nuovo supporto per la levetta è stato sviluppato e sono state effettuate misure della risposta in frequenza della levetta (sia tramite misura dello spettro del rumore termico che con eccitazione acustica) e della frequenza di auto-oscillazione al variare del ritardo di anello. Tali misure sono state effettuate utilizzando 4 diverse levette aventi diverse caratteristiche meccaniche e operando con tutte le levette in tre diversi fluidi (aria, acqua e miscela glicerolo-acqua al 20% in volume).

2. Descrizione apparato sperimentale e misure

Il setup sperimentale utilizzato per l'attività STM2016 è basato su un microscopio AFM auto-costruito costituito da una meccanica progettata e realizzata dal Dr Tiribilli, un controller programmabile RHK R9 e un circuito di auto-eccitazione progettato e realizzato in collaborazione con Elbatech srl. Gli elementi principali di tale setup sono illustrati in Figura 2.1.

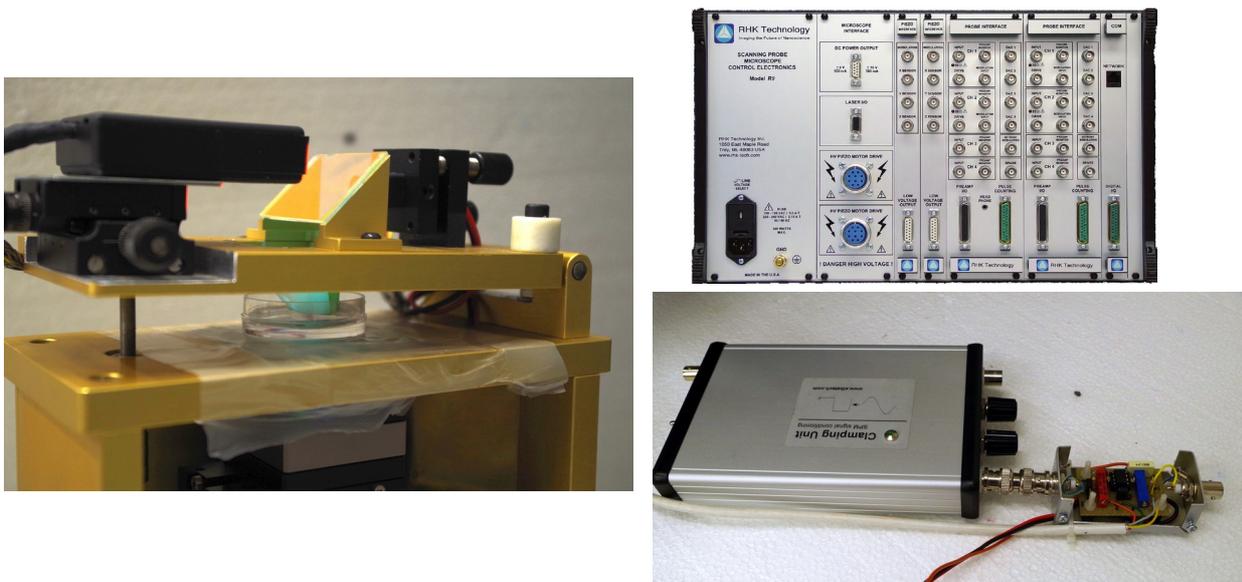


Figura 2.1 - Elementi principali del setup sperimentale: (a sinistra) microscopio AFM; (a destra in alto) controller RHK R9; (a destra in basso) circuiti per indurre auto-oscillazioni ed introdurre ritardo.

Una delle problematiche evidenziate nella precedente attività STM era legata alla presenza di picchi spuri nella risposta in frequenza del microcantilever quando immerso in acqua. Tale fenomeno è ben noto in letteratura sotto il nome “foresta di picchi”. Tali picchi indesiderati sono dovuti all'accoppiamento dell'eccitazione acustica fornita dal dither piezo con i modi meccanici legati al contenitore del fluido, all'accoppiamento chip-supporto e, più in generale, alla meccanica dello strumento. Diversi metodi per ridurre tale comportamento indesiderato sono stati proposti in letteratura e sono basati sul ridurre al minimo la distanza tra dither piezo e cantilever e sull'utilizzo di materiali diversi per attenuare modi vibrazionali indesiderati [2,3,4]. Sulla base di tali lavori, è stato progettato e realizzato un nuovo supporto per la levetta in cui un piccolo piezo di eccitazione (di dimensioni 2x2x2mm, PICMA PL022.30, Physics Instruments) è stato posizionato a meno di un millimetro dal chip del cantilever, e dove il cantilever stesso è ancorato al supporto tramite una banda elastica. Un confronto tra il supporto usato per l'attività descritta nella relazione finale STM 2015 [1] e quello utilizzato per gli esperimenti descritti in questo documento è riportato in Figura 2.2.

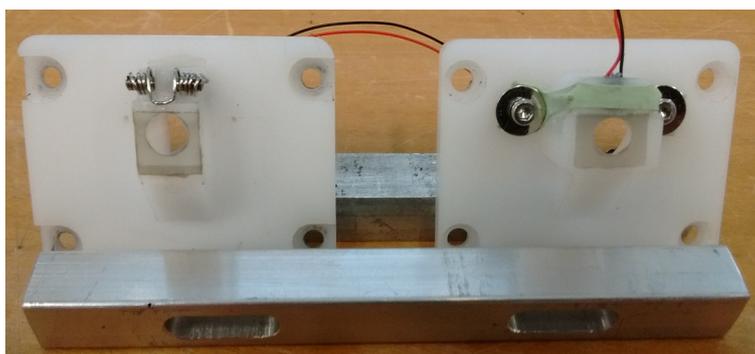
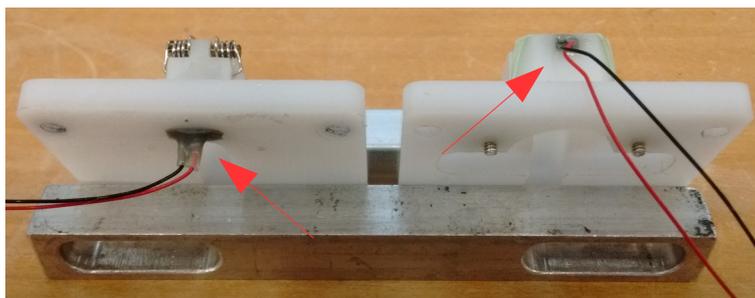


Figura 2.2 - Confronto tra due generazioni di supporti per cantilever: (a sinistra) supporto utilizzato precedentemente; (a destra) supporto modificato per ridurre picchi spuri di risonanza in liquido e utilizzato per gli esperimenti del progetto STM2016. Le frecce rosse indicano le posizioni del dither piezo di eccitazione nei due casi.

L'attività STM 2015 aveva anche evidenziato la possibile presenza di fenomeni non lineari, ad esempio salti in frequenza, di cui però non era stato possibile effettuare un'indagine approfondita con i dati a disposizione [1]. In questa attività è stata formulata un'ipotesi per spiegare tali salti in funzione del ritardo di fase introdotto dal circuito di auto-eccitazione (si veda sezione 3) ed è stato realizzato un circuito sfasatore a due stadi in modo da poter variare lo sfasamento semplicemente operando su due potenziometri. Tale circuito implementa due filtri “passa-tutto”, ognuno capace di introdurre un ritardo di circa 180 gradi al variare del valore di una resistenza. Lo schema elettrico di uno stadio e il circuito utilizzato sono mostrati in Figura 2.3.

La configurazione sperimentale del viscosimetro in “autotapping” è stata realizzata secondo già descritto nella relazione STM 2015 ed è illustrata in Figura 2.4 (si veda anche [5]). Il dither piezo di eccitazione della levetta può essere pilotato esternamente tramite un uscita del controller R9, o in alternativa tramite un circuito di auto-eccitazione composto da un guadagno, un saturatore ed il phase shifter descritto sopra. Il segnale di deflessione viene anche inviato da un lock-in integrato nel controller R9 ed in grado di misurare ampiezza e fase (quest'ultima solo quanto l'eccitazione viene fornita dal controller stesso) del segnale. La possibilità di misurare lo sfasamento tra segnale di eccitazione e deflessione rappresenta un importante miglioramento rispetto al setup sperimentale

utilizzato per l'attività descritta nella relazione STM 2015. Infatti la misura dello sfasamento al variare della frequenza permette di stimare il ritardo tra l'eccitazione fornita al dither piezo e la deflessione del cantilever, un parametro che gioca un ruolo fondamentale nel modello descritto in sezione 3 e che non era mai stato possibile misurare con accuratezza in precedenza.

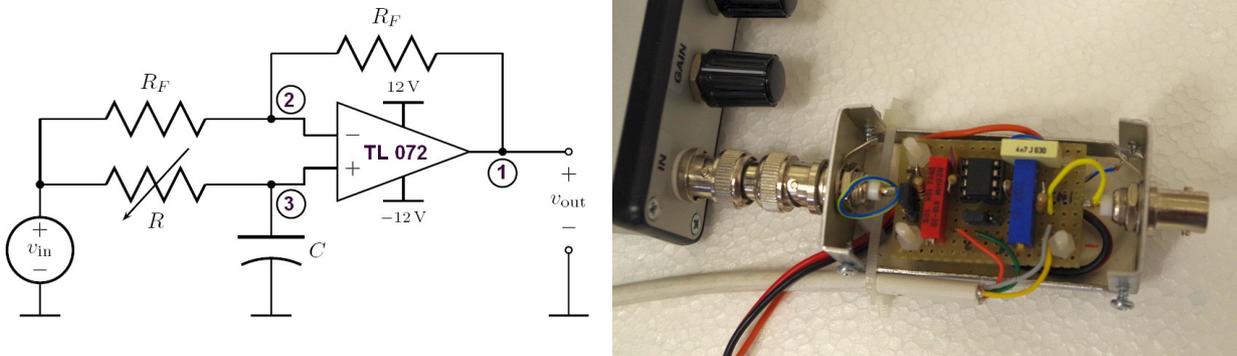


Figura 2.3 - Schema elettrico di uno stage (sinistra) e phase-shifter a due stage (destra) utilizzato per studiare fenomeni nonlineari nel comportamento in auto-eccitazione. La capacità C nei due stage è stata scelta in modo da coprire un range di sfasamento di circa 360° per frequenze fino a circa 350kHz ($C_1=4.7\text{nF}$, $C_2=220\text{pF}$, $R_F = 1\text{ k}\Omega$, $0\text{ k}\Omega < R_1=R_2 < 10\text{ k}\Omega$).

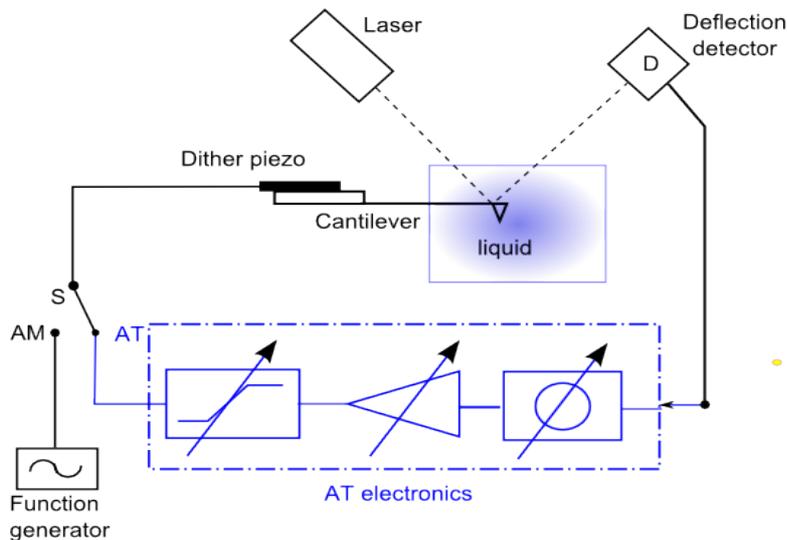


Figura 2.4 - Schema della configurazione sperimentale per l'eccitazione del cantilever con eccitazione esterna o auto-eccitazione.

Le misure sperimentali consistono nella acquisizione, tramite oscilloscopio o lock-in integrato nel controller R9, dell'ampiezza, fase e frequenza di oscillazione oppure della analisi spettrale al variare delle condizioni sperimentali. La temperatura del liquido è stata misurata con una termocoppia tipo T (rame/constantana), posizionata in prossimità del cantilever.

Infine, al fine di avere una caratterizzazione più completa del comportamento di levette auto-oscillanti in fluidi viscosi, sono state utilizzati i 4 microcantilever elencati in Tabella 2.1

che coprono un ampio range di frequenza di risonanza, rigidità e sensibilità. Per ogni levetta sono state effettuate le seguenti misure in tre fluidi (aria, acqua e soluzione glicerolo-acqua al 20% in volume):

- spettro termico per individuare risonanze proprie del cantilever
- risposta in frequenza (ampiezza e fase) con eccitazione acustica esterna fornita dal controller R9
- misure di frequenza e ampiezza auto-oscillazioni al variare del ritardo introdotto dal phase shifter.

Tabella 2.1 Lista delle caratteristiche meccaniche delle sonde utilizzate

Model	ACST-TL	CLFC-A	CLFC-B	CLFC-C
Manufacturer	Appnano	Bruker		
Material	Silicon	Silicon		
Reflective coating	none	none		
Length [μm]	150 \pm 10	98 \pm 1	195 \pm 2	397 \pm 3
Width [μm]	25 \pm 5	29 \pm 3		
Thickness [μm]	2.5 \pm 0.5	2 \pm 0.2		
Frequency (min) [kHz]	115	200	60	12
Frequency (typ) [kHz]	150	293	71	18
Frequency (max) [kHz]	175	380	92	24
Force Constant (min) [N/m]	2	-	-	-
Force Constant (tip) [N/m]	7	10.4	1.3	0.16
Force Constant (max) [N/m]	14	-	-	-
Quality Factor in air (measured)	260	357	165	30
Frequency air (measured) [kHz]	155.7	297.2	73.3	18.1

3. Dinamica del cantilever in mezzi viscosi

Dal punto di vista dinamico, il microcantilever può essere assimilato ad una trave con elevato rapporto lunghezza-spessore soggetta a carichi idrodinamici ed eccitazione ad un'estremità. La sua risposta è quindi descritta dalla ben nota equazione di Eulero-Bernoulli

$$EI \frac{\partial^4 w(x, t)}{\partial x^4} + \rho_c A \frac{\partial^2 w(x, t)}{\partial t^2} = F_{hydro}(w) + F_{drive}(x, t)$$

ove w rappresenta la deflessione, EI la rigidezza flessionale, ρ_c la densità del cantilever, A l'area della sua sezione trasversale, F_{hydro} le forze idrodinamiche dovute alla presenza del fluido e F_{drive} l'eccitazione fornita dal dither piezo [6]. Al fine di semplificare la trattazione analitica, il moto del cantilever può essere scomposto nei suoi modi normali

$$w(x, t) = \sum_{i=1}^{\infty} y_i(t) \psi_i(x)$$

ottenendo così un set di equazioni differenziali

$$\ddot{y}_i + \frac{\omega_i}{Q_i} \dot{y}_i + \omega_i^2 y_i = F$$

ove y_i rappresenta il contributo dell' i -esimo modo alla deflessione del cantilever, ω_i e Q_i sono rispettivamente la pulsazione naturale e il fattore Q del modo i e F è l'eccitazione del cantilever. Nella maggior parte dei casi, considerare solamente il primo modo è sufficiente per ottenere una descrizione accurata della risposta della levetta, ma nei dati sperimentali si osserva la presenza di auto-oscillazioni anche su modi superiori, quindi tali modi (solitamente il secondo) sono stati inclusi nel modello che quindi può essere scritto nel dominio di Laplace come

$$\begin{aligned} W(s) = Y_1(s) \psi_1(\bar{x}) + Y_2(s) \psi_2(\bar{x}) &= \left[\frac{1}{s^2 + \frac{\omega_1}{Q_1} s + \omega_1^2} \psi_1(\bar{x}) + \frac{1}{s^2 + \frac{\omega_2}{Q_2} s + \omega_2^2} \psi_2(\bar{x}) \right] F(s) = \\ &= \left[\frac{A_1}{s^2 + \frac{\omega_1}{Q_1} s + \omega_1^2} + \frac{A_2}{s^2 + \frac{\omega_2}{Q_2} s + \omega_2^2} \right] F(s) \end{aligned}$$

In generale sia le frequenze naturali (ω_1, ω_2) sia i fattori di qualità (Q_1, Q_2) dipendono dal mezzo in cui il cantilever è immerso, si veda sezione 3 della relazione STM2015 [1]. Ai fini dell'attività STM2016, non risulta necessario esplicitare la dipendenza di tali parametri dalla densità e dalla viscosità del fluido, quindi i valori di tali parametri possono essere ottenuti fittando risposte in frequenza sperimentali, come descritto in sezione 4.

Il termine forzante $F(s)$ rappresenta l'eccitazione acustica fornita dal dither piezo, quindi in modalità tapping tradizionale si ha

$$F_{drive}^{tapping}(0, t) = F_0 \cos(\omega_0 t)$$

mentre in modalità auto-tapping l'eccitazione è fornita dal circuito descritto in sezione 2 e può essere modellata come

$$F_{drive}^{auto}(0,t)=sat [K_f y_{ps}(t-\tau)]$$

ove K_f rappresenta il guadagno di anello, τ rappresenta il ritardo dovuto alla propagazione acustica dal dither piezo al cantilever, $sat[]$ rappresenta una saturazione il cui livello $\pm s$ può essere regolato a piacere grazie al circuito di auto-eccitazione e y_{ps} è la deflessione ritardata dal phase shifter.

Come descritto nella sezione precedente, il ritardo introdotto dall'anello di auto-eccitazione può essere regolato dall'utente utilizzando i potenziometri del phase shifter. Infatti la funzione di trasferimento del phase shifter può essere scritta come

$$PS(s)=\frac{Y_{ps}(s)}{Y(s)}=\frac{1-sR_1C_1}{1+sR_1C_1}+\frac{1-sR_2C_2}{1+sR_2C_2}$$

È facile verificare come il guadagno di tale funzione di trasferimento sia sempre unitario per qualunque valore di frequenza, mentre lo sfasamento introdotto dipende dalla frequenza e dai valori dei condensatori e delle resistenze

$$phase(PS(\omega))=-2atan(\omega R_1C_1)-2atan(\omega R_2C_2) \quad (1)$$

La frequenza di auto-oscillazione della levetta può essere stimata utilizzando il cosiddetto "criterio di Nyquist" [7]. Infatti, condizione necessaria affinché l'oscillazione sia auto-sostenuta è che il guadagno totale di anello sia unitario

$$\begin{aligned} Y(s) &= C(s) F_{drive}^{auto}(s) = C(s) sat [K_f y_{ps}(t-\tau)] = C(s) DF_{sat}(s) K_f PS(s) e^{-s\tau} Y(s) \\ &\rightarrow C(s) DF_{sat}(A, s) K_f PS(s) e^{-s\tau} = 1 \\ &\rightarrow |C(j\omega) DF_{sat}(A, j\omega) K_f PS(j\omega) e^{-j\omega\tau}| = 1 \\ &\rightarrow phase(C(j\omega) DF_{sat}(A, j\omega) K_f PS(j\omega) e^{-j\omega\tau}) = 0 \pmod{2\pi} \end{aligned}$$

dove $DF_{sat}[]$ rappresenta la funzione descrittiva della saturazione (essenzialmente un'approssimazione della risposta di una saturazione ad un ingresso sinusoidale di ampiezza A e pulsazione ω , si veda [7]). È facile verificare che $DF_{sat}[]$ è una funzione reale per ogni valore di ω e A , ed inoltre il guadagno K_f è reale, quindi la condizione sulla fase si riduce a

$$\begin{aligned} &phase(C(j\omega) PS(j\omega) e^{-j\omega\tau}) = 0 \pmod{2\pi} \\ &\rightarrow phase(C(j\omega)) + phase(PS(j\omega)) - \omega\tau = 0 \pmod{2\pi} \end{aligned} \quad (2)$$

Si noti che tale relazione è indipendente dall'ampiezza di oscillazione A e dal guadagno K_f , ed infatti sperimentalmente si verifica che la frequenza di auto-oscillazione non dipende da tali parametri. Tale equazione verrà utilizzata in sezione 4 per spiegare le variazioni di frequenza di auto-oscillazione osservate sperimentalmente.

Considerazioni sulla stabilità dell'auto-oscillazione, che vanno oltre la breve trattazione teorica inclusa in questo report, assicurano inoltre che tra tutti i valori di ω che soddisfano la relazione di fase richiesta, solamente quelli aventi la parte reale di $C(j\omega)PS(j\omega)e^{-j\omega\tau}$ più grande (in valore assoluto) corrispondono a oscillazioni stabili (si veda [7] per una trattazione più approfondita di questo criterio).

4. Risultati sperimentali

In questa sezione si riporta una selezione dei dati sperimentali acquisiti durante questa attività. In particolare, una completa caratterizzazione in frequenza dei vari elementi del setup sperimentale è stata condotta in modo da poter successivamente fittare il modello descritto in sezione 3. Risposte in frequenza (sia con eccitazione termica che con eccitazione acustica) di tutti i cantilever considerati sono state misurate in tre liquidi diversi: aria, acqua e soluzione glicerolo-acqua al 20% in volume. Per ragioni di spazio, solo una selezione di tali dati viene riportata in seguito.

Caratterizzazione setup sperimentale

Al fine di caratterizzare opportunamente tutti gli elementi presenti nel circuito di autoeccitazione, le risposte in frequenza del phase shifter e del circuito di autoeccitazione (guadagno + saturatore) sono state acquisite collegando l'uscita del controller R9 all'ingresso del circuito e acquisendo l'uscita tramite il controller R9 stesso. Figura 4.1 riporta la risposta in frequenza del circuito sfasatore. Si noti come le previsioni fornite dall'equazione (1) riescano a modellare correttamente il comportamento solo fino a frequenze dell'ordine dei 50kHz, oltre le quali fenomeni non modellati (ad esempio capacità parassite) introducono ulteriori ritardi.

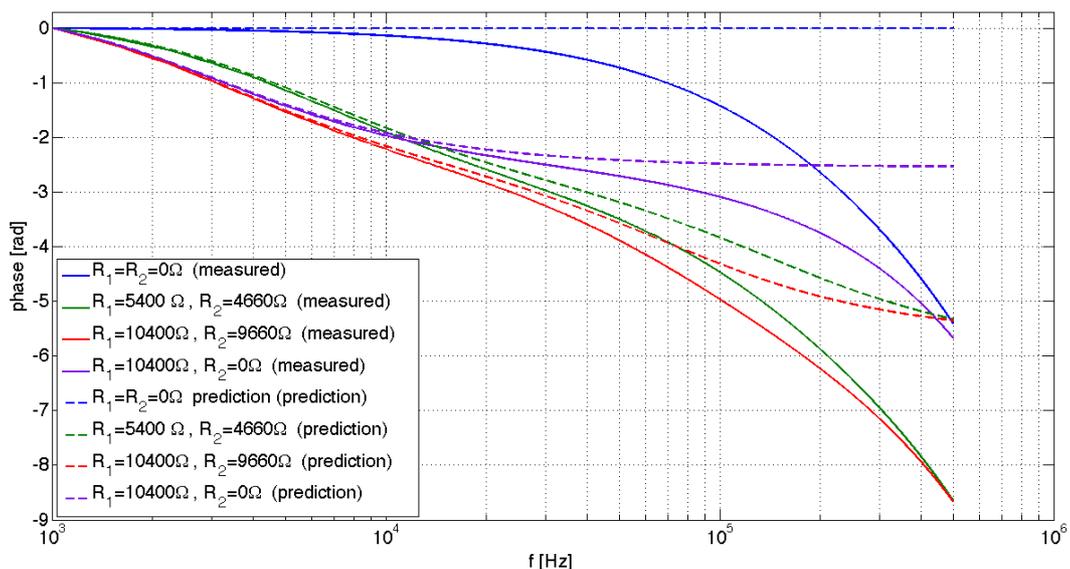


Figura 4.1 – Sfasamento introdotto dal phase-shifter al variare della frequenza e per diversi valori dei due potenziometri. Le linee continue rappresentano i dati misurati, mentre le linee tratteggiate corrispondono alle previsioni fornite dall'equazione (1).

Figura 4.2 mostra la risposta in frequenza del circuito che implementa il guadagno e la saturazione nel circuito di autoeccitazione. Si noti come quest'ultimo circuito introduca un ritardo costante pari a circa $1.07\mu\text{s}$ (stimato con la funzione `est_tau`).

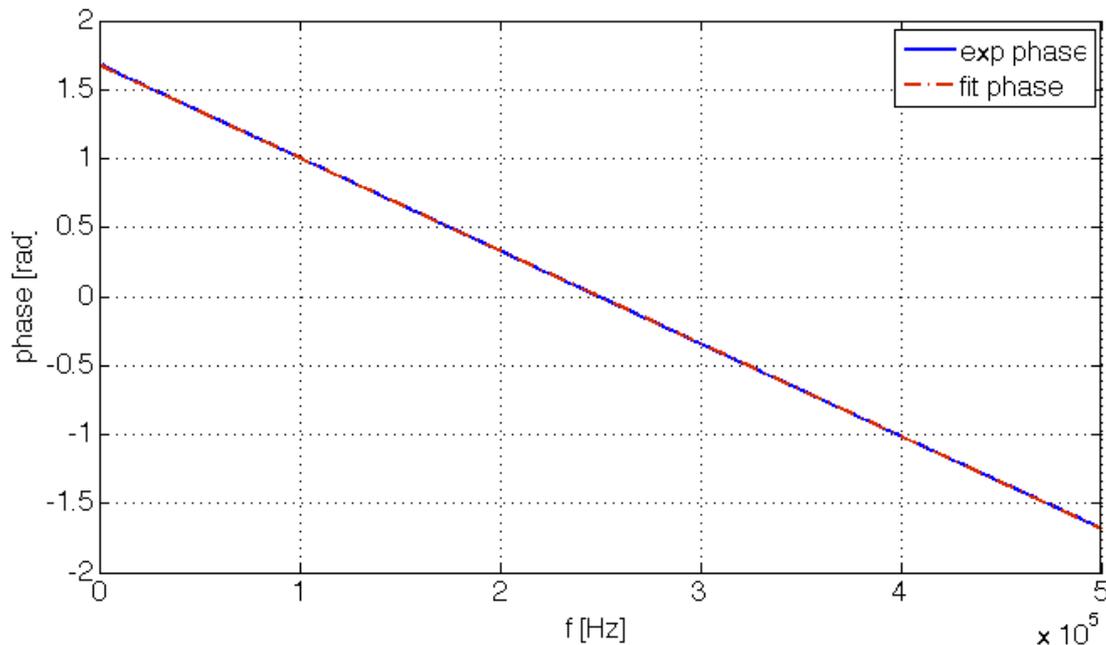


Figura 4.2 – Sfasamento introdotto dal circuito di auto-eccitazione (guadagno+saturazione). Il fit lineare permette di stimare un ritardo $\tau_{\text{auto}} = 1.07 \mu\text{s}$.

Misure in aria

Un tipico spettro in eccitazione acustica in aria è riportato in Figura 4.3. Si nota che in aria non sono presenti picchi spuri di risonanza nella risposta forzata acusticamente, quindi il fitting delle misure con il modello teorico risulta accurato. Inoltre la possibilità di misurare lo sfasamento tra segnale di eccitazione e segnale di deflessione permette anche di stimare il ritardo introdotto dalla propagazione dell'onda acustica $\tau = 16.4 \mu\text{s}$ (stimato con la funzione `est_tau` nella regione evidenziata in verde in figura).

In Figura 4.4 si riporta l'andamento della frequenza di auto-oscillazione della levetta CLFC-A in funzione dello sfasamento introdotto tramite il circuito phase shifter. Si nota che la frequenza aumenta al diminuire dello sfasamento, in quanto la fase introdotta dal cantilever deve compensare la perdita di fase introdotta dallo phase shifter, in accordo con l'equazione (2). Si nota anche la presenza di un salto in corrispondenza di uno sfasamento di -77 gradi. Tale salto corrisponde a un "giro completo" della fase, ovvero a uno sfasamento complessivo di 360 gradi, come previsto da l'equazione (2).

Tale comportamento risulta generico e osservabile con tutti i microcantilever testati.

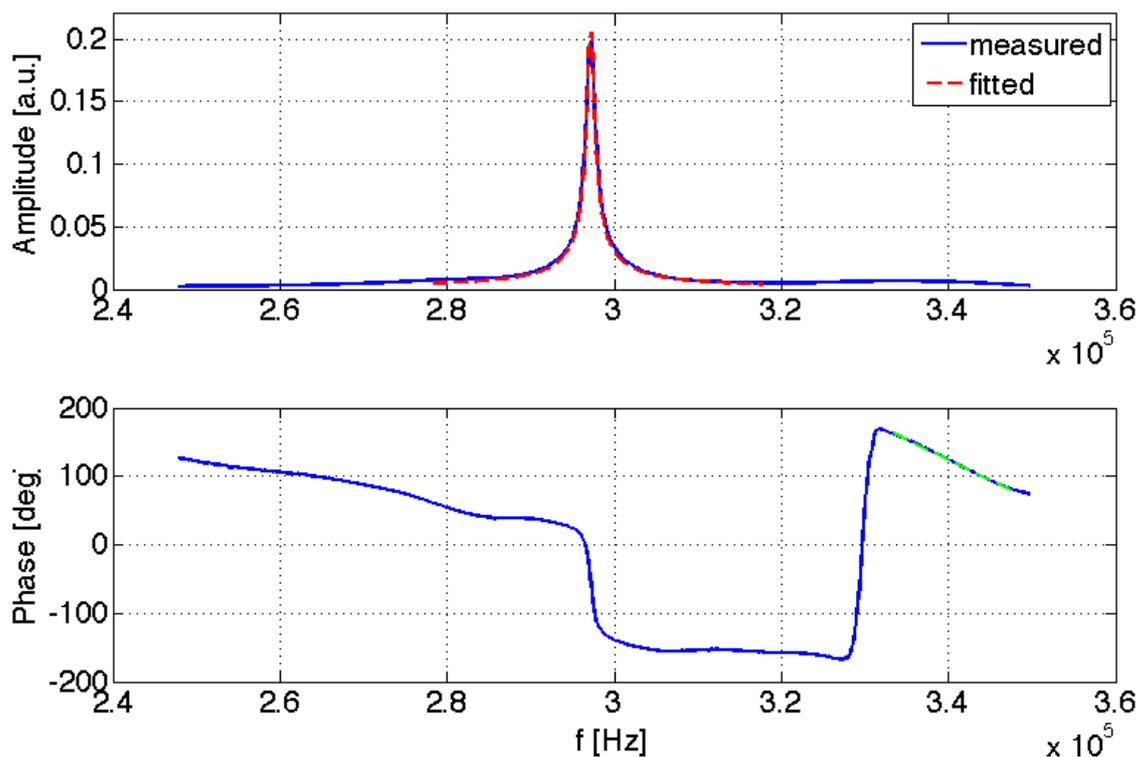


Figura 4.3 – Risposta in frequenza della levetta CLFC-A con eccitazione acustica in aria. La linea rossa tratteggiata rappresenta il modello fittato con la funzione riportata in appendice A: $f_1=297.17\text{kHz}$, $A_1=2 \times 10^9$, $Q_1=357.52$. La linea verde nel grafico della fase mostra la zona utilizzata per stimare il ritardo $\tau=16.4\mu\text{s}$.

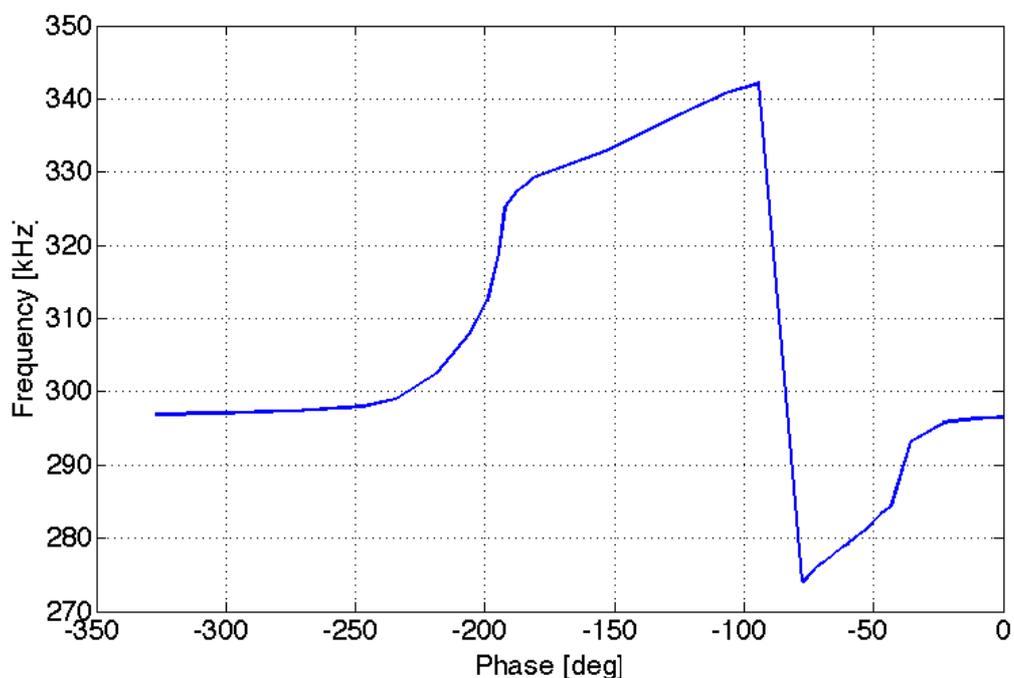


Figura 4.4 - Frequenza di auto-oscillazione delle levette CLFC-A in aria al variare del ritardo di fase introdotto dal circuito sfasatore. Si nota come l'oscillazione sia sempre innescata intorno al primo modo e la presenza di un salto in frequenza attorno ad una fase -77 gradi.

In alcuni casi l'oscillazione auto-eccitata può innescarsi in corrispondenza di modi vibrazionali superiori del cantilever, specialmente se l'ampiezza di quest'ultimi è comparabile all'ampiezza del primo modo. A titolo di esempio, Figura 4.5 riporta la risposta in frequenza della levetta CLFC-B eccitata acusticamente, in cui si evidenzia la presenza di un secondo modo. La presenza di tale modo fa sì che, per particolari valori dello sfasamento, l'auto-oscillazione si possa innescare sul secondo modo, come evidenziato in Figura 4.6. Si osserva che esiste una zona di isteresi in cui entrambi i modi possono essere innescati in base alle condizioni iniziali. Tale fenomeno, che si verifica anche in altre condizioni sperimentali, non è previsto dal modello e richiede ulteriori indagini per essere compreso.

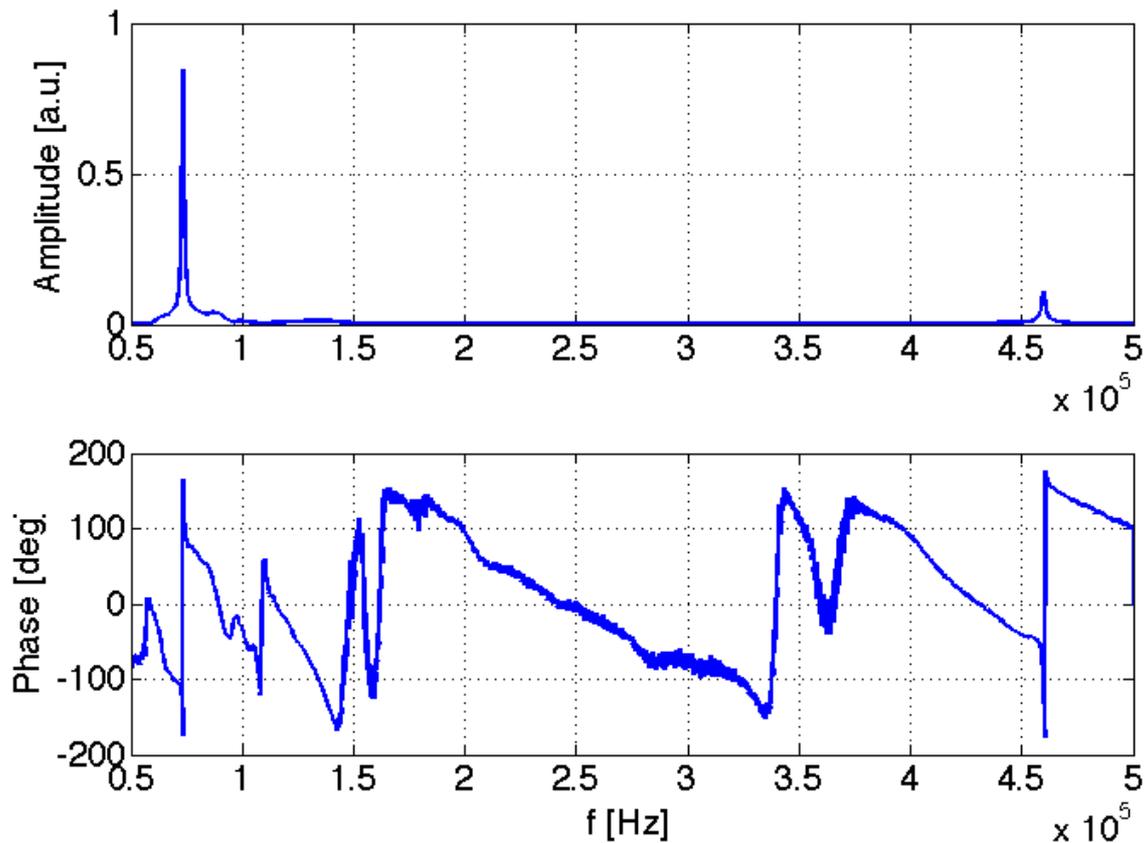


Figura 4.5 - Risposta in frequenza della levetta CLFC-B con eccitazione acustica in aria. Si evidenzia la presenza di un primo modo di oscillazione a 73.3kHz e di un secondo modo a 459.7kHz.

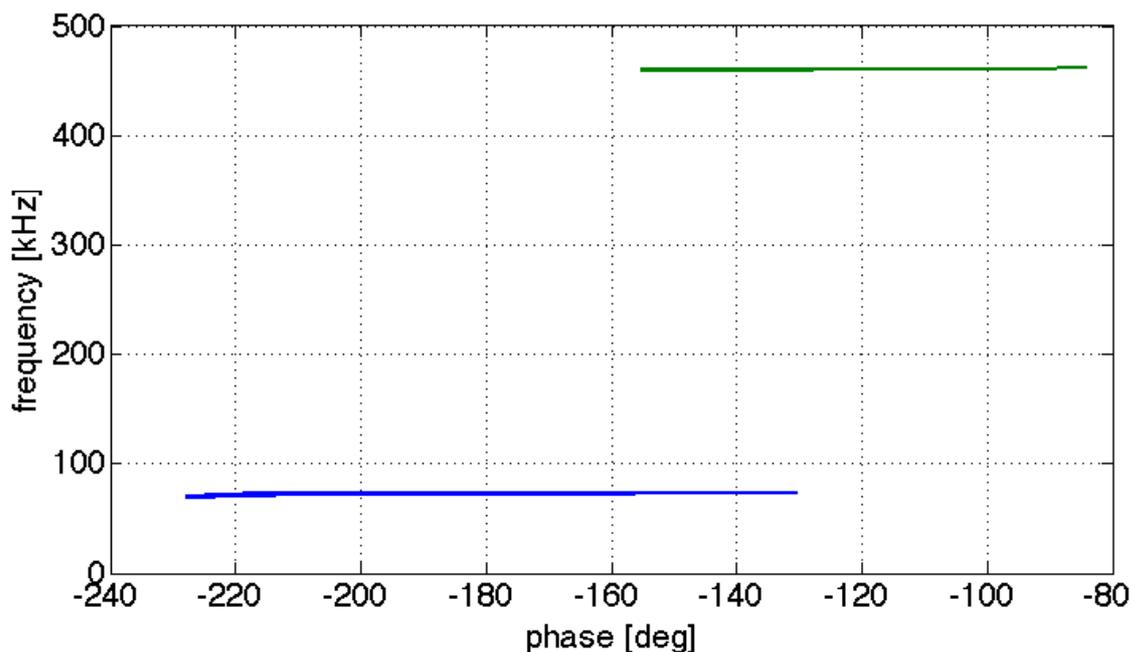


Figura 4.6 - Frequenza di auto-oscillazione delle levette CLFC-B al variare del ritardo di fase introdotto dal circuito sfasatore. Si nota come l'oscillazione possa essere innescata su entrambi i modi di oscillazioni della levetta e la presenza di isteresi intorno al salto.

Misure in acqua

Quando la levetta opera in liquido, lo spettro con eccitazione acustica presenta molti picchi spuri dovuti alla meccanica del setup sperimentale e alla presenza di modi oscillatori nel liquido stesso che possono accoppiarsi con le risonanze proprie della sonda. Un esempio di spettro termico e spettro eccitato acusticamente in liquido (acqua) è riportato in Figura 4.7. Le misure in acqua sono state effettuate riempiendo un contenitore Petri con acqua purificata milli-Q ed immergendo la sonda nel liquido.

Da un confronto con Figura 4.3 si nota come l'interazione con il fluido induca una significativa riduzione della frequenza di oscillazione del primo modo (da 297.17kHz a 120kHz) e una drastica riduzione del fattore di qualità (da 357 a 8). La riduzione del fattore di qualità Q permette ai modi meccanici del liquido di accoppiarsi con i modi meccanici della levetta, facendo così insorgere i picchi spuri che si osservano sperimentalmente. La presenza di tali picchi spuri fa sì che anche l'andamento della frequenza di auto-oscillazione non sia smooth come in aria, in quanto variazioni di guadagno indotte da tali picchi spuri possono tradursi in piccoli salti nella frequenza di auto-oscillazione, come si osserva in Figura 4.8.

Anche quando il sensore opera in acqua, si possono osservare auto-oscillazioni in corrispondenza di modi superiori (ad esempio, per la levetta CLFT-1B) per le stesse ragioni descritte nella sezione precedente.

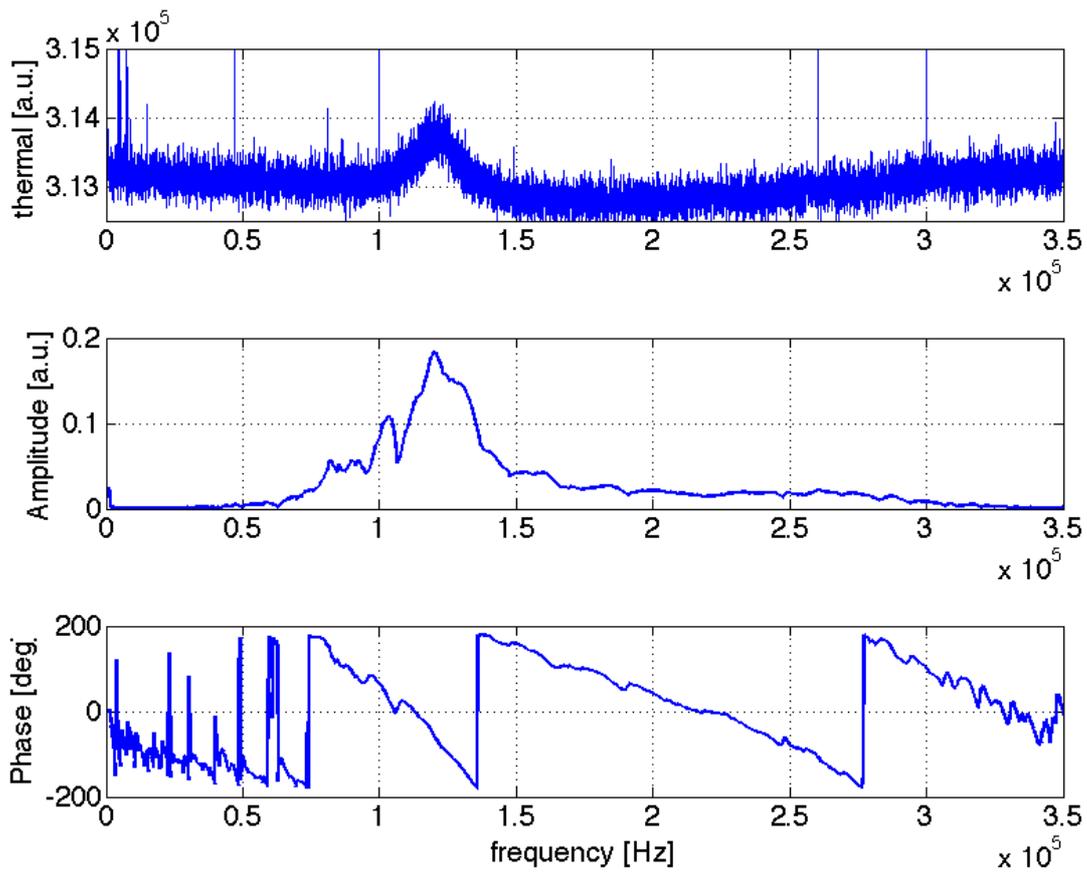


Figura 4.7 - Risposta in frequenza della levetta CLFC-A con eccitazione termica (primo pannello) e acustica (secondo e terzo pannello) in acqua. Si evidenzia la presenza di un primo modo di oscillazione attorno a 120kHz.

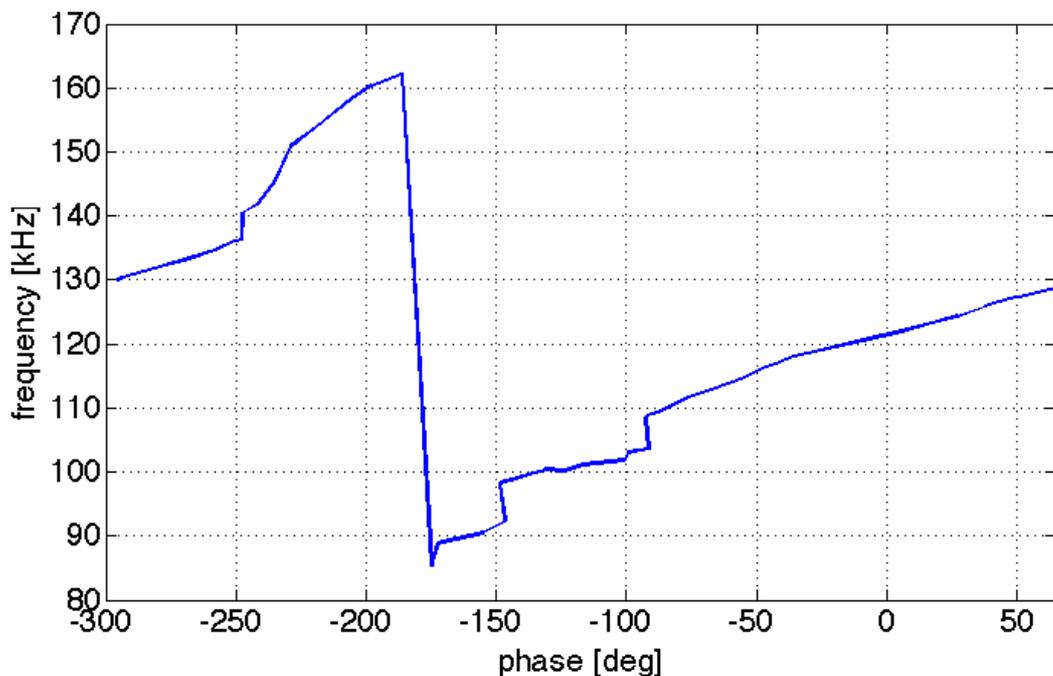


Figura 4.8 - Frequenza di auto-oscillazione delle levette CLFC-A in acqua al variare del ritardo di fase introdotto dal circuito sfasatore. Si nota come l'oscillazione sia sempre innescata intorno al primo modo e la presenza di un salto in frequenza attorno ad una fase -186 gradi.

Misure in soluzione glicerolo-acqua (concentrazione 20% in volume)

La presenza di glicerolo nell'ambiente in cui opera la sonda non altera qualitativamente il suo comportamento rispetto a cosa avviene in acqua. A titolo di esempio, in Figura 4.9 si riporta la risposta in frequenza della levetta CLFC-1A eccitata acusticamente. In particolare, si osserva un'ulteriore shift verso il basso delle frequenze di risonanza e un'ulteriore componente dissipativa che induce un'ulteriore riduzione del fattore Q (e di conseguenza una maggiore presenza di picchi spuri). Tali effetti sono attesi in quanto la viscosità della soluzione acqua-glicerolo utilizzata è circa il doppio della viscosità dell'acqua (0.0017313 Pas vs. 0.0008927 Pas, si veda [8]).

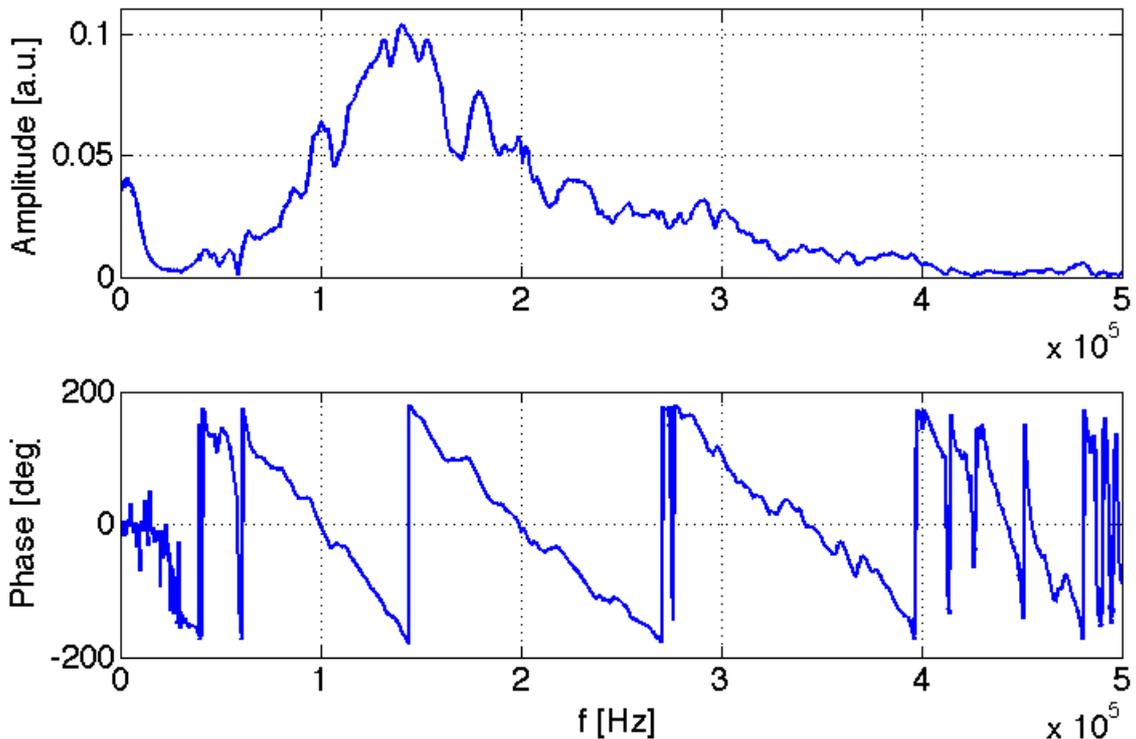


Figura 4.9 - Risposta in frequenza della levetta CLFC-A con eccitazione acustica in soluzione glicerolo-acqua al 20% in volume. Si evidenzia la presenza di un primo modo di oscillazione attorno a 115kHz.

In Figura 4.10 si riporta la frequenza di auto-oscillazione della stessa levetta in funzione del ritardo di fase.

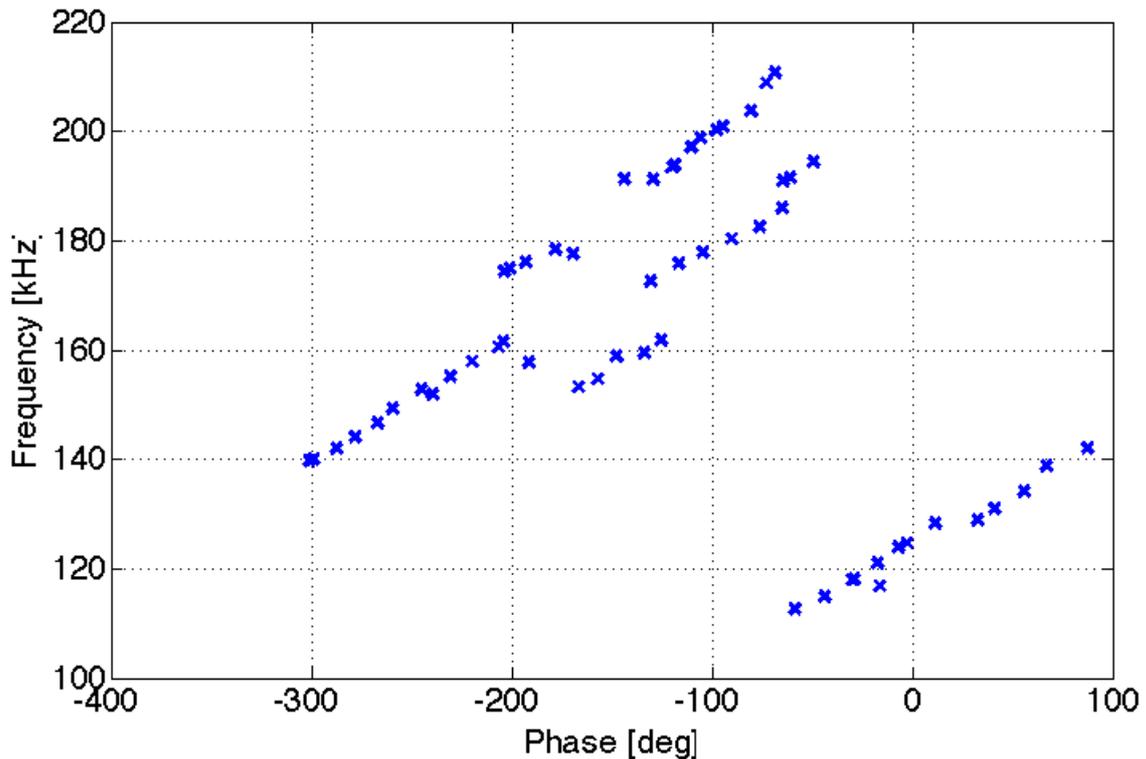


Fig. 4.10 - Frequenza di auto-oscillazione delle levette CLFC-A in soluzione glicerolo-acqua al 20% in volume al variare del ritardo di fase introdotto dal circuito sfasatore. Si nota come l'oscillazione sia sempre innescata intorno al primo modo e la presenza di un salto in frequenza attorno ad una fase -43 gradi. Data l'elevata presenza di picchi spuri che possono innescare auto-oscillazioni a frequenze vicine per lo stesso valore del ritardo, i dati sono riportati come punti invece di utilizzare linee interpolanti.

Script per fitting del modello e predizioni teoriche

Durante l'attività STM2016 sono stati anche sviluppati script Matlab al fine di poter confrontare i dati sperimentali con predizioni teoriche ottenute tramite il modello descritto in sezione 3. Dato il limitato orizzonte temporale previsto per l'attività STM2016, la fase di fitting del modello sarà effettuata successivamente, quindi in questo documento viene riportata solamente una breve descrizione di tali script.

I parametri del modello, in particolare $(\omega_1, \omega_2, Q_1, Q_2, A_1, A_2)$ sono ottenuti tramite fitting della risposta in frequenza misurata sperimentalmente. Dato che in auto-tapping il cantilever viene eccitato dal dither piezo, il fit della risposta in frequenza viene effettuato utilizzando gli spettri ottenuti con eccitazione acustica, mentre gli spettri termici vengono utilizzati solo per avere una stima preliminare dei parametri dei modi visibili in tale modalità termica (solitamente solo il primo modo quando il sistema opera in liquido). Lo script per effettuare il fitting tali dati è riportato in appendice A.

Una volta noti i parametri degli oscillatori armonici utilizzati per descrivere il comportamento della levetta, il ritardo di anello τ può essere stimato andando a stimare la

pendenza della risposta in fase lontano dalle risonanze. Lo script per effettuare tale operazione è riportato in seguito.

```
% function to estimate the loop delay "tau" from cantilever frequency
% response (only phase)
% Inputs:   - f_test = frequency probed for frequency response (must be far
%             from resonances!) in Hz
%           - phase = measured phase in radians
% Outputs:  - tau = loop delay estimate
%           - phi_0 = phase offset
%           - res = residual on fitting

function [tau, phi_0, res] = est_tau(f_test,phase)
    P=polyfit(f_test*2*pi,phase,1);% fit first-order polynomial to data
    phase_est = P(1)*f_test*2*pi+P(2); % phase estimate
    tau = P(1); % the delay is the slope of the phase (phase = omega*tau)
    phi_0 = P(2); % phase offset
    res = norm(phase-phase_est); % estimate fitting error
    figure % plot experimental data vs fitted data
    plot(f_test,phase,f_test,phase_est,'--')
    legend('exp phase','fit phase')
    xlabel('f [Hz]')
    ylabel('phase [rad]')
    grid on
end
```

Una volta noti tutti questi parametri, e conoscendo il valore della resistenza introdotta dai potenziometri nel phase shifter, la frequenza di auto-oscillazione può essere stimata trovando la frequenza per cui la (2) è soddisfatta. Dato che il segno della retroazione non è noto sperimentalmente, tale script riporta le frequenze di auto-oscillazione sia per feedback positivi che per feedback negativi

```
% function to find self-oscillation frequency from cantilever frequency
% response
% Inputs:   - re = real part of frequency response
%           - im = imaginary part of frequency response
%           - w_test = frequency probed for frequency response
% Outputs:  - f_pos = self-oscillation frequency with max real part
%           - f_neg = self-oscillation frequency with min real part

function [f_pos,f_neg] = f_auto(re,im,w_test)
    ind_cross = [];
    for i=2:length(im) % find all the crossing with real axis
        if (im(i-1)>0 && (im(i)<=0)) || (im(i-1)<0 && (im(i)>=0))
            ind_cross = [ind_cross i];
        end
    end
    plot(re(ind_cross),im(ind_cross),'r+') % plot crossings
    re_cross = re(ind_cross); % select real part at crossings
    w_cross = w_test(ind_cross); % select frequency at crossings
    [~,ind_max] = max(re_cross); % find the crossing with largest real part
    [~,ind_min] = min(re_cross); % find crossing with smallest real part
    f_pos = w_cross(ind_max)/2/pi;
    f_neg = w_cross(ind_min)/2/pi;
end
```

5. Conclusioni e sviluppi futuri

L'attività svolta presso l'Istituto dei Sistemi complessi ha consentito una buona caratterizzazione del comportamento dinamico di microcantilever immersi in liquidi viscosi e, al tempo stesso, una preliminare validazione delle predizioni ottenute con il modello sviluppato durante l'attività STM2015. I miglioramenti introdotti nel setup sperimentale, in particolare il nuovo supporto per la levetta, il nuovo controller e il nuovo phase shifter, hanno permesso di indagare la dipendenza della frequenza di auto-oscillazione dal ritardo introdotto dall'anello di auto-oscillazione. Inoltre, la possibilità di misurare lo sfasamento tra l'eccitazione fornita al dither piezo ed il segnale di deflessione ha permesso di stimare il ritardo di propagazione dell'onda acustica, un parametro di cui non era mai stato possibile ottenere una buona stima con il setup precedente.

Tutte le prove effettuate in tre fluidi diversi con quattro levette diverse hanno evidenziato la presenza di salti in frequenza al variare dello sfasamento introdotto dal phase shifter. Si ipotizza che tale fenomeno possa essere utilizzato per sviluppare sensori "a soglia" di viscosità in cui il ritardo viene regolato così che tale salto in frequenza si verifichi ad un preciso valore di viscosità di interesse.

Sono state anche individuate le seguenti aree interessanti su cui si propone di continuare la collaborazione:

- miglioramento del setup sperimentale per ridurre ulteriormente la presenza di picchi spuri nella risposta in frequenza di microcantilever eccitati acusticamente e operanti in fluido. Tale attività richiede una completa ri-progettazione del supporto della levetta e del contenitore porta-liquido per massimizzare la trasmissione dell'onda acustica dal dither piezo al cantilever e, al tempo stesso, minimizzare le risonanze meccaniche del sistema complessivo.
- implementazione del circuito di autotapping in hardware, programmando opportunamente il controller R9. Ciò permetterebbe di evitare l'utilizzo di circuiti di autoeccitazione analogici e quindi di aver un miglior controllo dei parametri (in particolare saturazione e ritardo di anello).
- indagine teorica e sperimentale del fenomeno di isteresi osservato nei casi in cui più modi di oscillazione (o diversi picchi spuri di risonanza) possono essere innescati.
- analisi del comportamento del sensore al variare della densità del fluido circostante. Tale attività prevede l'utilizzo di una camera stagna situata intorno al microcantilever ed in cui è possibile pompare gas a diverse pressioni/densità.
- miglioramento del modello tramite l'utilizzo di una migliore formulazione per le forze inerziali e viscosi esercitate dal fluido sul sensore. A tal fine si propone l'utilizzo della funzione idrodinamica di Sader [9] al posto della trattazione semplificata utilizzata sia durante STM2015 che durante l'attività descritta in questa relazione.

- Indagine sulla possibilità di utilizzare un circuito in grado di regolare la fase tra eccitazione e deflessione ad un dato valore (tipicamente 90 gradi), in modo che l'oscillazione auto-sostenuta segua automaticamente lo shift in frequenza introdotto dalle forze inerziali esercitate dal fluido sulla sonda. La realizzazione di tale circuito permetterebbe di ottenere maggiore sensibilità alle variazioni di viscosità con un rapporto segnale-rumore significativamente più elevato di quello ottenibile tramite sweep in frequenza con eccitazione esterna.

Inoltre, la visita presso l'Istituto dei Sistemi Complessi ha anche permesso al Dr Paoletti di tenere un seminario sulla sua attività di ricerca in modo da aprire le porte ad altre collaborazioni con i membri di tale istituto. Potenziali aree di interesse reciproco sono riguardo alla dinamica di sistemi multiagente su reti, collegamento tra robotica e fenomeni fisici quali crowded diffusion e modellazione di sistemi biologici o bio-ispirati. La possibilità di sviluppare collaborazioni in tali aree sarà esplorata in futuro.

6. Riferimenti bibliografici

- [1] B.Tiribilli and P.Paoletti, Relazione scientifica STM2015 “Viscosity detection by using self-sustained oscillation of a nanomechanical resonator”, 2015.
- [2] A.Maali *et al.*, “Improved acoustic excitation of atomic force microscope cantilevers in liquids”, *Applied Physics Letters* 88 (2006): 163504.
- [3] C.Carrasco *et al.*, “Cutting down the forest of peaks in acoustic dynamic atomic force microscopy in liquid”, *Review of Scientific Instruments* 79 (2008): 126106.
- [4] H.Asakawa and T.Fukuma, “Spurious-free cantilever excitation in liquid by piezoactuator with flexure drive mechanism”, *Review of Scientific Instruments* 80 (2009): 103703.
- [5] M.Basso *et al.*, “Modelling and analysis of autonomous micro-cantilever oscillations”, *Nanotechnology* 19 (2008): 475501.
- [6] D.Kiracofe, A.Raman and D.Yablon, “Multiple regimes of operation in bimodal AFM: understanding the energy of cantilever eigenmodes”, *Beilstein Journal of Nanotechnology* 4 (2013): 385–393.
- [7] H.K.Khalil, *Nonlinear Systems*, Prentice Hall (third edition), 2002.
- [8] N-S.Cheng. “Formula for the viscosity of a glycerol-water mixture”, *Industrial & engineering chemistry research* 47.9 (2008): 3285-3288.
http://www.met.reading.ac.uk/~sws04cdw/viscosity_calc.html
- [9] J.E.Sader, “Frequency response of cantilever beams immersed in viscous fluids with applications to the atomic force microscope”, *Journal of Applied Physics* 84 (1998): 64-76.

7. Appendice A Script Matlab per il fitting del modello in base ai dati sperimentali

```
% function to fit frequency response using 1 or 2 modes of oscillations
% Inputs:   - f_exp = array with frequencies from frequency sweep
%           - A_exp = array with amplitudes from frequency sweep
%           - n = number of modes to consider (1 or 2)
%           - init = initial values for fitting parameters (wn1,Q1,A1,wn2,Q2,A2)
% Outputs:  - wn1_exp = best value for natural frequency fn1
%           - Q1_exp = best value for Q1
%           - A1_exp = amplitude for first mode
%           - wn2_exp = best value for natural frequency fn2
%           - Q2_exp = best value for Q2
%           - A2_exp = amplitude for second mode
%           - A_model = amplitude response predicted by fitted model
%           - residual = residual from optimization
function [wn1_exp, Q1_exp, A1_exp, wn2_exp, Q2_exp, A2_exp, A_model, residual] =
FitFreqResp_2modes(f_exp,A_exp,n,init)
    w_exp = 2*pi*f_exp;
    options = optimset('TolFun',1e-10,'MaxFunEvals',5000,'MaxIter',5000);
    if n==1 % if only one mode is considered
        if length(init)==3 % check that the number of initial conditions is
correct
            % find optimal parameters
            [param_opt, residual] =
lsqnonlin(@(param)errOneMode(param,w_exp,A_exp),init,[],[],options);
            wn1_exp = param_opt(1); % retrieve optimal parameters
            Q1_exp = param_opt(2);
            A1_exp = param_opt(3);
            wn2_exp = NaN;
            Q2_exp = NaN;
            A2_exp = NaN;
            % predicted amplitude response
            A_model = A1_exp./sqrt((wn1_exp^2-w_exp.^2).^2+
(wn1_exp*w_exp/Q1_exp).^2);
        else
            error('initialization error for n=1')
        end
    elseif n==2 % if two modes are considered
        if length(init)==6 % check that the number of initial conditions is
correct
            % find optimal parameters
            [param_opt, residual] =
lsqnonlin(@(param)errTwoModes(param,w_exp,A_exp),init,[],[],options);
            wn1_exp = param_opt(1); % retrieve optimal parameters
            Q1_exp = param_opt(2);
            A1_exp = param_opt(3);
            wn2_exp = param_opt(4);
            Q2_exp = param_opt(5);
            A2_exp = param_opt(6);
            % predicted amplitude response
            A_model = A1_exp./sqrt((wn1_exp^2-w_exp.^2).^2+
(wn1_exp*w_exp/Q1_exp).^2)+A2_exp./sqrt((wn2_exp^2-w_exp.^2).^2+
(wn2_exp*w_exp/Q2_exp).^2);
        else
            error('initialization error for n=2')
        end
    else
        error('Error: "n" must be 1 or 2')
    end
    % plot comparison between predicted and measured amplitude response
    figure
```

```

    plot(f_exp/1000,A_exp,f_exp/1000,A_model);
    xlabel('f [kHz]');
    ylabel('A [a.u.]');
    grid on
    legend('experimental data','fitted model')
end

% function to calculate fitting residual for model with only 1 mode of vibration
function [res_out] = errOneMode(param,w_exp,A_exp)
    wn1_test = param(1); % retrieve parameter values
    Q1_test = param(2);
    A1_test = param(3);

    % predicted amplitude response
    A_test = A1_test./sqrt((wn1_test^2-w_exp.^2).^2+
(wn1_test*w_exp/Q1_test).^2);

    res_out = A_test-A_exp; % fitting residual
    res_out = res_out/max(A_exp); % normalize residual to compensate for small
values of data
end

% function to calculate fitting residual for model with 2 modes of vibration
function [res_out] = errTwoModes(param,w_exp,A_exp)
    wn1_test = param(1); % retrieve parameter values
    Q1_test = param(2);
    A1_test = param(3);
    wn2_test = param(4);
    Q2_test = param(5);
    A2_test = param(6);

    % predicted amplitude response
    A_test = A1_test./sqrt((wn1_test^2-w_exp.^2).^2+
(wn1_test*w_exp/Q1_test).^2)+A2_test./sqrt((wn2_test^2-w_exp.^2).^2+
(wn2_test*w_exp/Q2_test).^2);

    res_out = A_test-A_exp; % fitting residual
    res_out = res_out/max(A_exp); % normalize residual to compensate for small
values of data
end

```



AVVISO DI SEMINARIO



Martedì 12 luglio 2016 ore 11:00

aula 1 edificio F area CNR via Madonna del Piano 10 Sesto F.no Firenze

Dr Paolo Paoletti
School of Engineering, University of Liverpool

terrà il seminario:

New opportunities at the boundary between dynamics, control and bio-physics: a personal perspective

Abstract

Natural systems, and especially biological ones, often display performances that are well beyond the corresponding state-of-the-art artificial counterparts. We can then take inspiration from biology and physics to devise novel design principles for a new generation of artificial systems, with applications in sensing, robotics and multiagent dynamics.

In the first part of the talk I will provide an overview of the research activity carried out in my lab, including a new class of sensors for imaging and sensing at the nanoscale, models to understand animal behaviours, and a class of artificial bio-inspired graspers. These examples will be used to illustrate how a better understanding of biological systems can be exploited to advance current robotics and assistive devices design. In the second part of the talk I will introduce the problem of coordination of large teams of robots, and discuss how physics and biology can once again provide useful insights to tackle this challenge. Finally, some open problems at the interface of robotics, physics and biology will be introduced.



Paolo Paoletti is a Lecturer at the School of Engineering at the University of Liverpool (UK). He graduated in Automation Engineering (2006) and obtained a PhD in Nonlinear Dynamics and Complex Systems (2010) from the University of Florence, Italy. Later, he worked as research assistant at the Institute for Complex Systems, National Research Council in Italy. In 2010 he moved to the School of Engineering and Applied Science, Harvard University (USA) as postdoctoral fellow. In 2012 he joined the University of Liverpool and in 2014 he was awarded the "Rising Star" award from the UK Engineering and Physical Sciences Research Council. Dr Paoletti's research interests lie in nonlinear dynamics and control, with a special focus on problems that sit at the boundary between different traditional disciplines such as biology, robotics, computer science, mathematics and physics. He is particularly interested in developing techniques to combine robustness with optimality

in control strategies for nonlinear dynamical systems. Robotics and bio-inspired systems provide the main inspiration for this work, but he is interested in developing general analytical and numerical techniques.