



ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ
ΣΧΟΛΗ ΕΦΑΡΜΟΣΜΕΝΩΝ ΜΑΘΗΜΑΤΙΚΩΝ
& ΦΥΣΙΚΩΝ ΕΠΙΣΤΗΜΩΝ

ΔΙΑΤΜΗΜΑΤΙΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ ΜΕΤΑΠΤΥΧΙΑΚΩΝ ΣΠΟΥΔΩΝ
“ΜΙΚΡΟΣΥΣΤΗΜΑΤΑ ΚΑΙ ΝΑΝΟΔΙΑΤΑΞΕΙΣ”

Διπλωματική Εργασία

Μελέτη του πεδίου ροής υγρών χαμηλής επιφανειακής
τάσης σε υπερυδρόφοβα και υπερυδρόφιλα μικροκανάλια

Πάσσος Ανδρέας

ΕΠΙΒΛΕΠΟΝΤΕΣ:

Μαθιουλάκης Σ. Δημήτριος, Καθηγητής Ε.Μ.Π.

Γογγολίδης Ευάγγελος, Ερευνητής Α΄, Ε.Κ.Ε.Φ.Ε. «Δημόκριτος»

ΑΘΗΝΑ
ΣΕΠΤΕΜΒΡΙΟΣ 2014

ΠΕΡΙΛΗΨΗ

Η διπλωματική αυτή αποσκοπεί στη μελέτη του πεδίου ροής σε υπερυδροφόβα και υπερυδροφιλά μικροκανάλια με τραχύτητα σε τρία τοιχώματα. Τα μικροκανάλια αποτελούνται από πολυμερικό υπόστρωμα PMMA και κατασκευάζονται με εν θερμώ σφράγιση (hot embossing) αποτυπώνοντας τη μορφή μιας σφραγίδας (master) πάνω στο υπόστρωμα. Έχουν διατομή τραπεζοειδή ώστε να ευνοείται η δημιουργία τραχύτητας στα τρία τοιχώματα με ανισοτροπική εγχάραξη πλάσματος οξυγόνου. Μελετώνται οι ιδιότητες της επιφάνειας των μικροκαναλιών (μορφολογία και αντοχή στην εμβάπτιση σε υγρά) και επιλέγονται τα πλέον κατάλληλα για την κατασκευή υπερυδροφιλων και υπερυδροφοβων μικροκαναλιών. Τα τοιχώματα υδροφοβοποιούνται με εναπόθεση TEFLON ή PFOTS ώστε να δημιουργήσουν υπερυδροφόβα μικροκανάλια ή παραμένουν ως έχουν για τη δημιουργία υπερυδροφιλων καναλιών. Η μέτρηση του πεδίου των ταχυτήτων πραγματοποιείται με την μη παρεμβατική τεχνική μ-PIV για διαφορετικά βάθη. Τα υγρά που χρησιμοποιούνται είναι το νερό και διαλύματα ισοπροπανόλης περιεκτικότητας 2% και 5% κατ'όγκο, αντίστοιχα. Η παροχή είναι σταθερή (5μl/min) και η ροή στρωτή με αριθμό $Re=0.6$.

ΘΕΜΑΤΙΚΗ ΠΕΡΙΟΧΗ: Μικρορευστομηχανική, Κατασκευή Πολυμερικών Μικρορευστομηχανικών διατάξεων, Εγχάραξη με πλάσμα οξυγόνου, Μετρήσεις Κατανομών Ταχύτητας σε Μικρορευστομηχανικές διατάξεις με τη μέθοδο micro-P.I.V.

ΛΕΞΕΙΣ ΚΛΕΙΔΙΑ: Πλάσμα, Μικροκανάλια, Υπερυδροφοβικότητα, Υπερυδροφιλικότητα, Μικρορευστομηχανικές Διατάξεις, micro P.I.V.

ABSTRACT

In the present thesis, the velocity field in superhydrophobic and superhydrophilic microchannels with three rough nanotextured walls is studied. The microchannels are fabricated on PMMA substrates with hot embossing. A master imprints a trapezoidal shaped microchannel, which favors the formation of roughness as a result of anisotropic oxygen plasma etching. Deposition of TEFLON or PFOTS turns the channel walls to superhydrophobic. The properties of the microchannel surfaces (morphology and resistance to immersion in liquids) are examined and best surfaces are chosen for the velocity measurements in the microchannel. The velocity field within the microchannels with a depth of 130 microns is measured at different depths employing the micro PIV technique. Three different liquids are examined, namely deionized water and two solutions of isopropanol, 2% and 5% concentration per volume, correspondingly, to create liquids of smaller surface tension. The flow rate is constant (5 μ l/min) and the Reynolds number equal to 0.6.

SUBJECT AREA: Microfluidics, Polymer Microfluidics, Etching with Oxygen Plasma, Velocity Flow field Measurements in Microchannels using micro P.I.V.

KEYWORDS: Plasma Etching, Superhydrophobicity, Fluid Dynamics, Rough Microchannel, micro-P.I.V.

Ευχαριστίες

Η παρούσα διπλωματική εργασία πραγματοποιήθηκε στο εργαστήριο Αεροδυναμικής της Σχολής Μηχανολόγων Μηχανικών του Εθνικού Μετσοβίου Πολυτεχνείου σε συνεργασία με το Ινστιτούτο Μικροηλεκτρονικής του Ε.Κ.Ε.Φ.Ε Δημόκριτος κατά το χρονικό διάστημα Σεπτ. 2013 έως Σεπτ. 2014, στο πλαίσιο του Διατμηματικού Προγράμματος Μεταπτυχιακών Σπουδών «Μικροσυστήματα και Νανοδιατάξεις» που συντονίζει η σχολή των Εφαρμοσμένων Μαθηματικών και Φυσικών Επιστημών του ΕΜΠ.

Θα ήθελα να εκφράσω τις πιο θερμές μου ευχαριστίες σε όσους συνετέλεσαν στην υλοποίησή της διατριβής, αρχίζοντας από το Δρ. Δημ. Μαθιουλάκη, Καθηγητή της σχολής των Μηχανολόγων Μηχανικών του ΕΜΠ, όχι μόνο για την γεμάτη εμπειρία επιστημονική του συμβολή, αλλά και για την εξαιρετική συνεργασία που είχαμε σε όλα τα επίπεδα, καθώς μου δίδαξε όλες τις αρετές που πρέπει να έχει ένας ερευνητής και όχι μόνο! Στη συνέχεια θα ήθελα να ευχαριστήσω θερμά τον επιβλέποντά μου στον Δημόκριτο Δρ. Ευαγ. Γογγολίδη ερευνητή Α΄ του Ινστιτούτου Μικροηλεκτρονικής επικεφαλής της ερευνητικής ομάδας του εργαστηρίου πλάσματος που με την αστείρευτη γνώση του διαφώτιζε με ακρίβεια όλες τις άγνωστες πτυχές των ευρημάτων της εργασίας. Επίσης θα ήθελα να ευχαριστήσω την Δρ. Αγγ. Τσερέπη ερευνητή Α΄ του Ινστιτούτου Μικροηλεκτρονικής που με τη εξαίρετή της διαίσθηση μου έδωσε πολύτιμες συμβουλές και εύστοχες παρατηρήσεις που με βοήθησαν σε όλη τη διάρκεια της εκπόνησης της εργασίας μου. Θα ήθελα να ευχαριστήσω και τους τρεις για τις σπουδαίες εμπειρίες που μου προσέφεραν και που με άφησαν να δω έστω λίγο πως λειτουργεί ένας επιστήμονας!

Επίσης, θα ήθελα να ευχαριστήσω τον υποψήφιο διδάκτορα Κοσμά Έλληνα για όλη τη στήριξη που μου προσέφερε και τον χρόνο που αφιέρωσε. Θερμά ευχαριστώ και σε όλα τα υπόλοιπα παιδιά της ομάδας που με υποδεχτήκαν με τον καλύτερο τρόπο και ήταν πάντα εκεί για εμένα για ότι χρειαζόμουν. Γιώργο, Κατερίνα, Άγγελε, Αθηνά και Θάνο σας ευχαριστώ πολύ! Ακόμα, ευχαριστώ τον Δρ. Γ. Κόκκορη που με βοήθησε στο κομμάτι των προσομοιώσεων για να έχω μια καλύτερη διαίσθηση του πειράματος, όπως και τον υποψήφιο διδάκτορα Παναγιώτη Καπίρη που οι τεχνικές του γνώσεις ξεπερνούσαν την όποια βλάβη μας συνέβει στο εργαστήριο αεροδυναμικής!

Επίσης, θα ήθελα να ευχαριστήσω όλους τους τεχνικούς του καθαρού χώρου του Δημοκρίτου γιατί πέρα απ' ότι χωρίς αυτούς θα ήταν αδύνατη η όποια προσέγγιση του αντικείμενου, ήταν άψογοι επαγγελματίες και πολύ καλοί άνθρωποι. Έφη, Χριστίνα και Χριστίνα σας ευχαριστώ!

Τέλος και σημαντικότερο, εκφράζω τις πιο θερμές μου ευχαριστίες στους γονείς μου για την αμέριστη στήριξη που μου έχουν προσφέρει όλα αυτά τα χρόνια, δίνοντας μου τη δυνατότητα να αφοσιωθώ απερίσπαστος και με όλη μου την ενέργεια στις σπουδές μου.

Ανδρέας Πάσσοσ

Περιεχόμενα

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 1 – ΕΙΣΑΓΩΓΗ – ΣΚΟΠΟΣ – ΔΟΜΗ ΤΗΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ.....	9
Εισαγωγή.....	9
Σκοπός της Εργασίας.....	9
Δομή της εργασίας.....	9
ΚΕΦΑΛΑΙΟ 2 – ΕΙΣΑΓΩΓΗ ΣΤΙΣ ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΕΝΝΟΙΕΣ ΤΩΝ ΠΕΔΙΩΝ ΤΗΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ – ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΚΗ ΕΠΙΣΚΟΠΗΣΗ	10
2.1 Φυσική των υπερυδροφόβων – υπερυδρόφιλων επιφανειών.....	10
Επιφανειακή τάση	10
Γωνία επαφής	11
Γωνία Υστέρησης.....	12
Υδροφιλικότητα – υδροφοβικότητα.....	14
Διαβροχή επιφανειών.....	15
Το μοντέλο Wenzel	16
Το μοντέλο Cassie – Baxter	17
2.2 Μικρορευστονική (Microfluidics)	18
Ολίσθηση – μη ολίσθηση.....	18
Ολίσθηση και μη ολίσθηση σε μικροροές.....	20
Παράγοντες που επηρεάζουν την ολίσθηση.....	21
2.3 Βιβλιογραφική Επισκόπηση.....	21
ΚΕΦΑΛΑΙΟ 3 – ΔΙΕΡΓΑΣΙΕΣ ΚΑΤΑΣΚΕΥΗΣ ΤΩΝ ΜΙΚΡΟΚΑΝΑΛΙΩΝ	29
3.1 Εισαγωγή.....	29
3.2 Τεχνικές Παρασκευής των Μικροκαναλιών	29
3.3 Προετοιμασία της μάσκας εγχάραξης με λιθογραφία για τη παρασκευή σφραγίδας.....	30
3.4 Υγρή Ανισοτροπική Εγχάραξη Πυριτίου με KOH	32
3.5 Προετοιμασία Πολυμερικού Υποστρώματος	34
3.6 Εν Θερμώ Σφράγιση (Hot Embossing)	35
3.7 Σφράγιση μικροκαναλιών.....	37
ΚΕΦΑΛΑΙΟ 4 – ΤΡΟΠΟΠΟΙΗΣΗ ΤΩΝ ΤΟΙΧΩΜΑΤΩΝ ΤΩΝ ΜΙΚΡΟΚΑΝΑΛΙΩΝ	40
4.1 Εισαγωγή.....	40
4.2 Τροποποίηση Επιφανειών σε Δείγματα PMMA.....	40
Εγχάραξη των δειγμάτων με πλάσμα οξυγόνου	42
Σταθεροποίηση των δειγμάτων.....	46

Έλεγχος αντοχής των δειγμάτων	48
Παρατηρήσεις κατά τη Τροποποίηση των Επιφανειών των Δειγμάτων.....	53
4.3 Επιλογή των Ρευστών για τη Μέτρηση του Πεδίου Ροής	54
4.4 Εναπόθεση υπερυδροφόβων Υμενίων	54
Εναπόθεση TEFLON	55
Εναπόθεση PFOTS.....	55
4.5 Μέτρηση Γωνιών Επαφής και Υστέρηση των Επιφανειών.....	56
4.6 Συμπεράσματα – Επιλογή Υπερυδροφόβης Επιφάνειας	58
4.7 Τροποποίηση των Επιφανειών στα Τοιχώματα των Μικροκαναλιών	58
ΚΕΦΑΛΑΙΟ 5 – ΜΕΤΡΗΣΗ ΤΟΥ ΠΕΔΙΟΥ ΡΟΗΣ ΣΤΑ ΜΙΚΡΟΚΑΝΑΛΙΑ – ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑ ΤΩΝ ΜΕΤΡΗΣΕΩΝ	
.....	62
5.1 Εισαγωγή.....	62
5.2 Οι τεχνικές P.I.V και micro-P.I.V (Particle Image Velocimetry).....	62
5.3 Η αρχή λειτουργίας της διάταξης μPIV.....	64
5.4 Περιγραφή της Πειραματικής Διάταξης	66
5.5 Αναλυτική Περιγραφή των Επιμέρους Στοιχείων.....	68
Παραδοχές και παράμετροι της ροής.....	68
Φθορίζοντα Σωματίδια (Fluorescent microparticles).....	70
Βάθος πεδίου	72
Βάθος μέτρησης ή συσχέτισης (Measurement or Correlation Depth).....	72
Θόρυβος.....	73
5.6 Προβλήματα που παρουσιάστηκαν κατά την διεξαγωγή των πειραμάτων	73
Προσδιορισμός της θέσης της μικρής βάσης	73
Ακριβής προσδιορισμός της γεωμετρίας του μικροκαναλιού	74
Αστοχίες λόγω του βάθους συσχέτισης	74
5.7 Επεξεργασία των Μετρήσεων	75
ΚΕΦΑΛΑΙΟ 6 – ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ – ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ	78
6.1 Εισαγωγή.....	78
6.2 Στατιστικό Υπόβαθρο των Αποτελεσμάτων.....	78
6.3 Ανάλυση αποτελεσμάτων.....	81
Συγκριση υπερυδροφίλων και υπερυδροφόβων μικροκαναλιών για το νερό	81
Σύγκριση υπερυδροφόβου μικροκαναλιού με στρώμα αέρα και χωρίς αέρα	85
Σύγκριση υπερυδροφόβου μικροκαναλιού για διαφορετικά υγρά.....	88
6.4 Συμπεράσματα.....	89

Σύγκριση υπερυδροφίλων και υπερυδρόφοβων μικροκαναλιών για το νερό	90
Σύγκριση υπερυδρόφοβου μικροκαναλιού με στρώμα αέρα και χωρίς αέρα	90
Σύγκριση υπερυδρόφοβου μικροκαναλιού για διαφορετικά υγρά.....	91
Γενικά Συμπεράσματα	91
ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ Α΄ – ΑΝΑΛΥΣΗ ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΩΝ ΣΥΣΚΕΥΩΝ	92
Αντιδραστήρας πλάσματος RIE.....	92
Αντιδραστήρας πλάσματος ICP	94
Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης (Scanning Electron Microscopy - SEM).....	95
Σύστημα μέτρησης της γωνίας επαφής.....	98
ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ Β΄ – ΚΩΔΙΚΑΣ FORTRAN.....	100
ΑΝΑΦΟΡΕΣ.....	108

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 1 – ΕΙΣΑΓΩΓΗ – ΣΚΟΠΟΣ – ΔΟΜΗ ΤΗΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

Εισαγωγή

Στη παρούσα εργασία θα αναλυθούν πολλές διαφορετικές πτυχές και έννοιες που αφορούν τη φυσική μικρών διαστάσεων. Με αφορμή τη μελέτη του πεδίου ταχυτήτων μέσα σε μικροκαναλία, αναλύονται διαφορετικές μεταξύ τους οπτικές γωνίες που παντρεύονται παρέχοντας μυστηριώδη συμπεράσματα και συναρπαστικές σκέψεις. Πιο συγκεκριμένα, η φυσική και η τεχνολογία της νανοϋφανσης των επιφανειών, συνδυάζεται με την ρευστομηχανική πολύ μικρών διαστάσεων εξιχνιάζοντας τις άγνωστες πτυχές της και δημιουργώντας εκ νέου κρίσιμα ερωτήματα που αποδεικνύουν την αδιάκοπη προσπάθεια του ανθρώπου να προσομοιάσει και να καταλάβει την φύση. Το μόνο σίγουρο είναι ότι ο άνθρωπος δεν θα σταματήσει να συναρπάζεται από το άγνωστο, πόσο μάλλον όταν αυτό προκύπτει μέσα στα ίδια του τα μάτια. Σημαντικό για τον αναγνώστη είναι να δώσει έμφαση στο ταξίδι και όχι στον προορισμό καθώς οποιαδήποτε μάχη με τη φύση θα πρέπει να μας αφήνει γοητευμένους ακόμα και με αποτέλεσμα την ισοπαλία!

Σκοπός της Εργασίας

Σκοπός της εργασίας είναι σε πρώτο επίπεδο η περαιτέρω κατανόηση της συμπεριφοράς των ρευστών κατά τη ροή τους σε μικροκανάλια μέσα από τη σκοπιά των κατάλληλα τροποποιημένων, με νανοδόμηση, τοιχωμάτων τους. Οι ιδιότητες που προσδίδονται στα τοιχώματά τους, είναι η υπερυδροφοβικότητα και η υπερυδροφιλικότητα, δηλαδή, δύο ακραίες εκφράσεις της διαβροχής των επιφανειών. Η μελέτη αυτή μπορεί να δώσει χρήσιμα συμπεράσματα για παρούσες αλλά και μελλοντικές εφαρμογές σε μικρορευστονικά συστήματα και γενικότερα σε lab-on-a-chip τεχνολογίες.

Δομή της εργασίας

Η δομή αυτής της εργασίας, στηρίζεται στη χρονική εξέλιξη των διαδικασιών κατά την εκπόνησή της. Ο τίτλος της είναι μελέτη του πεδίου ροής σε υπερυδροφόβα και υπερυδρόφιλα μικροκανάλια. Αρχικά λοιπόν πρέπει να κατασκευαστούν τα μικροκανάλια, στη συνέχεια να τροποποιηθεί η επιφάνειά τους και τέλος να γίνει η μελέτη – μέτρηση του πεδίου ροής τους. Επομένως, μπορεί να χωριστεί σε τρία βασικά τμήματα, την κατασκευή των μικροκαναλιών, τη τροποποίηση των επιφανειών και τη μέτρηση του πεδίου ροής. Τα κύρια αυτά κομμάτια, συνοδεύονται από μία σύντομη εισαγωγή στις θεωρητικές έννοιες που καταπιάνεται η εργασία καθώς και το σημαντικότερο κομμάτι των αποτελεσμάτων και η ανάλυσή τους. Παράλληλα, γίνεται και μία βιβλιογραφική επισκόπηση για αντίστοιχες άλλες διαδικασίες που έχουν πραγματοποιηθεί για τη κατασκευή μικροκαναλιών και όχι μόνο.

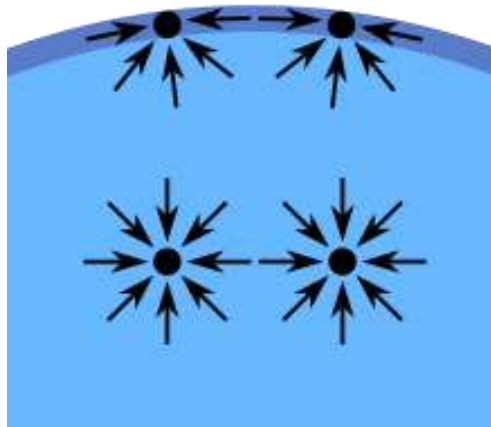
ΚΕΦΑΛΑΙΟ 2 – ΕΙΣΑΓΩΓΗ ΣΤΙΣ ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΕΝΝΟΙΕΣ ΤΩΝ ΠΕΔΙΩΝ ΤΗΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ – ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΚΗ ΕΠΙΣΚΟΠΗΣΗ

2.1 Φυσική των υπερυδρόφοβων – υπερυδρόφιλων επιφανειών

Επιφανειακή τάση

Η επιφανειακή τάση - γ - είναι η δύναμη που ασκείται μεταξύ των μορίων της επιφάνειας ενός υγρού που αντιστέκεται σε οποιαδήποτε εξωτερική δύναμη. Οι μονάδες μέτρησης της, είναι δύναμη ανά μονάδα μήκους (N/m) ή ενέργεια ανά μονάδα επιφάνειας (J/m^2).

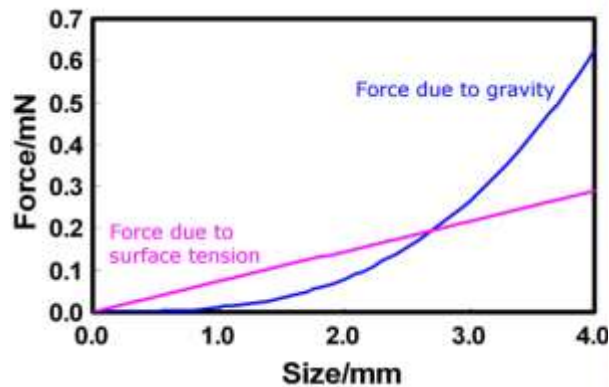
Σε μικροσκοπική κλίμακα, ερμηνεύεται ως εξής: στην επιφάνεια ενός υγρού, τα μόρια έχουν λιγότερα γειτονικά μόρια από ότι εκείνα στο εσωτερικό του. Η διαφορά αυτή στην ενέργεια αλληλεπίδρασης εκδηλώνεται ως επιφανειακή τάση, μια δύναμη που δρα για τη μείωση της επιφάνειας ενός ελεύθερου υγρού. Έτσι λοιπόν, το υγρό επιλέγει το σχήμα όπου θα του αποφέρει την ελαχιστοποίηση της ενεργειακής του κατάστασης άρα και την επιφάνεια με το μικρότερο εμβαδόν, που είναι η σφαιρική επιφάνεια. Ένα σταγονίδιο υγρού τείνει προς αυτό το σχήμα. Ωστόσο, το σχήμα των περισσότερων σταγονιδίων στη φύση δεν είναι απόλυτα σφαιρικό. Αυτό οφείλεται στη αλληλεπίδραση της επιφάνειας τους με άλλες επιφάνειες ή δυνάμεις όπως η βαρύτητα.[1, 2]



Εικόνα 2.1: Τα μόρια της επιφάνειας αλληλεπιδρούν με λιγότερα γειτονικά από αυτά στο εσωτερικό

Επίσης, παρατηρείται ότι, η επιφανειακή τάση συγκρινοντας τη με δυνάμεις όπως η βαρύτητα, αποκτά δεσπόζουσα θέση όσο μικραίνουν τα μεγέθη. Οι δυνάμεις της επιφανειακής τάσης εξαρτώνται από το μήκος, R , ενώ οι βαρυτικές δυνάμεις ($F_g = m \cdot g$) εξαρτώνται από τη μάζα της σταγόνας, ($m = \rho \cdot V$) δηλαδή, από το μήκος στον κύβο, $V = R^3$, και τη πυκνότητα του υγρού, ρ . Ο λόγος της βαρύτητας με τις δυνάμεις της επιφανειακής τάσης για ένα σταγονίδιο είναι $\rho g R^3 / \gamma R \sim R^2$ (όπου g η επιτάχυνση της βαρύτητας). Για κλίμακες όπου το R είναι μεγάλο, η επιφανειακή δύναμη είναι αμελητέα, αλλά για μικρά R , η επιφανειακή τάση παίζει κυρίαρχο ρόλο. Για παράδειγμα, για το νερό στη Γη, όπως φαίνεται και στο διάγραμμα της εικόνας, η γραφική

παράσταση της επιφανειακής τάσης, τέμνεται με αυτή της βαρύτητας στο μήκος 2,73mm το οποίο και είναι το τριχοειδές μήκος για το νερό $\kappa^{-1} = (\gamma / \rho g)^{1/2}$. [1]



Εικόνα 2.2: Γραφική παράσταση της έντασης της δύναμης της βαρύτητας και της επιφανειακής τάσης (mN) σε σχέση με το μέγεθος (mm), για το νερό. [1]

Η μετάβαση αυτή από την κυριαρχη συμπεριφορά της βαρύτητας στην επιφανειακή τάση φαίνεται και σε απλά πειράματα όπως αυτό με τον συνδετήρα που αφήνοντάς τον στην ελεύθερη επιφάνεια νερού παραμένει εκεί χωρίς να βυθιστεί. Επίσης, φυσικό παράδειγμα αποτελούν τα μικρά έντομα που μπορούν να κινούνται στην επιφάνεια μιας λίμνης. Όλα αυτά σχετίζονται με την επιφανειακή τάση σε συνδυασμό με την κλίμακα μεγέθους.



(α)

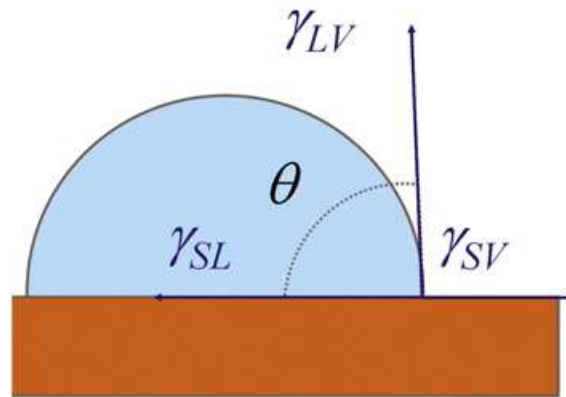


(β)

Εικόνα 2.3: (α) Τα μικρά έντομα δεν βυθίζονται καθώς εκμεταλλεύονται την επιφανειακή τάση για να ισορροπούν στην επιφάνεια του νερού (β) ένας μικρός συνδετήρας παραμένει στην επιφάνεια του νερού λόγω της επιφανειακής τάσης.

Γωνία επαφής

Έστω μια σταγόνα υγρού που ηρεμεί πάνω σε μια επίπεδη και οριζόντια στερεή επιφάνεια. Η γωνία επαφής θ του υγρού με τη στερεή επιφάνεια προσδιορίζεται με βάση τις τρεις επιφανειακές τάσεις δηλαδή του υγρού-στερεού (*liquid(l) – solid(s)*) και η υγρού-αερίου (*liquid(l) – vapor(v)*) και στερεού – αερίου (*solid-vapor*).



Εικόνα 2.4: Εδώ φαίνονται οι επιφανειακές τάσεις, μεταξύ των τριών επιφανειών καθώς και η γωνία επαφής της σταγόνας που ηρεμεί πάνω σε οριζόντια επιφάνεια στερεού.

Η εξίσωση που συνδέει τις τρεις επιφανειακές τάσεις με την γωνία επαφής είναι η λεγόμενη εξίσωση του Young:

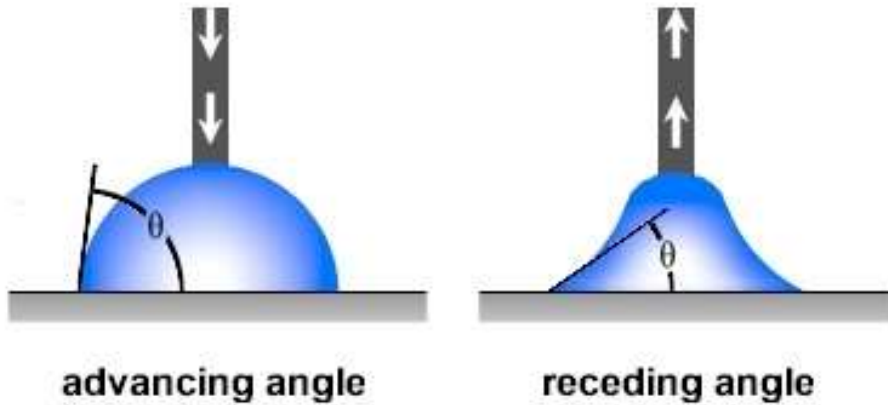
$$\cos \theta = \frac{(\gamma_{SV} - \gamma_{SL})}{\gamma_{LV}}$$

, όπου θ η γωνία επαφής και $\gamma_{SV}, \gamma_{SL}, \gamma_{LV}$ οι τρεις επιφανειακές τάσεις.

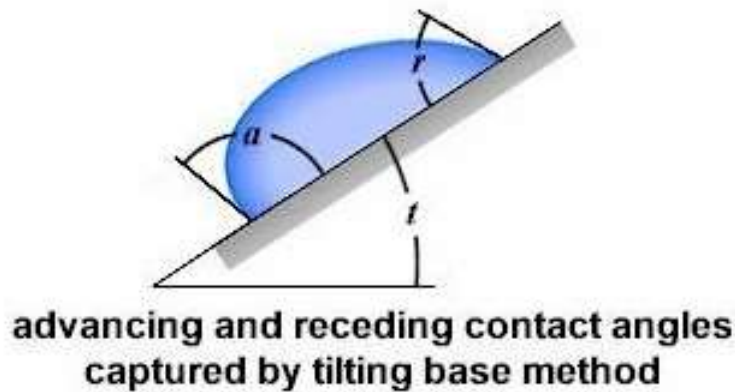
Η γωνία επαφής προκύπτει από την εφαπτομένη ευθεία στην διεπιφάνεια του υγρού με το αέριο διερχόμενη από το σημείο επαφής των τριών φάσεων (στερεό – υγρό – αέριο). Είναι αντιληπτό, ότι η τιμή της γωνίας αυτής είναι αντιστρόφως ανάλογη με το μέγεθος της διατομής του υγρού που εφάπτεται στην στερεή επιφάνεια. Να σημειωθεί ότι η γωνία επαφής, είναι ανεξάρτητη του μεγέθους της σταγόνας.

Γωνία Υστέρησης

Ένα επίσης σημαντικό μέγεθος στη θεωρία διαβροχής είναι η γωνία υστέρησης. Η γωνία υστέρησης ορίζεται ως η διαφορά της γωνίας επαφής που μετράμε όταν προσθέσουμε το μέγιστο δυνατό όγκο στη σταγόνα, χωρίς να μεταβληθεί η διεπιφάνεια μεταξύ υγρού και στερεού (Advancing contact angle) και της γωνίας που προκύπτει όταν αφαιρέσουμε το μέγιστο δυνατό όγκο από τη σταγόνα χωρίς και πάλι να μεταβάλλουμε τη διεπιφάνεια υγρού-στερεού (Retreating contact angle). Επίσης οι δύο αυτές γωνίες (Advancing - Retreating) προκύπτουν και από την κλίση της επιφάνειας προς τη μια κατεύθυνση. Οι δύο αυτές περιπτώσεις φαίνονται στην παρακάτω εικόνα. Μια μεγάλη γωνία επαφής επιτυγχάνεται από έναν συνδυασμό επιφανειακής χημείας και κατάλληλης τροποποίησης της μορφολογίας της επιφάνειας, ενώ η γωνία κύλισης εξαρτάται από το μέγεθος των σταγονιδίων και την γωνία υστέρησης[3].



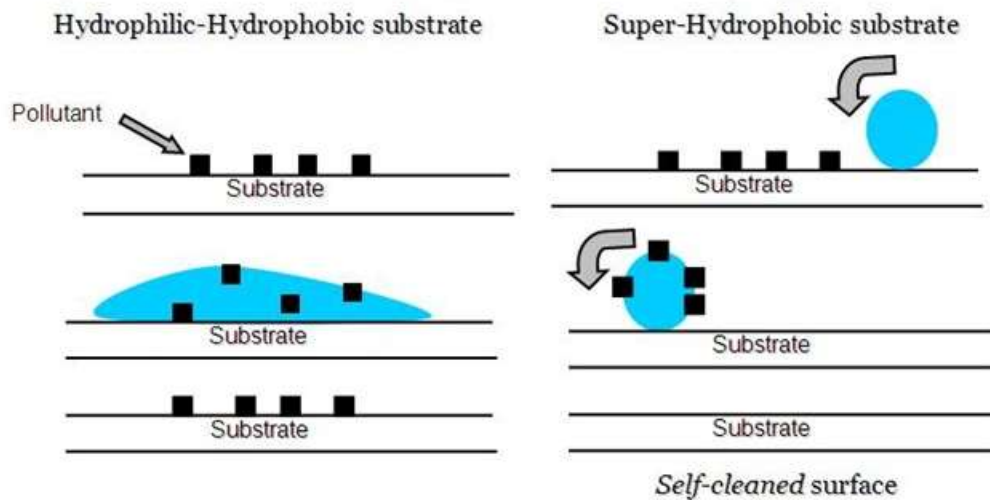
(a)



(b)

Εικόνα 2.5: Σχηματική αναπαράσταση της προωθούμενης (*advancing*) και υποχωρούσας (*receding*) γωνίας επαφής στις δύο περιπτώσεις. (a) αυξομείωση του όγκου της σταγόνας και (b) κλίση της επιφάνειας προς τη μια κατεύθυνση.

Η γνώση της γωνίας υστέρησης και ο έλεγχος της έχει σημαντικές εφαρμογές. Για παράδειγμα ένα σταγονίδιο ύδατος κυλά εύκολα πάνω σε μια υπερυδροφόβη επιφάνεια, ξεπλένοντας το ρύπο μακριά κατά την κύλιση του και έτσι καθαρίζει αποτελεσματικά την επιφάνεια, αφού υπάρχει ασθενής αλληλεπίδραση μεταξύ της σκόνης και της επιφάνειας, και άρα μπορεί να αφαιρεθεί/παρασυρθεί εύκολα από μια σταγόνα νερού, ή από τον αέρα. Αυτή η ασυνήθιστη συμπεριφορά διαβροχής καλείται φαινόμενο του φύλλου του λωτού ή αυτοκαθαρισμός[4]. Η επίδραση του φύλλου του λωτού επιτυγχάνεται όταν πληρούνται δύο κριτήρια: Α) χαμηλή ενέργεια επιφάνειας και Β) καλά σχεδιασμένη τραχύτητα επιφάνειας [5, 6].

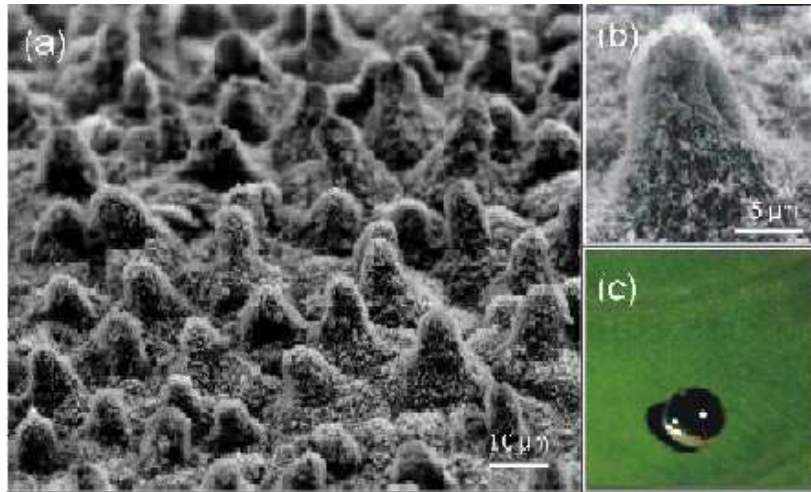


Εικόνα 2.6: Αριστερά μια υδρόφιλη επιφάνεια, δεξιά μια αυτοκαθαριζόμενη υπερυδρόφοβη επιφάνεια .

Υδροφιλικότητα – υδροφοβικότητα

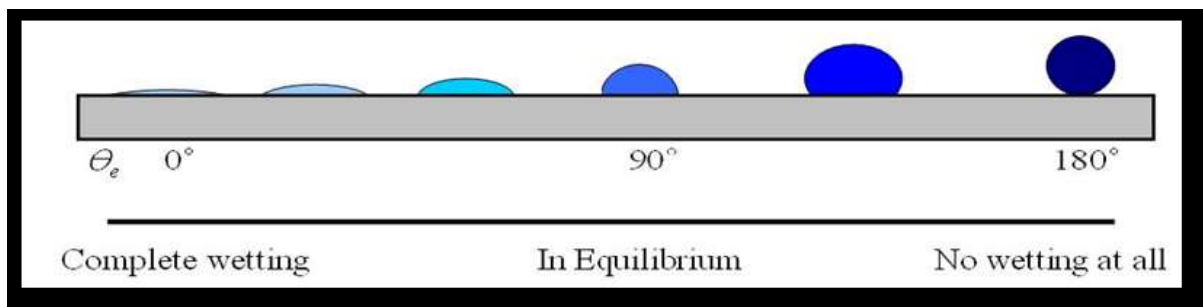
Ανέκαθεν, η κυρίαρχη δύναμη που είναι πίσω από τις περισσότερες ερευνητικές προσπάθειες είναι: η μίμηση της φύσης. Η ιδέα της υπερυδρόφοβικότητας εισήχθη έξι δεκαετίες πριν από Α. Cassie που εργαζόταν για το Βρετανικό Συμβούλιο των βιομηχανιών μαλλιού, όπου ενδιαφέρθηκε για την απώθηση του ύδατος[7].

Στα 1990, ο Wilhelm Barthlott, ένας βοτανολόγος από το Πανεπιστήμιο της Βόννης στην Γερμανία, και ο μαθητής του ο Christoph Neinhuis, δημοσίευσαν την έρευνα τους, από φωτογραφίες SEM σε διάφορα φυτά, με κυρίαρχη την μικροσκοπική παρατήρηση τους ότι τα καθαρά φύλλα του Λωτού έχουν τραχύτητα [8]. Η επιφάνεια κάθε φύλλου, είναι καλυμμένη από μικρά βουναλάκια, 5-10 μm σε ύψος και περίπου 10-15 μm το ένα μακριά από το άλλο. Επιπλέον, η ανομοιομορφή επιφάνεια του φύλλου καλύπτεται από πολύ μικρούς/κηρώδεις, υδρόφοβους κρυστάλλους που απωθούν το νερό και έχουν διάμετρο περίπου 1μm! [9]. Αυτή η καταπληκτική απωθητική ως προς το νερό συμπεριφορά μερικών φυτών έχει κινήσει το ενδιαφέρον πολλών ερευνητών τα τελευταία χρόνια [10, 11]. Υπάρχουν δύο διαφορετικοί τύποι τέτοιων φύλλων φυτών: ο πρώτος τύπος είναι φύλλα καλυμμένα με τριχία και ο δεύτερος τύπος είναι μακροσκοπικά ομαλά φύλλα, που η επιφάνεια τους όμως καλύπτεται από μικρά “βουναλάκια” που πάνω τους έχουν μικρούς υδρόφοβους κρυστάλλους διαμέτρου περίπου ίση με το ένα δέκατο της διαμέτρου που έχουν τα βουναλάκια, όπως αυτά του λωτού [12]. Τα σταγονίδια ύδατος κυλάνε και από τα δύο φύλλα φυτών και οι επιφάνειές τους παραμένουν ξηρές ακόμα και μετά από τη δυνατή βροχή. Αν και αυτό το φαινόμενο παρατηρείται και σε άλλα φύλλα φυτών εκτός από τα φύλλα του λωτού, η ιδιότητα έχει ονομασθεί επίδραση του φύλλου του λωτού (lotus leaf effect).



Εικόνα 2.7: (a) μικροσκοπική απεικόνιση του φύλλου του λωτού, (b)οι υδρόφοβοι κρύσταλλοι που καλύπτουν τα βουναλάκια (c) σταγονίδια νερού κυλούν πάνω σε ένα φύλλο λωτού.

Όπως αναφέραμε παραπάνω οι υδρόφοβοι κρύσταλλοι απωθούν το νερό, με αποτέλεσμα η σταγόνα να συρρικνώνεται αντί να απλώνεται όπως παρατηρείται στις υδρόφιλες επιφάνειες. Ο ορισμός της υδρόφοβης και της υδρόφιλης επιφάνειας γίνεται μέσω της γωνίας επαφής (contact angle «CA»). Με τη γωνία επαφής γίνεται αξιολόγηση της επιφανειακής τάσης και της διαβροχής της επιφάνειας [13].



Εικόνα 2.8: Γωνία επαφής και διαβροχή. Αριστερά πλήρης διαβροχή, δεξιά καθόλου διαβροχή (υπερυδρόφοβη επιφάνεια).

Διαβροχή επιφανειών

Με τον όρο *διαβροχή (wetting)* περιγράφεται η δυνατότητα που έχει η επιφάνεια του υγρού να παραμένει σε επαφή με την επιφάνεια ενός στερεού ως αποτέλεσμα των διαμοριακών αλληλεπιδράσεων μεταξύ των δύο αυτών επιφανειών.

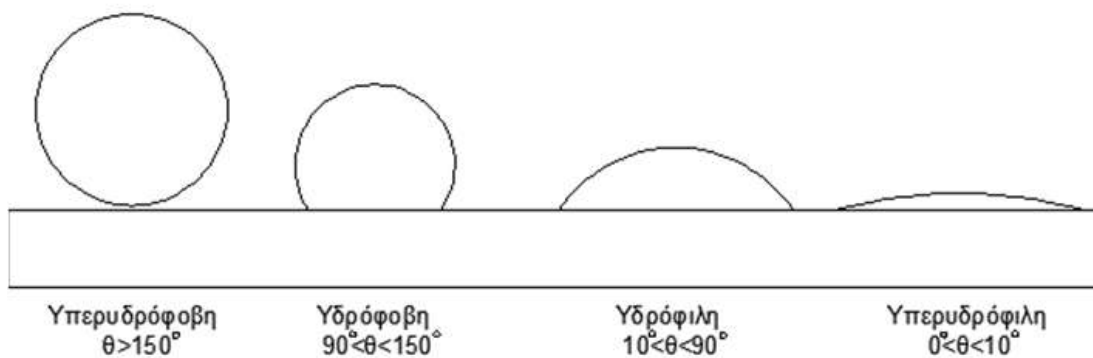
Ο βαθμός διαβροχής, προσδιορίζεται από την θερμοδυναμική ισορροπία μεταξύ των διεπιφανειών και ένας τρόπος να περιγραφεί είναι η γωνία επαφής. Σε επίπεδες επιφάνειες, η γωνία επαφής μετριέται από την εναπόθεση μιας σταγόνας υγρού πάνω στην επιφάνεια του στερεού. Ανάλογα με την τιμή της γωνίας επαφής μπορεί να χαρακτηριστεί η επιφάνεια σχετικά με την ικανότητά της να διαβρεχτεί. Γενικά, όταν έχουμε πλήρη διαβρεξιμότητα η γωνία επαφής είναι πρακτικά μηδέν, ενώ μια γωνία επαφής από 0° μέχρι 90° σημαίνει σχετική *υδροφιλικότητα*. Όταν έχουμε CA

μεγαλύτερες από 90° , τότε έχουμε *υδροφόβη* επιφάνεια. Υπερυδροφόβη ορίζεται η επιφάνεια που έχει γωνία επαφής με το νερό μεγαλύτερη από 150 μοίρες και γωνία υστέρησης μικρότερη από 5 μοίρες[8, 14].

Οι κατηγοριοποιήσεις αυτές φαίνονται στον παρακάτω πίνακα και στην εικόνα.

Γωνία επαφής	Χαρακτηρισμός επιφάνειας
$0^\circ < \theta < 10^\circ$	υπερυδροφιλή
$10^\circ < \theta < 90^\circ$	υδροφιλή
$90^\circ < \theta < 150^\circ$	υδροφόβη
$150^\circ < \theta$	υπερυδροφόβη

Πίνακας 2.1: Χαρακτηρισμός επιφάνειας ανάλογα με τον βαθμό διαβροχής της από το νερό



Εικόνα 2.9: Ενδεικτική μορφολογία σταγόνας για τη κάθε κατηγορία επιφάνειας

Παρατηρείται ότι ανάλογα με τη γωνία επαφής αλλάζει το σχήμα της σταγόνας και αυτό οφείλεται στις συνεκτικές δυνάμεις που ασκούνται μεταξύ στερεού – υγρού στην διεπιφάνεια τους.

Οι κυριότεροι παράγοντες που επηρεάζουν τον βαθμό διαβροχής, είναι η γεωμετρία της στερεής επιφάνειας (ομοιογένεια, τραχύτητα κ.α) καθώς και η χημική αλληλεπίδραση μεταξύ υγρού και στερεού.

Ο έλεγχος της διαβροχής επιφανειών, αποτελεί σημαντικότερο ζήτημα στις επιστήμες της νανοτεχνολογίας και μηχανικής επιφανειών, καθώς έχει πολλές εφαρμογές σε μικροσκοπική και μακροσκοπική κλίμακα.

Ανάλογα με τον τύπο διαβροχής, έχουν αναπτυχθεί διάφορα μοντέλα. Γενικά, υπάρχουν δύο τύποι σταθερής διαβροχής, η ομογενής ή ολική κατάσταση διαβροχής και η ετερογενής ή μερική κατάσταση διαβροχής που περιγράφονται από τα μοντέλα Wenzel και Cassie-Baxter αντίστοιχα.

Το μοντέλο Wenzel

Το μοντέλο Wenzel που αναφέρεται στην ομογενή – πλήρη διαβροχή, αναπτύχθηκε το 1936 και βασίστηκε στην εξίσωση του Young περιλαμβανοντας ως συναρτήση την τραχύτητα της επιφάνειας:

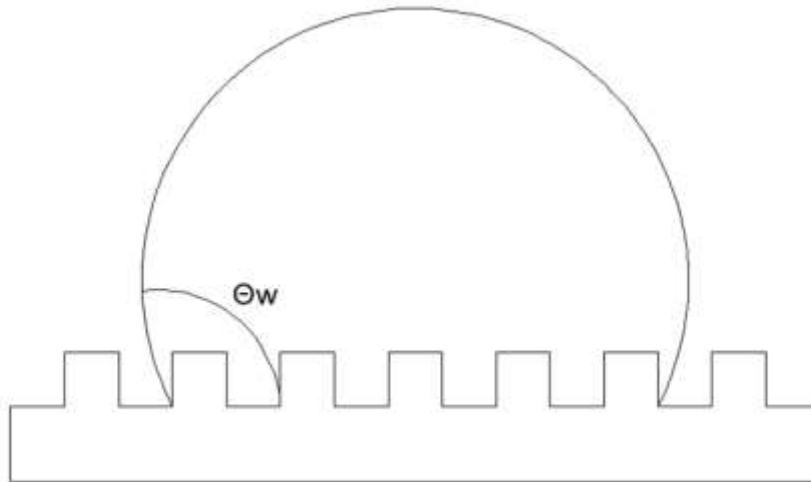
$$r (\gamma_{SV} - \gamma_{SL}) = \gamma_{LV} \cos \theta_w$$

Όπου θ_w είναι η γωνία επαφής κατά Wenzel, δηλαδή η διαφαινόμενη γωνία επαφής πάνω στο υλικό που επηρεάζεται από την τραχύτητα της επιφανείας του.

Η παράμετρος r αποτελεί τον παράγοντα τραχύτητας, ο οποίος αναφέρεται και ως αναλογία της τραχύτητας της περιοχής σε σχέση με την γεωμετρική επιφάνεια ($r > 1$). Συνδυάζοντας και την εξίσωση Young η διαμορφωμένη εξίσωση Wenzel γράφεται ως:

$$\cos \theta_w = r \cos \theta$$

όπου θ_w η γωνία επαφής στην επιφάνεια με τραχύτητα, θ η γωνία επαφής που θα έχει ίδια σταγόνα σε λεία επιφάνεια, δηλαδή από το ίδιο υλικό χωρίς την τραχύτητα, και r ο παράγοντας τραχύτητας. Γενικά, σε υδρόφοβες επιφάνειες, η αύξηση της τραχύτητας προκαλεί αύξηση της γωνίας επαφής, ενώ σε υδρόφιλες επιφάνειες η αύξηση της τραχύτητας προκαλεί μείωση της γωνίας επαφής.



Εικόνα 2.10: Γωνία επαφής σταγόνας που επικάθεται σε επιφάνεια με τραχύτητα σύμφωνα με το μοντέλο Wenzel.

Στην εικόνα παρατηρείται ότι, σε μια ομογενή κατάσταση διαβροχής η υγρή σταγόνα γεμίζει τις αυλακώσεις της τραχύτητας. Τι συμβαίνει όμως στην ετερογενή κατάσταση διαβροχής;

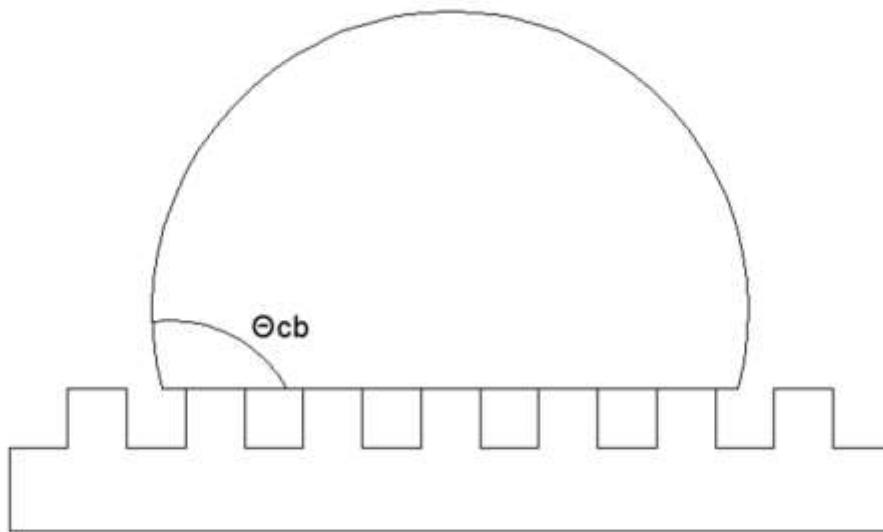
Το μοντέλο Cassie – Baxter

Για τις περιπτώσεις μερικής διαβροχής αναπτύχθηκε το μοντέλο των Cassie και Baxter (1944), σύμφωνα με το οποίο υπολογίζεται η γωνία επαφής σε περιπτώσεις στις οποίες η σταγόνα επικάθεται στις κορυφές της τραχύτητας και αιωρείται στο αέριο στρώμα το οποίο έχει παγιδευτεί στις κοιλιάδες της τραχύτητας (εικόνα). Η εξίσωση που περιγράφει την κατάσταση αυτή, είναι:

$$\cos \theta_{CB} = \varphi_s (\cos \theta + 1) - 1$$

Όπου το θ_{CB} είναι η γωνία επαφής της σταγόνας με τη τραχεία επιφάνεια, φ_s είναι ο λόγος της συνολικής διεπιφάνειας στερεού – υγρού, με την προβολή της συνολικής επιφάνειας του στερεού – υγρού δηλαδή το ποσοστό επαφής.

Για $\varphi_s \rightarrow 1$ δηλαδή $\cos \theta_{CB} \rightarrow 1$ και $\theta_{CB} \rightarrow 0$, που περιγράφουν την ομογενή διαβροχή, η εξίσωση Cassie Baxter μετατρέπεται στην εξίσωση Wenzel όπως είναι αναμενόμενο. Επίσης, όταν, $\varphi_s \rightarrow 0$ δηλαδή $\cos \theta_{CB} \rightarrow -1$, τότε, ανάμεσα στην στερεή και την υγρή επιφάνεια μεσολαβεί μόνο αέρας και η γωνία επαφής είναι ιδανικά 180° .



Εικόνα 2.11: Γωνία επαφής σταγόνας που επικάθεται σε επιφάνεια με τραχύτητα σύμφωνα με το μοντέλο Cassie Baxter.

2.2 Μικρορρευστονική (Microfluidics)

Ολίσθηση – μη ολίσθηση

Η μελέτη του φαινομένου της ολίσθησης έχει απασχολήσει τους επιστήμονες στο διάστημα του 18ου -20ου αιώνα. Η αντιμετώπιση του φαινομένου της ολίσθησης και η πρόταση λύσεων για τις συνοριακές συνθήκες συνοψίζονται στις ακόλουθες περιπτώσεις.

Μη-ολίσθηση : η ταχύτητα του ρευστού στο τοίχωμα ταυτίζεται με την ταχύτητα του τοιχώματος και σταδιακά μεταβάλλεται με την απομάκρυνση του ρευστού από την επιφάνεια του τοιχώματος

Οριακή συνθήκη του στάσιμου οριακού στρώματος :στην περίπτωση αυτή ένα λεπτό στρώμα υγρού επικολλάται πάνω στο τοίχωμα και η υπόλοιπη ποσότητα ρευστού ολισθαίνει πάνω σε αυτό

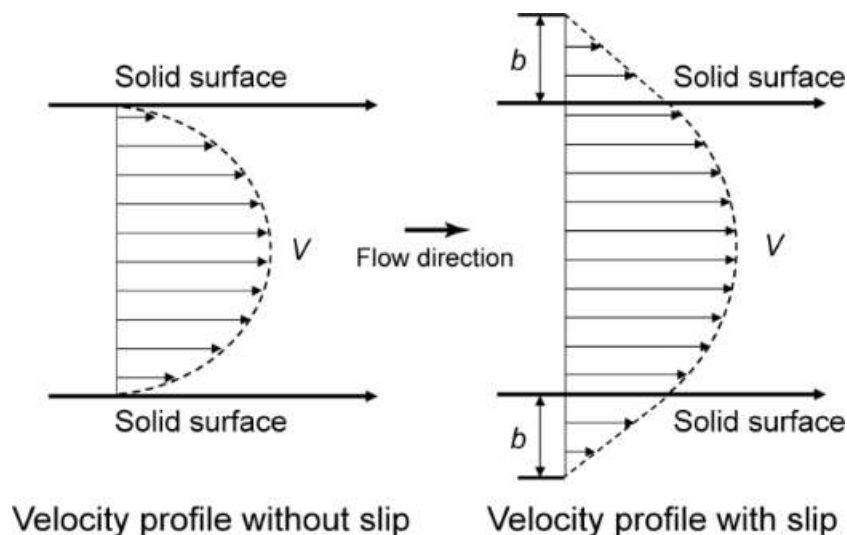
Συνθήκη μερικής ολίσθησης :το ρευστό ολισθαίνει στο τοίχωμα με ταχύτητα ολίσθησης , η οποία συνδέεται με το μήκος ολίσθησης με την παρακάτω σχέση :

$$u_{slip} = \beta \frac{\partial u_b}{\partial y}$$

όπου β η πλασματική απόσταση από το τοίχωμα στο εσωτερικό της στερεής επιφάνειας όπου η ταχύτητα του ρευστού είναι μηδενική, u_b η ταχύτητα στην στερεή επιφάνεια και y η κάθετη προς το τοίχωμα κατεύθυνση.

Όσον αφορά το φαινόμενο της μη ολίσθησης αυτό ικανοποιείται όταν το ρευστό κολλάει στο στερεό τοίχωμα έχοντας την ίδια ταχύτητα με αυτό.

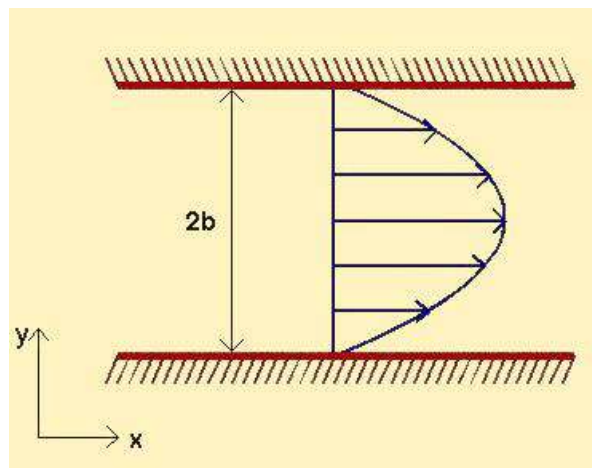
Για να γίνει κατανοητό το φαινόμενο αυτό παρουσιάζεται ένα παράδειγμα. Υποθέτουμε ότι ένα μόριο ρευστού βρίσκεται κοντά σε ένα στερεό τοίχωμα, τότε οι δυνάμεις Van der Waals τείνουν να το κρατήσουν σε μια συγκεκριμένη περιοχή, αντίθετα, οι διατμητικές τάσεις που δημιουργούνται λόγω της ροής τείνουν να το απομακρύνουν. Έτσι λοιπόν, για να επιτευχθεί η απομάκρυνση του μορίου από το τοίχωμα, αρκεί οι δυνάμεις Van der Waals να εξισορροπηθούν με τις διατμητικές δυνάμεις. Στην περίπτωση αυτή το μόριο υπόκειται σε μια κρίσιμη τιμή διάτμησης. Για την παρατήρηση της ολίσθησης αρκεί τα μόρια να μην παραμένουν κολλημένα στο τοίχωμα και η τιμή της διάτμησης να είναι μεγαλύτερη της κρίσιμης.



Εικόνα 2.12: Περιπτώσεις ολίσθησης –μη ολίσθησης

Ολίσθηση και μη ολίσθηση σε μικροροές

Θεωρούμε ότι έχουμε ένα κανάλι βάθους $2b$, μήκους L και πλάτους w . Υποθέτουμε ότι η ροή είναι παράλληλη στον άξονα των x όπως φαίνεται και στην Εικόνα. Κατά μήκος των αξόνων y, z η ταχύτητα είναι μηδενική.



Εικόνα 2.13: Πεδίο ροής σε μικροκανάλι βάθους $2b$

Θεωρούμε την επίδραση των εξωτερικών δυνάμεων αμελητέα. Η ροή είναι ασυμπίεστη άρα οι σχέσεις που την εκφράζουν είναι:

$$\text{div}\vec{u} = 0 \quad \text{και} \quad -\text{grad}P + \mu \text{div}^2\vec{u} + \vec{F} = 0$$

Οι εξισώσεις της ορμής στους άξονες x, y είναι :

$$\frac{\partial p}{\partial x} = \mu \left(\frac{\partial^2 u}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 u}{\partial y^2} \right) \quad \text{και} \quad \frac{\partial p}{\partial y} = \mu \left(\frac{\partial^2 v}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 v}{\partial y^2} \right)$$

Επειδή η ταχύτητα του ρευστού είναι συνάρτηση μόνο του y , προκύπτει ότι $\frac{\partial u}{\partial x} = 0$ και $\frac{\partial^2 u}{\partial x^2} = 0$. Συνεπώς, από την εξίσωση της συνέχειας προκύπτει ότι η v συνιστώσα της ταχύτητας δεν μεταβάλλεται κατά τον άξονα y . Αυτό σε συνδυασμό με την συνθήκη μη εισχώρησης συνεπάγεται ότι η v συνιστώσα είναι παντού μηδέν. Από την εξίσωση ορμής κατά y προκύπτει επομένως ότι $\frac{\partial p}{\partial y} = 0$. (αμελώντας την επίδραση της βαρύτητας) που σημαίνει ότι η πίεση παραμένει σταθερή σε κάθε διατομή του καναλιού.

Η διαφορά πίεσης που εφαρμόζεται κατά μήκος του καναλιού είναι $\frac{P_{in}-P_{out}}{L}$, ή $\frac{\partial p}{\partial x} = \frac{P_{in}-P_{out}}{L}$

Όπου P_{in} η πίεση εισόδου στο κανάλι και P_{out} η πίεση εξόδου.

Επομένως ισχύει:
$$\frac{\partial^2 u}{\partial y^2} = \frac{P_{in}-P_{out}}{\mu L}$$

Για τον τελικό προσδιορισμό του προφίλ της ταχύτητας χρειάζεται να προσδιοριστούν οι οριακές συνθήκες, οπότε εξετάζεται η τιμή της ταχύτητας πάνω στο τοίχωμα του καναλιού δηλαδή τις περιπτώσεις της ολίσθησης ($u \neq 0$) και μη ολίσθησης ($u = 0$)

Στη περίπτωση της μη ολίσθησης η οριακή συνθήκη εκφράζεται ως $u(\pm b) = 0$ και το προφίλ της ταχύτητας περιγράφεται από τη σχέση: $u = \frac{P_{in}-P_{out}}{2L\mu} (y^2 - b^2)$. Η μέγιστη ταχύτητα ποής εμφανίζεται στο μέσο του καναλιού δηλαδή για $y = 0$ και ισούται με $u_{max} = \frac{P_{in}-P_{out}}{2L\mu} b^2$ ενώ η μέση ταχύτητα από την σχέση $\bar{u} = \frac{1}{2b} \int_{-b}^b u dy = \frac{2}{3} u_{max}$

Ενώ στη περίπτωση της ολίσθησης όπου η ταχύτητα στα τοιχώματα είναι μη μηδενική η οριακή συνθήκη εκφράζεται ως $u(\pm b) = \beta \frac{\partial u}{\partial y}$. Έτσι η σχέση που δίνει το προφίλ της ταχύτητας είναι:
$$u = \frac{P_{in}-P_{out}}{2L\mu} (y^2 - b^2) + \beta \frac{P_{in}-P_{out}}{\mu} b$$

Παράγοντες που επηρεάζουν την ολίσθηση

Είναι αποδεκτό ότι η φύση της διεπιφάνειας ρευστού-στερεού, και συγκεκριμένα η επιφανειακή διαβροχή και τραχύτητα, έχουν μεγάλη επίδραση στην συμπεριφορά της ολίσθησης. Οι παράγοντες που συνολικά επηρεάζουν την ολίσθηση είναι:

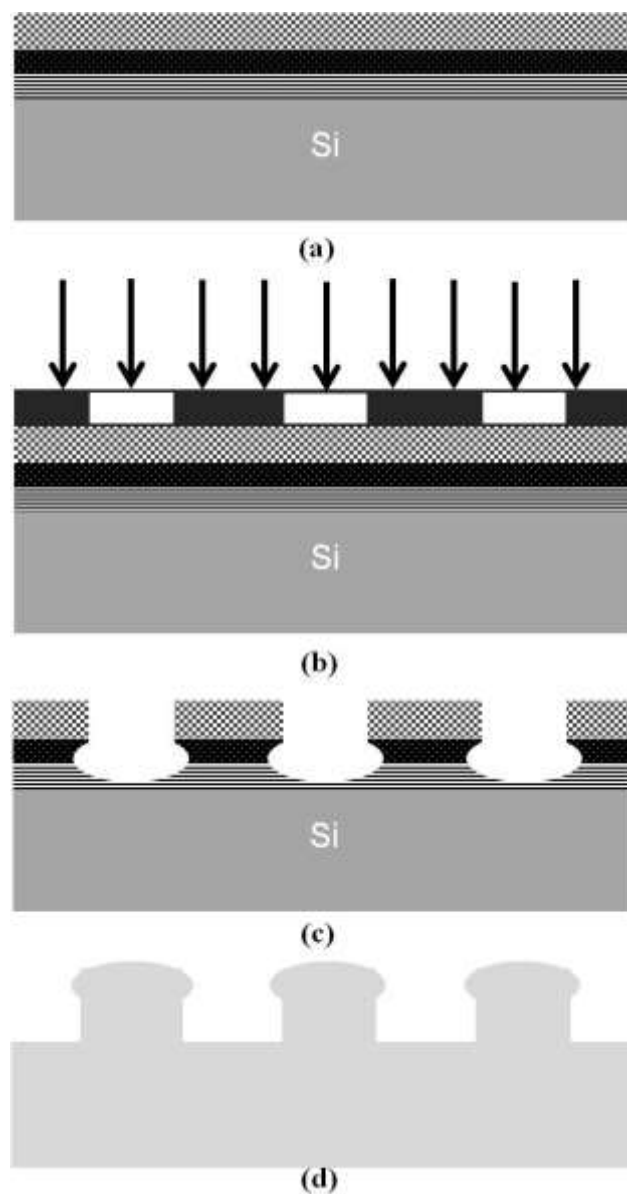
- i. Η μακροσκοπική γωνία επαφής, που κοινώς χρησιμοποιείται ως μέτρο της διαβροχής, εξαρτάται όχι μόνο από την χημεία της επιφάνειας αλλά και από την τραχύτητα της.
- ii. Μια χημικώς ετερογενής επιφάνεια μπορεί να προκαλέσει αλλαγές στην μέση ολίσθηση γιατί επικρατούν διαφορετικές οριακές συνθήκες σε κάθε περιοχή.
- iii. Η σταθερότητα των αέριων στρωμάτων που αναπτύσσονται μεταξύ υγρού και στερεού είναι μεγαλύτερη σε επιφάνειες με μεγάλες γωνίες επαφής και τραχείς επιφάνειες. Η υπερυδροφοβικότητα αποδίδεται στην ικανότητα των πολύ τραχειών επιφανειών να παγιδεύουν αέρα στην διεπιφάνεια στερεού-υγρού.
- iv. Οι τοπικοί ρυθμοί διάτμησης για ροή ρευστών πάνω από μια επιφάνεια εξαρτάται πολύ από την τραχύτητα της επιφάνειας, γιατί σε μια περιορισμένη γεωμετρία η τραχύτητα της επιφάνειας – π.χ. μια πτύχωση – μπορεί να μειώσει το κενό που πραγματοποιείται η ροή, και έτσι να αυξηθεί ο τοπικός ρυθμός διάτμησης. Το αντίθετο συμβαίνει για αυλακώσεις.
- v. Η ύπαρξη απορροφημένων στοιχείων, όπως πολυμερή ή νανοφυσσαλίδες μπορούν να επηρεάσουν την διαβροχή και την τραχύτητα της επιφάνειας. Αυτά τα προσροφημένα είδη μπορεί να μετατοπίσουν το πεδίο ολίσθησης μέσα στο υγρό πιο μακριά από την επιφάνεια του στερεού[15]

2.3 Βιβλιογραφική Επισκόπηση

Σε αυτό το σημείο, είναι σημαντικό να παρουσιαστούν κάποιες ουσιαστικές δουλειές και δημοσιεύσεις πάνω στα πεδία που αφορούν τη εργασία αυτή. Πιο συγκεκριμένα περιγράφονται συνοπτικά σημαντικές δημοσιεύσεις σχετικά με διάφορες τεχνικές παρασκευής μικροκαναλιών με

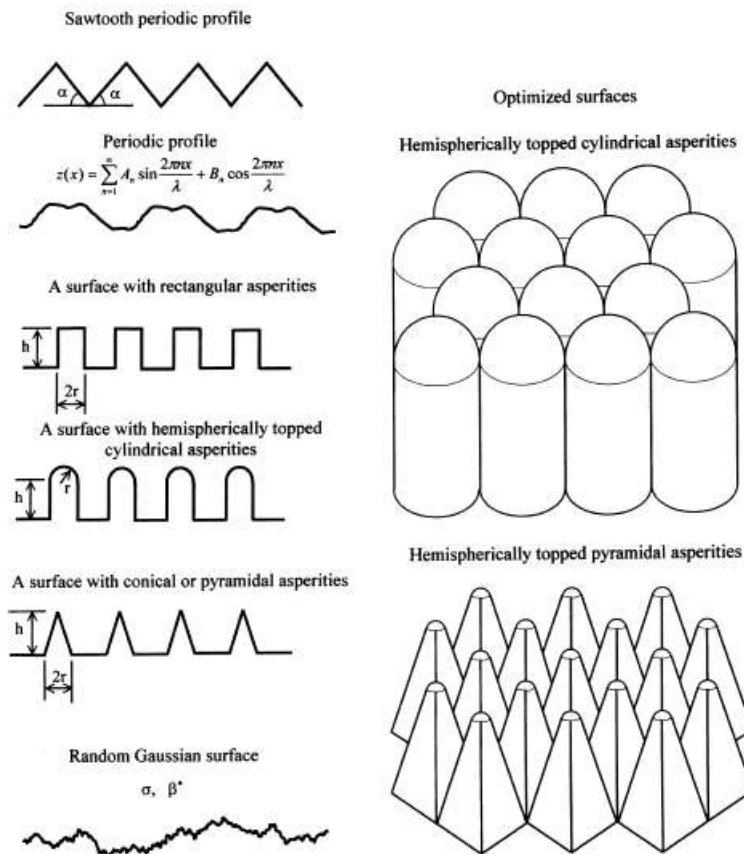
τραχύτητα στα τοιχώματα, τεχνικές που αφορούν τη δημιουργία τραχύτητας καθώς και τεχνικές μέτρησης του πεδίου ταχυτήτων.

Το 2012 οι Youngsam Yoon et al. παρουσίασαν στο Παρίσι στο συνέδριο του MEMS τη δουλειά τους πάνω στις υπερυδρόφοβες επιφάνειες. Είναι μια απλή σύμφωνα με αυτούς, μέθοδος κατασκευής ενός ελαστικού και οπτικά διαφανούς υπερυδρόφобου λεπτού φιλμ από PDMS με τη χρήση ενός photoresist καλοπιού. Η όλη ιδέα βασίζεται στις συνθήκες ανόπτησης και έκθεσης στο φως του photoresist καθώς απαιτείται αρκετά μικρότερη θερμοκρασία και ένταση ακτινοβολίας από τα συνηθισμένα (under-baked and under-exposed). Αυτό επιτρέπει στο photoresist να διατηρήσει ένα καλό ποσοστό των διαλυτών του ως αποτέλεσμα να έχει υψηλούς ρυθμούς διάλυσης. Η γωνία επαφής είναι στις 163° και η διαδικασία χαρακτηρίζεται ως απλή και λίγων βημάτων. [16]



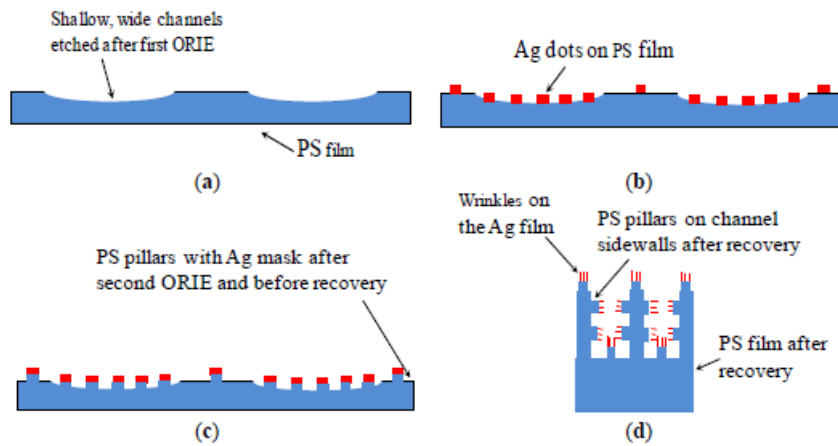
Εικόνα 2.14: Η διαδικασία της μικρο-νανοδόμησης του PDMS a) Spin coating του photoresist σε under soft-bake b) Έκθεση σε UV σε συνθήκες under-exposure για τη δημιουργία δομής μικρο-νάνο τραχύτητας σε σχήμα μανιταριού c) εμφάνιση d) Soft-lithography με τη χρήση του PDMS

Σημαντική ήταν η συμβολή των Michael Nosonovsky και Bharat Bhushan το 2005, στη θεωρητική μελέτη τους πάνω στη βελτιστοποίηση των υπερυδροφобων επιφανειών. Μελετώντας τα υπερυδροφоба φύλλα των φυτών που συναντώνται στη φύση, εξείγααν συμπεράσματα για διάφορες παραμέτρους της τραχύτητας που επηρεάζουν την διαβρεξιμότητα των επιφανειών και βελτιστοποίηση αυτών. [17]



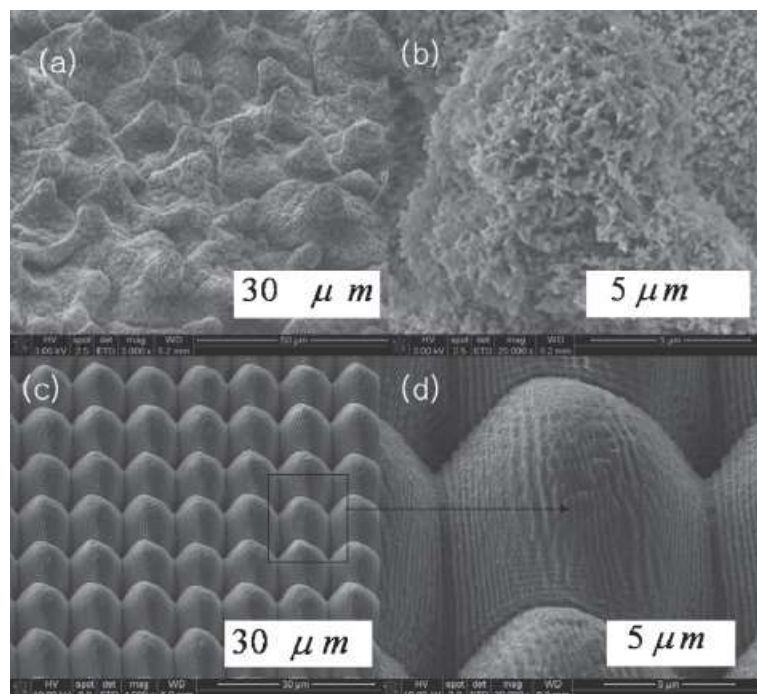
Εικόνα 2.15: Αριστερά απεικονίζονται επιφάνειες με τραχύτητα που μελετήθηκαν και δεξιά κάποιες βελτιστοποιημένες επιφάνειες

Οι Anirban Chakraborty et al. το 2013 δημοσίευσαν μια ενδιαφέρουσα διαδικασία δημιουργίας μικροκαναλιών με υπερυδροφоба τοιχώματα που βασίζεται στις ιδιότητες του πολυμερικού υποστρώματος. Το υπόστρωμα PS, εγχαράσσεται δημιουργώντας την επιθυμητή τραχύτητα σε θερμοκρασία πάνω από την Tg του υλικού. Στην συνέχεια ψύχεται σε θερμοκρασία κάτω από την Tg με αποτέλεσμα να κάμπτεται με τρόπο που να σχηματίζονται μικροκανάλια με τραχύτητα και στα τοιχώματα. Να σημειωθεί ότι η γωνίες επαφής στις επιφάνειες των μικροκαναλιών αγγίζουν τις 165°. [18]



Εικόνα 2.16: α) Δημιουργία ρηχών και με πλάτος καναλιών β) Εναπόθεση μικροσφαιριδίων Ag γ) Εγχάραξη και δημιουργία μικροκολώνων δ) Ολοκλήρωση της διαδικασίας με «επανάκαμψη των τάσεων» (strain recovery)

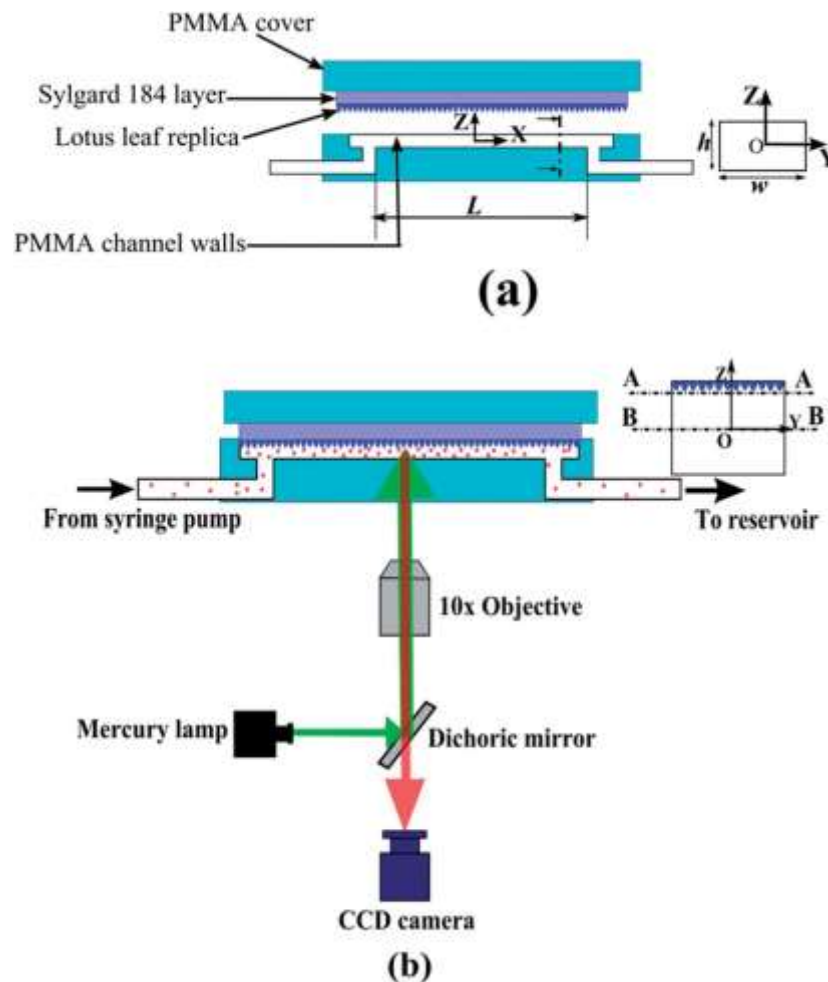
Οι Jiwhan Noh et al. το 2010 σχηματοποίησαν υπερυδρόφοβες επιφάνειες με λέιζερ, προσομοιώνοντας την επιφάνεια του λωτού. Οι επιφάνειες που κατασκεύασαν είναι οργανωμένες και ιεραρχημένες με τραχύτητα σε μικρο και νάνο κλίμακα (10 μ m και 200nm). Το υπόστρωμα είναι PDMS και η γωνία επαφής για το νερό φτάνει στις 157 $^{\circ}$. [19]



Εικόνα 2.17: (α, β) Εικόνες SEM του φύλλου του λωτού (γ, δ) Εικόνες SEM των επιφανειών που σχηματοποιήθηκαν με λέιζερ και φαίνεται η κυματιστή επιφάνεια στην νάνο-κλίμακα.

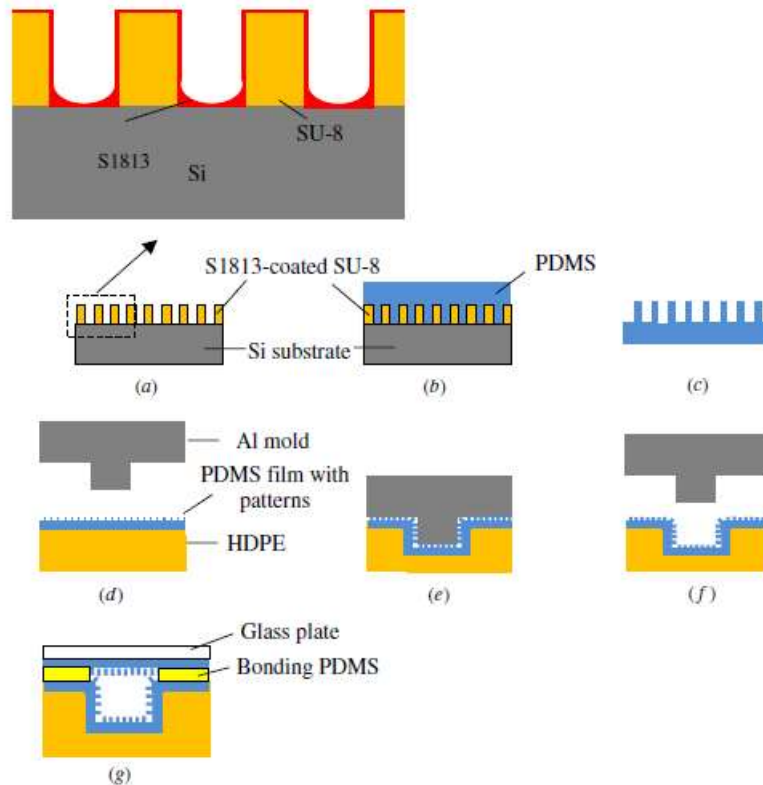
Οι Wang et al. το 2010 δημιούργησαν υπερυδροφικές επιφάνειες χρησιμοποιώντας νανοκρύσταλλους ZnO. Υδροφοβοποίησαν τους νανοκρύσταλλους με χημική αέρια εναπόθεση (CVD). Έπειτα τοποθέτησαν τα ZnO υδροφоба νανοσωματίδια πάνω σε υπόστρωμα PDMS, κατασκευάζοντας την τελική μορφή της νανοδομημένης υπερυδροφικής επιφάνειας. Η γωνία επαφής με το νερό υπολογίστηκε στις 155° και η γωνία υστέρησης μόλις 3° . [20]

Οι Ranabir Dey et al. το 2014 προσομοίωσαν τη τραχύτητα του φύλλου του λωτού με μια βιομιμητική επιφάνεια, την οποία τοποθέτησαν ως καπάκι για ένα ορθογώνιο μικροκανάλι. Χρησιμοποίησαν τριών ειδών μικροκανάλια με διαστάσεις ($w=1000, h=300/ w=200, h=300/ w=200, h=100$). Στη συνέχεια συνέκριναν το πεδίο ροής με τη τεχνική μ -PIV για δύο επίπεδα το ένα στο μέσο του καναλιού και το άλλο κοντά στο καπάκι με τη τραχύτητα. Ταυτόχρονα μετρήσαν με τις ίδιες συνθήκες αλλά με καπάκι χωρίς τραχύτητα. Το πείραμα αυτό σχετίζεται άμεσα με την παρούσα εργασία με τη διαφορά ότι τώρα γίνεται προσπάθεια μέτρησης του πεδίου ροής σε κανάλια με τραχύτητα σε τρία τοιχώματα και μέτρηση σε πολλά διαφορετικά βάθη. [21]



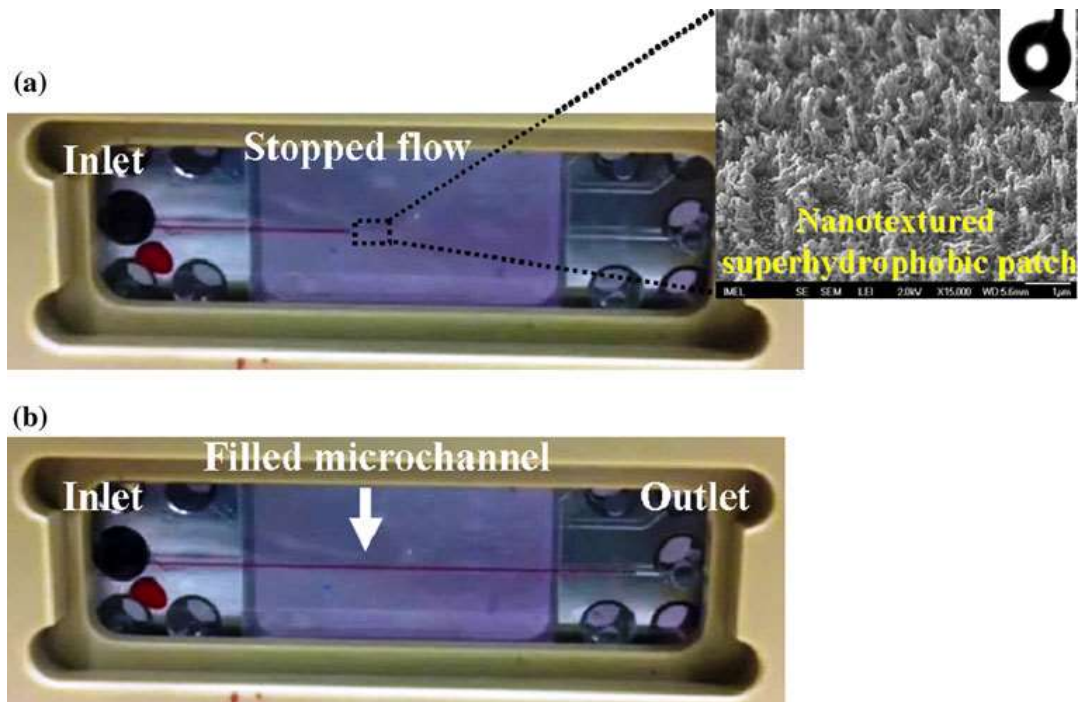
Εικόνα 2.18: (α) Σχηματική απεικόνιση του ορθογωνικού καναλιού με τη βιομιμητική επιφάνεια και (β) πειραματική διάταξη του μ -PIV.

Οι Xinchuan Liu και Cheng Luo δημοσίευσαν το 2010 μια μέθοδο κατασκευής μικροκαναλιών με υπερυδροφоба τοιχώματα που βασίζεται στα διαφορετικά σημεία υαλώδους μετάβασης μεταξύ των δύο πολυμερικών υποστρωμάτων (PDMS - HDPE). Σημαντικοί παράγοντες που επηρεάζουν το προφίλ του μικροκαναλιού είναι το πλάτος και βάθος του καθώς και το πάχος των πολυμερικών υποστρωμάτων (κυρίως του PDMS). Τα στάδια παρασκευής περιγράφονται στην παρακάτω εικόνα. [22]



Εικόνα 2.19: Τα στάδια παρασκευής του υπερυδροφобου μικροκαναλιού (a,b,c) Δημιουργία τραχύτητας στο PDMS με λιθογραφία (d,e,f) Σχηματοποίηση του καναλιού με hot embossing (g) Σφράγιση του καναλιού

Στον Δημόκριτο, η ερευνητική ομάδα των Ε. Γογγολίδη και Α. Τσερέπη, δημοσίευσαν το 2014 μια πολύ ενδιαφέρουσα εφαρμογή νανοδομημένων υπερυδροφобων μικροκαναλιών ως σύστημα παθητικής μικροβαλβίδας. Τα μικροκανάλια που χρησιμοποίησαν ήταν πλατιά (175μm) και με μικρό ύψος αναλογικά (20-40μm) και επέτρεπαν την διέλευση του υγρού ανάλογα με την πίεση του. Η αρχή της βαλβίδας βασίζεται στη διαφορετική γεωμετρία μεταξύ των μικροκαναλιών καθώς και στη διαφορετική τους τραχύτητα. [23]



Εικόνα 2.20: Στην εικόνα φαίνεται η λειτουργία της παθητικής μικροβαλβίδας ως ένας διακόπτης on-off. α) Η ροή διακόπτεται μόλις συναντήσει το υπερυδρόφοβο κομμάτι του μικροκαναλιού. β) Αυξάνοντας τη πίεση η ροή συνεχίζει και το μικροκανάλι γεμίζει.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 3 – ΔΙΕΡΓΑΣΙΕΣ ΚΑΤΑΣΚΕΥΗΣ ΤΩΝ ΜΙΚΡΟΚΑΝΑΛΙΩΝ

3.1 Εισαγωγή

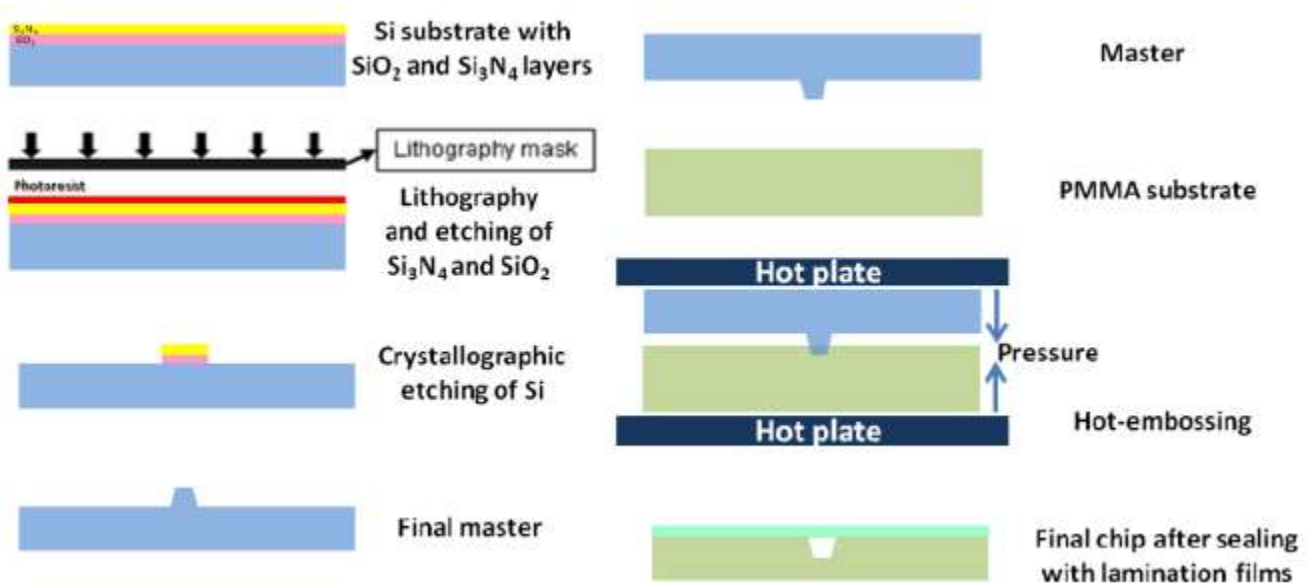
Σε αυτό το κεφάλαιο θα αναλυθεί η διαδικασία παρασκευής των μικροκαναλιών που χρησιμοποιούνται ως το μέσο διέλευσης των ρευστών που θα μελετηθούν.

Οι προϋποθέσεις που απαιτούνται για τα μικροκανάλια, είναι τα τοιχώματά τους να εμφανίζουν υπερυδροφόβη και υπερυδροφίλη συμπεριφορά. Η μέθοδος που προκαλεί τραχύτητα στην επιφάνεια των τοιχωμάτων τους, απαραίτητη για την εμφάνιση υδροφιλικότητας και υδροφοβικότητας, βασίζεται στην εγχάραξη τους με πλάσμα οξυγόνου. Οι διαδικασίες εγχάραξης των τοιχωμάτων θα αναλυθούν εκτενώς στο επόμενο κεφάλαιο (ΚΕΦΑΛΑΙΟ 4). Λόγω της κάθετης ανισοτρόπικης εγχάραξης του πλάσματος, η διατομή των μικροκαναλιών επιλέχθηκε να είναι τραπεζοειδής ώστε με αυτόν τον τρόπο να είναι δυνατή η δημιουργία τραχύτητας στα πλάγια τοιχώματά τους.

Η κύρια διαδικασία παρασκευής τραπεζοειδούς προφίλ μικροκαναλιών βασίζεται στη δημιουργία ενός πρότυπου (master-σφραγίδα) πυριτίου το οποίο μέσω της τεχνικής «εν θερμώ σφράγιση (Hot Embossing)» αποτυπώνει το σχήμα του σε υπόστρωμα PMMA. Στην συνέχεια ακολουθεί η αναλυτική περιγραφή των βημάτων παρασκευής μικροκαναλιών.

3.2 Τεχνικές Παρασκευής των Μικροκαναλιών

Για την κατασκευή του master πυριτίου απαιτείται να δημιουργηθεί μια μάσκα εγχάραξης πάνω σε δισκίο πυριτίου. Στη συνέχεια το δισκίο θα υποστεί υγρή ανισοτροπική εγχάραξη όπου θα αποτυπωθεί και η τελική μορφή του master. Για την καλύτερη εποπτεία της περαιτέρω διαδικασίας από τον αναγνώστη, η παρακάτω εικόνα περιγράφει συνοπτικά τα βήματα παρασκευής των μικροκαναλιών.



Εικόνα 3.1: Σχηματική απεικόνιση της κατασκευής του τελικού προτύπου καθώς και την αποτύπωση των μικροκαναλιών

3.3 Προετοιμασία της μάσκας εγχάραξης με λιθογραφία για τη παρασκευή σφραγίδας

Η πρώτη διεργασία, είναι η δημιουργία της μάσκας εγχάραξης πάνω στο δισκίο πυριτίου που περιέχει και το στάδιο της λιθογραφίας. Αποσκοπεί στη δημιουργία μιας μάσκας νιτριδίου στην επιφάνεια του δισκιδίου του πυριτίου, ώστε η μετέπειτα έκθεση στο KOH για την υγρή εγχάραξη, να δημιουργήσει το προφίλ τραπεζοειδούς μορφής που απαιτείται. Τα πειράματα, πραγματοποιήθηκαν στα εργαστήρια του καθαρού χώρου του τμήματος της μικροηλεκτρονικής του ΕΚΕΦΕ Δημόκριτος (Εθνικό Κέντρο Έρευνας Φυσικών Επιστημών).

Χρησιμοποιήθηκαν δισκίδια πυριτίου (Si) με διάμετρο 4 ιντσών, πάχους 500μm και αγωγιμότητας τύπου N.

Η διαδικασία αυτή χωρίστηκε σε επτά κύρια βήματα, τα οποία θα αναλυθούν παρακάτω.

Βήμα 1^ο: Καθαρισμός Δισκιδίων

Ο καθαρισμός των δισκιδίων έγινε με τη μέθοδο Piranha. Πιο συγκεκριμένα, τα δισκίδια εκτέθηκαν σε υγρό διάλυμα θειϊκού οξέως (H₂SO₄) και υπεροξειδίου του υδρογόνου (H₂O₂) σε αναλογία ένα προς ένα (1:1).

Βήμα 2^ο: Υγρή Οξείδωση (SiO₂)

Τα δισκίδια τοποθετήθηκαν σε φούρνο θερμοκρασίας 1100 °C για 2h με αποτέλεσμα να δημιουργηθεί στην επιφάνεια του πυριτίου ένα στρώμα διοξειδίου του πυριτίου (SiO₂) πάχους

περίπου (1860 – 1870) Å. Το βήμα αυτό είναι απαραίτητο για την καλύτερη προσκόλληση του νιτριδίου πάνω στο δισκίο.

Βήμα 3^ο : Ανάπτυξη Νιτριδίου (Si_3N_4)

Ανάπτυξη στρώματος νιτριδίου πάνω από το στρώμα του SiO_2 πάχους 1200Å. Το υλικό της μάσκας έχει εναποθετηθεί και μένει η σχηματοποίηση του (με λιθογραφία). Να σημειωθεί ότι ο ρυθμός εγχάραξης του νιτριδίου από το KOH είναι 1Å /min ενώ του οξειδίου 14Å /min.

Βήμα 4^ο : Αρνητική λιθογραφία

Επίστρωση των δισκιδίων με promoter και ρυτίνη τύπου AZ 5214E (photoresist) με τη μέθοδο spincoating στα 5000rpm για 30s. Ψήσιμο στους 110°C για 1,5min και στην συνέχεια έκθεση σε UV για 2,5s με τη μάσκα του καναλιού. Εκ νέου ψήσιμο στους 120°C για 1,5min και πλήρης έκθεση του δισκιδίου σε UV για 3min. Εμφάνιση του προτύπου της μάσκας, βάζοντας τα δισκία στον εμφανιστή (developer) για 1min (αφαίρεση του μη εκτεθειμένου σε UV photoresist). Τέλος, ψήσιμο στους 120°C για 15min.

Βήμα 5^ο : Ξηρή Εγχάραξη του Νιτριδίου (Si_3N_4)

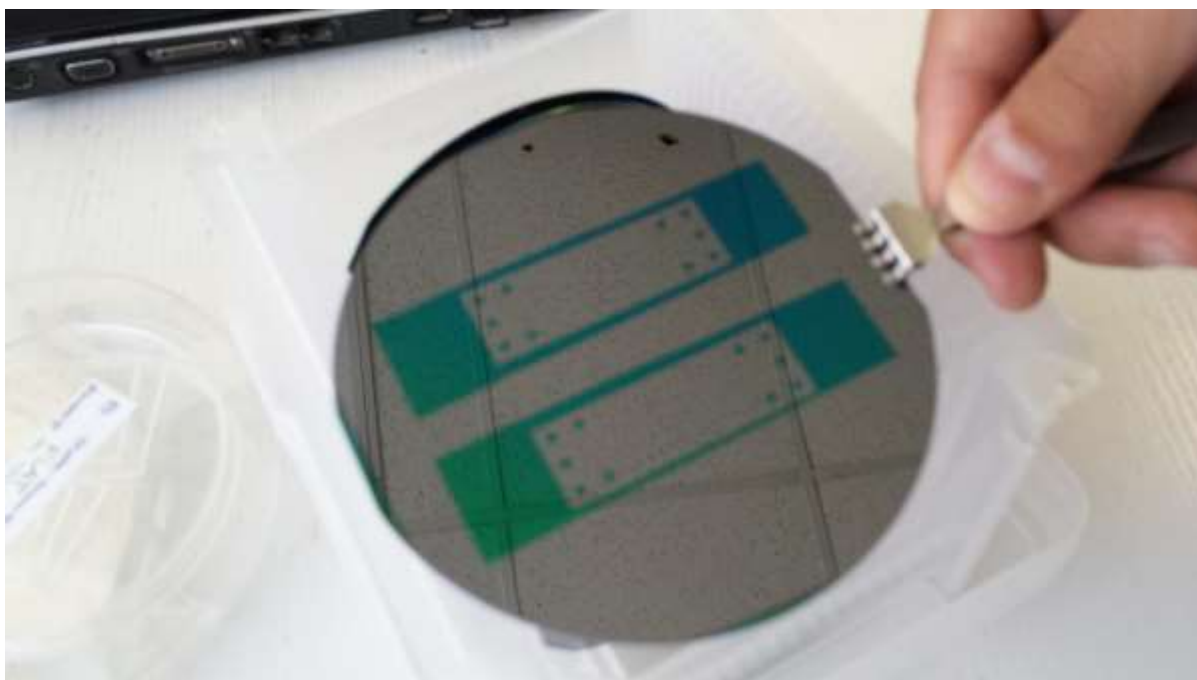
Εγχαράσσεται το νιτρίδιο γύρω από την ρητίνη, που μένει ανέπαφη, με Plasma SF_6 για 1,5min δημιουργώντας τη μάσκα του νιτριδίου για το οξύδιο. Οι συνθήκες εγχάραξης στον αντιδραστήρα πλάσματος (RIE) είναι 10 mTorr πίεση και ισχύ 400W.

Βήμα 6^ο : Υγρή Εγχάραξη του Οξειδίου (SiO_2)

Τα δισκία εκτέθηκαν σε διάλυμα BHF που εγχαράσσει το οξύδιο γύρω από τη ρητίνη και το νιτρίδιο, με ρυθμό 700 - 800 Å/min για 1,5min. Δημιουργία της μορφής της τελικής μάσκας αν εξααιρεθεί η ρητίνη.

Βήμα 7^ο : Καθαρισμός Ρητίνης

Τα δισκία εμβαπτίζονται σε ακετόνη για 15min για την αφαίρεση της ρητίνης και στην συνέχεια σε προπανόλη για την απομάκρυνση της ακετόνης. Η εμβάπτιση συνοδεύεται με υπερήχους για το καλύτερο αποτέλεσμα. Η ρητίνη αφαιρείται, έτσι μάσκα για την εγχάραξη του πυριτίου με KOH είναι έτοιμη.



Εικόνα 3.2: Η τελική μορφή του δισκίου πυριτίου μετά τη διαδικασία της λιθογραφίας

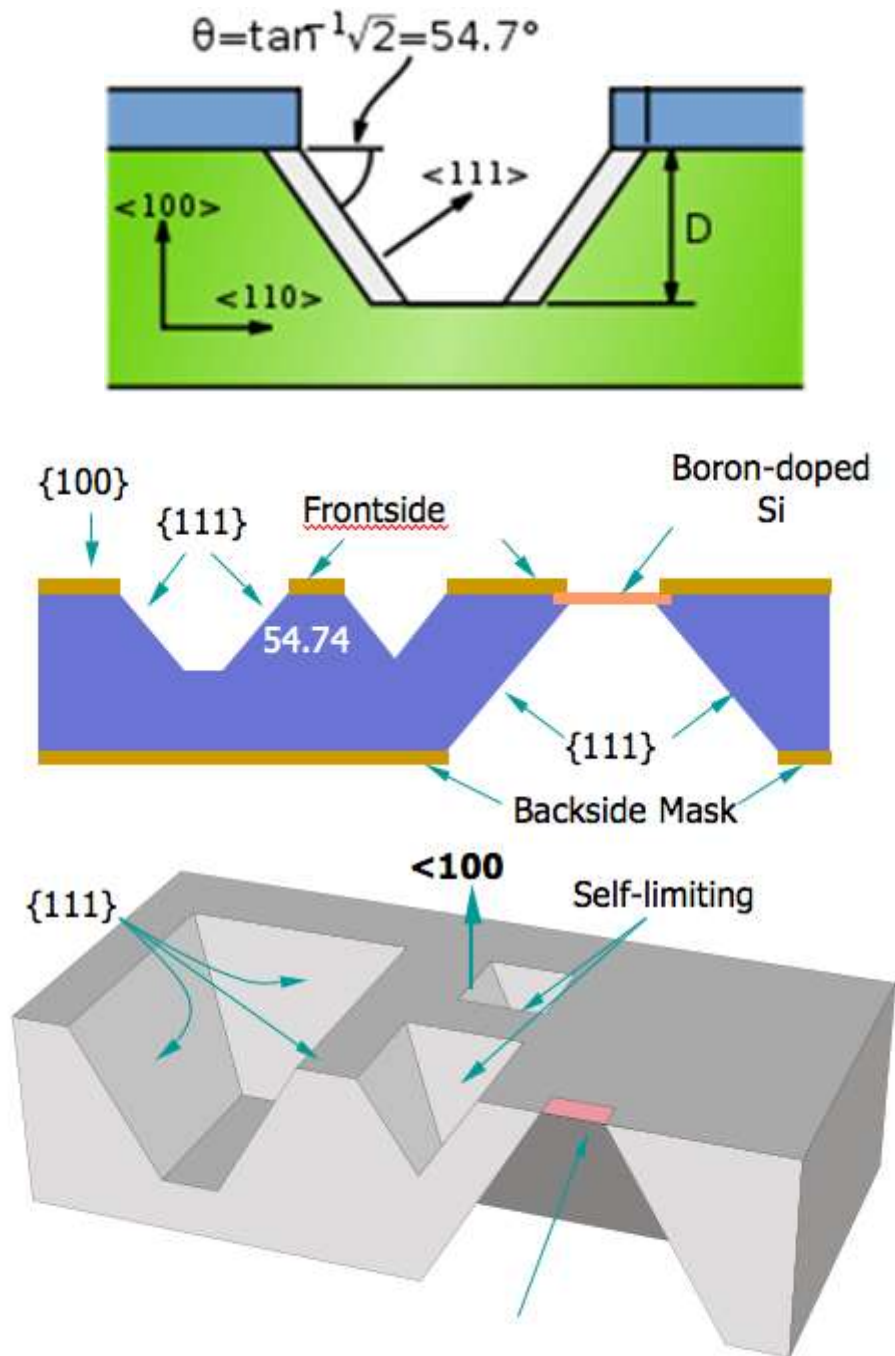
Σύμφωνα με όλα τα προηγούμενα η μάσκα εγχάραξης του πυριτίου έχει ύψος $180+120=300\text{nm}$.

Επομένως, το δισκίο πυριτίου, είναι έτοιμο να υποστεί υγρή ανισοτροπική εγχάραξη με καυστικό κάλιο (KOH).

3.4 Υγρή Ανισοτροπική Εγχάραξη Πυριτίου με KOH

Αυτή είναι η διαδικασία που με την οποία δημιουργήθηκε η σφραγίδα - πρότυπο (master) αποτύπωσης του μικροκαναλιού.

Η κρυσταλλογραφική ανισοτροπική εγχάραξη πυριτίου γίνεται με την βοήθεια ενός υγρού εγχαράκτη. Στη προκειμένη περίπτωση χρησιμοποιήθηκε υδατικό διάλυμα υδροξειδίου του καλίου (καυστικό κάλιο - KOH). Το καυστικό κάλιο έχει επιλεκτικότητα εγχάραξης έως και 400 φορές μεγαλύτερη στην κρυσταλλική διεύθυνση $\langle 100 \rangle$ από την $\langle 111 \rangle$, έτσι η εγχάραξη είναι πλήρως ανισοτροπική. Για παράδειγμα, η εγχάραξη της $\langle 100 \rangle$ επιφάνειας πυριτίου μέσα από ορθογωνική ευθύγραμμη οπή μάσκας νιτριδίου, προκύπτει μια εσοχή με επίπεδη κλίση, προσανατολισμένη στο επίπεδο $\langle 111 \rangle$, σύμφωνα με την εικόνα.



Εικόνα 3.3: Απεικόνιση της υγρής ανισοτροπικής – κρυσταλλογραφικής εγχάραξης του πυριτίου με διαφορετικές μάσκες

Στη διεργασία κατασκευής της σφραγίδας (master) του μικροκαναλιού που κατασκευάστηκε, το προφίλ είναι ακριβώς το ανάστροφο, δηλαδή η μάσκα νιτριδίου θα είναι σαν μια λωρίδα πάνω στο δισκίο, από την οποία θα ξεκινάει η εγχάραξη εκατέρωθέν της. Στην ουσία η μάσκα νιτριδίου μεταφράζεται, μετά την αποτύπωση, στην μικρή πλευρά του τραπεζοειδούς καναλιού.

Για την κρυσταλλογραφική εγχάραξη του πυριτίου των δισκίων, χρησιμοποιήθηκε υδατικό διάλυμα υδροξειδίου του καλίου (καυστικό κάλιο - KOH) συγκέντρωσης 44% vol. Σημαντικός παράγοντας που καθορίζει τον ρυθμό εγχάραξης είναι η θερμοκρασία. Για τη καλύτερη διατήρησή της θερμοκρασίας, άρα και μεγαλύτερη ακρίβεια εγχάραξης, το δοχείο που περιείχε τα δισκία

τοποθετήθηκε μέσα σε λάδι που θερμαινόταν από μια ειδική αντίσταση. Η επιλεχθείσα θερμοκρασία εγχάραξης είναι οι 80°C όπου ο ρυθμός εγχάραξης είναι 1,5μm/min. Το επιθυμητό βάθος του μικροκαναλιού είναι κοντά στα 130μm και ο χρόνος της υγρής εγχάραξης είναι περίπου 80min. Κατά τη διάρκεια της εγχάραξης, είναι απαραίτητη η ανάδευση του διαλύματος.

Προτού τοποθετηθούν τα δισκία στο δοχείο εγχάραξης, πρέπει να απομακρυνθεί το λεπτό στρώμα οξειδίου που αναπτύσσεται στην επιφάνεια του πυριτίου λόγω της επαφής του με τον ατμοσφαιρικό αέρα, το λεγόμενο native oxide. Έτσι λοιπόν, τα δισκία εμβαπτίζονται σε αραιό διάλυμα HF 2% για λίγα δευτερόλεπτα για την αφαίρεση του λεπτού αυτού υμενίου. Στη παρακάτω εικόνα, φαίνεται το πρότυπο - σφραγίδα μετά την εγχάραξη (εικόνα SEM)



Εικόνα 3.4: Εικόνα από μικροσκόπιο ηλεκτρονικής δέσμης (SEM) του προτύπου (master) ύστερα από την ανιστροπικήεγχάραξη στο καυστικό κάλιο.

3.5 Προετοιμασία Πολυμερικού Υποστρώματος

Από τη στιγμή που το πρότυπο είναι έτοιμο, μένει να φτιαχτεί το υπόστρωμα πάνω στο οποίο θα αποτυπωθούν τα μικροκανάλια. Το χρησιμοποιηθέν πολυμερικό υπόστρωμα είναι από PMMA το οποίο έχει θερμοκρασία υαλώδους μετάβασης στους 118°C και έχει πάχος 2mm.

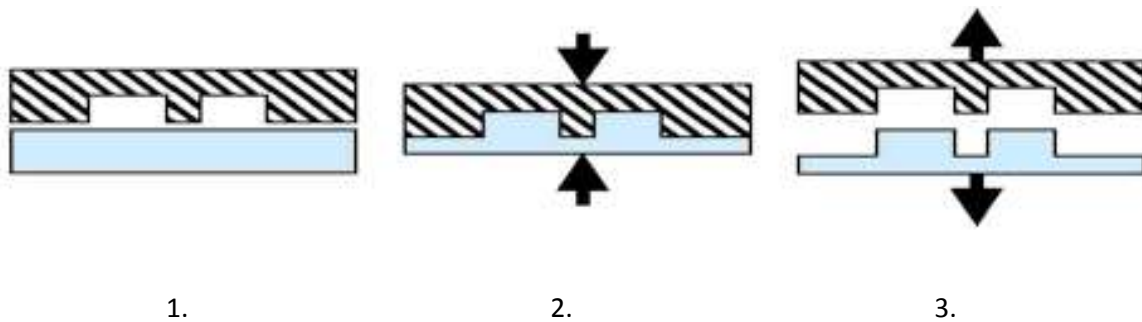
Το PMMA κόβεται με πριονοκορδέλα σε ορθογώνια παραλληλεπίπεδα κομμάτια με διαστάσεις (4,5 x 1,5) cm. Οι διαστάσεις αυτές είναι και οι διαστάσεις του προτύπου το οποίο θα αποτυπωθεί. Στη συνέχεια τα πλακίδια καθαρίζονται εμβαπτίζοντας τα σε ισοπροπανόλη και τα φυσώντας με αέριο άζωτο.

Τα πλακίδια καθώς και το πρότυπο (master) είναι έτοιμα για τη διαδικασία της εν θερμώ σφράγισης.

3.6 Εν Θερμώ Σφράγιση (Hot Embossing)

Εφόσον έχει κατασκευαστεί η σφραγίδα αποτύπωσης (master) πυριτίου με τις διαδικασίες της λιθογραφίας και της υγρής εγχάραξης, μένει να αποτυπωθεί το σχήμα πάνω στο πολυμερικό υπόστρωμα.

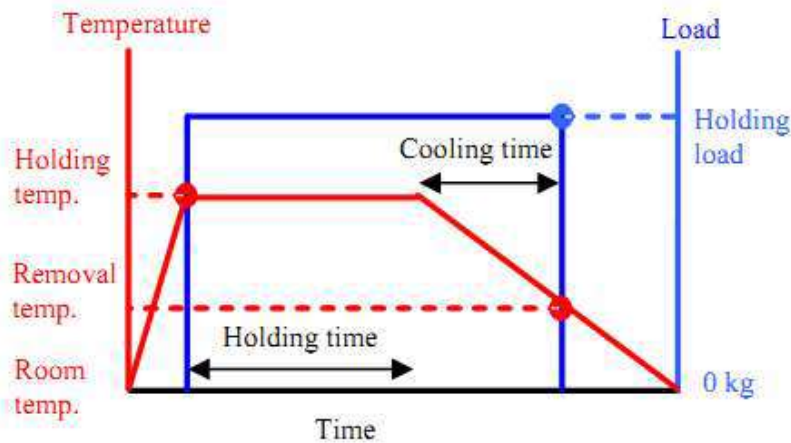
Όλη η αρχή του hot embossing βασίζεται στην αποτύπωση του σχήματος πάνω στο υλικό, ασκώντας σταθερή πίεση καθώς το πολυμερές έχει ξεπεράσει τη θερμοκρασία της υαλώδους μετάβασης του, T_g , όπου γίνεται εύπλαστο και στη συνέχεια η πτώση της θερμοκρασίας κάτω από την T_g , που το υλικό επιστρέφει στην κανονική του δομή. Έτσι κατά τη σταθεροποίηση της δομής του το σχήμα παραμένει αποτυπωμένο και αμετάβλητο. Έπειτα αφαιρείται η σφραγίδα αφήνοντας την τελική μορφή του δείγματος αποτυπωμένη.



Εικόνα 3.5: 1) Αύξηση θερμοκρασίας πάνω από την T_g 2) Άσκηση πίεσης για την αποτύπωση και σταδιακή πτώση της θερμοκρασίας κάτω από την T_g 3) Αφαίρεση της πίεσης και της σφραγίδας

Συνοπτικά η διαδικασία έχει ως εξής:

1. Γίνεται τοποθέτηση του πολυμερικού δείγματος και της σφραγίδας
2. Θερμαίνεται μέχρι την ζητούμενη θερμοκρασία (130°C)
3. Εφαρμόζεται το απαιτούμενο φορτίο (650 rounds per square inch)
4. Το φορτίο και η θερμοκρασία παραμένουν σταθερά για ένα χρονικό διάστημα
5. Η θερμοκρασία ελαττώνεται και το φορτίο παραμένει (μέχρι τους 90°C)
6. Αφαιρείται το φορτίο
7. Αφαιρείται το δείγμα[24].

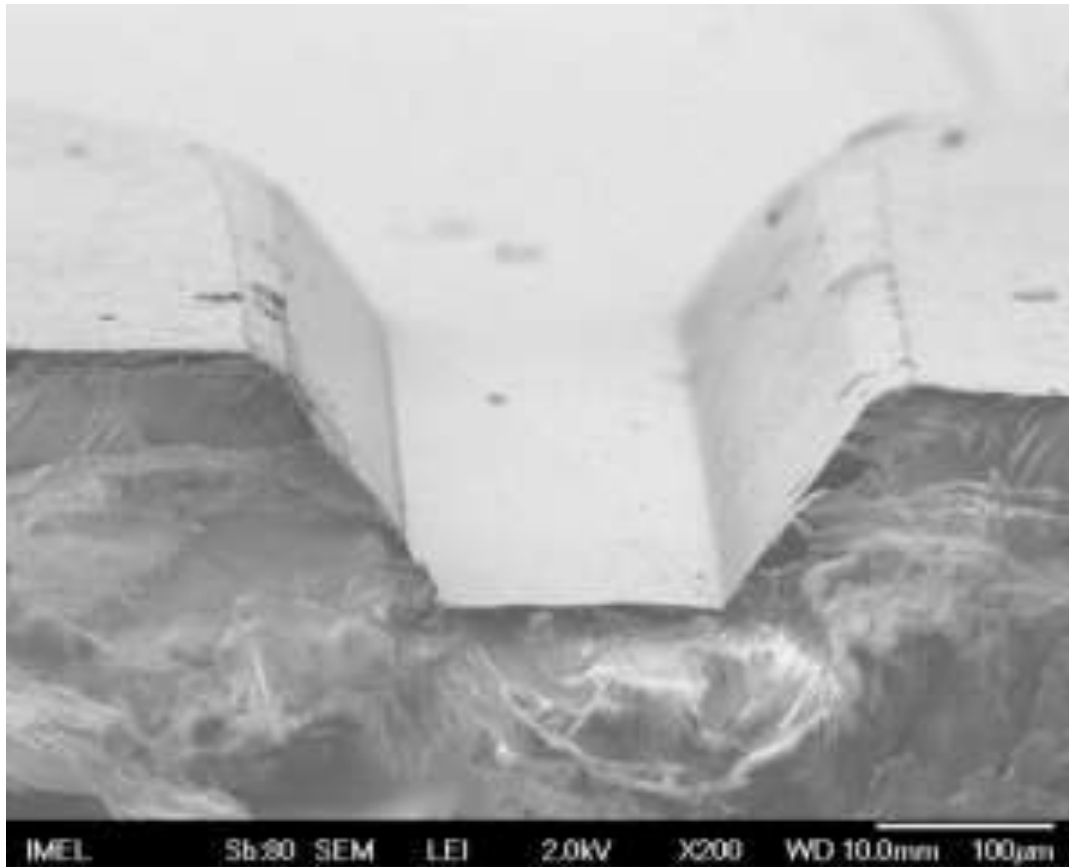


Εικόνα 3.6: Οι κύκλοι θερμοκρασίας και φορτίου κατά την διαδικασία της εν θερμώ σφράγισης.

Πιο αναλυτικά ακολουθήθηκαν τα παρακάτω βήματα πριν και μετά την αποτύπωση.

- Το πρότυπο (master) επιστρώνεται με φθοράνθρακα στον αντιδραστήρα του πλάσματος έτοιμωστε κατά την πίεση που θα υποστεί το πλαστικό chip με το πρότυπο που αποτελείται από πυριτίο να μην αναπτυχθούν ελκτικές δυνάμεις και δεν γίνει δυνατή η αποκόλληση του πλαστικού.
- Γίνεται επικόλληση του προτύπου (master) με PDMS πάνω στην μεταλλική βάση το οποίο αντιδρώντας με τον διασταυρωτή (curing agent) εξασφαλίζει καλή επικόλληση.
- Τοποθετείται το chip πάνω στο πρότυπο και πάνω από το chip τοποθετείται ένα κομμάτι από δισκίο πυριτίου έτσι ώστε να μην έρχεται το πλαστικό σε άμεση επαφή με τη ζεστή πλάκα.
- Η διάταξη, μεταλλική βάση και σφραγίδα, πλαστικό chip, κομμάτι πυριτίου, τοποθετείται στις δύο πλάκες της πρέσας σε θερμοκρασία 130°C με πίεση 650 λίβρες ανά τετραγωνική ίντσα και αφήνεται πάνω στην πρέσα μέχρι να ψυχθεί στους 90°C. Η θερμοκρασία υαλώδους μετάβασης πρέπει να είναι μεγαλύτερη από την ελάχιστη και μικρότερη από τη μέγιστη θερμοκρασία. Για το χρησιμοποιούμενο PMMA η T_g είναι στους 118°C.
- Τέλος, η διάταξη εξάγεται στην θερμοκρασία του περιβάλλοντος και αφήνεται για κάποιο χρονικό διάστημα ώστε να ψυχθεί. Για ευκολότερη αποκόλληση του chip από την σφραγίδα και από το κομμάτι από το δισκίο πυριτίου, ασκούνται ελαφρές δονήσεις στο κομμάτι του δισκίου.

Στη παρακάτω φωτογραφία φαίνεται το τραπεζοειδές σχήμα του μικροκαναλιού μετά την αποτύπωσή του πάνω στο PMMA υπόστρωμα.



Εικόνα 3.7: Αποτύπωμα πάνω σε PMMA μετά τη διαδικασία του hot embossing (εικόνα SEM)

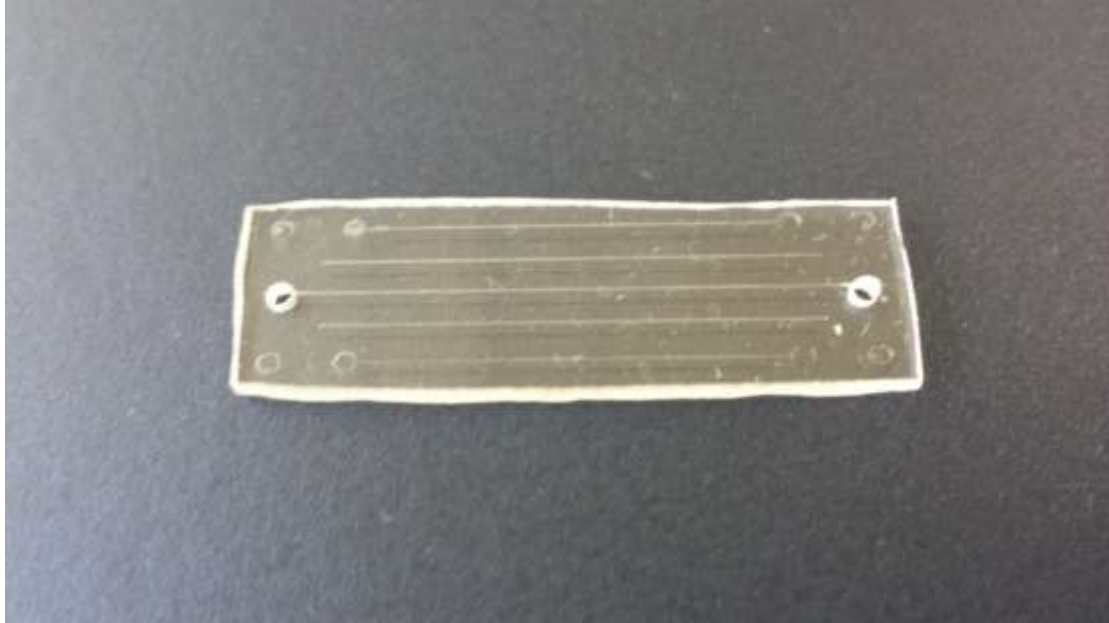
Τα μικροκανάλια είναι σχεδόν έτοιμα, το μόνο που μένει είναι να ανοιχτούν η είσοδος και η έξοδος τους καθώς και να σφραγιστούν στο επάνω μέρος τους.

3.7 Σφράγιση μικροκαναλιών

Αφού ανοιχτούν οι εισόδους και εξόδους των μικροκαναλιών (διαμπερείς τρύπες με τρυπάνι στα άκρα του μικροκαναλιού διαμέτρου 1,5mm), τα κανάλια είναι έτοιμα για σφράγιση. Να σημειωθεί ότι στη παρούσα εργασία, η διαδικασία της σφράγισης δεν γίνεται σε αυτό το στάδιο καθώς ακολουθεί η τροποποίηση των τοιχωμάτων των μικροκαναλιών (ΚΕΦΑΛΑΙΟ 4) πριν τη σφράγιση τους.

Η μέθοδος που θα γίνει η σφράγιση είναι με lamination film, δηλαδή ένα λεπτό ελαστικό φιλμ σαν κολλητική ταινία με υψηλή ανθεκτικότητα. Το film αποτελείται από 50µm polyolefin από τη μία μεριά και 50µm κολλητική ουσία που συγκολλεί τις δύο επιφάνειες. Η μέθοδος αυτή ανήκει στην κατηγορία της έμμεσης σφράγισης όπου χρησιμοποιείται κάποιο μέσο για τη συγκόλληση (adhesive bonding) όπως για παράδειγμα υγρή κόλλα. Η άλλη μέθοδος που χρησιμοποιείται είναι της άμεσης σφράγισης όπου τα υποστρώματα υπόκεινται σε θέρμανση και πίεση (thermal fusion bonding) και τη μέθοδο όπου γίνεται προσκόλληση με χημικούς δεσμούς (solvent bonding). Σε αυτή την κατηγορία ανήκουν και οι λιγότερο χρησιμοποιούμενες μέθοδοι όπως η σφράγιση με τοπική

θέρμανση (localized welding) και επιφανειακή τροποποίηση (surface treatment and modification) [25]. Ένα σημαντικό πλεονέκτημα της έμμεσης σφράγισης με lamination film που χρησιμοποιήθηκε, είναι η εύκολη και γρήγορη συγκόλληση αλλά και αφαίρεση. Στο παρόν πείραμα απαιτείται η εύκολη αφαίρεση της σφράγισης, για τον καθαρισμό του καναλιού πριν τη διεξαγωγή επόμενου πειράματος. Αντίστοιχα, πλεονέκτημα της άμεσης σφράγισης είναι η σταθερότητα και η μεγαλύτερη αντοχή που παρέχεται από το σφράγισμα που συνήθως αποτελείται από το ίδιο υλικό με το υπόστρωμα.



Εικόνα 3.8: Η μορφή του PMMA με το κανάλι και τις τρύπες

Εφόσον τα μικροκανάλια είναι έτοιμα, μένει η τροποποίηση των τοιχωμάτων τους για τις υπερυδρόφοβες και υπερυδρόφιλες συνθήκες που απαιτούνται.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 4 – ΤΡΟΠΟΠΟΙΗΣΗ ΤΩΝ ΤΟΙΧΩΜΑΤΩΝ ΤΩΝ ΜΙΚΡΟΚΑΝΑΛΙΩΝ

4.1 Εισαγωγή

Στο παρών κεφάλαιο περιγράφονται οι μέθοδοι που χρησιμοποιήθηκαν για τη τροποποίηση και την επιλογή των τελικών χαρακτηριστικών των τοιχωμάτων των μικροκαναλιών. Στόχος είναι οι επιφάνειες να έχουν υπευδρόφοβα ή υπερευδρόφιλα χαρακτηριστικά. Πρωτού γίνει η όποια τροποποίηση στα μικροκανάλια, προηγήθηκε η μελέτη σε δείγματα PMMA.

Η μελέτη που ακολουθήθηκε συνοπτικά σε αυτό το κεφάλαιο, είναι:

- τροποποίηση επιφανειών σε δείγματα PMMA
 - ✓ Εγχάραξη των δειγμάτων με πλάσμα οξυγόνου
 - ✓ Σταθεροποίηση των δειγμάτων
 - ✓ Έλεγχος αντοχής των δειγμάτων
- μέτρηση γωνιών επαφής και υστέρηση των επιφανειών
- τροποποίηση των επιφανειών στα τοιχώματα των μικροκαναλιών

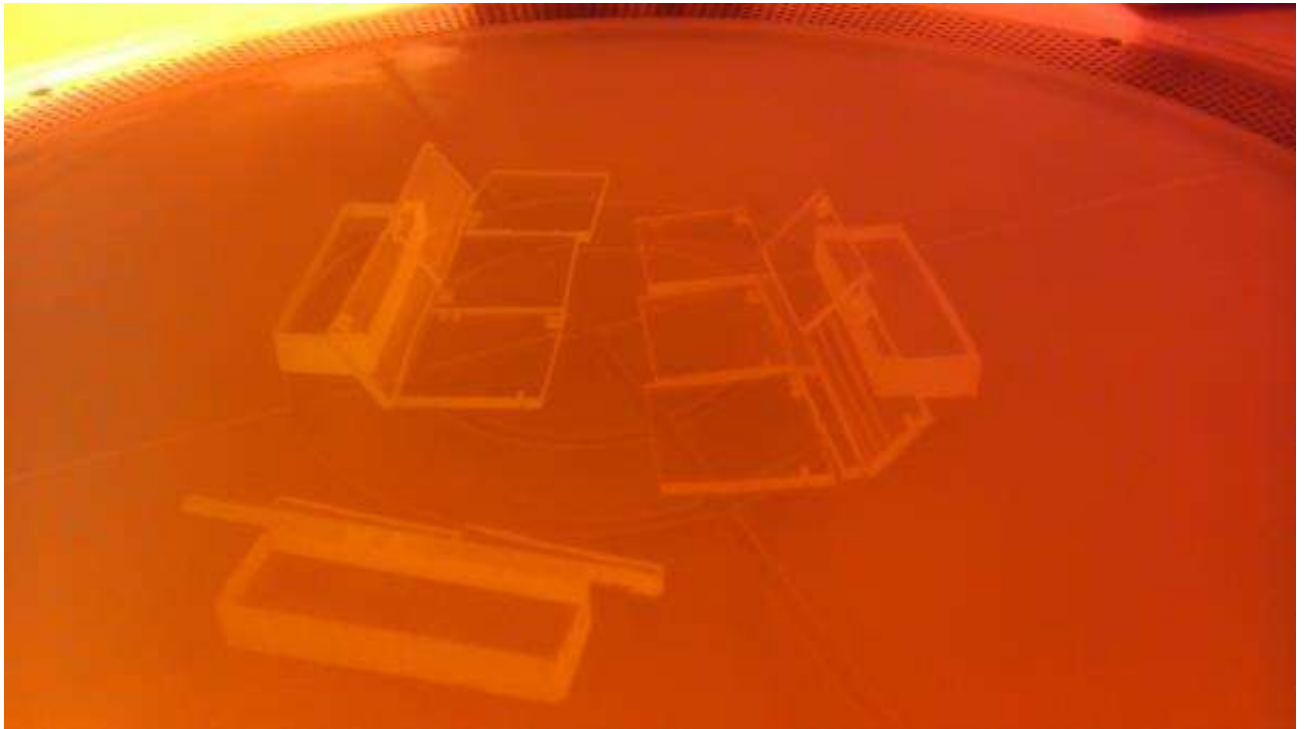
Η τροποποίηση των επιφανειών, απαιτεί αρχικά τη δημιουργία τραχύτητας. Η τραχύτητα των επιφανειών επιτυγχάνεται με εγχάραξη σε αντιδραστήρα πλάσματος με οξυγόνο. Το αποτέλεσμα είναι η ύπαρξη τυχαίας νανούφανσης (nanotexturing) της επιφάνειας η οποία προσδίδει ιδιότητες υδροφοβικότητας ή υδροφιλικότητας στις εγχαραγμένες επιφάνειες. Για την επίτευξη της υπερευδροφοβικότητας γίνεται εναπόθεση (deposition) λεπτών υμενίων πάνω στη εγχαραγμένη επιφάνεια. Στη συνέχεια μετριέται η γωνία επαφής και η υστέρηση που δείχνουν το μέγεθος υπερευδροφιλικότητας της επιφάνειας και ακολουθεί η εγχάραξη των μικροκαναλιών όπου θα γίνει και η τελική μέτρηση της ροής. Παρακάτω θα αναλυθεί κάθε πτυχή αυτής της διαδικασίας.

4.2 Τροποποίηση Επιφανειών σε Δείγματα PMMA

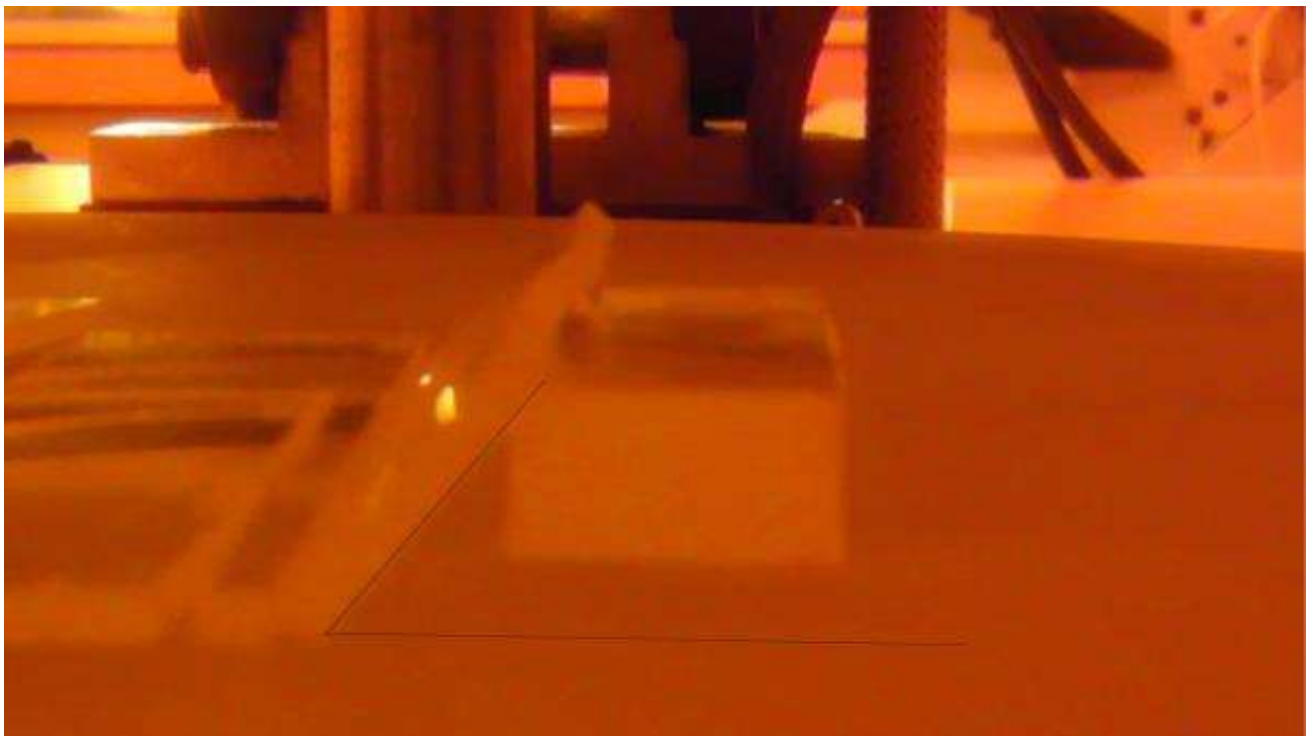
Για τη τροποποίηση των επιφανειών ώστε να τους προσδοθούν υπερευδροφοβες και υπερευδρόφοβες συμπεριφορές, απαιτείται η δημιουργία τραχύτητας. Η τραχύτητα αυτή πραγματοποιήθηκε με εγχάραξη πλάσματος οξυγόνου σε αντιδραστήρα πλάσματος τύπου RIE (Reactive Ion Etching) στον καθαρό χώρο του Ινστιτούτου Μικροηλεκτρονικής στον Δημόκριτο. Πιο συγκεκριμένα, εγχαράχθηκαν πλακίδια - δείγματα PMMA για να μελετηθεί η συμπεριφορά τους πριν την εγχάραξη των καναλιών. Τα πλακίδια εγχαράχθηκαν σε επίπεδη θέση αλλά και σε κεκλιμένη (υπό γωνία περίπου 54 μοίρες) για τη προσομοίωση του πυθμένα του καναλιού αλλά και των κεκλιμένων τοιχωμάτων του αντίστοιχα. Οι συνθήκες εγχάραξης είναι:

- Ο συνολικός χρόνος εγχάραξης ήταν 12min, διακοπτόμενη ανά δύο για να αποφευχθεί υψηλή θερμοκρασία που μπορεί να τήξει τα πολυμερικά δείγματα .
- Η πίεση μέσα στον αντιδραστήρα ήταν 10mTorr

- Η ισχύς της γεννήτριας 400W
- Η συγκέντρωση μορίων οξυγόνου 50sccm O₂



Εικόνα 4.1: Τα δείγματα – πλακίδια PMMA όπως τοποθετήθηκαν μέσα στον αντιδραστήρα πλάσματος



Εικόνα 4.2: Εδώ φαίνεται η εγχάραξη υπό γωνία των δειγμάτων που προσομοιώνουν τα πλάγια τοιχώματα του μικροκαναλιού

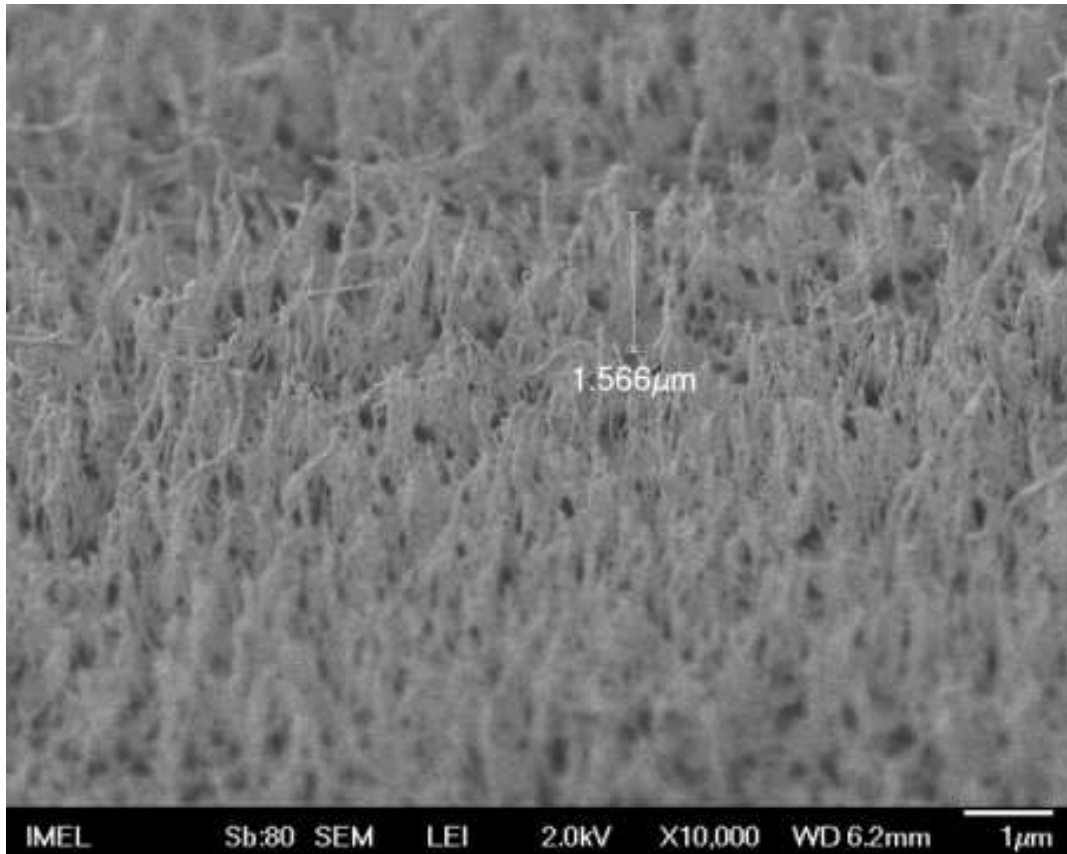
Τα βήματα που ακολουθήθηκαν συνοπτικά για την προσομοίωση των επιφανειών που θα χρησιμοποιηθούν μέσα στο μικροκανάλι είναι:

- Εγχάραξη των δειγμάτων με πλάσμα οξυγόνου
- Σταθεροποίηση των δειγμάτων μέσα σε νερό
- Έλεγχος αντοχής των δειγμάτων μέσα στα χρησιμοποιηθέντα υγρά

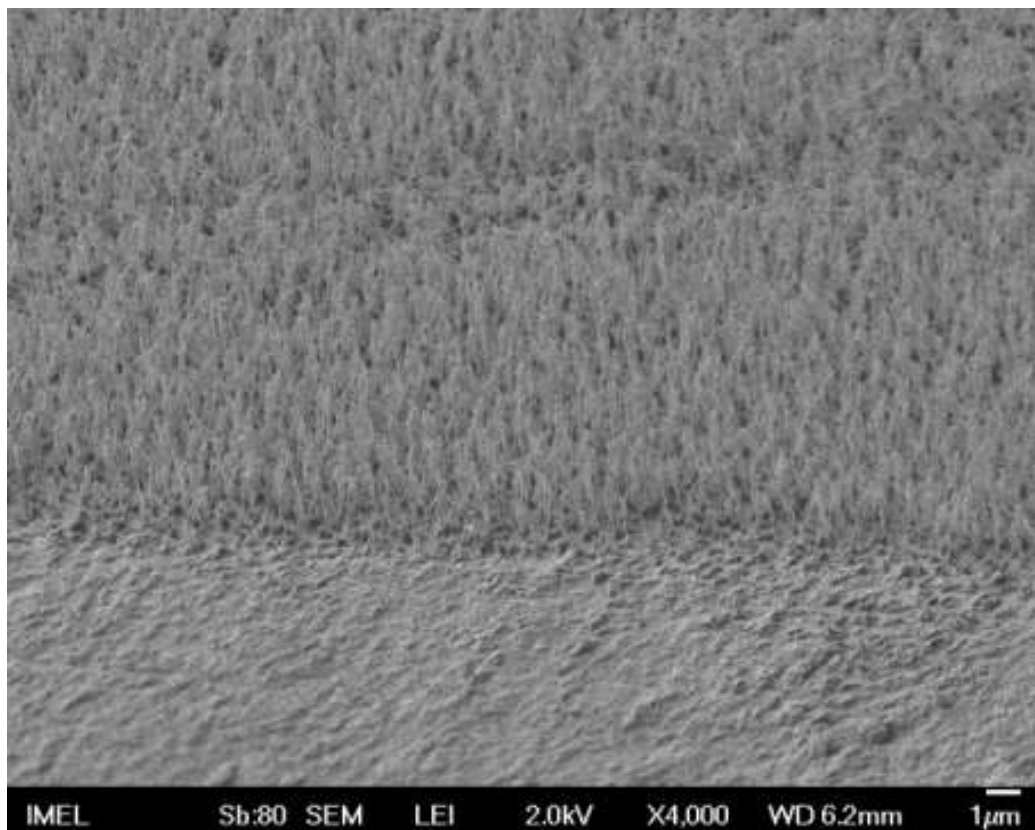
Ύστερα από το κάθε βήμα, μετρήθηκαν οι γωνίες επαφής των επιφανειών καθώς και η υστέρηση. Αναλυτικότερα τα αποτελέσματα παρουσιάζονται σε επόμενο υποκεφάλαιο (Μέτρηση Γωνιών Επαφής και Υστέρηση των Επιφανειών).

Εγχάραξη των δειγμάτων με πλάσμα οξυγόνου

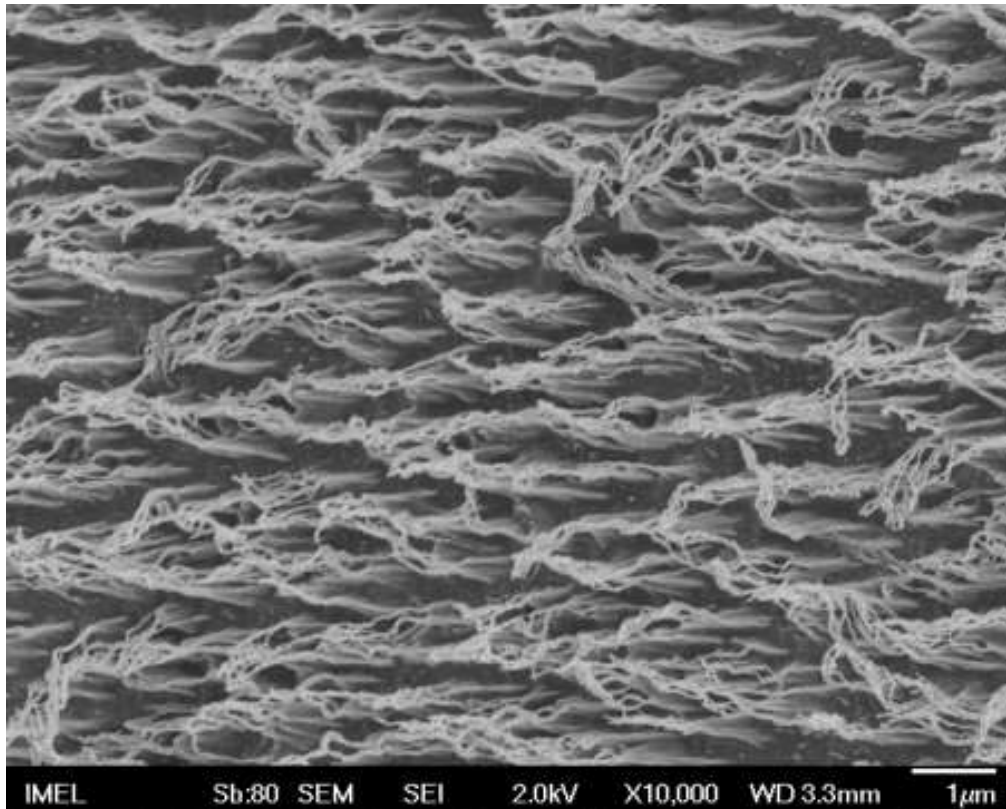
Το αποτέλεσμα της εγχάραξης είναι η δημιουργία τραχύτητας στις επιφάνειες των δειγμάτων. Η τραχύτητα των μη σταθεροποιημένων επιφανειών έχει ύψος περί τα 1500nm και απεικονίζεται στις παρακάτω φωτογραφίες από το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο (SEM) του Ινστιτούτου Μικροηλεκτρονικής.



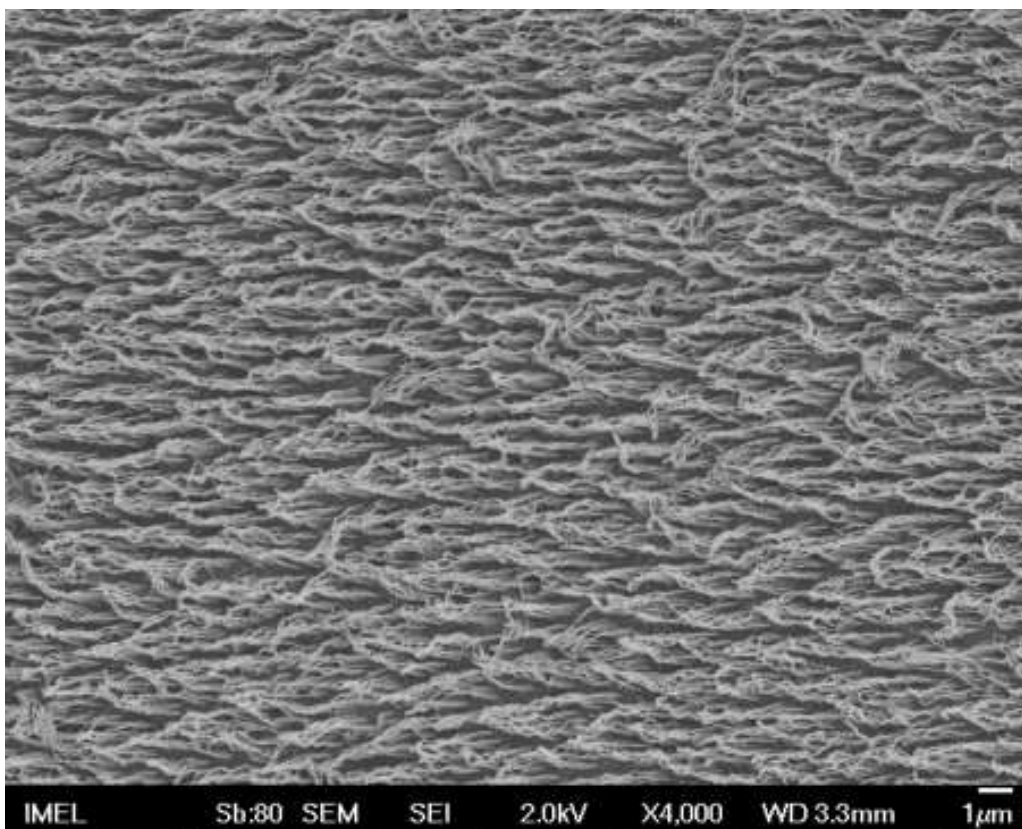
Εικόνα 4.3: Τα επίπεδα εγχαραγμένα δείγματα: 10.000 φορές μεγένθυση, φωτογραφία υπό γωνία 70°



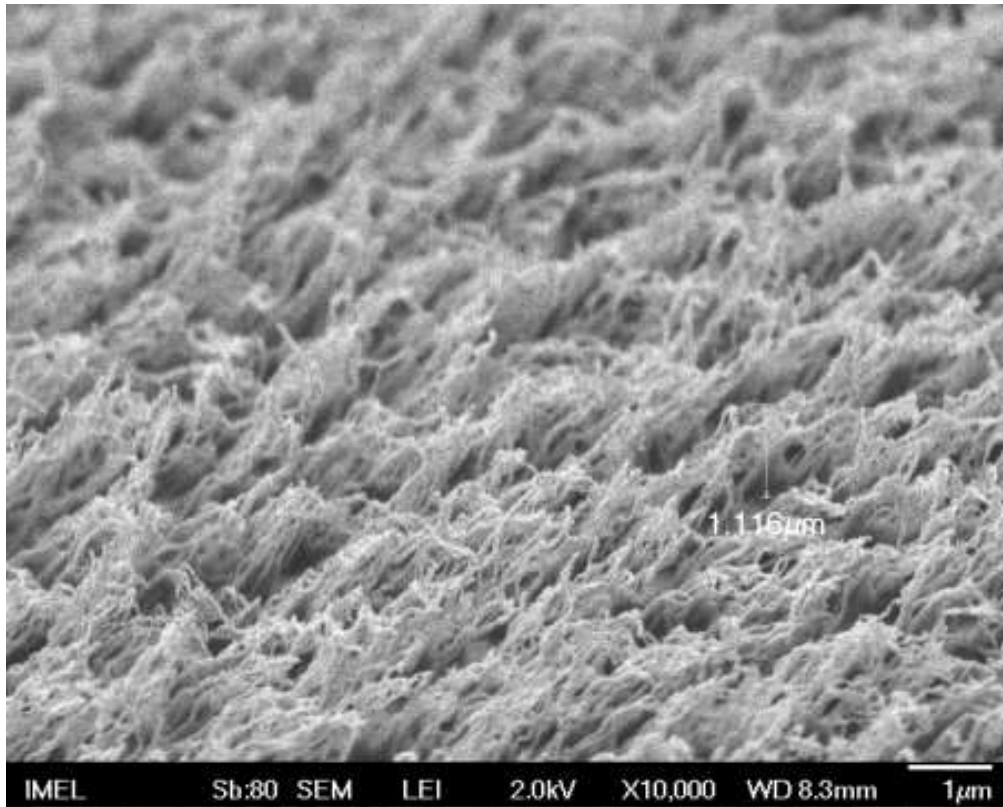
Εικόνα 4.4: Τα επίπεδα εγχαραγμένα δείγματα: 4.000 φορές μεγένθυση, φωτογραφία υπό γωνία 70°



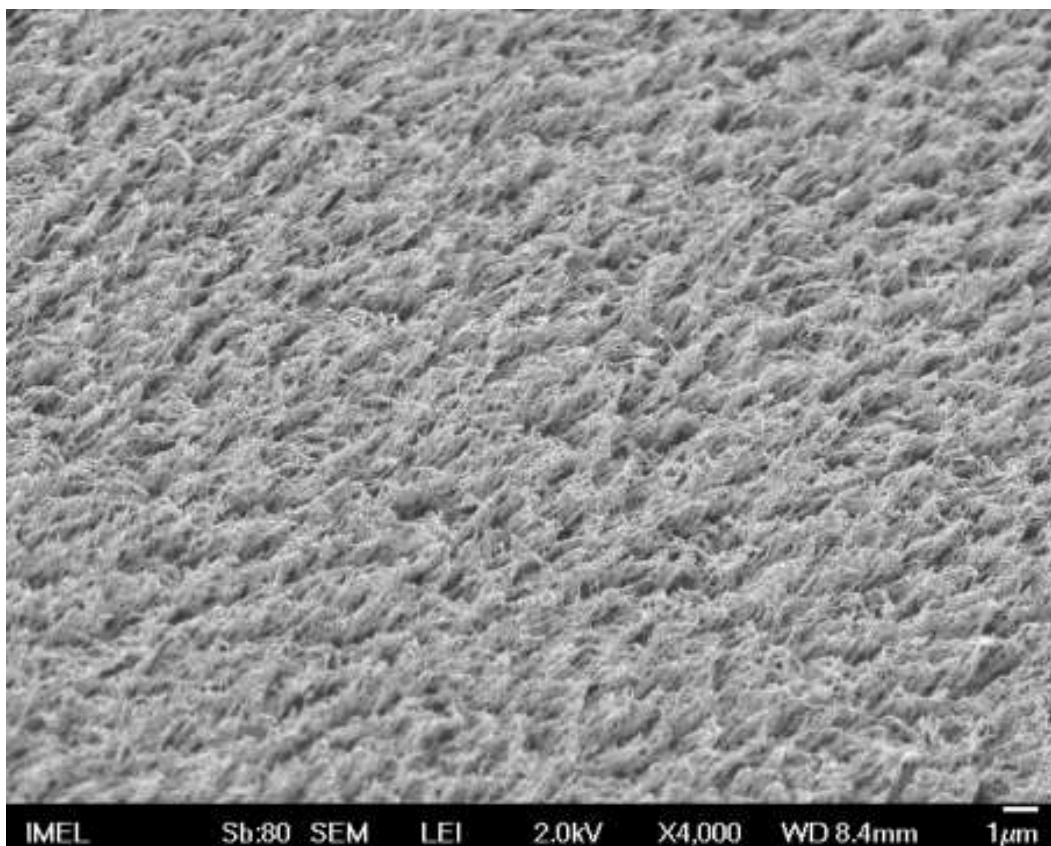
Εικόνα 4.5: Τα υπό γωνία εγχαραγμένα δείγματα:10.000 φορές μεγένθυση, φωτογραφία κάθετη (top - down)



Εικόνα 4.6: Τα υπό γωνία εγχαραγμένα δείγματα:4.000 φορές μεγένθυση, φωτογραφία κάθετη (top - down)



Εικόνα 4.7: Τα υπό γωνία εγχαραγμένα δείγματα:10.000 φορές μεγένθυση, φωτογραφία υπό γωνία 70⁰



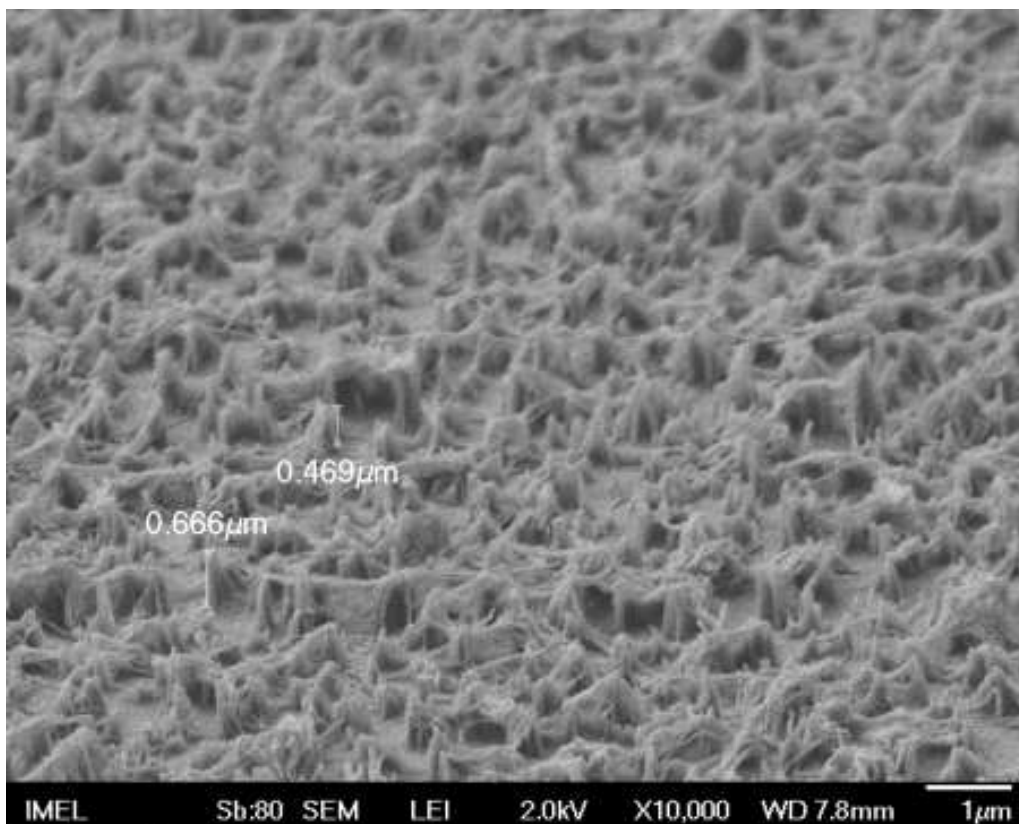
Εικόνα 4.8: Τα υπό γωνία εγχαραγμένα δείγματα:4.000 φορές μεγένθυση, φωτογραφία υπό γωνία 70⁰

Σταθεροποίηση των δειγμάτων

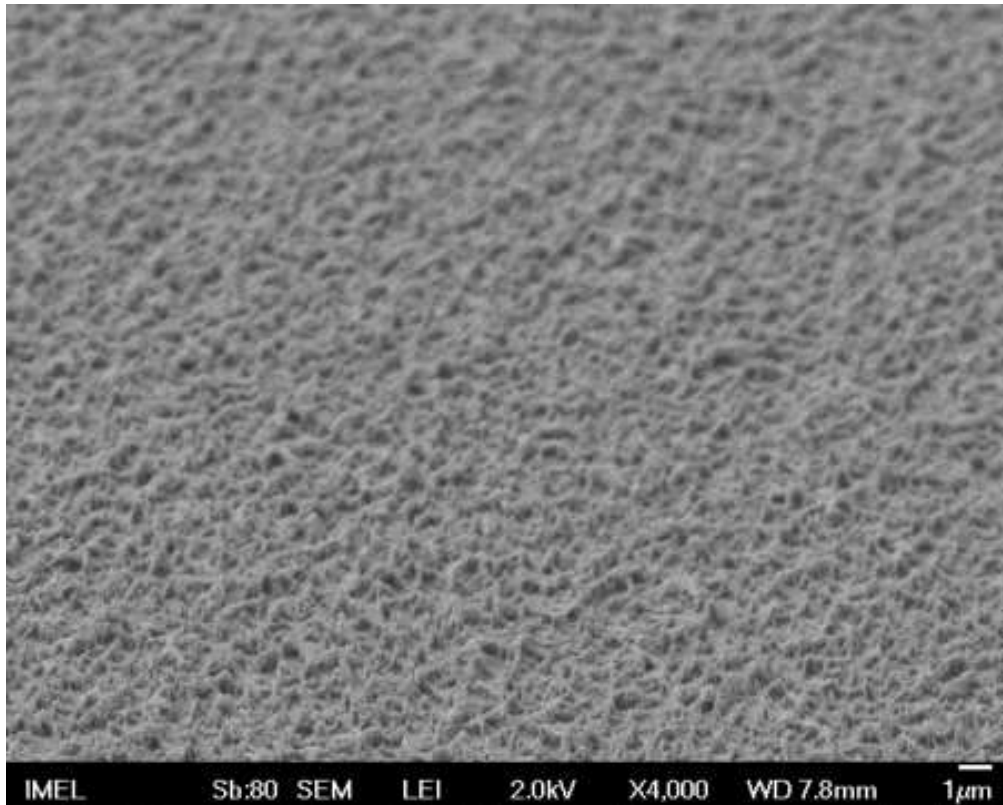
Οι παραπάνω επιφάνειες δεν είναι σταθεροποιημένες. Η διαδικασία της σταθεροποίησης αποσκοπεί στο να δημιουργηθούν πιο σταθερές δομές πάνω στις επιφάνειες οι οποίες θα μπορούν να αντέξουν στις συνθήκες πίεσης που θα τους ασκηθούν μέσα στα μικροκανάλια από τη ροή των υγρών. Αυτό έχει ως αποτέλεσμα να μειωθεί η πυκνότητα των κορυφών καθώς και η οξύτητά δηλαδή το ύψος τους.

Η σταθεροποίηση επιτυγχάνεται με την εμβάπτιση των δειγμάτων σε νερό για 10 λεπτά.

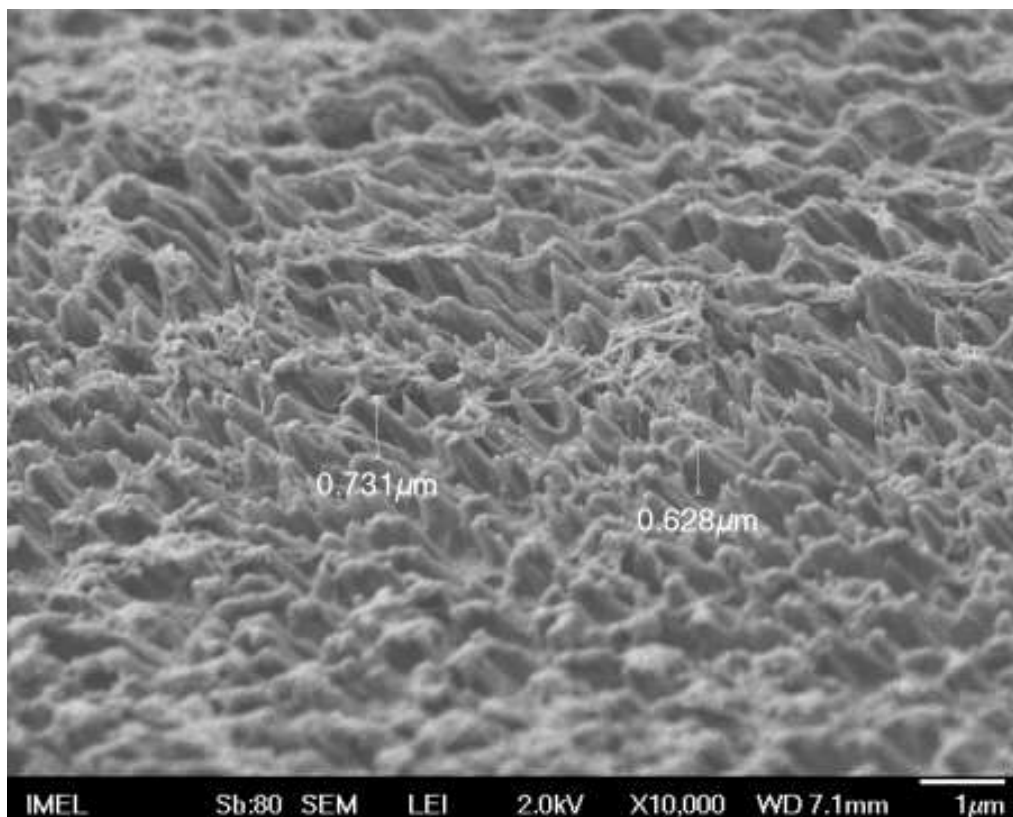
Οι παρακάτω φωτογραφίες αντιστοιχούν στα παραπάνω δείγματα μετά τη σταθεροποίηση.



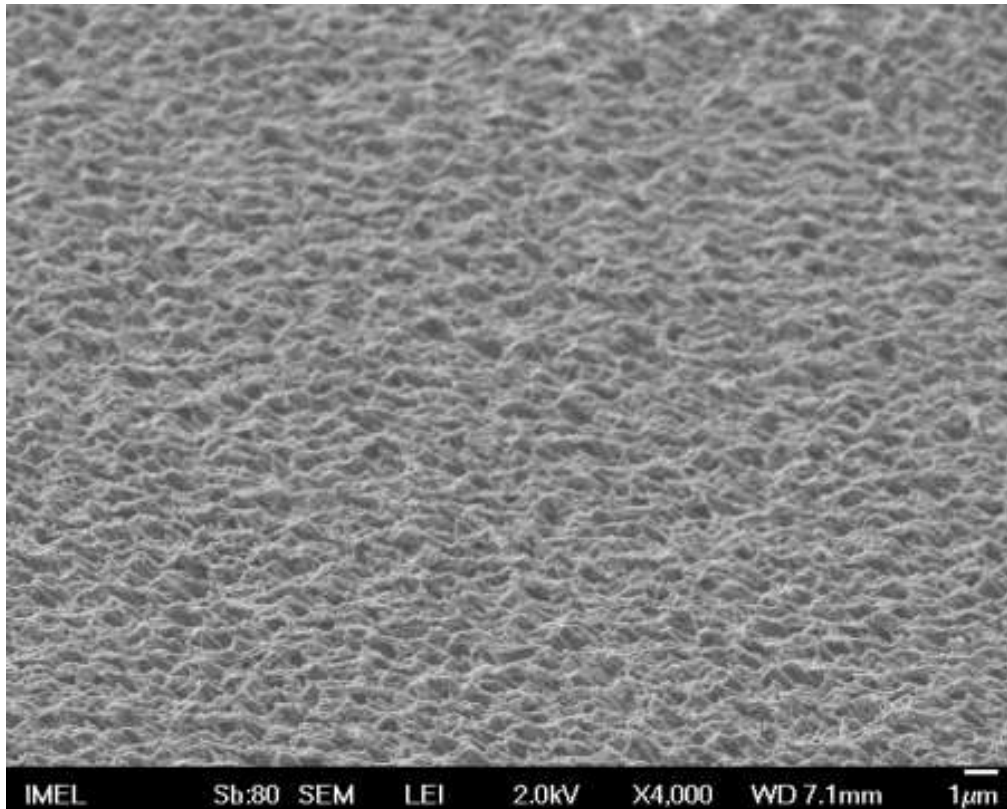
Εικόνα 4.9: Σταθεροποιημένη επιφάνεια, επίπεδου εγχαραγμένου δείγματος: 10.000 φορές μεγένθυση, φωτογραφία υπό γωνία 70°



Εικόνα 4.10: Σταθεροποιημένη επιφάνεια, επίπεδου εγχαραγμένου δείγματος:4.000 φορές μεγένθυση, φωτογραφία υπό γωνία 70°



Εικόνα 4.11: Σταθεροποιημένη επιφάνεια,υπό γωνία εγχαραγμένου δείγματος:10.000 φορές μεγένθυση, φωτογραφία υπό γωνία 70°

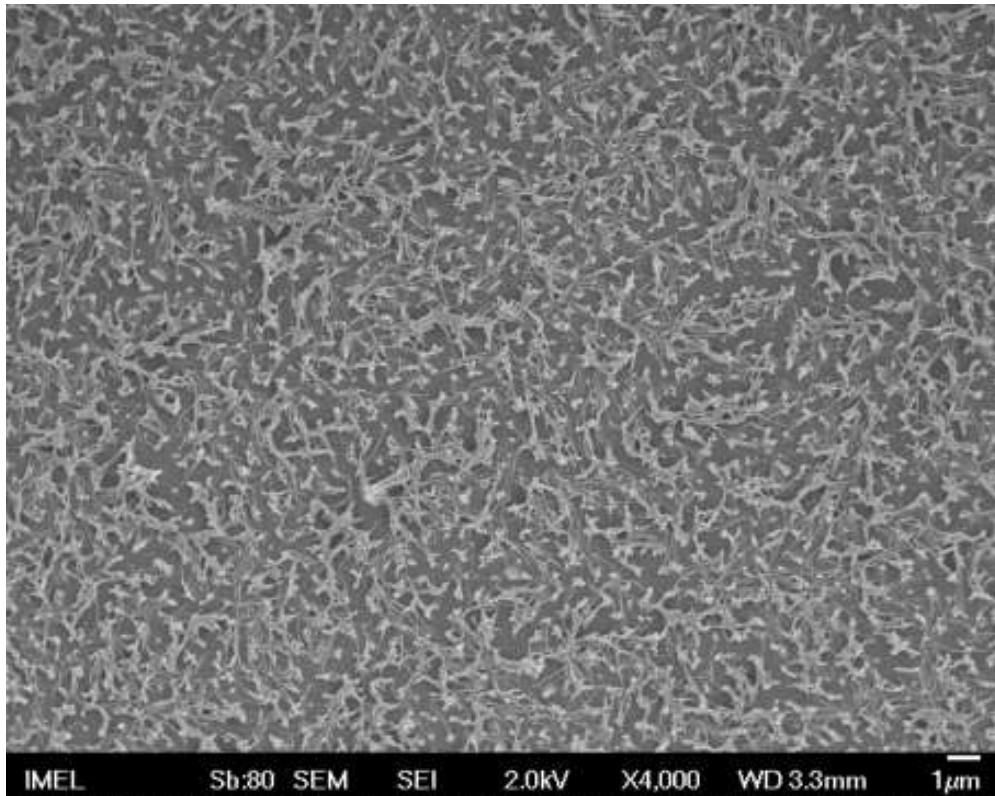


Εικόνα 4.12: Σταθεροποιημένη επιφάνεια, υπό γωνία εγχαραγμένου δείγματος:4.000 φορές μεγένθυση, φωτογραφία υπό γωνία 70°

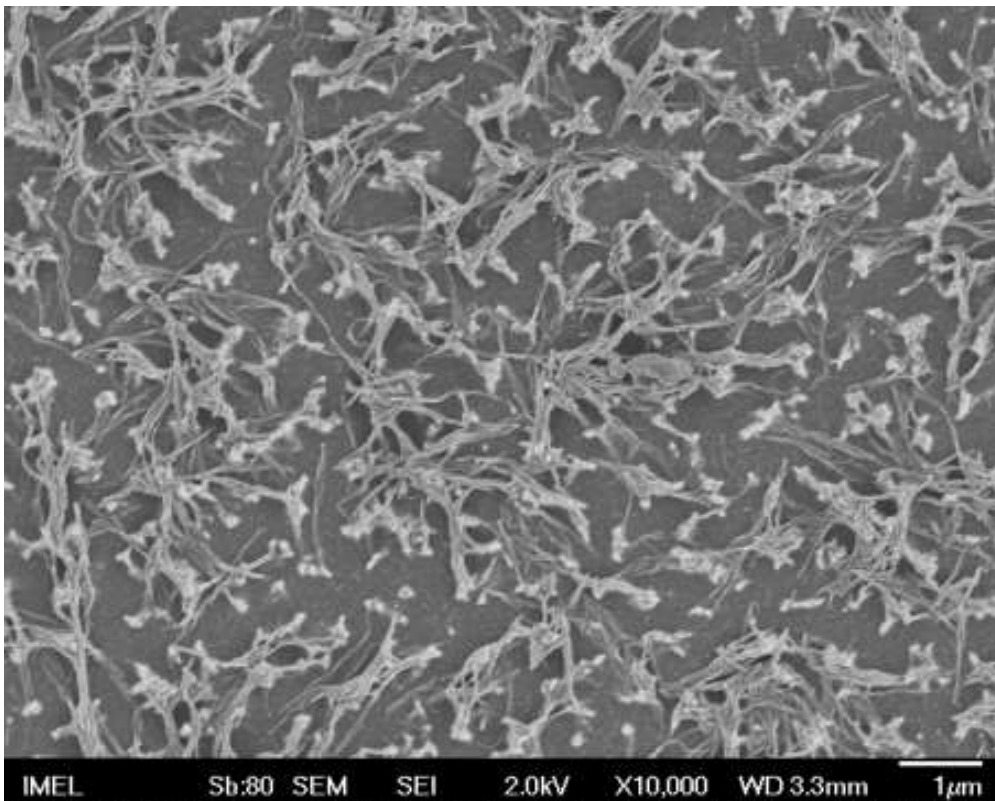
Έλεγχος αντοχής των δειγμάτων

Το επόμενο βήμα που ακολουθήθηκε, ήταν ο έλεγχος αντοχής των επιφανειών σε συνθήκες παρόμοιες με αυτές που θα επικρατήσουν μέσα στο μικροκανάλι κατά την μέτρηση. Έτσι λοιπόν τα δείγματα εμβαπτίστηκαν σε τρία διαφορετικά υγρά για διάρκεια των δύο ωρών, όσο δηλαδή είναι ο μέσος χρόνος εκτέλεσης ενός πειράματος μέτρησης του πεδίου ροής σε ένα μικροκανάλι. Τα υγρά στα οποία εμβαπτίστηκαν τα δείγματα, είναι το απιονισμένο νερό και τα διαλύματα ισοπροπανόλης σε νερό περιεκτικότητας 2% και 5%. Να σημειωθεί ότι οι συνθήκες μέσα σε ένα μικροκανάλι είναι πιο σύνθετες από αυτές που προσομοιάστηκαν, με χαρακτηριστικότερο τον παράγοντα πίεσης του υγρού στα τοιχώματα που είναι σαφώς μεγαλύτερη από τη πίεση του υγρού πάνω σε ένα εμβαπτισμένο δείγμα, καθώς επίσης και η εφαρμογή διατμητικών τάσεων στο τοίχωμα λόγω της ροής.

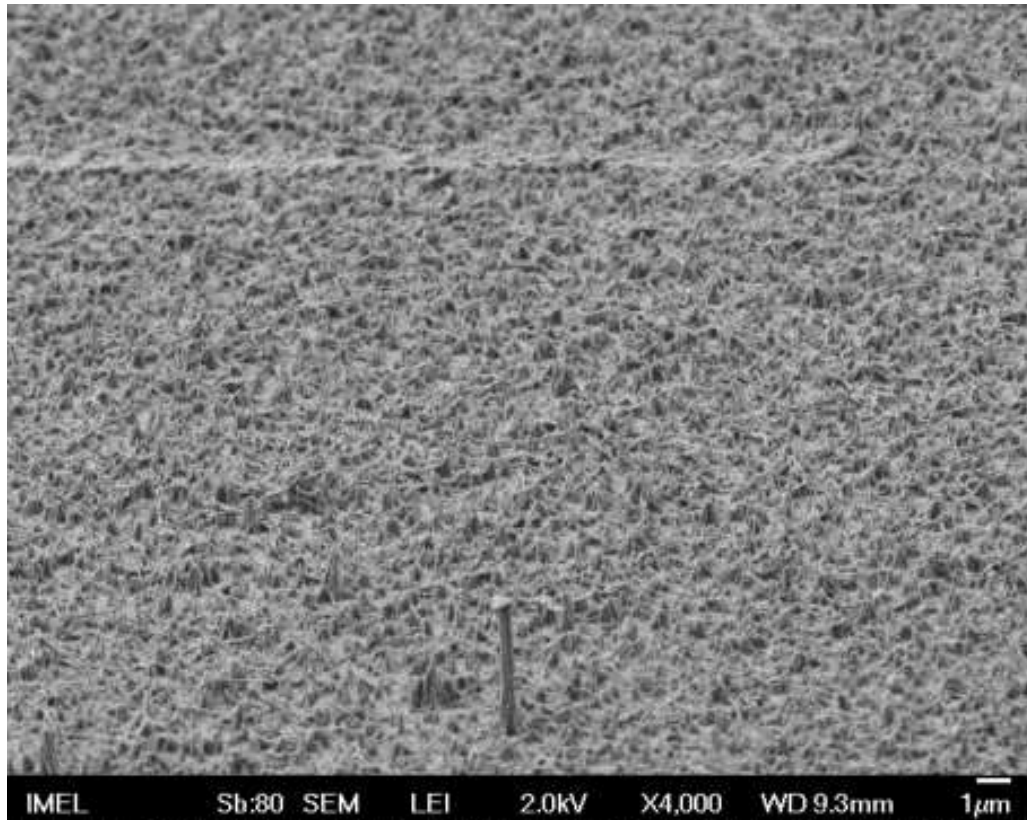
Οι εικόνες που ακολουθούν αφορούν δείγματα στα οποία έχει εναποθετηθεί υπερυδροφόβο υμένιο (υποκεφάλαιο 4.4) και έχουν εμβαπτιστεί για 2 ώρες μέσα σε νερό. Η επιφάνεια των δειγμάτων πριν την εναπόθεση είχε σταθεροποιηθεί. Αυτός ο έλεγχος αντοχής λοιπόν, αφορά τα υπερυδροφόβα μικροκανάλια στα οποία ελέγχεται αν οι επιφανειακές νανοδομές των τοιχωμάτων τους, θα παραμείνουν άθικτες καθ' όλη τη διάρκεια του πειράματος μέτρησης του πεδίου ροής.



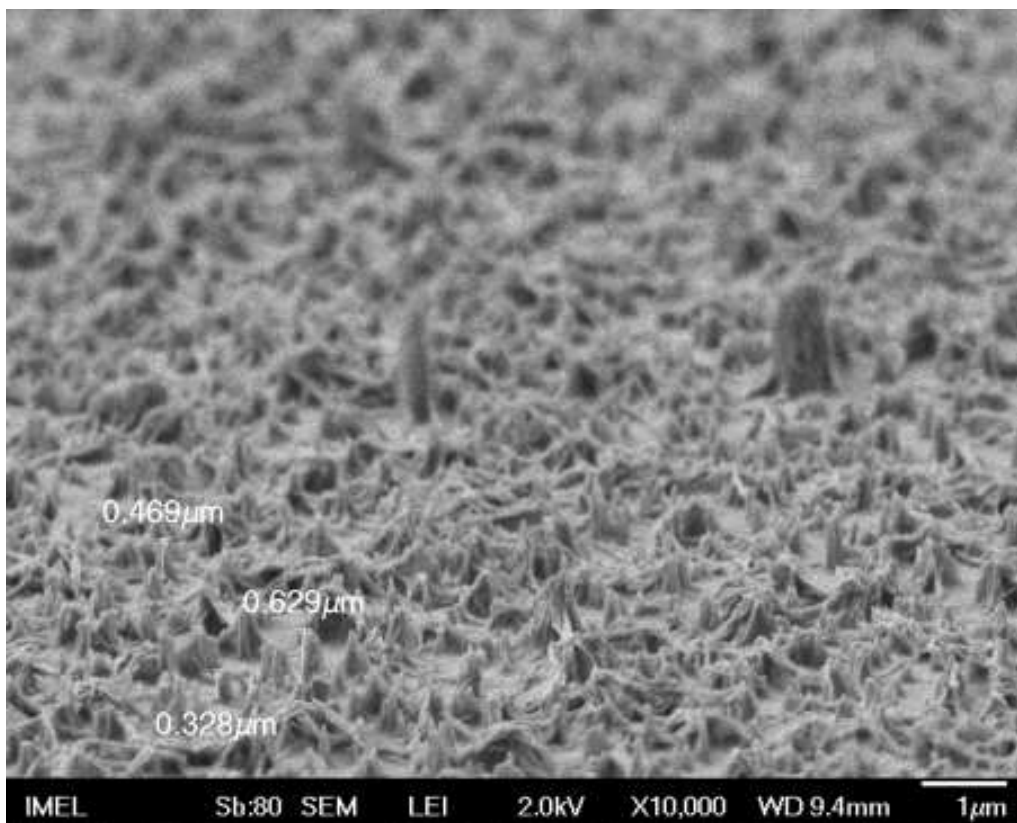
Εικόνα 4.13: Σταθεροποιημένη επιφάνεια, επίπεδου εγχαραγμένου δείγματος με υπερυδρόφοβο υμένιο, μετά από εμβάπτιση σε νερό για 2 ώρες:4.000 φορές μεγένθυση, φωτογραφία κάθετη (top - down)



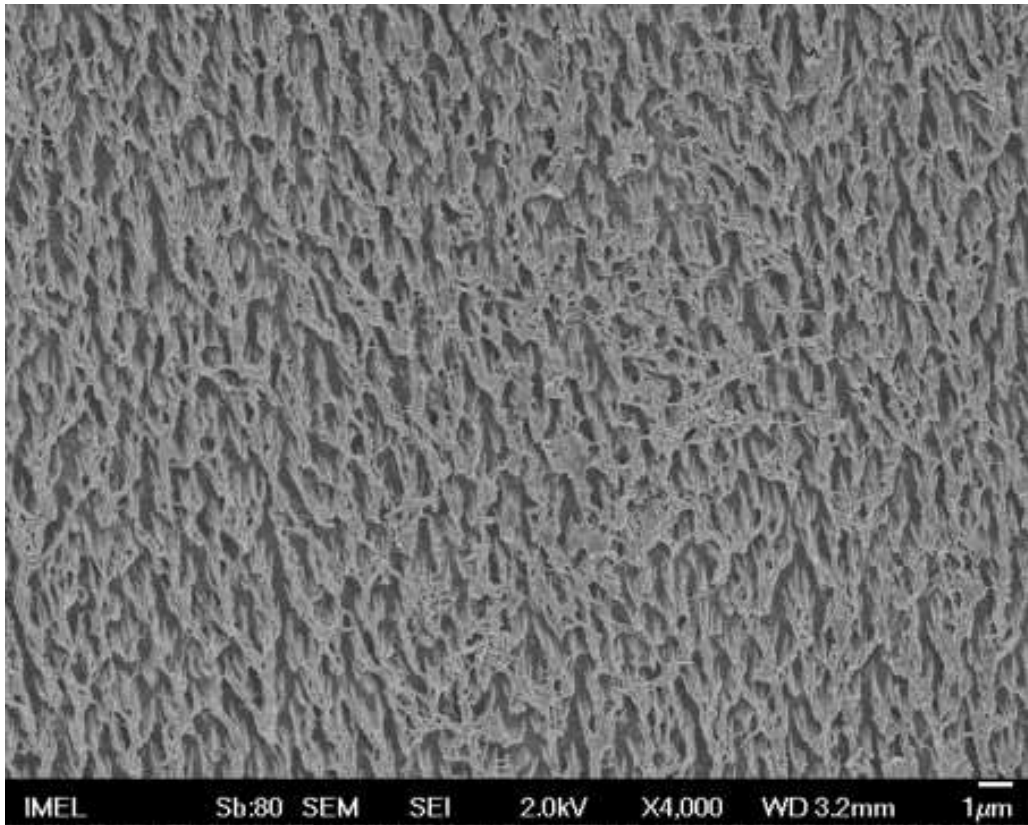
Εικόνα 4.14: Σταθεροποιημένη επιφάνεια, επίπεδου εγχαραγμένου δείγματος με υπερυδρόφοβο υμένιο, μετά από εμβάπτιση σε νερό για 2 ώρες:10.000 φορές μεγένθυση, φωτογραφία κάθετη (top - down)



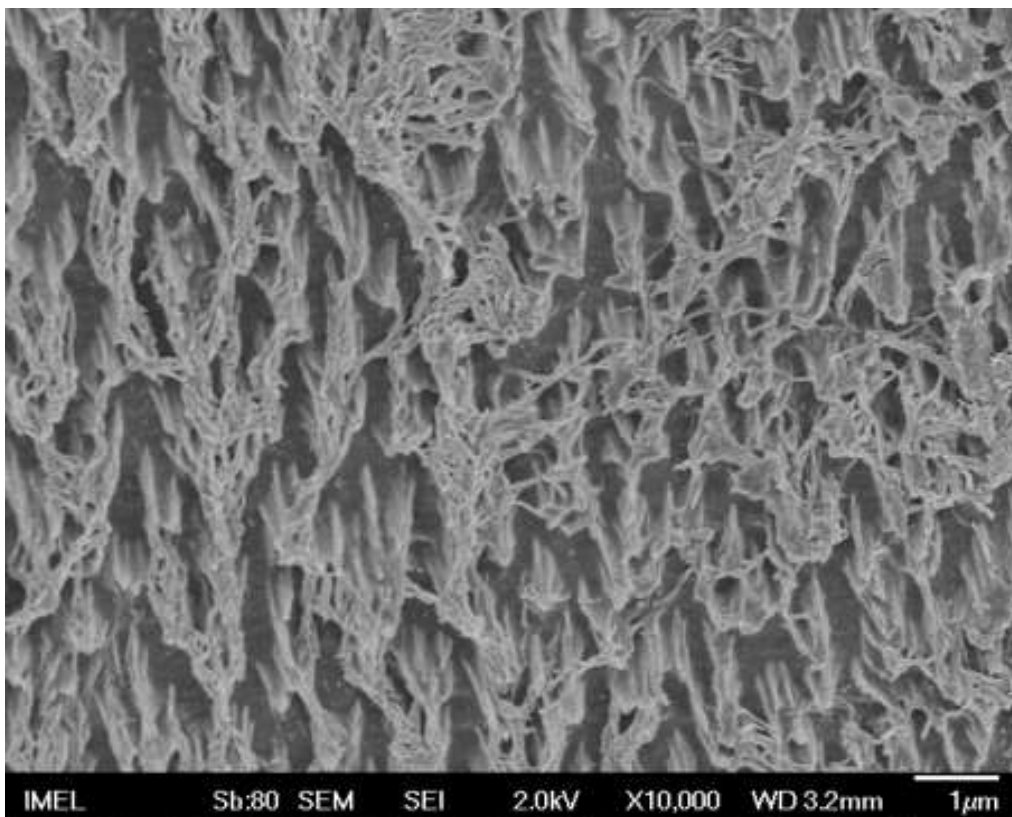
Εικόνα 4.15: Σταθεροποιημένη επιφάνεια, επίπεδου εγχαραγμένου δείγματος με υπερυδρόφοβο υμένιο, μετά από εμβάπτιση σε νερό για 2 ώρες:4.000 φορές μεγένθυση, φωτογραφία υπό γωνία 70⁰



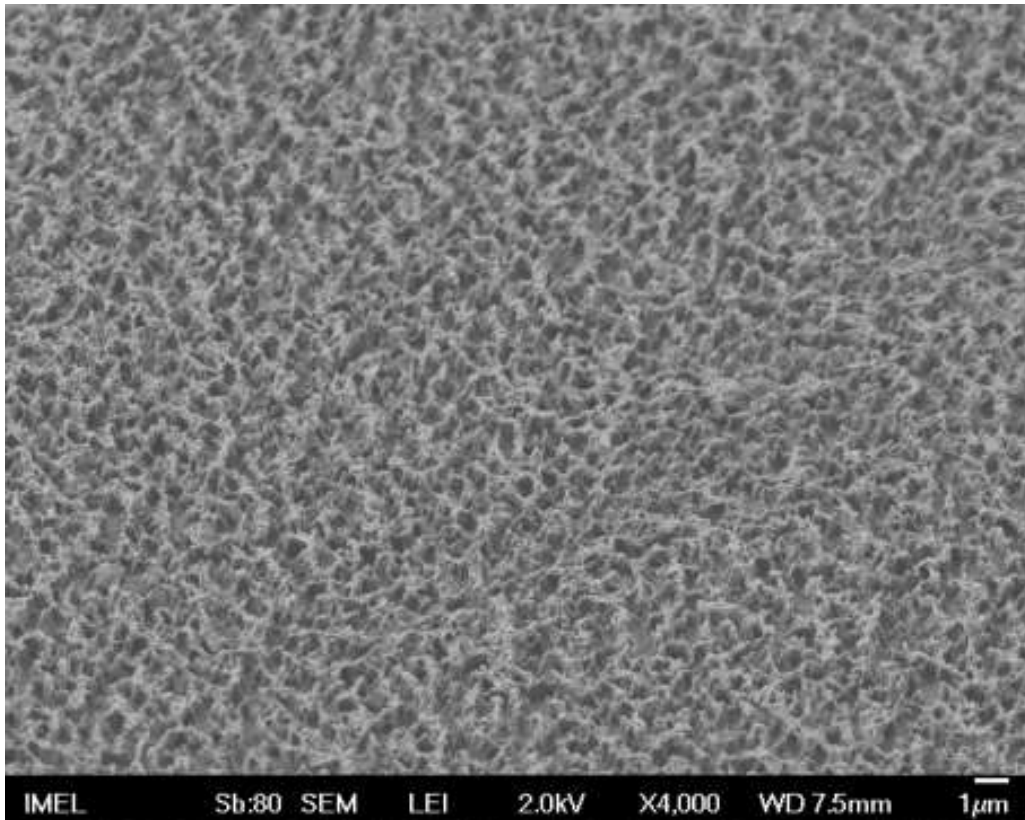
Εικόνα 4.16: Σταθεροποιημένη επιφάνεια, επίπεδου εγχαραγμένου δείγματος με υπερυδρόφοβο υμένιο, μετά από εμβάπτιση σε νερό για 2 ώρες:10.000 φορές μεγένθυση, φωτογραφία υπό γωνία 70⁰



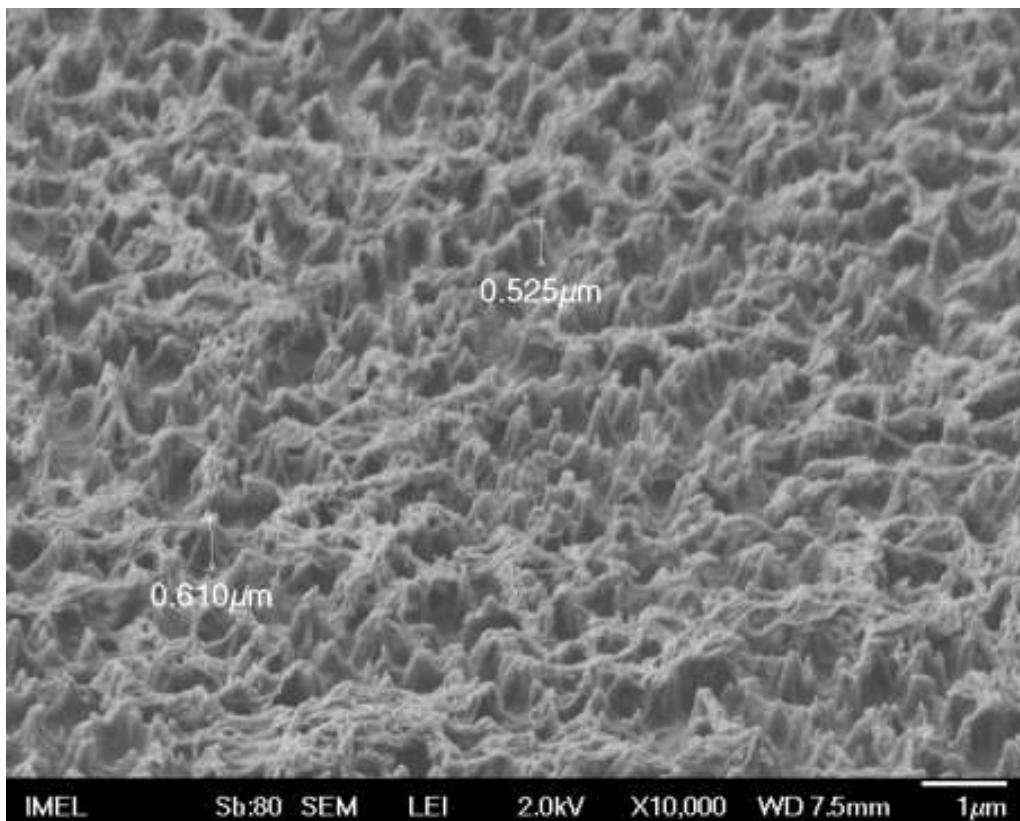
Εικόνα 4.17: Μη σταθεροποιημένη επιφάνεια, υπό γωνία εγχαραγμένου δείγματος με υπερυδρόφοβο υμένιο, μετά από εμβάπτιση σε νερό για 2 ώρες: 4.000 φορές μεγένθυση, φωτογραφία κάθετη (top - down)



Εικόνα 4.18: Μη σταθεροποιημένη επιφάνεια, υπό γωνία εγχαραγμένου δείγματος με υπερυδρόφοβο υμένιο, μετά από εμβάπτιση σε νερό για 2 ώρες: 10.000 φορές μεγένθυση, φωτογραφία κάθετη (top - down)



Εικόνα 4.19: Σταθεροποιημένη επιφάνεια, υπό γωνία εγχαραγμένου δείγματος με υπερυδρόφοβο υμένιο, μετά από εμβάπτιση σε νερό για 2 ώρες:4.000 φορές μεγένθυση, φωτογραφία υπό γωνία 70⁰



Εικόνα 4.20: Σταθεροποιημένη επιφάνεια, υπό γωνία εγχαραγμένου δείγματος με υπερυδρόφοβο υμένιο, μετά από εμβάπτιση σε νερό για 2 ώρες:10.000 φορές μεγένθυση, φωτογραφία υπό γωνία 70⁰

Παρατηρήσεις κατά τη Τροποποίηση των Επιφανειών των Δειγμάτων

Σε αυτό το σημείο θα συνοψιστούν τα αποτελέσματα της επιμέρους επεξεργασίας που υπέστησαν οι επιφάνειες των δειγμάτων.

Κατά την κάθετη εγχάραξη των δειγμάτων στον RIE για 12min (εικ. 4.3 , 4.4), πραγματοποιήθηκε τραχύτητα ύψους περίπου 1500nm με προσανατολισμό κάθετο προς τη επιφάνεια, όπως ήταν αναμενόμενο, στη περίπτωση της κάθετης εγχάραξης. Στα δείγματα όπου η εγχάραξη έγινε υπό γωνία (εικ. 4.5 , 4.6 , 4.7 , 4.8), πραγματοποιήθηκε τραχύτητα αντίστοιχου ύψους αλλά με μία κλίση προς την επιφάνεια του δείγματος. Θα μπορούσε να χαρακτηριστεί προσανατολισμένη.

Στη συνέχεια οι επιφάνειες και στις δύο περιπτώσεις, σταθεροποιήθηκαν, εμβαπτίζοντας τες σε νερό. Το αποτέλεσμα της σταθεροποίησης, ήταν να μειωθεί το ύψος της τραχύτητας δημιουργώντας πιο σταθερές δομές που θα επιτρέψουν τη διεξαγωγή του πειράματος. Έτσι λοιπόν, η τραχύτητα μειώθηκε από τα 1500nm στα 500nm (εικ. 4.9 , 4.10) στα κάθετα εγχαραγμένα δείγματα. Στα υπο γωνία εγχαραγμένα η μείωση ήταν μικρότερη (ύψος 700nm) που σημαίνει ότι το νερό δυσκολεύτηκε περισσότερο να διεισδύσει στη προσανατολισμένη εγχαραγμένη επιφάνεια (εικ. 4.11 , 4.12).

Τέλος, έγινε εναπόθεση υδρόφοβων υμενίων (υποκεφάλαιο 4.4) στα δείγματα και σε συνδυασμό με την τραχιά τους επιφάνεια, είχε ως αποτέλεσμα την υπερυδρόφοβη συμπεριφορά των επιφανειών τους. Έτσι ακολούθησε ο έλεγχος αντοχής όπου τα δείγματα δοκιμάστηκαν σε συνθήκες παρεμφερείς, με αυτές του πειράματος μέτρησης του πεδίου ροής στα μικροκανάλια. Στα επίπεδα εγχαραγμένα δείγματα παρατηρήθηκε η δημιουργία συσσωματωμάτων χωρίς όμως να μειωθεί το ύψος της τραχύτητας. Οι κορυφές, δηλαδή, της τραχύτητας έχουν την τάση να μπλέκονται με τις κοντινές τους με αποτέλεσμα την αραιώση της τραχύτητας κατά την επιφάνεια του δείγματος (εικ. 4.13 , 4.14 , 4.15 , 4.16). Αντίστοιχα, στις εγχαραγμένες υπό γωνία επιφάνειες, το φαινόμενο αυτό ήταν λιγότερο εμφανές, κάτι που υποδηλώνει ότι το νερό ακόμα και μετά από 2h, που διήρκτησε ο έλεγχος αντοχής, δεν κατάφερε να διεισδύσει στη πυκνή και προσανατολισμένη επιφάνεια των υπό γωνία εγχαραγμένων δειγμάτων (εικ. 4.17 , 4.18 , 4.19 , 4.20).

Εφόσον ολοκληρώθηκε η κατασκευή των επιφανειών αυτών, μένει η μέτρηση της γωνίας επαφής και της υστέρησης ώστε να χαρακτηριστούν σχετικά με τον βαθμό διαβροχής τους.

4.3 Επιλογή των Ρευστών για τη Μέτρηση του Πεδίου Ροής

Πριν διαμορφωθούν πλήρως τα μικροκανάλια, πρέπει πρώτα να ελεγχθεί το είδος της επιφάνειας που θα αποτυπώσουμε στα τοιχώματά τους.

Τα κριτήρια που θα γίνει η επιλογή αυτή, εξαρτώνται πρωτίστως από τα υγρά των οποίων θα μελετηθεί η ροή. Σκοπός είναι να προσεγγίσουμε χαμηλές επιφανειακές τάσεις μέχρι το σημείο των ελαίων, δηλαδή επιφανειακή τάση κοντά στα 37 mN/m .

Το υγρό που επιλέχθηκε να διαλυθεί στο νερό είναι η ισοπροπανόλη για δύο λόγους. Πρώτον, λόγω της εξαιρετικής της συμβατότητας με το υπόστρωμα του καναλιού (PMMA) και δεύτερον λόγω της χαμηλής τιμής επιφανειακής τάσης που έχει (23.9 mN/m). Έτσι, με διαλύματα κατάλληλης συγκέντρωσης, μπορεί να γίνει ακριβής προσομοίωση της ροής υγρών με χαμηλή επιφανειακή τάση, δεδομένου ότι, η επιφανειακή τάση του διαλύματος ισοπροπανόλης 5% σε νερό είναι 40 mN/m . Η μελέτη θα γίνει πρωτίστως με νερό και στη συνέχεια με διαλύματα ισοπροπανόλης 2% και 5% v/v . Οι επιφανειακές τάσεις που έχουν είναι 55 και 40 mN/m αντίστοιχα όπως φαίνεται και στον παρακάτω πίνακα. [26]

συγκέντρωση v/v	επιφανειακή τάση (mN/m)	ιξώδες (20°C) (cP)	πυκνότητα ($\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$)
0% (H_2O)	72	1,0020	0,9998
2%	55	1,3351	0,9874
5%	40	1,8983	0,9759

Πίνακας 4.1: Χαρακτηριστικά μεγέθη: Επιφανειακή τάση, ιξώδες και πυκνότητα για τα τρία χρησιμοποιηθέντα υγρά

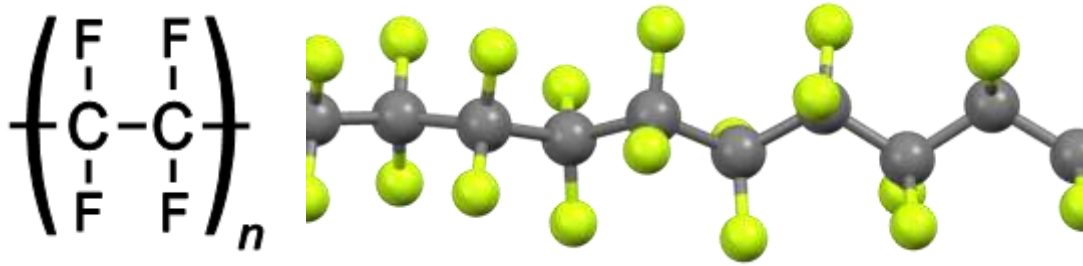
Στη συνέχεια μελετώνται δύο μέθοδοι υπερυδροφοβοποίησης για τις επιφάνειες των δειγμάτων. Η εναπόθεση C_4F_8 (TEFLON) και η ξηρή εναπόθεση PFOTS σε σταθεροποιημένη και μη επιφάνεια των δειγμάτων. Η βέλτιστη επιλογή μεταξύ των δύο, θα χρησιμοποιηθεί για την επίστρωση των τοιχωμάτων του μικροκαναλιού.

4.4 Εναπόθεση υπερυδροφόβων Υμενίων

Για την επίτευξη μιας υπερυδροφόβης επιφάνειας δεν παίζει ρόλο μόνο η τραχύτητα της επιφάνειας, δηλαδή η γεωμετρία της, αλλά και η χημεία της. Μετά το στάδιο της εγχάραξης λοιπόν, απαιτείται η εναπόθεση (deposition) λεπτών υμενίων.

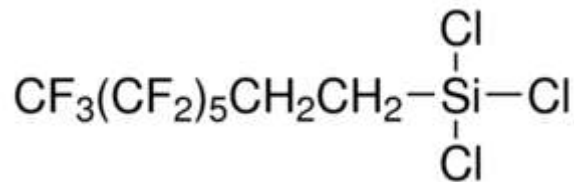
Στη παρούσα εργασία δοκιμάστηκε η εναπόθεση δύο ειδών υμενίων. Στη μία περίπτωση δοκιμάστηκε η εναπόθεση teflon (C_4F_8) και στην άλλη εναποθετήθηκε το PFOTS.

Το teflon είναι ένας φθωράνθρακας πολύ διαδεδομένος λόγω των πολλών χρήσεων και εφαρμογών του καθώς και του χαμηλού κόστους παρασκευής. Υμενιά του προσδίδουν υδρόφοβες συμπεριφορές στις επιφάνειες που εναποτείνονται.



Εικόνα 4.21: Η δομή του μορίου του teflon

Το PFOTS(perfluorooctyl trichlorosilane) είναι ένα χλωροσιλάνιο. Τα υμένιά του προσδίδουν χαμηλή επιφανειακή ενέργεια (υδρόφοβα) και είναι αντικολλητικά.



Εικόνα 4.22: Η δομή του μορίου του PFOTS

Εναπόθεση TEFLON

Η εναπόθεση Teflon πραγματοποιήθηκε σε αντιδραστήρα πλάσματος τύπου ICP του Ινστιτούτου Μικροηλεκτρονικής στον Δημόκριτο. Οι συνθήκες εναπόθεσης είναι:

- Πίεση στα 5.33Pa (40mTorr)
- Ο χρόνος εναπόθεσης 45sec
- Θερμοκρασία 0°C
- Η ισχύς της γεννήτριας 900W
- Το BIAS 0 Volt

Ο ρυθμός εναπόθεσης μετρήθηκε στα 31nm/min. Η γωνία επαφής σε Si μετρήθηκε στις 108 μοίρες και η γωνία επαφής σε εγχαραγμένο δείγμα με τις ίδιες συνθήκες με το μικροκανάλι 153 μοίρες (υπερυδρόφοβο).

Εναπόθεση PFOTS

Η ξηρή εναπόθεση του PFOTS πραγματοποιήθηκε σε θάλαμο κενού εναπόθεσης του Ινστιτούτου Μικροηλεκτρονικής στον Δημόκριτο. Οι συνθήκες εναπόθεσης είναι:

- Αρχική πίεση του θαλάμου περίπου 70mTorr
- Αναλογία PFOTS – εξανίου (60 - 1500)μl
- Συνολικός χρόνος εναπόθεσης 45min
- Θερμοκρασία θαλάμου 60 °C

Πρίν την εναπόθεση του PFOTS να σημειωθεί ότι είναι η απαραίτητη η ενεργοποίηση του δείγματος με οξυγόνο.

4.5 Μέτρηση Γωνιών Επαφής και Υστέρηση των Επιφανειών

Η διαδικασία η οποία περιγράφει τον βαθμό διαβροχής της επιφάνειας, είναι η μέτρηση της γωνίας επαφής που δημιουργείται από μία σταγόνα υγρού και της επιφάνειας που διαβρέχεται όπως επίσης και η γωνία υστέρησης. Έτσι λοιπόν, μετρήθηκαν οι γωνίες επαφής των τριών υγρών που θα χρησιμοποιηθούν για τη μέτρηση της ροής τους μέσα στα μικροκανάλια με τις εγχαραγμένες υπερυδροφικές επιφάνειες που τροποποιήθηκαν στα δείγματα.

Σημαντικό ρόλο στο βαθμό διαβροχής, παίζει η επιφανειακή τάση του υγρού. Τα υγρά τα οποία μελετήθηκαν είναι το νερό και δύο διαλύματα ισοπροπανόλης περιεκτικότητας 2% και 5%. Η επιφανειακή τάση τους είναι 72, 55 και 40 mN/m αντίστοιχα.



Εικόνα 4.23: Η σταγόνα νερού όπως διαβρέχει μια υπερυδροφική επιφάνεια.

Τα δείγματα μετρήθηκαν πριν και μετά τον έλεγχο αντοχής των επιφανειών, προσομοιώνοντας τις συνθήκες που υπόκεινται οι επιφάνειες κατά τη διάρκεια των πειραμάτων μέτρησης του πεδίου ροής.

ΠΙΝΑΚΑΣ 1: Γωνίες επαφής για το νερό και το 5% διάλυμα προπανολης/νερού, σε επιφάνειες που εγχαραχτήκαν για 12min και έχουν επικαλυφθεί με TEFLON, πριν και μετά την εμβάπτιση τους σε H₂O.

Δείγμα	H ₂ O (γ=72 mN/m)				5% (γ=40mN/m)			
	πριν		μετα		πριν		μετα	
TEFLON με σταθεροποίηση	Στατική γωνία επαφής	Γωνία υστέρησης	Στατική γωνία επαφής	Γωνία υστέρησης	Στατική γωνία επαφής	Γωνία υστέρησης	Στατική γωνία επαφής	Γωνία υστέρησης
Εγχαραγμένο οριζόντια	158	< 5	154	< 5	154	< 5	153	7
Εγχαραγμένο υπό κλίση 54°	155	< 5	155	<5	154	<5	153	5

ΠΙΝΑΚΑΣ 2: Γωνίες επαφήςγια το νερό και το διάλυμα 5% προπανολης/νερού, σε επιφάνειες που εγχαραχτήκαν για 12min και έχουν επικαλυφθεί με PFOTS, πριν και μετά την εμβάπτιση τους σε H₂O.

Δείγμα	H ₂ O (γ=72 mN/m)				5% (γ=40mN/m)			
	πριν		μετα		πριν		μετα	
PFOTS χωρίς σταθεροποίηση	Στατική γωνία επαφής	Γωνία υστέρησης	Στατική γωνία επαφής	Γωνία υστέρησης	Στατική γωνία επαφής	Γωνία υστέρησης	Στατική γωνία επαφής	Γωνία υστέρησης
Εγχαραγμένο οριζόντια	156	< 5	157	< 5	155	< 5	155	< 5
Εγχαραγμένο υπό κλίση 54°	156	< 5	155	< 5	154	< 5	154	< 5
PFOTS με σταθεροποίηση								
Εγχαραγμένο οριζόντια	157	< 5	157	< 5	155	< 5	157	< 5
Εγχαραγμένο υπό κλίση 54°	156	< 5	156	< 5	156	< 5	155	< 5

ΠΙΝΑΚΑΣ 3: Γωνίες επαφήςγια το νερό και το διάλυμα 5% προπανολης/νερού, σε επιφάνειες που εγχαραχτήκαν για 12min και έχουν επικαλυφθεί με PFOTS, πριν και μετά την εμβάπτιση τους σε διαλυμα 5% προπανόλη.

Δείγμα	H ₂ O (γ=72 mN/m)				5% (γ=40mN/m)			
	πριν		μετα		πριν		μετα	
PFOTS χωρίς σταθεροποίηση	Στατική γωνία επαφής	Γωνία υστέρησης	Στατική γωνία επαφής	Γωνία υστέρησης	Στατική γωνία επαφής	Γωνία υστέρησης	Στατική γωνία επαφής	Γωνία υστέρησης
Εγχαραγμένο οριζόντια	156	< 5	156	< 5	155	< 5	156	< 5
Εγχαραγμένο υπό κλίση 54°	156	<5	156	<5	154	<5	155	<5
PFOTS με σταθεροποίηση								
Εγχαραγμένο οριζόντια	157	< 5	156	< 5	155	< 5	155	< 5
Εγχαραγμένο υπό κλίση 54°	156	<5	156	<5	156	<5	156	<5

4.6 Συμπεράσματα – Επιλογή Υπερυδρόφοβης Επιφάνειας

Η όλη διαδικασία που ακολουθήθηκε, αποσκοπεί στη βέλτιστη επιλογή των συνθηκών τροποποίησης της επιφάνειας των μικροκαναλιών, ώστε οι επιφάνειες των τοιχωμάτων των μικροκαναλιών να ανταποκρίνονται στις υπερυδρόφοβες και υπερυδρόφιλες ιδιότητες που απαιτούνται καθώς και να είναι ανθεκτικές στις συνθήκες που επικρατούν κατά την εκτέλεση των πειραμάτων της μέτρησης του πεδίου ταχυτήτων.

Τα συμπεράσματα που προέκυψαν σχετικά με την υπερυδροφοποίηση των επιφανειών, είναι ότι και οι δύο εναποθέσεις των λεπτών υμενίων (TEFLON και PFOTS) είναι κατάλληλες για τη περαιτέρω διεξαγωγή του πειράματος, καθώς εμφανίζουν την υπερυδρόφοβη συμπεριφορά που απαιτείται.

Έτσι λοιπόν, μένει να φανεί στην πράξη το ποιο από τα δύο υμένια θα λειτουργήσει καλύτερα για τις τελικές μετρήσεις. Εδώ πρέπει να υπενθυμιστεί ότι οι συνθήκες που προσομοιάστηκαν με τα δείγματα προσεγγίζουν αρκετά, αλλά όχι πλήρως, τις συνθήκες που επικρατούν μέσα στα μικροκανάλια κατά τη διάρκεια των μετρήσεων. Ο κυριότερος παράγοντας που δεν έχει προσομοιαστεί, είναι το πώς ανταποκρίνονται αυτές οι επιφάνειες στις συνθήκες πίεσης που επικρατούν μέσα στο μικροκάνάλι κατά τη διάρκεια ροής των υγρών μέσα σε αυτό.

4.7 Τροποποίηση των Επιφανειών στα Τοιχώματα των Μικροκαναλιών

Εφόσον πραγματοποιήθηκε η μελέτη για τις υπερυδρόφοβες επιφάνειες στα δείγματα, ήρθε η ώρα να τροποποιηθούν τα τοιχώματα των μικροκαναλιών που θα μελετηθεί το πεδίο ταχυτήτων.

Όλα τα μικροκανάλια έχουν τα ίδια γεωμετρικά χαρακτηριστικά και η μεταξύ τους διαφορά έγκειται στις διαφορετικές ιδιότητες των τοιχωμάτων τους. Έτσι λοιπόν, τα μικροκανάλια που κατασκευάστηκαν είναι τριών ειδών:

- Μικροκανάλια με υπερυδρόφιλα τοιχώματα. Στα τοιχώματα τους έχει δημιουργηθεί τραχύτητα με εγχάραξη πλάσματος οξυγόνου.
- Μικροκανάλια με υπερυδρόφοβα τοιχώματα, όπου μετά την δημιουργία τραχύτητας έχει εναποθετηθεί λεπτό υμένιο από TEFLON.
- Μικροκανάλια με υπερυδρόφοβα τοιχώματα, όπου μετά την δημιουργία τραχύτητας έχει εναποθετηθεί λεπτό υμένιο από PFOTS.

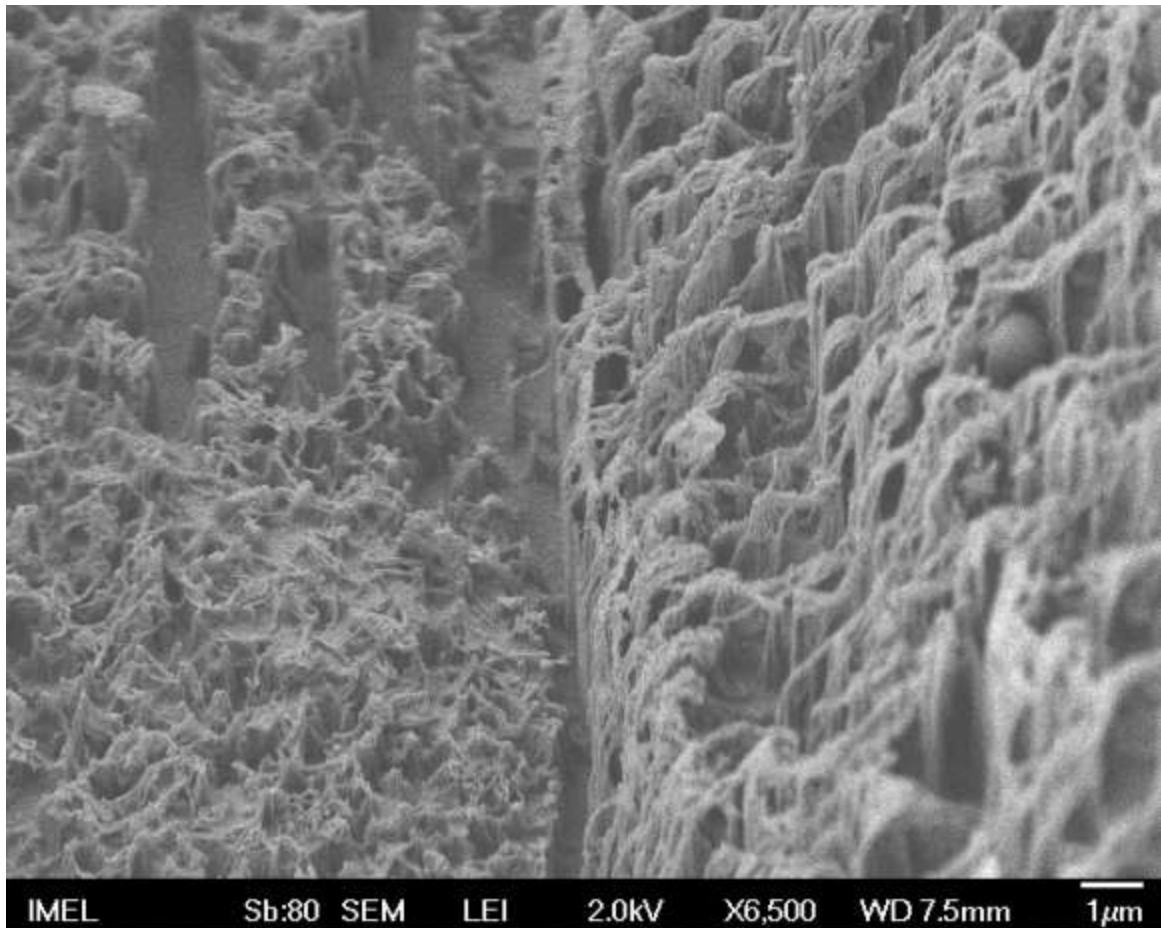
Οι διεργασίες τροποποίησης των μικροκαναλιών του κάθε είδους, πραγματοποιήθηκαν με τις ίδιες ακριβώς συνθήκες που τροποποιήθηκαν τα δείγματα που μελετήθηκαν παραπάνω. Συνοπτικά:

Τα υπερυδρόφιλα μικροκανάλια, εγχαράχθηκαν με πλάσμα οξυγόνου σε αντιδραστήρα πλάσματος τύπου RIE για 12 λεπτά σε συνθήκες κενού 10mTorr και ισχύ γεννήτριας 400W. Δημιουργήθηκε μια τραχύτητα ύψους περί τα 1400nm. Στη συνέχεια σταθεροποιήθηκαν με εμβάπτηση σε νερό για 5 –

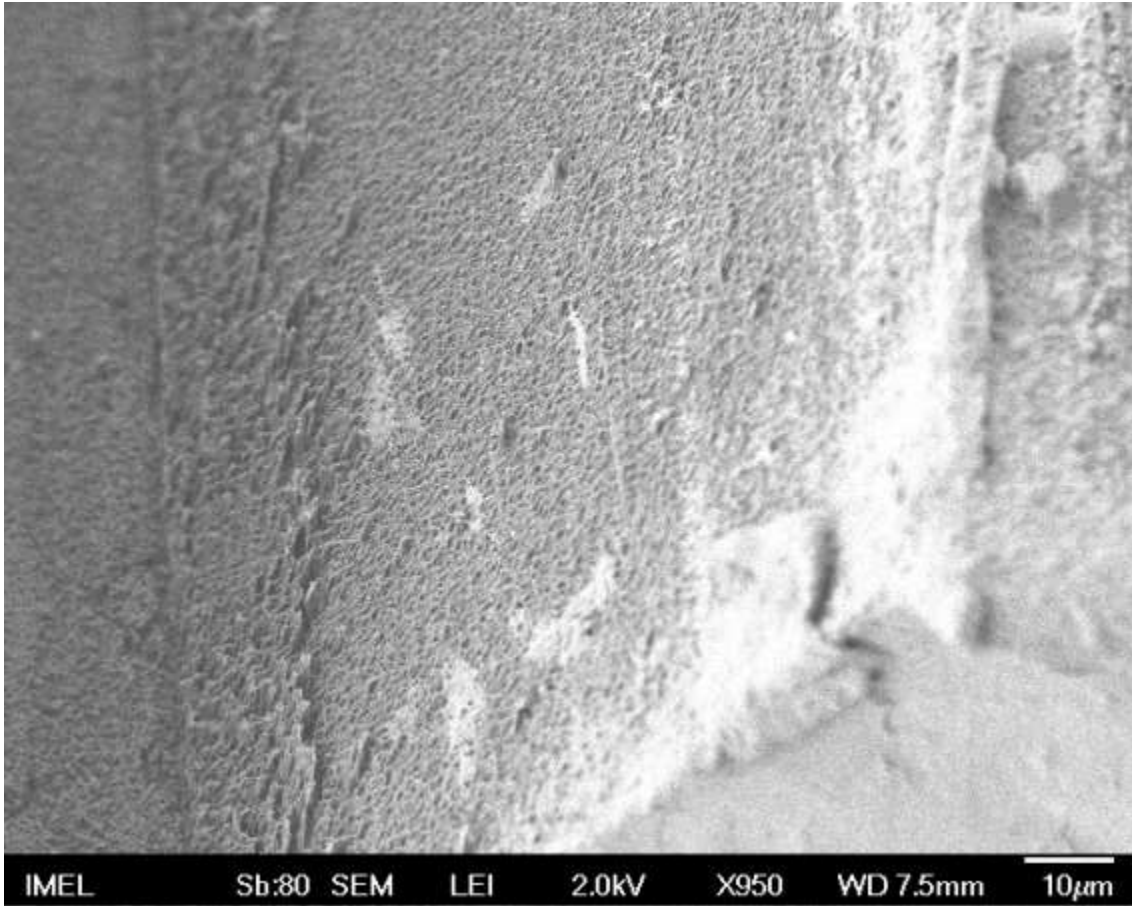
10 λεπτά με αποτέλεσμα η τελική τραχύτητα έχει ύψος μερικές εκατοντάδες νανόμετρα (300nm - 500nm).

Αντίστοιχα τα υπερυδρόφοβα μικροκανάλια με TEFLON έχουν υποστεί τις ίδιες συνθήκες εγχάραξης και σταθεροποίησης και στη συνέχεια τους εναποτέθηκε σε αντιδραστήρα πλάσματος τύπου ICP λεπτό υμένιο TEFLON πάχους περίπου 25nm σε συνθήκες εναπόθεσης 900W γεννήτριας, κενό στα 40mTorr, θερμοκρασία 0 °C και BIAS 0 Volt.

Στα υπερυδρόφοβα μικροκανάλια με το εναποθετημένο PFOTS υμένιο, ύστερα από την εγχάραξη και την σταθεροποίηση, ενεργοποιήθηκε η επιφάνειά τους με οξυγόνο στον RIE αντιδραστήρα σε συνθήκες 100mTorr κενό και 100W ισχύς γεννήτριας, για τη καλύτερη προσκόλληση του PFOTS υμενίου. Η εναπόθεσή PFOTS πραγματοποιήθηκε σε θάλαμο κενού σε συνθήκες 70mTorr κενό και αναλογία PFOTS – εξανίου (60 - 1500)μL.



Εικόνα 4.24: Εδώ φαίνεται η τροποποιημένη επιφάνεια του μικροκαναλιού στο χώρισμα μεταξύ πάτου και του πλαγίου τοιχώματος.



Εικόνα 4.25: Η τραχύτητα του πλάγιου τοιχώματος του μικροκαναλιού

Τα μικροκανάλια σε αυτό το στάδιο είναι έτοιμα και μένει το τελευταίο στάδιο των πειραμάτων που είναι οι μέτρηση του πεδίου ταχυτήτων μέσα σε αυτά.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 5 – ΜΕΤΡΗΣΗ ΤΟΥ ΠΕΔΙΟΥ ΡΟΗΣ ΣΤΑ ΜΙΚΡΟΚΑΝΑΛΙΑ – ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑ ΤΩΝ ΜΕΤΡΗΣΕΩΝ

5.1 Εισαγωγή

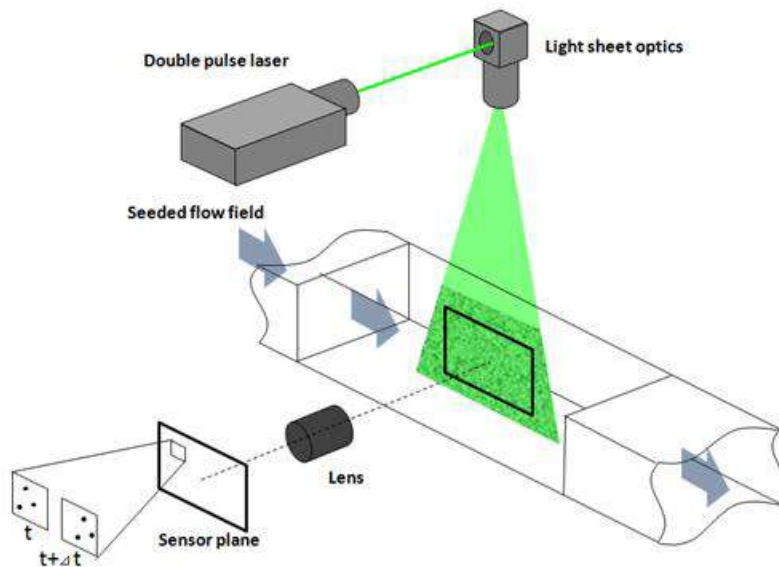
Στο παρόν κεφάλαιο περιγράφεται αναλυτικά η διαδικασία της μέτρησης του πεδίου ροής υγρών με διαφορετική επιφανειακή τάση μέσα στα υπερυδρόφιλα και υπερυδρόφοβα μικροκανάλια τραπεζοειδούς διατομής. Οι μετρήσεις πραγματοποιήθηκαν στο εργαστήριο Αεροδυναμικής της Σχολής Μηχανολόγων Μηχανικών του Εθνικού Μετσοβίου Πολυτεχνείου με τη μέθοδο micro PIV μια μη παρεμβατική οπτική τεχνική.

Παρακάτω θα αναλυθεί η μέθοδος αυτή, καθώς και άλλα χρήσιμα στοιχεία που προέκυψαν κατά την διάρκεια των μετρήσεων.

5.2 Οι τεχνικές P.I.V και micro-P.I.V (Particle Image Velocimetry)

Γενικά η τεχνική P.I.V. (Particle Image Velocimetry) είναι μια οπτική τεχνική για τη μέτρηση του πεδίου της ταχύτητας ροών σε μακροσκοπική κλίμακα, με την οποία επιτυγχάνεται υψηλή διακριτική ανάλυση (spatial resolution). Η μέθοδος αυτή είναι μη παρεμβατική σύμφωνα με την οποία εισάγονται κατάλληλα σωματίδια στην ροή (seeding) και φωτίζονται από ένα φύλλο φωτός (κυρίως Laser) δυο χρονικές στιγμές των οποίων η χρονική απόσταση είναι αντιστρόφως ανάλογη της ταχύτητας. Συσχετίζοντας τις δυο αυτές εικόνες προκύπτουν οι δυο συνιστώσες της ταχύτητας του ρευστού επί του φωτιζόμενου επιπέδου. Η αρχή της μεθόδου βασίζεται στον ορισμό της ταχύτητας δηλαδή στην απλή σχέση $u = \Delta x / \Delta t$ όπου u είναι ταχύτητα, Δx η μετατόπιση των σωματιδίων μιας μικρής περιοχής που συντελείται στο χρονικό διάστημα Δt που παρεμβάλλεται μεταξύ της λήψης των δυο εικόνων.

Μια τυπική πειραματική διάταξη P.I.V. που χρησιμοποιείτε για την καταγραφή των ταχυτήτων σε αεροσήραγγα, φαίνεται στην εικόνα. Τα σωματίδια εισάγονται στη ροή. Ένα επίπεδο ροής φωτίζεται δύο φορές μέσω μίας λεπτής δέσμης laser, με το χρονικό διάστημα παρεμβολής μεταξύ των παλμών να εξαρτάται από τη μέση ταχύτητα της ροής. Δηλαδή, για ροές υψηλών ταχυτήτων απαιτείται μικρό χρονικό διάστημα, ενώ για ροές χαμηλότερων ταχυτήτων απαιτείται μεγαλύτερο χρονικό διάστημα. Θεωρείται ότι η ταχύτητα των σωματιδίων συμπίπτει με την ταχύτητα της ροής κάθε χρονική στιγμή που εξετάζεται. Το φως το οποίο σκεδάζεται από τα σωματίδια καταγράφεται σε δύο ξεχωριστές εικόνες μέσω CCD κάμερας, οι οποίες η επεξεργάζονται μέσω συγκεκριμένου λογισμικού και εξαγωγήονται τα διανύσματα ταχύτητας που αντιστοιχούν στη ροή.



Εικόνα 5.1: Αρχή λειτουργίας της τεχνικής PIV

Τα πλεονεκτήματα της μεθόδου αυτής σε σχέση με τις άλλες μεθόδους οπτικής παρατήρησης ροών:

- Είναι δυνατή η μελέτη μεγάλων περιοχών του πεδίου ροής σε αντίθεση με τις προηγούμενες μεθόδους που μελετάται η ροή σε ένα σημείο στο χώρο.
- Είναι δυνατή η εξαγωγή πληροφοριών όσον αφορά την ταχύτητα, την στροβιλότητα, και την μορφή της τύρβης και
- αποτελεί μη παρεμβατική μέθοδο .

Η μέθοδος αυτή υστερεί σε σύγκριση με τις άλλες μεθόδους στο ότι παρουσιάζει προβλήματα όσον αφορά:

- Την ανάκλαση του laser από επιφάνειες εκτός της πειραματικής διάταξης.
- Τις επιδράσεις των δονήσεων του συστήματος για την μελέτη αέριων ροών[27].

Στην παρούσα εργασία θα χρησιμοποιηθεί η τεχνική micro-PIV ή μ-PIV που εν γένει έχει την ίδια αρχή λειτουργίας αλλά υπάρχουν τρεις βασικές διαφορές[28]:

- Στην micro-P.I.V. απαιτείται η χρήση σωματιδίων διαμέτρου μικρότερης 2μm, έτσι οι ανακλάσεις του φωτός δεν είναι επαρκείς λόγω του μικρού μεγέθους των σωματιδίων . Αντί αυτών, χρησιμοποιούνται φθορίζοντα μικροσφαιρίδια.
- Λόγω των μικρών διαστάσεων των σωματιδίων η κίνηση Brown του σωματιδίου γίνεται σημαντική (π.χ. ανεξάρτητες αλληλεπιδράσεις σωματιδίου-ρευστού και σωματιδίου-σωματιδίου γίνονται σημαντικές και εμποδίζουν το σωματίδιο να ακολουθήσει τη ροή με πιστότητα. Το παραπάνω φαινόμενο αντιμετωπίζεται υπολογίζοντας το χωρικό και/ή χρονικό μέσο όρο των μετρήσεων.
- Η ροή φωτίζεται ως όγκος χρησιμοποιώντας μια διάταξη επιφωτισμού (epiillumination configuration), όπου το φως για την απεικόνιση και το φως για τη διέγερση (excitation light) μοιράζονται ένα κοινό φακό μικροσκοπίου. Στην πιο συνήθη διάταξη, χρησιμοποιούνται φακοί μικροσκοπίου μεγάλου αριθμητικού ανοίγματος, που έχουν μικρό βάθος εστίασης,

για την απόκτηση μιας ικανοποιητικά επίπεδης εικόνας. Επιπλέον εφαρμόζεται ψηφιακό φιλτράρισμα εικόνας σε μια προσπάθεια για την εξάλειψη της επίδρασης των σωματιδίων εκτός επίπεδου (out-of-plane particles).

5.3 Η αρχή λειτουργίας της διάταξης μPIV

Ένα τυπικό σύστημα micro-P.I.V. συνίσταται σε μια CCD κάμερα, ένα μικροσκόπιο (ευθύ ή ανεστραμμένο) το οποίο διαθέτει φθορίζοντα φίλτρα (fluorescent filters), μια εξωτερική πηγή φωτός και κατάλληλα οπτικά μέσα όπως οπτικές ίνες, ενισχυτές δέσμης (beam expanders), κτλ. Στο ρευστό που ρέει εντός της μικρορευστομηχανικής συσκευής διασπείρονται φθορίζοντα σωματίδια ανιχνευτές (tracer particles) που φωτίζονται από μια πηγή φωτός και απεικονίζονται μέσω του αντικειμενικού συστήματος (αντικειμενικός φακός ή κάτοπτρο) του μικροσκοπίου στην διάταξη CCD της καμερας.

Ο φωτισμός συνήθως επιτυγχάνεται από ένα Nd:YAG laser διπλού παλμού και διπλής συχνότητας (double-pulsed, frequency doubled Nd:YAG laser) που εκπέμπει σε laser=532 nm. Η ακτίνα του laser διανέμεται στο μικροσκόπιο απευθείας ή μέσω μιας οπτικής ίνας. Η οπτική ίνα επιτρέπει την ευκολότερη ευθυγράμμιση του φωτός [29] και μειώνει το μήκος συνοχής (coherence length) του laser φωτισμού, γεγονός που βοηθά στην ελαχιστοποίηση της παρουσίας στιγμάτων στις εικόνες των σωματιδίων.

Το φθορίζον φίλτρο σχήματος κύβου (fluorescent filter cube) αποτελείται από ένα διχρωματικό κάτοπτρο (dichromatic mirror) και από ένα φίλτρο εκπομπής (emission filter). Καθώς το φως του laser είναι μονοχρωματικό, δεν απαιτείται φίλτρο διέγερσης (excitation filter). Το διχρωματικό κάτοπτρο επιλέγεται έτσι ώστε να λειτουργεί ως υψιπερατό φίλτρο (high-pass filter) για το φως του laser, αντανακλώντας μήκη κύματος κάτω από ένα συγκεκριμένο μήκος κύματος λ_{pass} και μεταδίδοντας υψηλότερα μήκη κύματος. Το φίλτρο εκπομπής λειτουργεί ως υψιπερατό φίλτρο, εμποδίζοντας την είσοδο του ανακλώμενου φωτός του laser στο CCD chip, ενώ μεταδίδει το φθορίζον σήμα λ_{emit} από τα σωματίδια ανιχνευτές. Κατάλληλα φίλτρα και διχρωματικά κάτοπτρα με $\lambda_{emit} < \lambda_{pass} < \lambda_{laser}$ είναι διαθέσιμα από διάφορους κατασκευαστές μικροσκοπίων. Δεδομένου ότι τα οπτικά μέρη συνήθως σχεδιάζονται για μήκη κύματος που ταιριάζουν στο φάσμα εκπομπής των συμβατικών συνεχών πηγών φωτισμού όπως λάμπες Hg-arc, τα κάτοπτρα και τα φίλτρα των κατασκευαστών οπτικών μέσων για laser είναι καταλληλότερα. Συγκεκριμένα, η προσεκτική επιλογή των οπτικών φίλτρων μπορεί να δώσει τη δυνατότητα για πολυχρωματική micro-P.I.V., όπου π.χ. δύο ή περισσότερες υγρές φάσεις, στις οποίες έχουν διασκορπιστεί σωματίδια με διαφορετικές ιδιότητες φθορισμού, μπορούν να ανιχνευτούν συγχρόνως και ανεξάρτητα.

Μια ποικιλία αντικειμενικών συστημάτων (objectives) με διάφορα επίπεδα μεγέθυνσης και οπτικής ποιότητας χρησιμοποιούνται στη micro-P.I.V., ανάλογα με το μέγεθος του εξεταζόμενου πεδίου ροής και των συνθηκών φωτισμού. Το αριθμητικό άνοιγμα (NA) ενός αντικειμενικού συστήματος ορίζεται ως:

$$NA = n \cdot \sin\theta$$

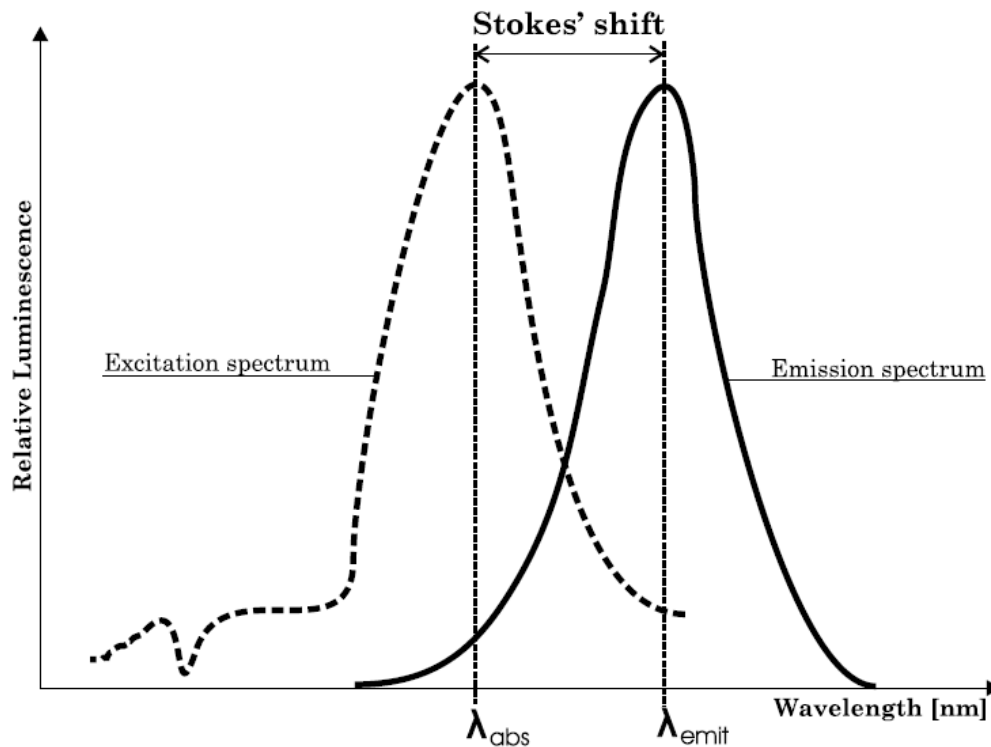
όπου n είναι ο δείκτης διάθλασης του εργαζόμενου μέσου του αντικειμενικού συστήματος και θ η μισή γωνία του κώνου συλλογής φωτός (half-angle of the light collecting cone). Το αριθμητικό άνοιγμα δείχνει την ικανότητα συγκέντρωσης φωτός ενός αντικειμενικού συστήματος. Σε ένα σύστημα επί-φθορισμού (epi-fluorescent system), η φωτεινότητα της εικόνας B είναι ανάλογη με τον λόγο του αριθμητικού ανοίγματος στην τετάρτη και του παράγοντα μεγέθυνσης M (magnification factor) στο τετράγωνο:

$$B \propto \frac{MA^4}{M^2}$$

Η παραπάνω εξίσωση δείχνει ότι για ένα δοθέν επίπεδο μεγέθυνσης, ένα αντικειμενικό σύστημα με υψηλό αριθμητικό άνοιγμα παράγει σημαντικά φωτεινότερες εικόνες από ένα αντικειμενικό σύστημα χαμηλού αριθμητικού ανοίγματος. Καθώς το φθορίζον σήμα από τα μικρά σωματίδια “ανιχνευτές” στη micro-P.I.V. είναι ασθενές, αντικειμενικά συστήματα υψηλού αριθμητικού ανοίγματος είναι γενικά επιθυμητά λόγω της μεγάλης ικανότητας τους συγκέντρωσης φωτός. Ακόμη, το υψηλό αριθμητικό άνοιγμα αυξάνει την ανάλυση του συστήματος.

Στην συνέχεια περιγράφονται τα βήματα της πειραματικής διαδικασίας:

- 1) Η δέσμη του laser ενισχύεται μέσω οπτικών φακών, πριν την είσοδό της στο μικροσκόπιο.
- 2) Παράλληλα ο συγχρονιστής (synchronizer) που αποτελεί μια ηλεκτρονική συσκευή δίνει εντολή στην κάμερα για λήψη φωτογραφίας ταυτόχρονα με τον φωτισμό του ρευστού.
- 3) Η δέσμη εισέρχεται στο μικροσκόπιο και ανακλάται κατά 90° προς τον φακό της διάταξης με τη βοήθεια ενός διχρωματικού καθρέφτη (dichromatic mirror), που δρα σαν φίλτρο δηλ.
 - i) Ανακλά μήκη κύματος μικρότερα μίας συγκεκριμένης τιμής, όπως το μήκος κύματος του laser, ενώ
 - ii) επιτρέπει τη διέλευση μηκών κύματος μεγαλύτερων εκείνου του laser και συγκεκριμένα του μήκους κύματος εκπομπής των σωματιδίων
- 4) Τελικά το φως μεταδίδεται μέσω του αντικειμενικού φακού του μικροσκοπίου στην περιοχή ενδιαφέροντος του υπό εξέταση μικροκαναλιού και διεγείρει τα φωσφορίζοντα σωματίδια.
- 5) Το εκπεμπόμενο φως από τα φωσφορίζοντα - επενδυμένα με χρωστική ουσία - σωματίδια καθώς και από τις επιφάνειες του μικροκαναλιού, συγκεντρώνονται από τον αντικειμενικό φακό και μεταφέρονται πάλι στον διχρωματικό καθρέφτη.
- 6) Ο διχρωματικός καθρέφτης επιτρέπει την μετάδοση του σήματος που προέρχεται μόνο από τα σωματίδια, που εκπέμπουν σε μεγαλύτερο μήκος κύματος (560nm) από το αντίστοιχο του laser, (532nm) φιλτράροντας το δεύτερο που σε αυτήν την περίπτωση αποτελεί θόρυβο.
- 7) Τέλος, το σήμα καταγράφεται μέσω CMOS κάμερας και ψηφιοποιητή εικόνας (frame grabber) σε ηλεκτρονικό υπολογιστή όπου γίνεται η επεξεργασία του.[30]



Εικόνα 5.2: Διαφορά μήκους κύματος μεταξύ διέγερσης (αριστερή καμπύλη) και εκπομπής (δεξιά καμπύλη) της φθορίζουσας ουσίας

5.4 Περιγραφή της Πειραματικής Διάταξης

Η πειραματική διάταξη micro-P.I.V. αποτελεί το εμπορικό σύστημα της εταιρίας TSI Inc.

Συγκεκριμένα το σύστημα αποτελείται από:

- Μια αερόψυκτη κάμερα 1,4MP με 1376x1040 pixel ανάλυση και 12-bit δυναμικό εύρος έντασης (intensity dynamic range).
- Δύο Lasers Nd:Yag (532 nm),
- Ένα συγχρονιστή (synchronizer) μεταξύ laser και camera
- Ένα ανεστραμμένο μικροσκόπιο Olympus IX71 με $NA = 0.5$
- Ένα φακό 32X.

Επίσης χρησιμοποιήθηκαν

- Μια αντλία σύριγγας CHEMYX 200
- Ένα chip holder το οποίο αποτελείται από:
 - βάση αλουμινίου με οπή για τη διέλευση φωτός ώστε να γίνεται ορατό το μικροκανάλι και
 - το πλαστικό καπάκι PMMA με οπές και σπείρωμα για τη σύνδεση του μικροκαναλιού με σωλήνες διοχέτευσης και απαγωγής του ρευστού

- εμπορικά διαθέσιμοι σύνδεσμοι της εταιρίας Urchurch.
- μικροσωλήνας από πολυμερές και γυαλί
- Πολυστυρενικά φθορίζοντα μικροσφαιρίδια διαμέτρου 1 μm (πορτοκαλί φθορισμός (540/560) της εταιρίας INVITROGEN

Η επεξεργασία των πειραματικών δεδομένων έγινε με χρήση του πακέτου Insight 4G της TSI.

Εικόνα 5.3: Η πειραματική διάταξη του μPIV στο εργαστήριο.

Στις παρακάτω εικόνες φαίνονται οι συσκευές που χρησιμοποιήθηκαν





Εικόνα 5.4: Τα επιμέρους στοιχεία της πειραματικής διάταξης, από αριστερά προς τα δεξιά: Το laser PIV, ο συγχρονιστής laser – camera, η κάμερα CCD, η αντλία σύριγγας, το μικροσκόπιο, το chip holder, η μικροπιπέτα – τα σωματίδια ανιχνευτές και η σύριγγα, η συνολική άποψη του εργαστηρίου.

5.5 Αναλυτική Περιγραφή των Επιμέρους Στοιχείων

Παραδοχές και παράμετροι της ροής

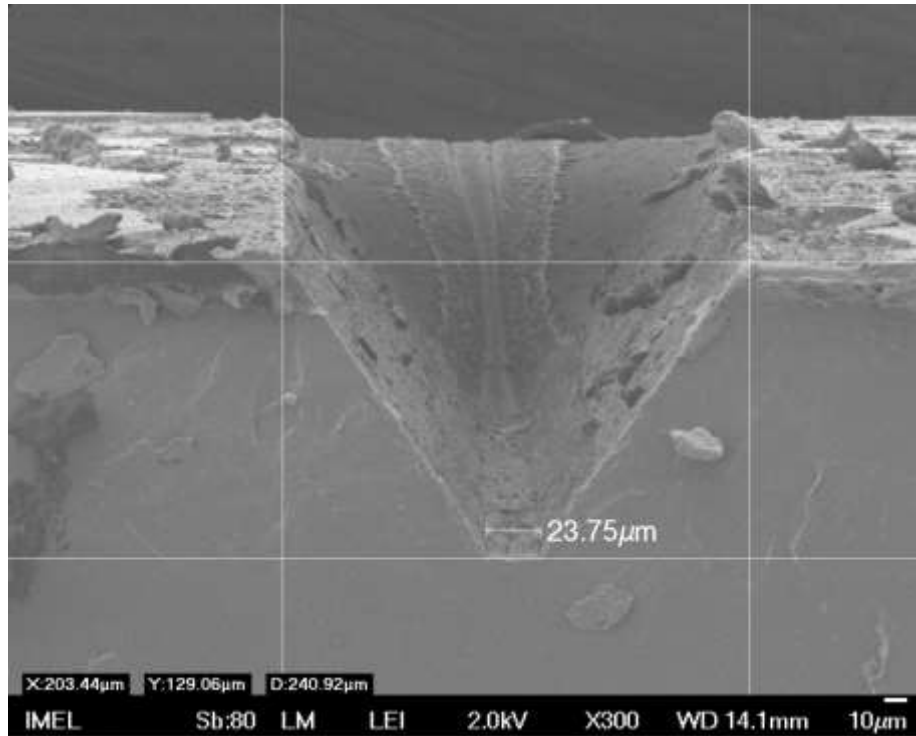
Για την απλοποίηση των συνθηκών της ροής, λαμβάνονται κάποιες παραδοχές όπως λαμβάνονται και από τους Morini 2006 [31] για παρόμοιες συνθήκες. Οι συνθήκες αυτές ικανοποιούν απόλυτα και το παρόν πείραμα.

- Το ρευστό είναι νευτώνιο, ασυμπίεστο και η ροή είναι στρωτή, πλήρως ανεπτυγμένη.
- Τα φαινόμενα μεταφοράς θεωρούνται σταθερά σε κάθε διάσταση, δηλαδή η θερμοκρασία είναι σταθερή και ομοιόμορφη.
- Οι θερμικές εκπομπές είναι αμελητέες.
- Τα τοιχώματα των μικροκαναλιών δεν είναι πορώδη.
- Η θερμική αγωγή μεταξύ των τοιχωμάτων και του ρευστού, η φυσική συναγωγή και οι εσωτερικές πηγές θερμότητας θεωρούνται αμελητέες.

Τα δεδομένα με βάση τα οποία θα υπολογιστούν οι παράμετροι της ροής είναι η εισερχόμενη ροή και η διατομή του μικροκαναλιού. Με βάση αυτά θα προκύψουν τα υπόλοιπα χαρακτηριστικά μεγέθη της ροής.

Η ελεγχόμενη σταθερή ροή που εισέρχεται στο μικροκανάλι είναι $5\mu\text{L}/\text{min}$ δηλαδή $0,833 \cdot 10^{-10}\text{m}^3/\text{sec}$. Η γεωμετρία της διατομής του μικροκαναλιού όπως προκύπτει από την εικόνα του SEM είναι:

- η μικρή βάση περίπου $24\mu\text{m}$,
- η μεγάλη βάση περίπου $203\mu\text{m}$ και
- το ύψος περίπου $129\mu\text{m}$ όπως φαίνεται και στην εικόνα.



Εικόνα 5.5: Η διατομή του μικροκαναλιού όπως φαίνεται μέσα από την εικόνα του SEM.

Έτσι λοιπόν, μπορεί να προσδιοριστεί ο αριθμός Reynolds $Re = \frac{uD_h}{\nu} = 0,63$

Με

$$u = \frac{Q}{A} \quad \text{και} \quad D_h = \frac{4A}{P}$$

η ταχύτητα κατά τον διαμήκη άξονα του καναλιού και η υδραυλική διάμετρος αντίστοιχα.

Επομένως, η ροή είναι στρωτή και θεωρείται πλήρως ανεπτυγμένη όταν το υγρό διανύει απόσταση μήκους:

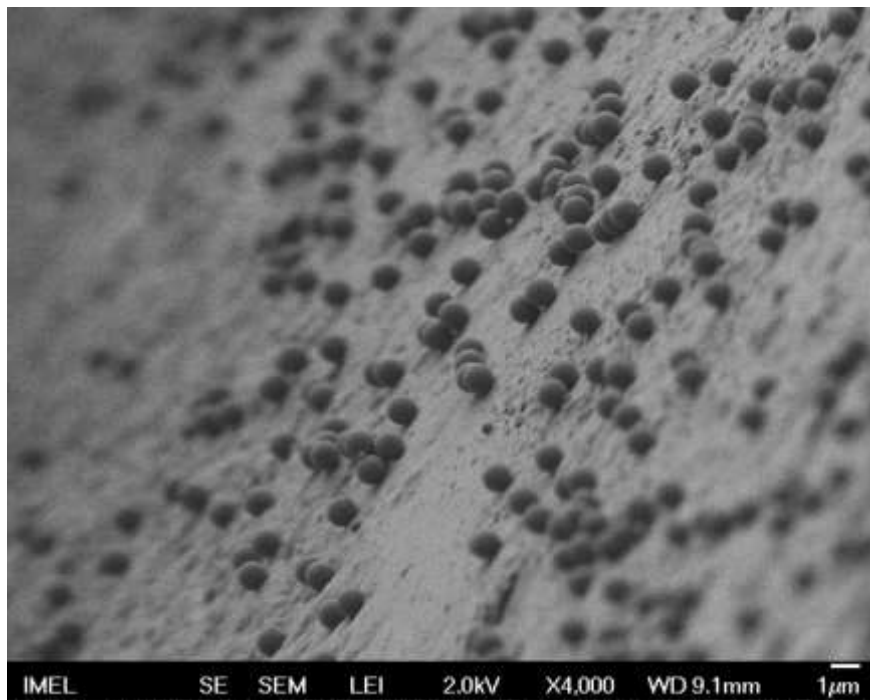
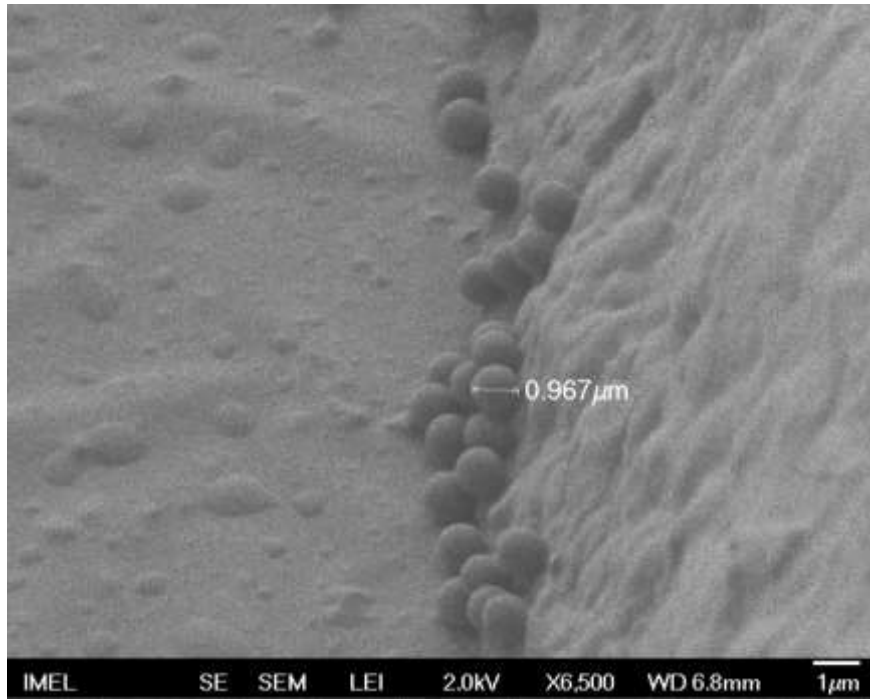
$$\frac{L_e}{D_h} \approx \frac{0.6}{1 + 0,035Re} + 0,056Re \rightarrow L_e \approx 67\mu\text{m}$$

Οπότε φαίνεται ότι το μήκος ανάπτυξης της ροής είναι πολύ μικρό σε σχέση με το μήκος των 40mm του καναλιού οπότε και οι μετρήσεις γίνονται σε πλήρως αναπτυγμένη ροή.

Φθορίζοντα Σωματίδια (Fluorescent microparticles)

Τα σωματίδια ανιχνευτές πρέπει να έχουν επαρκώς μικρή διάμετρο λόγω της διαφοράς πυκνοτήτων σωματιδίου-ρευστού, ώστε να διασφαλίζεται η σωστή μέτρηση της ταχύτητας της ροής. Από την άλλη πλευρά, όταν τα χρησιμοποιούμενα σωματίδια λειτουργούν μέσω ιδιοτήτων σκέδασης του φωτός, η διάμετρος τους πρέπει να είναι αρκετά μεγάλη, ώστε η ένταση του σκεδαζόμενου φωτός να είναι ικανοποιητική. Επιπλέον, όσο πιο μεγάλα είναι τα σωματίδια, τόσο λιγότερο θα επηρεάζονται από την κίνηση Brown [32]. Είναι επομένως φανερό η ανάγκη συμβιβασμού μεταξύ των δύο απαιτήσεων για την επιλογή της σωστής διαμέτρου. Ένας τρόπος να επιτευχθεί η βέλτιστη ποιότητα στα αποτελέσματα, με παράλληλη ικανοποιητική ένταση του φωτός και μικρή διάμετρο σωματιδίων, είναι η επιλογή φωσφορίζοντων σωματιδίων, διαμέτρου της τάξης των nm, που έχει ως αποτέλεσμα την αμελητέα επίδραση της ταχύτητας υστέρησης στις μετρήσεις. Επίσης, τα σωματίδια θα πρέπει να έχουν πυκνότητα κοντά στην πυκνότητα του ρευστού ώστε να μην επηρεάζουν την ροή. [33]

Η συγκέντρωση των σωματιδίων επηρεάζει το μέγεθος του μετρούμενου θορύβου. Για ένα δεδομένο βάθος φωτισμού το μέγεθος του θορύβου μπορεί να ελαττωθεί μειώνοντας την συγκέντρωση των σωματιδίων. Για μια χαμηλότερη συγκέντρωση σωματιδίων μπορεί να απαιτείται να χρησιμοποιηθούν μεγαλύτερα παράθυρα συσχέτισης για να ληφθεί αρκετό σήμα συσχέτισης, το οποίο ελαττώνει την χωρική ανάλυση των μετρήσεων. Αντίστοιχα, μπορούν να ληφθούν μεγαλύτερες χωρικές αναλύσεις σε μικρότερα παράθυρα συσχέτισης με χρήση μεγαλύτερης συγκέντρωσης. Προκύπτει τελικά ότι η συγκέντρωση των σωματιδίων πρέπει να διατηρηθεί χαμηλή ώστε να προκύψουν ξεκάθαρες (defined) εικόνες σωματιδίων για βαθιά κανάλια, γεγονός που έχει ως αποτέλεσμα εικόνες με ανεπαρκή αριθμό σωματιδίων για συμβατικές τεχνικές συσχέτισης (conventional correlation-based interrogation techniques). Για να ξεπεραστεί αυτός περιορισμός εφαρμόζεται η κατά μέσο όρο συσχέτιση (average correlation), όπου η συσχέτιση πηγάζει από ένα αριθμό ζευγών εικόνων υπολογίζοντας το μέσο όρο τους πριν την εύρεση του ανωτάτου της συσχέτισης (correlation peak). [34]



Εικόνα 5.6: Τα σωματίδια ανιχνευτές όπως φαίνονται μετά τη μέτρηση στον πυθμένα και πάνω στα τοιχώματα του καναλιού.

Συγκεκριμένα τα μικροσωματίδια ανιχνευτές έχουν διάμετρο 1μm και η συγκέντρωσή τους είναι 10^7 σωματίδια ανά μL νερού. Έτσι σε αυτή τη συγκέντρωση το μέγεθος του μετρούμενου θορύβου είναι αρκούντως μικρό για να γίνουν αξιόπιστες μετρήσεις.

Βάθος πεδίου

Το βάθος πεδίου ενός αντικειμενικού φακού ορίζεται ως το διάστημα που μπορεί να μετακινηθεί ο φακός, χωρίς να χάνεται η εστίαση στην παρατήρηση ενός απειροστά λεπτού αντικειμένου, με τη μαθηματική έκφραση να είναι η εξής (Inoue & Spring, 1997) [35]:

$$\delta z = \frac{n\lambda_0}{NA^2} + \frac{ne}{NA \cdot M}$$

όπου λ_0 το μήκος κύματος του φωτός στο κενό, NA το αριθμητικό άνοιγμα του φακού, M η μεγέθυνση που χρησιμοποιείται, n ο δείκτης διάθλασης του εργαζόμενου μέσου και e η μικρότερη απόσταση που μπορεί να αναλυθεί από την συσκευή λήψης και επεξεργασίας εικόνας που χρησιμοποιείται. Στην περίπτωση που χρησιμοποιείται μία CCD κάμερα, η απόσταση e , αντιστοιχεί στην απόσταση pixel-to-pixel του chip της κάμερας. Όπως φαίνεται από την προηγούμενη σχέση, το βάθος πεδίου είναι το άθροισμα του βάθους που οφείλεται στο φαινόμενο της διάθλασης και του βάθους λόγω γεωμετρικών παραγόντων. Πρέπει να σημειωθεί εδώ ότι το βάθος μέτρησης του αντικειμενικού φακού, δεν συμπίπτει με το βάθος μέτρησης του micro-P.I.V.

Βάθος μέτρησης ή συσχέτισης (Measurement or Correlation Depth)

Το βάθος μέτρησης ενός συστήματος micro-P.I.V. ορίστηκε ως το διπλάσιο της απόστασης από το τοπίπεδο του αντικειμένου (object plane) και ενός σημείου, τέτοιου ώστε το απεικονιζόμενο σωματίδιο να είναι ικανοποιητικά μη εστιασμένο (unfocused), έτσι ώστε να μην επηρεάζει σημαντικά τη μέτρησή της ταχύτητας σύμφωνα με τη σχέση:

$$\delta z_m = \frac{3n\lambda_0}{NA^2} + \frac{2.16d_p}{\tan\theta} + d_p$$

Όπου d_p είναι η διάμετρος των σωματιδίων και θ είναι η γωνία πρόσπτωσης που εξαρτάται από το αριθμητικό άνοιγμα με τη σχέση $NA = n \sin\theta$.

Το βάθος συσχέτισης αποτελεί στην ουσία το βάθος στο οποίο τα σωματίδια συνεισφέρουν στην καμπύλη συσχέτισης (correlation function). Σύμφωνα με τον τύπο των Olsen et al. (2000) [36] θα είναι

$$Correlation\ Depth = 2z_{corr} = 2 \left\{ \frac{(1 - \sqrt{\varepsilon})}{\sqrt{\varepsilon}} \left[f^{\#2} d_p^2 + \frac{5,95(M + 1)^2 \lambda^2 f^{\#4}}{M^2} \right] \right\}^{1/2}$$

Όπου ε αποτελεί έναν παράγοντα που έχει να κάνει με τις συναρτήσεις συσχέτισης και συνήθως είναι 0,01 και $f^{\#}$ ο αριθμός εστίασης.

Έτσι το βάθος συσχέτισης μπορεί να αλλάξει σημαντικά με την επίδραση του αριθμού εστίασης $f^{\#}$. Αυξάνει σχεδόν γραμμικά με τον $f^{\#}$ για μεγάλα σωματίδια ενώ αυξάνει με το τετράγωνο του $f^{\#}$ για μικρά σωματίδια. Η κίνηση Brown αυξάνει το εύρος του βάθους συσχέτισης και επιδρά στη σχέση

αυτή όπου πολλαπλασιάζεται με άλλον ένα παράγοντα μεγαλύτερο του 1 όταν οι επιδράσεις της κίνησης Brown δεν είναι αμελητέες. Η θεωρία αυτή για το βάθος συσχέτισης εξακριβώθηκε πειραματικά από τους Christopher J.B et al. [37].

Θόρυβος

Ο θόρυβος που προκύπτει στις μετρήσεις, οφείλεται στο βάθος εστίασης του μικροσκοπίου που δεν είναι αρκούντως λεπτό. Έτσι, όλα τα σωματίδια μέσα στον κώνο φωτισμού, ανεξάρτητα εάν είναι εντός ή εκτός εστίασης, φωτίζονται και επομένως εκπέμπουν συνεισφέροντας στο πεδίο εγγραφής της εικόνας. Πέρα από τα σωματίδια τα οποία είναι εντός του βάθους συσχέτισης (correlation depth) φωτίζονται και αυτά που είναι εκτός του βάθους συσχέτισης (εκτός εστίασης) τα οποία επομένως εκπέμπουν φως αυξάνοντας το μέγεθος του θορύβου. Κατά συνέπεια, ελαττώνεται ο λόγος σήματος προς θόρυβο για το πεδίο της εικόνας. Ως αναλογία σήματος προς θόρυβο ορίζεται η κορυφή της έντασης της εικόνας ενός τυπικού σωματιδίου εντός πεδίου διαιρεμένο με το μέσο θόρυβο. Η αναλογία σήματος – θορύβου εξαρτάται από πολλούς παράγοντες όπως: το μέγεθος των σωματιδίων, τη συγκέντρωση των σωματιδίων, τη γεωμετρία του εξεταζόμενου μέρους, τον φωτισμό, τα οπτικά μέσα για την καταγραφή της εικόνας, την κάμερα CCD κτλ. [38] Να σημειωθεί, ότι, εντονότερα τα φαινόμενα του θορύβου, ανιχνεύονται πάνω στα πλάγια τοιχώματα του μικροκαναλιού.

5.6 Προβλήματα που παρουσιάστηκαν κατά την διεξαγωγή των πειραμάτων

Διάφορα προβλήματα έχουν αναφερθεί στην βιβλιογραφία σχετικά με την μέτρηση ταχυτήτων ρευστού σε μικροκανάλια, τα οποία έχουν επιλυθεί και έχουν καταστήσει την μέθοδο λειτουργική. Η επίδραση της κίνησης Brown στην μέτρηση της ταχύτητας [32] το μέγεθος και η μετατόπιση των Σωματιδίων [39] είναι κάποια από αυτά τα οποία έχουν επιλυθεί επιτυχώς. Στην παρούσα εργασία αντιμετωπίστηκαν τα ακόλουθα προβλήματα.

Προσδιορισμός της θέσης της μικρής βάσης

Κατά την πραγματοποίηση των μετρήσεων με την μέθοδο micro P.I.V. έπρεπε να προσδιοριστεί ένα σημείο αναφοράς ώστε να είναι δυνατή η σύγκριση των μετρήσεων μεταξύ των υπερυδροφίλων και υπερυδροφίλων μικροκαναλιών. Ως σημείο αναφοράς ορίστηκε η μικρή βάση του τραπέζιου. Λόγω των προηγούμενων κατασκευαστικών ασαφειών επιλέχθηκε να μην θεωρήσουμε την μεγάλη βάση ως σημείο αναφοράς καθώς είχαμε μεγαλύτερη αβεβαιότητα για τον προσδιορισμό της. Επομένως, ως βάθος για την πραγματοποίηση των μετρήσεων (βάθος μέτρησης) ορίζεται η απόσταση από την μικρή βάση του τραπέζιου. Ανάλογες δυσκολίες προσδιορισμού του ύψους των καναλιών έχουν αναφερθεί στην βιβλιογραφία όπως για παράδειγμα στην εργασία των Choi et al. (2003) [40]. Αξίζει να σημειωθεί ότι κατά την πραγματοποίηση των πρώτων πειραμάτων γινόταν χρήση αποκλειστικά του φωτισμού του μικροσκοπίου. Το γεγονός ότι το chip ήταν τοποθετημένο με την πάνω βάση στραμμένη προς τον φωτισμό, καθώς έχουμε ανεστραμμένο

μικροσκόπιο, κατέστησε τον προσδιορισμό της μικρής βάσης δυσκολότερο καθώς ο φωτισμός έχει μικρότερη ένταση κοντά στη μικρή βάση. Με χρήση οπισθοφωτισμού κατέστη εφικτός ο προσδιορισμός της μικρής βάσης με μεγάλη βεβαιότητα, δεδομένου ότι το μικροκανάλι αποτελείται από φωτοδιαπερατό υλικό. Επίσης, με τον φωτισμό αυτό δίνεται η δυνατότητα παρατήρησης περισσότερων λεπτομερειών όσον αφορά τα χαρακτηριστικά των επιφανειών καθώς της παρουσίας φυσαλίδων οι οποίες είναι απαραίτητο να απομακρυνθούν για την ορθή διεξαγωγή του πειράματος.

Ακριβής προσδιορισμός της γεωμετρίας του μικροκαναλιού

Ένα σημαντικό πρόβλημα για την μελέτη της ροής αποτέλεσε ο προσδιορισμός του βάθους του μικροκαναλιού και της γενικότερης γεωμετρίας. Κατά την διεργασία της υδροφιλοποίησης, όπου γίνεται έκθεση των μικροκαναλιών στον αντιδραστήρα Reactive Ion Etching (RIE), τα ιόντα κατά την δημιουργία της τραχύτητας ελαττώνουν το ύψος του καναλιού εφόσον αφαιρείται υλικό από το μικροκανάλι. Επομένως, παρόλο που το κανάλι αναμένεται να έχει τα ίδια γεωμετρικά χαρακτηριστικά με την σφραγίδα – master παρουσιάζει κάποιες αποκλίσεις. Ο ακριβής προσδιορισμός των διαστάσεων δεν είναι εφικτός και αυτό προκαλεί δυσκολίες στην μελέτη των κατανομών-προφίλ ταχυτήτων και τον προσδιορισμό των ταχυτήτων. Με το μικροσκόπιο οι ακμές του τραπεζιού μπορούν να εκτιμηθούν αλλά δεν αποτελούν σίγουρες μετρήσεις. Επίσης, πριν την τοποθέτηση του δείγματος στο ηλεκτρονικό μικροσκόπιο (SEM) γίνεται κοπή του δείγματος με μηχανικό τρόπο κατά τον οποίο ενδέχεται να προκαλούνται παραμορφώσεις στη γεωμετρία του καναλιού. Ακόμα στη περίπτωση που το κανάλι παρουσιάζει ανομοιομορφίες κατά το μήκος του δεν μπορεί να εξεταστεί καθώς στο SEM έχει τη δυνατότητα να αναλύσει μόνο ένα μικρό μέρος του.

Αστοχίες λόγω του βάθους συσχέτισης

Μια άμεση συνέπεια του λεγόμενου βάθους συσχέτισης στην μέτρηση της ταχύτητας είναι ένα συστηματικό σφάλμα που παρουσιάζεται όταν οι κλίσεις των ταχυτήτων είναι σημαντικές [41]. Για παράδειγμα, εάν οι μετρήσεις των ταχυτήτων πραγματοποιούνται σε μικροκανάλι στο οποίο η ροή

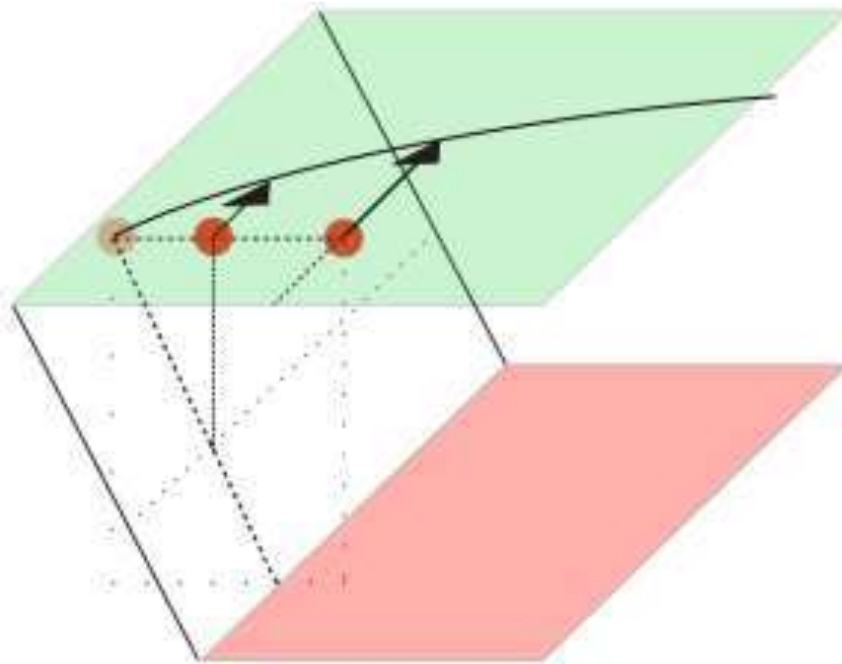
είναι Poiseuille, συνήθως εμφανίζεται ένα σφάλμα στην περιοχή του κέντρου της ροής που οφείλεται στο γεγονός ότι λαμβάνονται υπόψη οι ταχύτητες των σωματιδίων που βρίσκονται εκατέρωθεν του επιπέδου εστίασης όπου επικρατούν μικρότερες ταχύτητες. Αντίστοιχα, στην περιοχή κοντά στον τοίχο μετρούμενη ταχύτητα υπερεκτιμάται λόγω των ταχυτήτων των σωματιδίων που είναι μεγαλύτερες σε υπερκείμενα επίπεδα από το επίπεδο μέτρησης [42].

Στην περίπτωση των πειραμάτων που πραγματοποιήθηκαν, το φαινόμενο αυτό αναμένεται να είναι πιο έντονο λόγω της γεωμετρίας του καναλιού. Το βάθος συσχέτισης υπολογίζεται ως

$$\delta z_m = \frac{3n\lambda_0}{NA^2} + \frac{2,16d_p}{\tan\theta} + d_p \approx 11\mu m$$

που αντιστοιχεί περίπου στο 9% του συνολικού βάθους. Κατά την μέτρηση κοντά στο τοίχωμα χουμε συνεισφορά μόνο των σωματιδίων που βρίσκονται πάνω από το επίπεδο εστίασης. Έτσι, καταλήγουμε να έχουμε μεγαλύτερες ταχύτητες από τις πραγματικές κοντά στα τοιχώματα. Αυτό συμβαίνει λόγω του τραπεζοειδούς σχήματος όπου σε ένα συγκεκριμένο βάθος εστίασης, τα σωματίδια τα οποία κινούνται σε απόσταση $\pm 5\mu m$ από το επίπεδο εστίασης επηρεάζουν τη μέτρηση. Πάνω στο πλαϊνό τοίχωμα του μικροκαναλιού, όμως, υπάρχουν σωματίδια ανιχνευτές που κινούνται μόνο από το πάνω επίπεδο καθώς το κάτω επίπεδο εστιάζει πέρα από το τοίχωμα. Έτσι συμβάλλουν στη τελική μέτρηση μόνο αυτά του εστιακού επιπέδου των “+ 5 μm ”

δημιουργώντας μια μικρή αλλαγή στη κλίση της καμπύλης του προφίλ της ταχύτητας κοντά στο τοίχωμα.



Εικόνα 5.7: Η διαφορετική συμβολή των ανιχνευτών στη τελική μέτρηση λόγω του correlation depth και της τραπεζοειδούς γεωμετρίας του καναλιού.

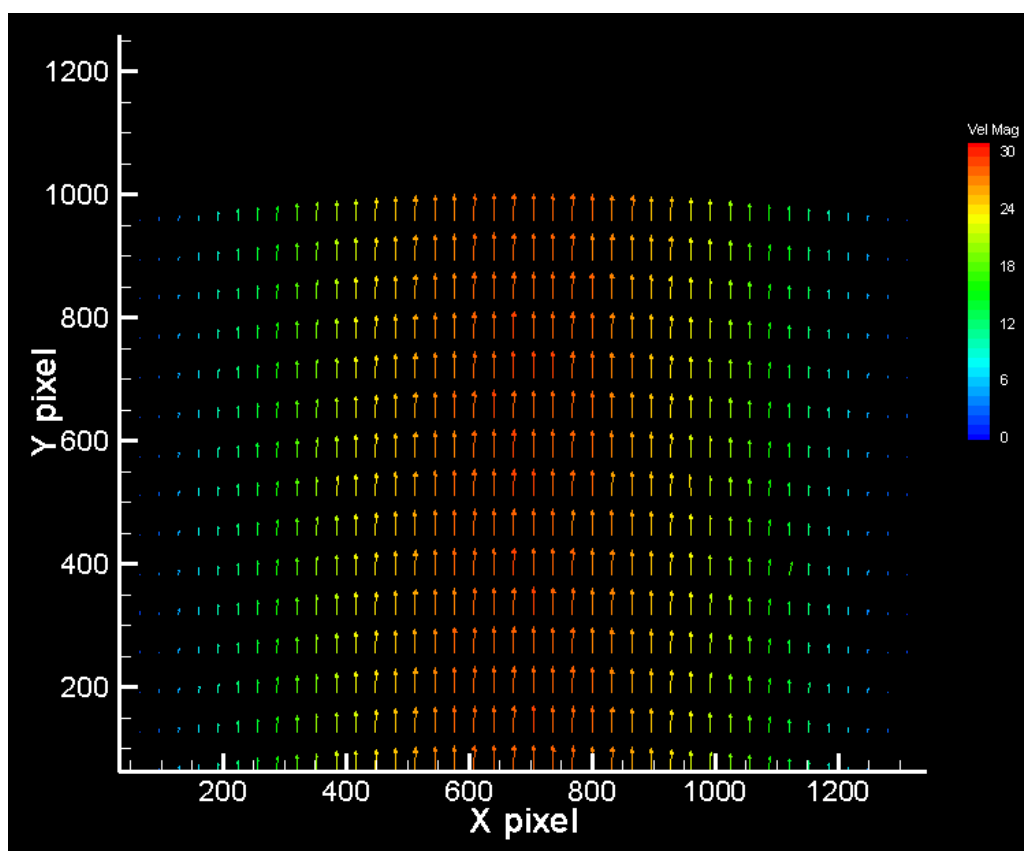
5.7 Επεξεργασία των Μετρήσεων

Η επεξεργασία των μετρήσεων πραγματοποιήθηκε με το πρόγραμμα INSIGHT 4G της εταιρίας TSI. Αναφορικά με την εφαρμογή της μετρητικής τεχνικής P.I.V. και συγκεκριμένα την επιλογή του παραθύρου συσχέτισης επιλέχθηκαν οι διαστάσεις 64x128pixel (ή 6.4x12.8 microns) με τη μεγαλύτερη διάσταση κατά την κατεύθυνση της ροής, δεδομένου ότι για το παράθυρο αυτό η κατανομή της ταχύτητας είναι πιο ομαλή και συμμετρική ως προς το διάμηκες επίπεδο συμμετρίας του καναλιού. Το πλέγμα όπως διαμορφώνεται για την ανάλυση καθώς και οι μετατοπίσεις των σωματιδίων κατά τη κατεύθυνση της ροής φαίνεται ενδεικτικά στις παρακάτω εικόνες.

Εικόνα 5.8: Το πλέγμα (64x128)pixels όπως διαμορφώνεται για την ανάλυση. Η πάνω εικόνα αφορά τη πρώτη από το ζευγάρι και η κάτω τη δεύτερη όπου και οι ανιχνευτές έχουν μετατοπιστεί κατά τη κατεύθυνση της ροής.

Για κάθε βάθος μετρήθηκαν 2000 ζευγάρια εικόνων για τη λήψη αποδεκτών στατιστικών δεδομένων καθώς αρκετές από τις μετρήσεις θεωρούνται μη αποδεκτές λόγω του κριτηρίου $noise\ to\ signal > 3$. δηλαδή η κορυφή της συνάρτησης ετεροσυσχέτισης πρέπει να είναι τουλάχιστον τριπλάσια του θορύβου. Συνολικά, μόνο περίπου το 5% των μετρήσεων θεωρείται αποδεκτό. Η επεξεργασία αυτή για κάθε βάθος απαιτεί την επεξεργασία περίπου 10GB δεδομένων. Συνεπώς, για τη κάθε ολοκληρωμένη ανάλυση πειράματος, μετρώντας σε 10 διαφορετικά βάθη απαιτείται η ανάλυση 100GB δεδομένων, οπότε και χρειάζεται δυνατή υπολογιστική ισχύς.

Από την χωρική αυτή ανάλυση προκύπτουν για κάθε βάθος μέτρησης 15 σειρές διανυσμάτων κατά τον άξονα της ροής (stream wise) όπου η κάθε σειρά (span wise) περιλαμβάνει 42 διανύσματα, δηλαδή συνολικά $15 \times 42 = 630$ διανύσματα. Λόγω της υπερκάλυψης (overlapping) του κάθε παραθύρου συσχέτισης κατά 50%, εξάγονται ταχύτερες ανά $3,2\mu m$ ενώ το παράθυρο έχει πλάτος $6,4\mu m$. Στη παρακάτω φωτογραφία φαίνεται αυτή ακριβώς η ανάλυση.



Εικόνα 5.9: Η χωρική ανάλυση όπου προκύπτουν 15 σειρές διανυσμάτων κατά τον άξονα της ροής και η κάθε σειρά περιλαμβάνει 42 διανύσματα

Τα διανύσματα αυτά είναι μόνο τα πλήρως αποδεκτά με βάση το κριτήριο σήματος προς θόρυβο (Signal to Noise) να ξεπερνάει το 3. Στη συνέχεια τα δεδομένα περνούν από δεύτερο έλεγχο μέσω κώδικα γραμμένου σε FORTRAN (βλ. Παραρτημα Β') ο οποίος εκτός από την ομαλοποίηση των τιμών, εξάγει και διάφορα στατιστικά μεγέθη και ομαδοποιήσεις. Στο επόμενο κεφάλαιο φαίνεται ακριβώς αυτό το στατιστικό υπόβαθρο των αποτελεσμάτων.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 6 – ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ – ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ

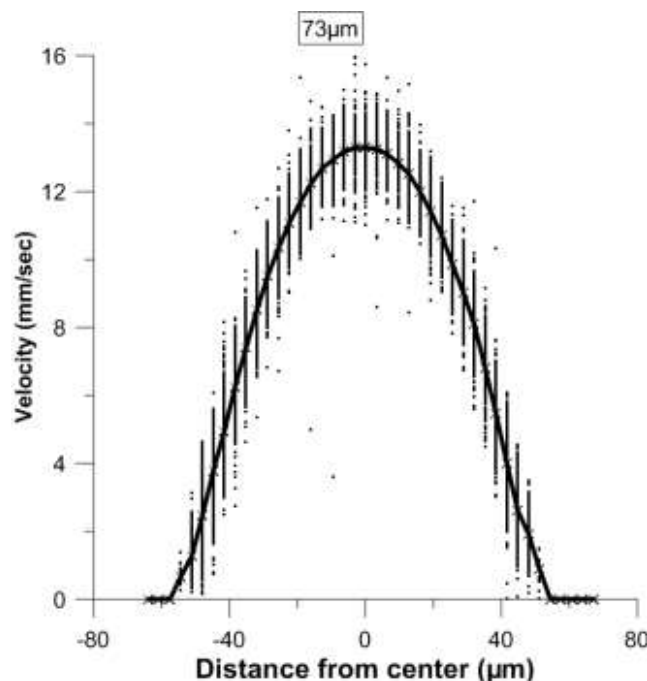
6.1 Εισαγωγή

Στο τελευταίο κεφάλαιο αυτής της εργασίας, παρουσιάζονται αναλυτικά τα αποτελέσματα των μετρήσεων των πειραμάτων. Αρχικά περιγράφεται το στατιστικό υπόβαθρο της επεξεργασίας των μετρήσεων που θα οδηγήσει στη τελική αξιολόγηση των αποτελεσμάτων που θα περιγραφούν μετέπειτα.

Η επεξεργασία των μετρήσεων προκύπτει από την λήψη τιμών της ταχύτητας για όλο το πλάτος του μικροκαναλιού σε διαφορετικά επίπεδα βάθους (ύψους) για ένα μήκος 104 μm . Για κάθε βάθος προκύπτει ένα μέσο προφίλ ταχύτητας κατά την κατεύθυνση της κύριας ροής δηλαδή κατά μήκος του μικροκαναλιού. Ως πυθμένα θεωρούμε την μικρή βάση του τραπεζίου.

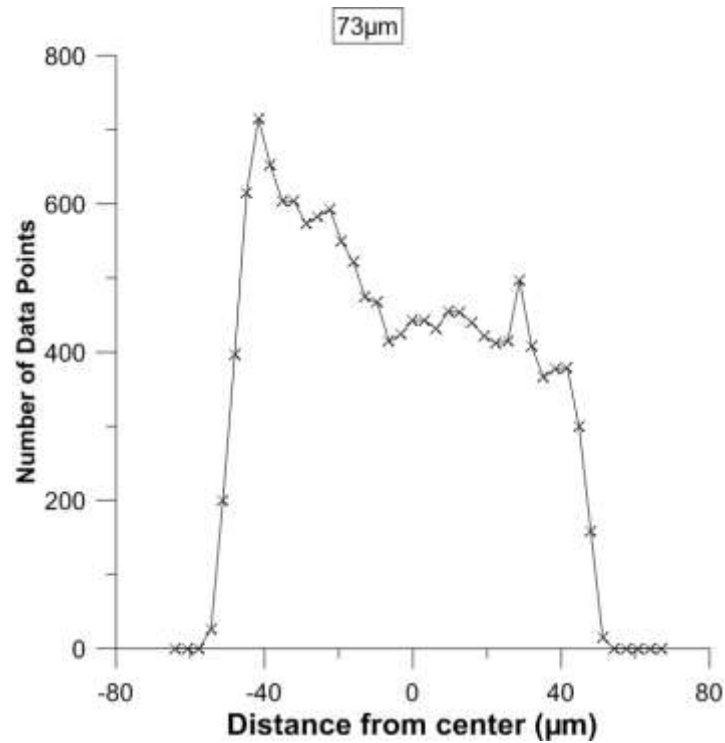
6.2 Στατιστικό Υπόβαθρο των Αποτελεσμάτων

Το παρακάτω γράφημα δείχνει τη διακύμανση των τιμών της ταχύτητας από την οποία προκύπτει η μέση τιμή τους. Το προφίλ αντιστοιχεί σε ένα συγκεκριμένο βάθος των 73 μm από τον πυθμένα (μικρή βάση).



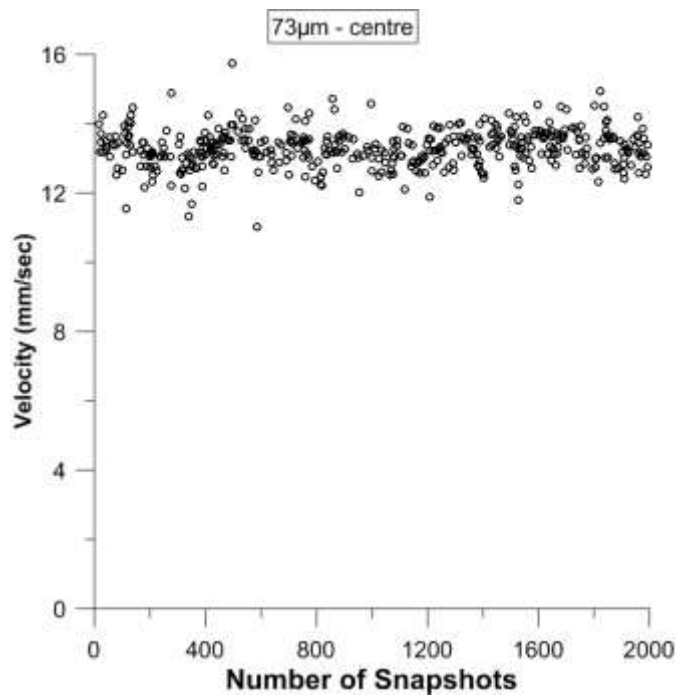
Γράφημα 6.1: Το γράφημα δείχνει τη διακύμανση των τιμών από τα οποία προέκυψε η μέση τιμή της ταχύτητας για την κάθε θέση κατά πλάτος σε ένα συγκεκριμένο βάθος (73 μm).

Στο επόμενο γράφημα παρουσιάζεται το πλήθος των τιμών από τις οποίες προέκυψε η καμπύλη του προφίλ της ταχύτητας για το συγκεκριμένο βάθος.



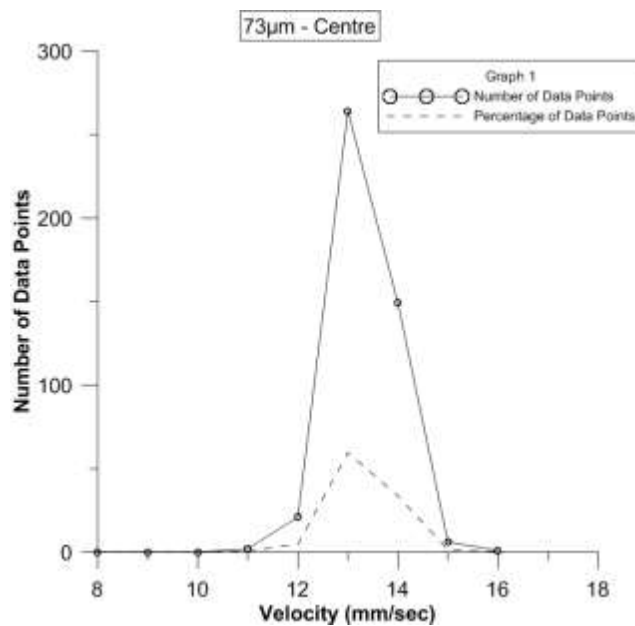
Γραφημα 6.2: Ο αριθμός των σημείων που χρησιμοποιήθηκαν για τη παραγωγή του προφίλ της ταχύτητας για ένα συγκεκριμένο βάθος.

Σημαντικό είναι να δειχθεί για τη κάθε θέση κατά το μήκος της ροής, πως συμπεριφέρεται το πλήθος των τιμών που μετρήθηκαν. Το παρακάτω γράφημα δείχνει για μια συγκεκριμένη απόσταση από τον άξονα συμμετρίας, την διακύμανση των τιμών της ταχύτητας. Συγκεκριμένα η θέση στην οποία αναφέρεται είναι πάνω στον άξονα συμμετρίας κατά το μήκος της ροής σε βάθος $73\mu\text{m}$. Ο άξονας $-y$ δείχνει τη τιμή των ταχυτήτων και ο άξονας $-x$ τη διάρκεια των μετρήσεων σε αριθμό στιγμιότυπων. Η κάμερα φωτογράφιζε με ρυθμό 4.83 στιγμιότυπα το δευτερόλεπτο. Παρατηρείται ότι η κύρια διακύμανση των τιμών της ταχύτητας βρίσκεται σενα πλάτος περίπου $2\text{mm}/\text{sec}$.



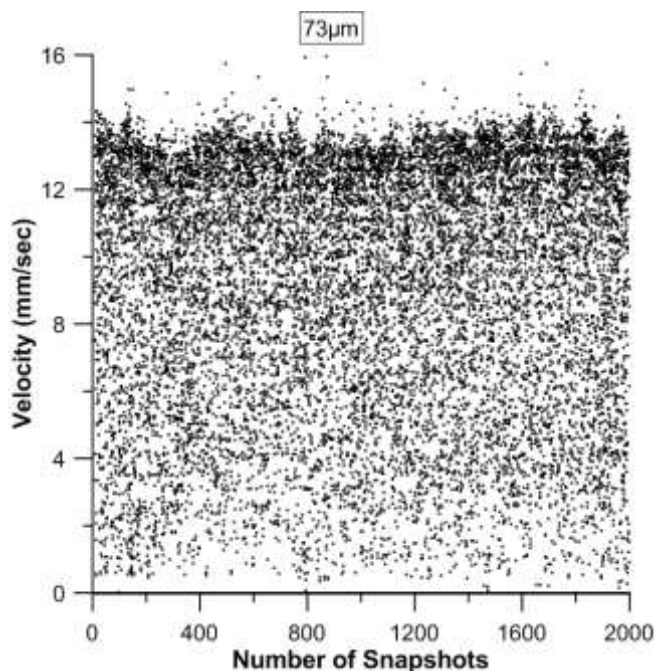
Γράφημα 6.3: Η διακύμανση των τιμών της ταχύτητας κατά τη διάρκεια του πειράματος.

Ως συμπληρωματικό αυτού του γραφήματος είναι το επόμενο το οποίο δείχνει τη συχνότητα εμφάνισης των τιμών της ταχύτητας σε μία συγκεκριμένη απόσταση από το κέντρο συμμετρίας κατά μήκος του καναλιού, δηλαδή, το ιστόγραμμα της ταχύτητας. Το γράφημα αντιστοιχεί στο βάθος των 73µm στο κέντρο του καναλιού. Ταυτόχρονα δείχνει και τα ποσοστά των αντίστοιχων τιμών (διακεκομμένη γραμμή).



Γράφημα 6.4: Το πλήθος των τιμών που αντιστοιχούν στη κάθε ταχύτητα καθώς και το ποσοστό επί τοις εκατό.

Στη συνέχεια παρουσιάζεται το γράφημα που δείχνει την διακύμανση των τιμών της ταχύτητας σε ένα συγκεκριμένο βάθος για όλες τις θέσεις κατά το πλάτος του καναλιού και όχι για μια συγκεκριμένη θέση όπως στα προηγούμενα γράφηματα. Προφανώς, αναμένεται η διακύμανση των τιμών να απλώνεται σε όλο τον άξονα των ταχυτήτων και όχι σε ένα μικρό πλάτος όπως πριν.



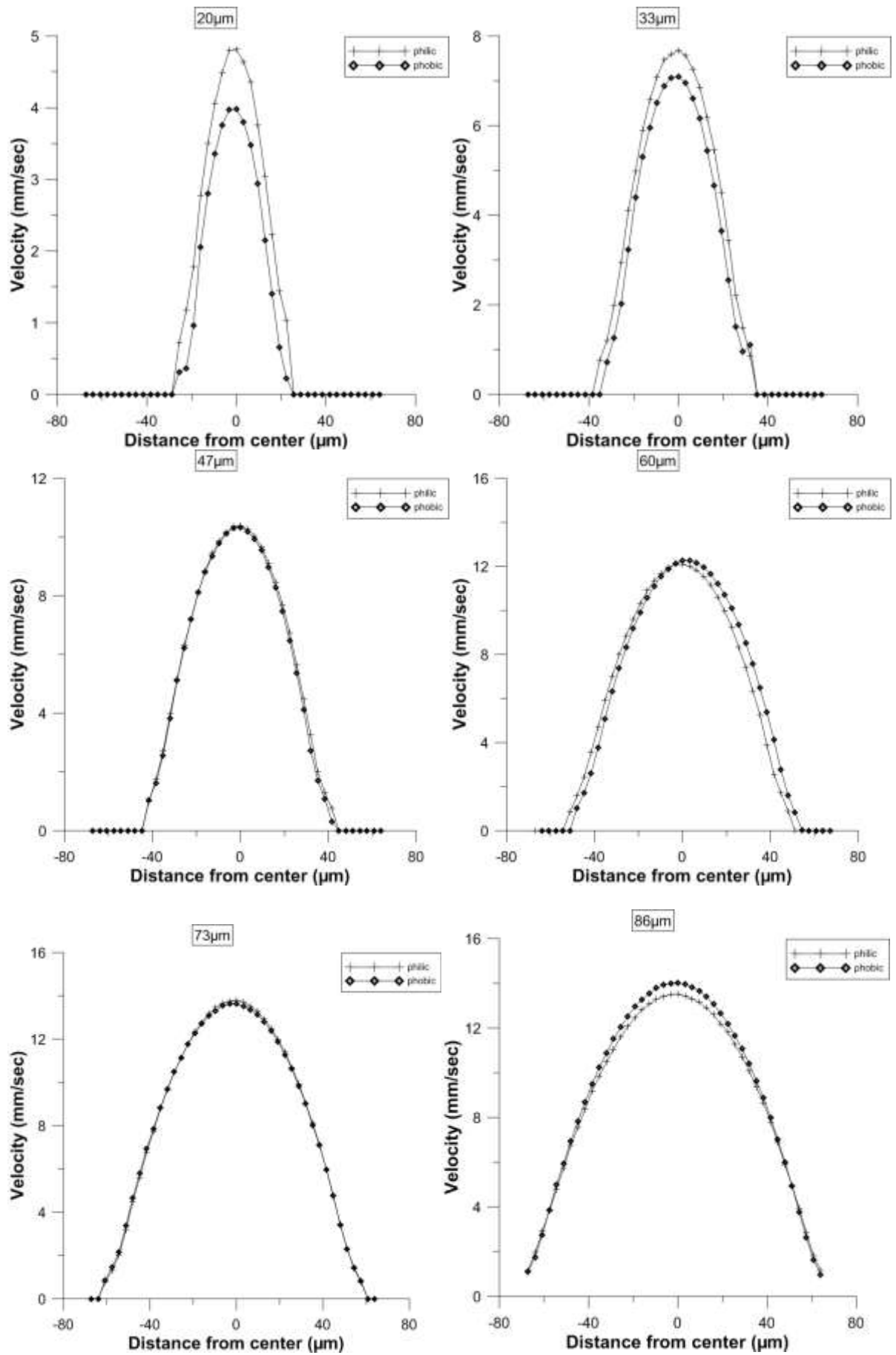
Γράφημα 6.5: Η διακύμανση των τιμών της ταχύτητας σε όλες τις θέσεις κατά το πλάτος του καναλιού κατά τη διάρκεια του πειράματος στο βάθος των 73µm.

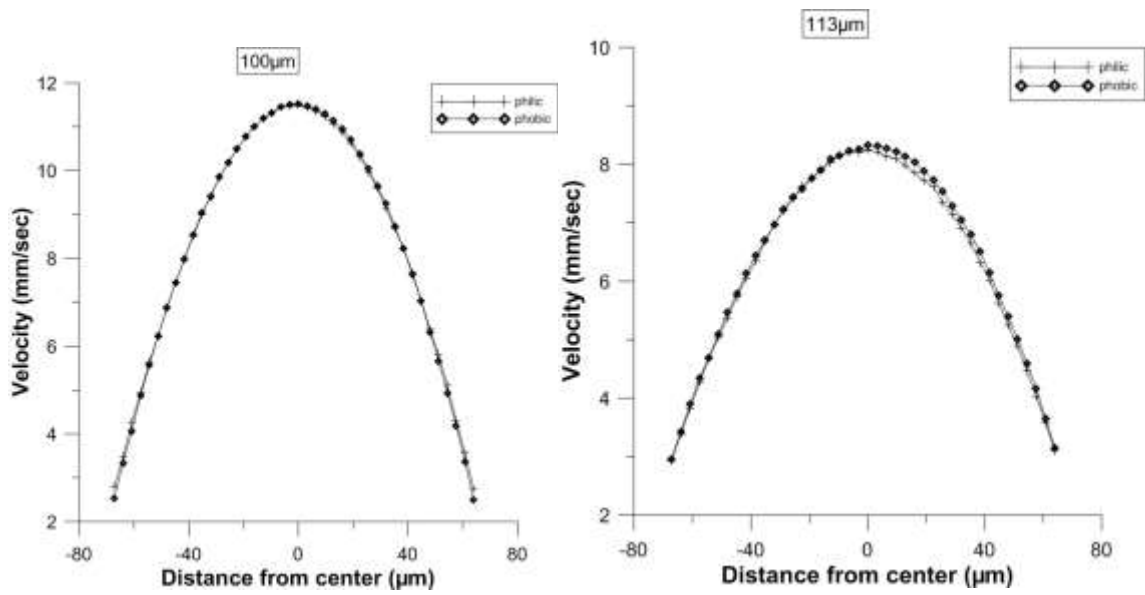
Μετά τη κατανόηση των πτυχών του στατιστικού υπόβαθρου των μετρήσεων ήρθε η ώρα για την ανάλυση των αποτελεσμάτων.

6.3 Ανάλυση αποτελεσμάτων

Συγκριση υπερυδρόφιλων και υπερυδρόφοβων μικροκαναλιών για το νερό

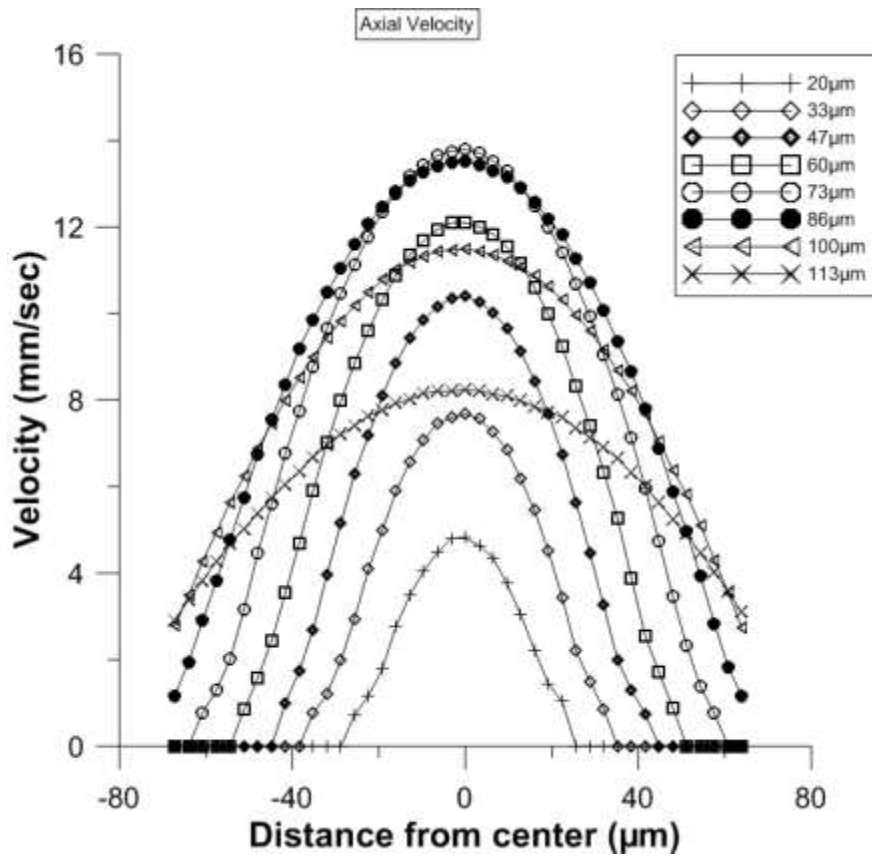
Αρχικά έγινε σύγκριση μεταξύ υπερυδρόφιλων και υπερυδρόφοβων μικροκαναλιών για το απιονισμένο νερό. Στα επόμενα γραφήματα παρουσιάζονται τα προφίλ των ταχυτήτων για διαφορετικά βάθη μέτρησης.



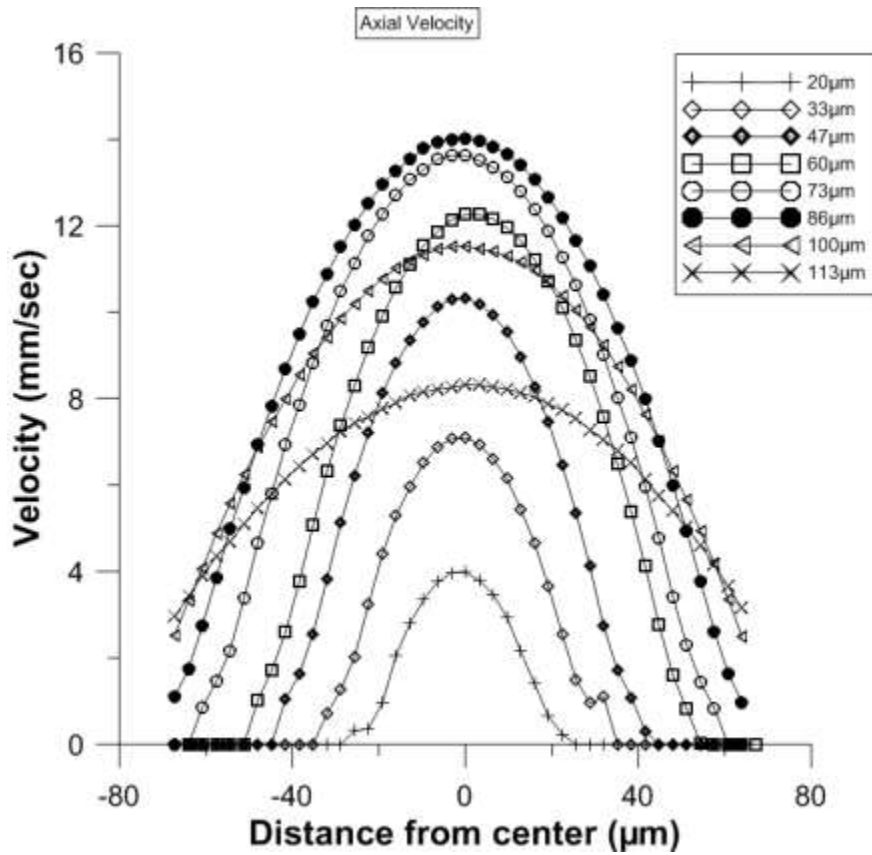


Γράφημα 6.6: Στα γραφήματα συγκρίνονται τα προφίλ των ταχυτήτων μεταξύ υπερυδροφίλων και υπερυδροφόβων μικροκαναλιών σε διαφορετικά βάθη μέτρησης, 20, 33, 47, 60, 73, 86, 100 και 113µm από τον πυθμένα των μικροκαναλιών.

Στη συνέχεια παρατίθενται τα γραφήματα με τα προφίλ των ταχυτήτων για όλα τα βάθη σε κάθε μικροκανάλι (υπερυδροφίλο - υπερυδόφοβο) ξεχωριστά.

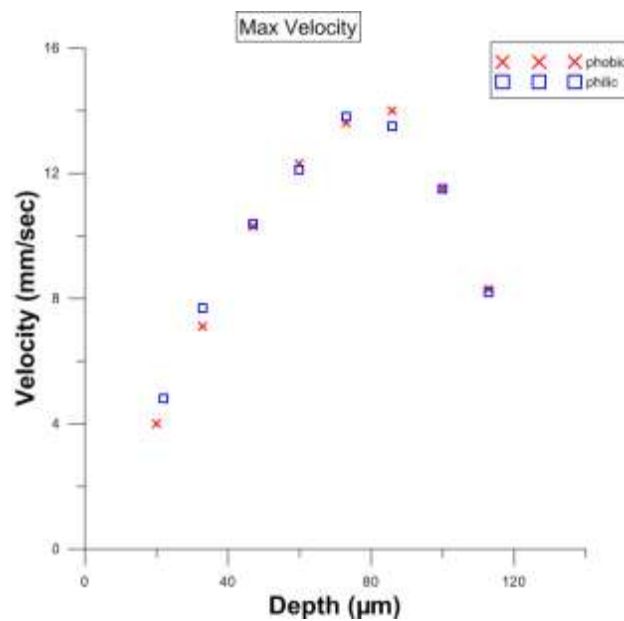


Γραφημα 6.7: Τα προφίλ ταχυτήτων για όλα τα βάθη στο υπερυδροφίλο μικροκανάλι.



Γραφημα 6.8: Τα προφίλ ταχυτήτων για όλα τα βάθη στο υπερυδρόφοβο μικροκανάλι.

Τέλος παρουσιάζεται το γράφημα που συγκρίνει τα προφίλ των μέγιστων ταχυτήτων ανά βάθος για το κάθε κανάλι.



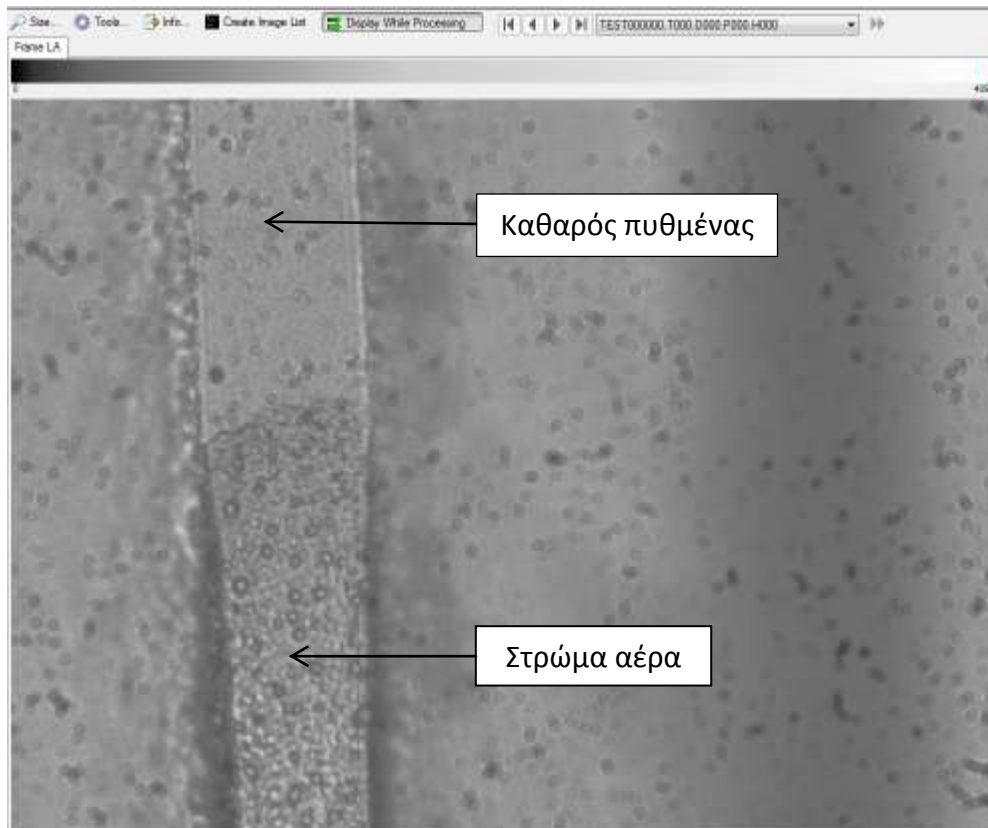
Γραφημα 6.9: Σύγκριση των προφίλ των μέγιστων ταχυτήτων ανά βάθος για το κάθε κανάλι.

Με βάση τα παραπάνω δεδομένα, διαπιστώνεται ότι δεν υπάρχει εμφανής διαφορά στο πεδίο ταχυτήτων μεταξύ υπερυδροφόβου και υπερυδροφίλου καναλιού.

Σύγκριση υπερυδροφόβου μικροκαναλιού με στρώμα αέρα και χωρίς αέρα

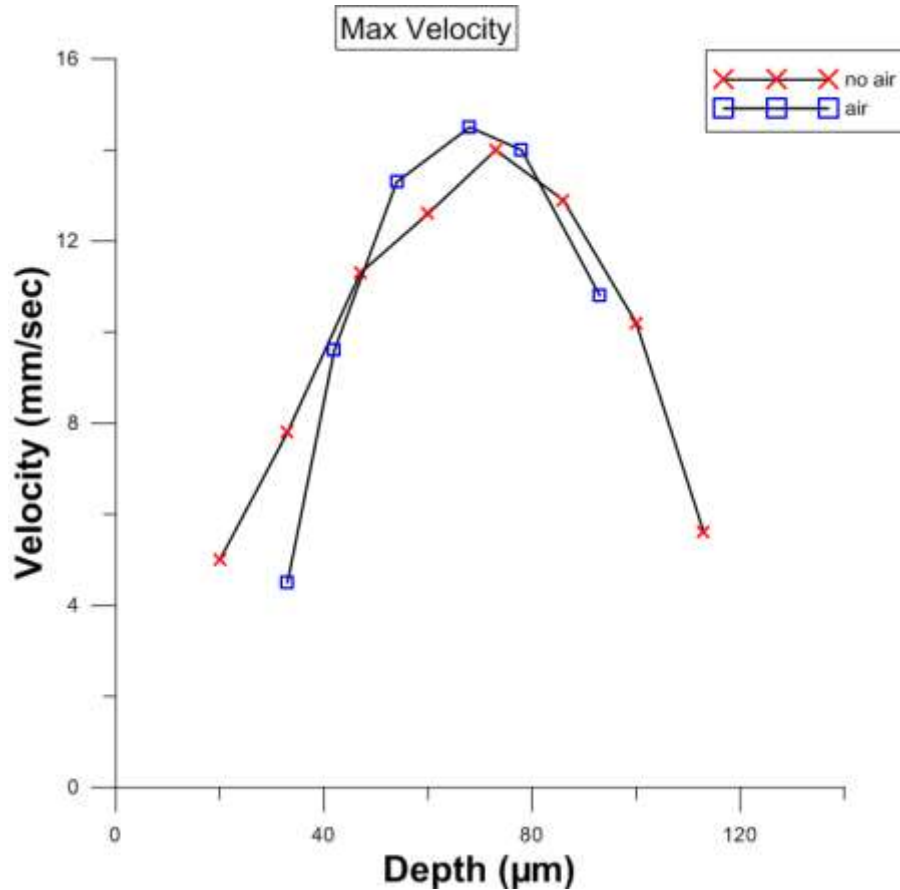
Κατά τις μετρήσεις σε υπερυδροφόβα μικροκανάλια, παρατηρήθηκε ένα στρώμα αέρα που εκτεινόταν κατά μήκος του πυθμένα των μικροκαναλιών (μικρή βάση). Το πάχος του κυμαινόταν από 10μm μέχρι 30μm. Η παρουσία του άλλαζε το πεδίο των ταχυτήτων και για αυτό πραγματοποιήθηκε μέτρηση πάνω σε αυτό.

Να σημειωθεί ότι στις υπερυδροφόβες επιφάνειες, αναμένεται να υπάρχει αέρας μεταξύ της τραχύτητας και του νερού, όχι όμως με αυτές τις διαστάσεις που περιγράφηκαν. Το ύψος της τραχύτητας των μετρούμενων επιφανειών είναι μικρότερο του ενός μικρόμετρου και το αναμενόμενο στρώμα αέρα θα έπρεπε να είναι αυτής της τάξης. Στην παρούσα κατάσταση εγκλοβιζόταν αέρας με πολύ μεγαλύτερο πάχος λόγω της στενότητας της γεωμετρίας που εμφανίζεται κοντά στον πυθμένα, δηλαδή τη μικρή βάση του τραπεζίου. Το πείραμα σε αυτή τη περίπτωση μοιάζει αρκετά με αυτό των Elif Karatay et al. [43] όπου δημιουργούν τεχνητά στρώματα αέρα στα τοιχώματα των καναλιών. Η φωτογραφία παρακάτω δείχνει ακριβώς αυτό το στρώμα αέρα.



Εικόνα 6.1: Περιοχή του μικροκαναλιού με και χωρίς στρώμα αέρα. Η πάνω περιοχή είναι καθαρή, η κάτω έχει στρώμα αέρα. Το στρώμα αέρα της φωτογραφίας έχει πάχος περίπου 15μm.

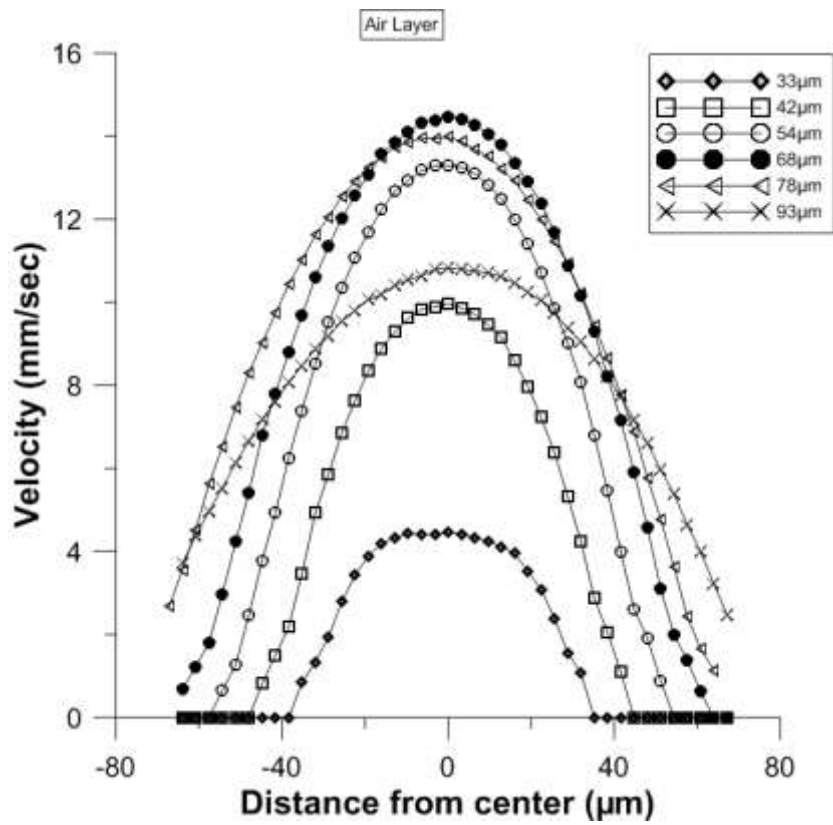
Με τη δεδομένη αυτή συνθήκη πραγματοποιήθηκαν μετρήσεις για το νερό πάνω στο στρώμα αέρα και πάνω σε καθαρή περιοχή και γίναν οι αντίστοιχες συγκρίσεις. Παρακάτω συγκρίνονται τα προφίλ των μέγιστων ταχυτήτων για τη κάθε περίπτωση.



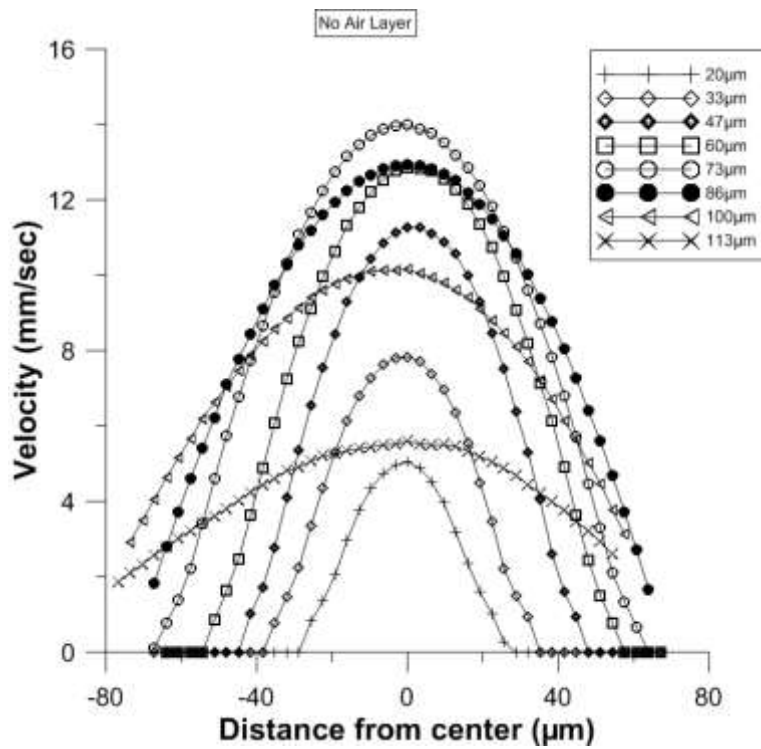
Γράφημα 6.11: Σύγκριση των προφίλ των μέγιστων ταχυτήτων σε υπερυδροφόβο μικροκανάλι με στρώμα αέρα στον πυθμένα και χωρίς αέρα, αντίστοιχα.

Με βάση το παραπάνω γράφημα, προεκτείνοντας τη καμπύλη που περιγράφει το πεδίο ταχυτήτων πάνω από το στρώμα αέρα (air) προς τον οριζόντιο άξονα, μπορεί να εκτιμηθεί το πάχος του στρώματος αέρα περίπου στα 25μm.

Στη συνέχεια παρουσιάζονται οι κατανομές ταχύτητας σε διάφορα βάθη για τη κάθε περίπτωση δηλαδή για μέτρηση πάνω από στρώμα αέρα και χωρίς αυτό.

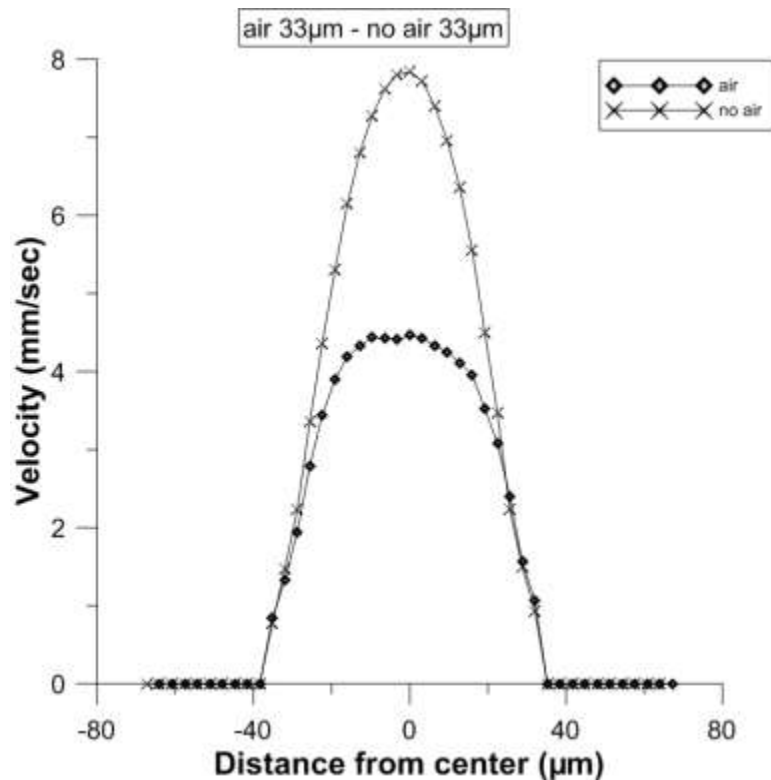


Γράφημα 6.12: Τα προφίλ της ταχύτητας για όλα τα μετρούμενα βάθη στην περίπτωση όπου υπάρχει στρώμα αέρα.



Γράφημα 6.13: Τα προφίλ της ταχύτητας για όλα τα μετρούμενα βάθη στην περίπτωση όπου δεν υπάρχει στρώμα αέρα.

Τέλος, γίνεται η σύγκριση της ταχύτητας σε μικρή απόσταση από την επιφάνεια του στρώματος αέρα, δηλαδή στο βάθος των 33 μm .



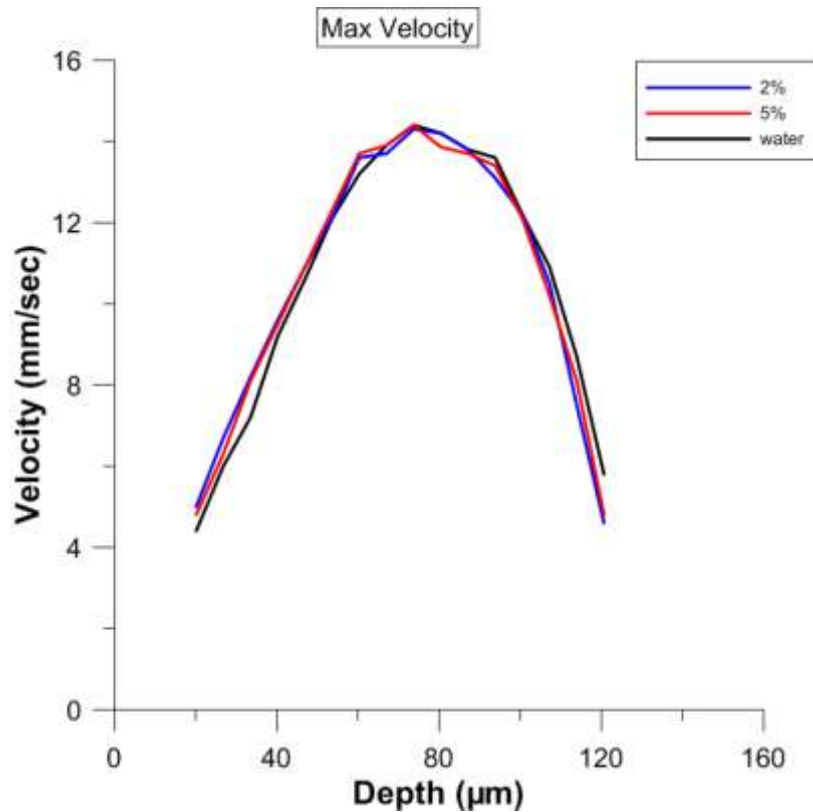
Γράφημα 6.14: Σύγκριση προφίλ ταχυτήτων με και χωρίς τη παρουσία στρώματος αέρα στο βάθος των 33 μm .

Συγκρίνοντας τις κατανομές ταχύτητας στο βάθος των 33 μm για τις δύο περιπτώσεις διαπιστώνουμε ότι στη περίπτωση της παρουσίας του αέρα η κατανομή ταχύτητας είναι ομοιόμορφη κατά το μεγαλύτερο πλάτος του καναλιού ενώ στα πλάγια τοιχώματα η κλίση της ταχύτητας είναι η ίδια και στις δύο περιπτώσεις.

Σύγκριση υπερυδρόφοβου μικροκαναλιού για διαφορετικά υγρά

Σε αυτό το σημείο, παρουσιάζονται τα αποτελέσματα κατά την ροή τριών διαφορετικών υγρών μέσα σε υπερυδρόφοβο μικροκάνάλι. Τα υγρά που χρησιμοποιήθηκαν είναι το νερό και τα διαλύματα ισοπροπανόλης περιεκτικότητας 2% και 5% κατά όγκο. Οι επιφανειακές τάσεις τους είναι 72, 55 και 40 mN/m αντίστοιχα.

Στο παρακάτω γράφημα συγκρίνονται οι μέγιστες ταχύτητες για τα τρία διαφορετικά υγρά.



Εικόνα 6.15: Σύγκριση μέγιστων ταχυτήτων για τα τρία διαφορετικά υγρά, νερό, 2% και 5% προπανόλη.

Παρατηρείται ότι δεν υπάρχουν διαφορές άξιος σχολιασμού και οι υπάρχουσες μπορεί να οφείλονται σε πειραματικά σφάλματα, όπως για παράδειγμα, ατέλειες στα σημεία μέτρησης των μικροκαναλιών.

6.4 Συμπεράσματα

Πριν παρουσιαστούν τα συμπεράσματα της εργασίας, θα τονιστούν στον αναγνώστη κάποια βασικά στοιχεία που πρέπει να παρατηρεί κατά την ανάλυση των προφίλ της ταχύτητας ως προς τη απόσταση από το κέντρο συμμετρίας του καναλιού. Πρώτον, πρέπει να παρατηρεί το σχήμα της καμπύλης (η κλίση των κλάδων της και η μορφή της περιοχής που αλλάζει η καμπή) όπου υποδηλώνει το είδος της ροής καθώς και την ύπαρξη ολίσθησης της ταχύτητας στα τοιχώματα. Δεύτερον, η μέγιστη ταχύτητα είναι σημαντική ένδειξη και τρίτον τα σημεία στα οποία τέμνει τον άξονα-x (αμελώντας την μικρή αλλαγή κλίσης λόγω του σφάλματος συσχέτισης) υποδηλώνουν το πλάτος του καναλιού στο συγκεκριμένο βάθος, με την προϋπόθεση πάντα ότι δεν υπάρχει ολίσθηση της ταχύτητας στα τοιχώματα. Έτσι, η επεξεργασία των αποτελεσμάτων και τα συμπεράσματα, θα προκύψουν από την ανάλυση και σύγκριση των τριών αυτών βασικών σημείων.

Επίσης πολύ βασικά συμπεράσματα εξάγονται από τα γραφήματα που συγκρίνουν τις μέγιστες ταχύτητες της ροής σε κάθε βάθος. Σε αυτά τα γραφήματα, πάλι πρέπει να παρατηρούνται τα τρία

αυτά στοιχεία, με τη διαφορά ότι τα σημεία τομής των καμπυλών (κατά την προέκταση των καμπυλών) με τον άξονα- x δείνουν το συνολικό βάθος του καναλιού.

Συγκριση υπερυδροφίλων και υπερυδροφοβων μικροκαναλιών για το νερό

Αρχικά έγινε σύγκριση μεταξύ υπερυδροφίλων και υπερυδροφοβων μικροκαναλιών για το απιονισμένο νερό. Στο γράφημα 6.6 παρατηρείται ότι οι καμπύλες είναι πανομοιότυπες σε πολλά βάθη αλλά όχι σε όλα. Στα μικρά βάθη 20 μm και 33 μm παρατηρούνται κάποιες μικρές διαφορές οι οποίες κοιτάζοντας τα τρία βασικά στοιχεία που αναφέρθηκαν παραπάνω έχουν λογική εξήγηση, καθώς το βάθος μέτρησης φαίνεται να είναι διαφορετικό (καθώς είναι διαφορετικό το πλάτος) άρα και η μέγιστη ταχύτητα τους. Με βάση πολλές παρατηρήσεις εκτιμήσαμε ότι το σφάλμα προσδιορισμού του βάθους είναι το πολύ 5 μm .

Στο διάγραμμα που συγκρίνονται οι μέγιστες ταχύτητες (Γράφημα 6.9), παρατηρείται σύμπτωση των καμπυλών και ταυτόχρονα φαίνεται και η διαφοροποίηση στις μετρήσεις κοντά στη μικρή βάση όσον αφορά το βάθος.

Συμπεραίνεται λοιπόν, ότι κατά τη σύγκριση του πεδίου των ταχυτήτων δεν σημειώνονται αξιοσημείωτες διαφορές μεταξύ των υπερυδροφίλων και υπερυδροφοβων μικροκαναλιών για το νερό για μικροκανάλια των συγκεκριμένων διαστάσεων, τραχύτητας και γεωμετρίας.

Σύγκριση υπερυδροφοβου μικροκαναλιού με στρώμα αέρα και χωρίς αέρα

Σε αυτή τη περίπτωση όπου υπάρχει παρουσία ενός παχέος στρώματος αέρα (20-30 μm) , αναμένεται να παρατηρηθούν διαφορές στα προφίλ των ταχυτήτων.

Η σύγκριση των προφίλ στο βάθος των 33 μm που στη περίπτωση του στρώματος αέρα, εκτιμάται ότι βρίσκεται κοντά στην επιφάνεια του στρώματος, δείνει σημαντικές διαφορές. Παρατηρώντας κατ' αρχάς τα σημεία τομής στον άξονα- x (γραφημα 6.14) βλέπουμε ότι οι δύο μετρήσεις έχουν γίνει στο ίδιο βάθος του καναλιού. Οι κλίσεις των καμπυλών είναι ίδιες και η διαφορά έγγειται στη μέγιστη ταχύτητα. Η διαφορά αυτή οφείλεται στο ότι στη μία περίπτωση το υγρό ρέει κοντά σε ένα τοίχωμα του καναλιού έστω και αν αυτό είναι αέρας ενώ στην άλλη έχει απόσταση από τον πυθμένα, 33 μm . Αν υπήρχε ολίσθηση της ταχύτητας στα πλάγια τοιχώματα, θα υπήρχε διαφορά στη κλίση των καμπυλών και στο πλάτος του καναλιού. Οπότε από το γράφημα αυτό δεν μπορούμε να συμπεραίνουμε κάτι τέτοιο, όχι τουλάχιστον σε βαθμό που να μην εμπίπτει στο σφάλμα των μετρήσεων.

Για περαιτερω ανάλυση στο σημείο αυτό και τη καλύτερη κατανόηση από τον αναγνώστη, θα συζητηθεί και μια αντίθετη άποψη. Θα μπορούσε να ισχυριστεί κανείς ότι υπάρχει μια περίπτωση όπου η μέτρηση γίνεται σε διαφορετικό βάθος, λόγω προβλημάτων εστιασμού στο ίδιο βάθος και για τις δύο περιπτώσεις, λόγω του διαφορετικού δείκτη διάθλασης του αέρα ως προς το νερό. Για παράδειγμα, αν υποθέσουμε ότι το στρώμα αέρα έχει πάχος 25 μm και στη περίπτωση που γίνεται η μέτρηση με το στρώμα αέρα, το βάθος μέτρησης είναι τα 25-26 μm και όχι τα 33 μm , τότε και μόνο τότε, το γράφημα δείχνει ότι υπάρχει έντονη παρουσία ολίσθησης στα πλάγια τοιχώματα αλλά και

πάνω στο στρώμα αέρα, καθώς υπάρχει μη μηδενική ταχύτητα πάνω στον αέρα, άρα και το πλάτος του καναλιού φαίνεται διαφορετικό από τη πραγματικότητα. Αυτή η άποψη έχει βάση, αλλά θα έπρεπε αυτό το φαινόμενο να συνεχίζεται και στις υπόλοιπες μετρήσεις τουλάχιστον όσον αφορά τα πλάγια τοιχώματα. Αυτή η άποψη, ανατρέπεται ακόμα περισσότερο από την καμπύλη του γραφήματος 6.11 όπου συγκρίνει τις μέγιστες ταχύτητες στις δύο περιπτώσεις. Αν υπήρχε ολίσθηση της ταχύτητας έπρεπε η προέκταση της καμπύλης με το στρώμα αέρα να τέμνει τον άξονα-x στα αρνητικά, δηλαδή, να υπάρχει μια μη μηδενική ταχύτητα πάνω στο στρώμα αέρα που αντιστοιχεί με τον πυθμένα του μικροκαναλιού. Κάτι τέτοιο, δεν προκύπτει ούτε από τη μορφή της καμπύλης ούτε από την κλίση της (γράφημα 6.11).

Από τη παραπάνω ανάλυση, συμπεραίνεται ότι η εμφανής διαφορά στα προφίλ των ταχυτήτων δεν οφείλονται σε φαινόμενα ολίσθησης της ταχύτητας στα τοιχώματα και πάνω στο στρώμα αέρα, αλλά στην διαφορετική διατομή που κινείται το ρευστό στις δύο περιπτώσεις. Πιο συγκεκριμένα, το στρώμα αέρα μικραίνει το εμβαδό της διατομής του μικροκαναλιού, αυξάνοντας τη μέγιστη ταχύτητα του ρευστού πάνω από αυτό ενώ η μέση χωρική ταχύτητα παραμένει η ίδια με βάση την εξίσωση διατήρησης της μάζας .

Σύγκριση υπερυδρόφοβου μικροκαναλιού για διαφορετικά υγρά

Στη περίπτωση αυτή, συγκρήθηκε η ροή μέσα σε υπερυδρόφοβο μικροκανάλι, τριών υγρών με διαφορετική επιφανειακή τάση, το νερό και δύο διαλύματα ισοπροπανόλης σε νερό, 2% και 5% με επιφανειακή τάση 72, 55 και 40 mN/m αντίστοιχα. Η σύγκριση των μέγιστων ταχυτήτων όπως φαίνεται στο γράφημα 6.15, δείχνει ταύτιση των καμπυλών με ελάχιστες αποκλίσεις.

Από το γράφημα 6.15 συμπεραίνεται ότι η ροή των υγρών για τις δεδομένες διαστάσεις, γεωμετρία και τραχύτητα, δεν επηρεάζεται από τη διαφορετική επιφανειακή τάση.

Γενικά Συμπεράσματα

Το συμπέρασμα που πηγάζει από αυτή τη μελέτη, η οποία αντιμετώπισε το πρόβλημα από πολλές διαφορετικές σκοπιές, είναι ότι οι επιφανειακές ιδιότητες των τοιχωμάτων των δεδομένων μικροκαναλιών δεν επηρέασαν σε σημαντικό βαθμό τη ροή όσον αφορά το πεδίο ταχυτήτων.

Θα είχε ιδιαίτερο ενδιαφέρον όμως η επανάληψη των πειραμάτων σε μικροκανάλια μικρότερων διαστάσεων με μεγαλύτερη τραχύτητα. Σε αυτή τη περίπτωση, ίσως το φαινόμενο της ολίσθησης της ταχύτητας στα τοιχώματα του μικροκαναλιού να γινόταν εντονότερο, με αποτέλεσμα την εμφανέστερη διαφορά στο πεδίο ταχυτήτων μεταξύ υπερυδρόφοβων και υπερυδρόφιλων μικροκαναλιών, αλλά και μεταξύ υγρών με διαφορετική επιφανειακή τάση.

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ Α' – ΑΝΑΛΥΣΗ ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΩΝ ΣΥΣΚΕΥΩΝ

Στο παράρτημα, παρουσιάζονται αναλυτικότερα τα σημαντικότερα πειραματικά όργανα και βήματα που απαιτήθηκαν για την διεξαγωγή των διεργασιών και των μετρήσεων των αποτελεσμάτων.

Αντιδραστήρας πλάσματος RIE

Ο αντιδραστήρας πλάσματος RIE (Reactive ion etching) Nextral Alcatel NE330 είναι σχεδιασμένος για εγχάραξη υποστρωμάτων από υλικά όπως πυρίτιο, νιτρίδιο, οξείδιο του πυριτίου, και φωτοπολυμερή. Η εγχάραξη επιτυγχάνεται με βομβαρδισμό ιόντων με αποτέλεσμα την κατάλληλη ανισοτροπία, επιλεκτικότητα και ομοιομορφία που απαιτείται για την εγχάραξη μεγάλων υποστρωμάτων. Στην παρακάτω εικόνα απεικονίζεται ο αντιδραστήρας πλάσματος RIE NE330 που βρίσκεται μέσα στον καθαρό χώρο του Ινστιτούτου Μικροηλεκτρονικής.



Εικόνα: Ο αντιδραστήρας πλάσματος RIE Nextral Alcatel NE330 του Ινστιτούτου μικροηλεκτρονικής

Ο θάλαμος διεργασιών είναι από αλουμίνιο και έχει εσωτερική διάμετρο 420 mm. Το πλάσμα δημιουργείται εφαρμόζοντας μια τάση RF στην κάθοδο από ασάλι (διαμέτρου 330 mm). Η κάθοδος καλύπτεται από δίσκο χαλαζία (quartz) όπου τοποθετούνται τα προς εγχάραξη δείγματα για να αποφευχθεί οποιαδήποτε μόλυνση από το ασάλι της καθόδου. Επειδή τα δείγματα θερμαίνονται κατά τη διάρκεια της εγχάραξης, το ηλεκτρόδιο ψύχεται για να περιοριστεί η άνοδος της θερμοκρασίας. Πάνω από την κάθοδο τοποθετείται το ηλεκτρόδιο της ανόδου (διαμέτρου 300 mm) που είναι γειωμένο και σε ρυθμιζόμενη απόσταση από την κάθοδο. Τα αέρια των διεργασιών τροφοδοτούνται στον θάλαμο μέσα από την άνοδο. Κάτω από τον θάλαμο διεργασιών βρίσκεται το αντλητικό σύστημα που επιτρέπει την εκκένωση των αερίων και των προϊόντων των αντιδράσεων συμμετρικά γύρω από την κάθοδο. Η συμμετρική εκροή των αερίων στον θάλαμο μέσα από την άνοδο και η συμμετρική άντληση του θαλάμου γύρω από την κάθοδο εξασφαλίζουν την ομοιομορφία της εγχάραξης.

Το αντλητικό σύστημα αποτελείται από μια μηχανική αντλία και μια αντλία turbo που εξασφαλίζει κενό μέχρι 10^{-6} mbar ($1 \text{ mbar} = 0.75 \text{ Torr}$) και μεγάλους ρυθμούς άντλησης στις χρησιμοποιούμενες συνθήκες πίεσης (5-100 mTorr). Η πίεση ρυθμίζεται σε επιθυμητές τιμές όπου διατηρείται σταθερή ανεξάρτητα της ροής των εισαγομένων αερίων με την βοήθεια στραγγαλιστικής βαλβίδας (που διαχωρίζει τον θάλαμο διεργασιών από το αντλητικό σύστημα). Για την εισαγωγή των αερίων έχουν προβλεφθεί μέχρι πέντε ρυθμιστές ροής, τέσσερις από τους οποίους χρησιμοποιούνται τώρα στον εγχαράκτη (συνήθη αέρια : SF_6 , CHF_3 , O_2 , N_2).

Στη συχνότητα εναλλασσόμενης τάσης (13,56 MHz) που δουλεύει ο εγχαράκτης RIE NE330 απαιτείται ένα δίκτυο προσαρμογής εμπέδησης (matching network) για να ελαχιστοποιεί την ανακλώμενη ισχύ προς την πηγή RF. Το δίκτυο περιλαμβάνει μια σταθερή επαγωγή και δύο μεταβλητούς πυκνωτές. Η μέγιστη ισχύς της γεννήτριας RF είναι 600W.

Για τον έλεγχο και παρακολούθηση των επιτελούμενων διεργασιών, ο εγχαράκτης πλάσματος έχει εξοπλιστεί με τρεις ανιχνευτές. Ένα συμβολόμετρο με laser, για τη μέτρηση της αλλαγής του πάχους των δειγμάτων και τον υπολογισμό του ρυθμού εγάραξης, ένα φασματοφωτόμετρο και ένα φασματογράφο μάζας.

Η χημεία που χρησιμοποιείται στον εγχαράκτη ποικίλει ανάλογα με το προς εγχάραξη υλικό και τις επιθυμητές ιδιότητες εγχάραξης (ανισοτροπία, επιλεκτικότητα της διεργασίας ως προς το υλικό του υποστρώματος και της μάσκας, ταχύτητα). Προφανώς, και οι συνθήκες που επιλέγονται για την εγχάραξη ενός υλικού εξαρτώνται από παράγοντες όπως η επιθυμητή ανισοτροπία της υπό κατασκευή δομής, και το πάχος του προς αφαίρεση υλικού που καθορίζει τον συνολικό χρόνο εγχάραξης.

Στον παρακάτω πίνακα παρουσιάζονται συνοπτικά τα χαρακτηριστικά κάποιων βασικών μεγεθών του αντιδραστήρα.

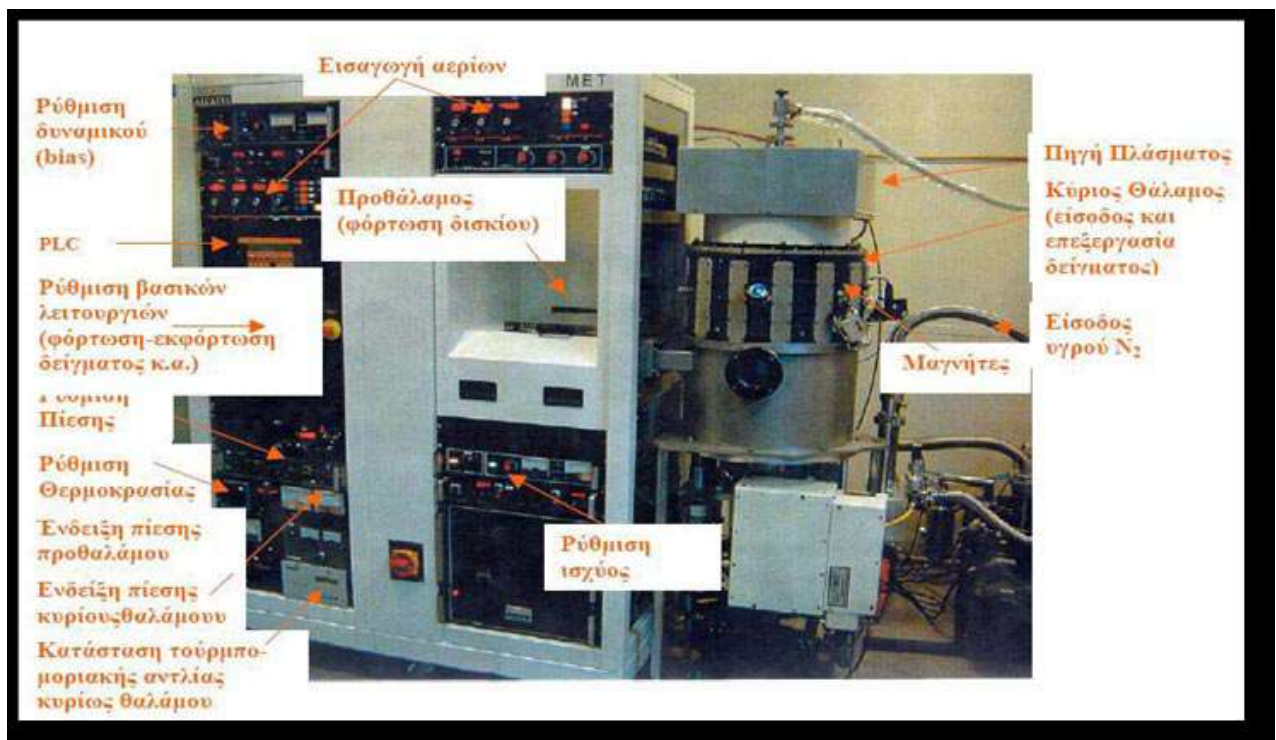
Μέγεθος	Χαρακτηριστικά
ΙΣΧΥΣ ΠΛΑΣΜΑΤΟΣ	Μέχρι 600W
ΠΙΕΣΗ	5 – 100 mTorr
ΚΛΑΣΜΑ ΙΟΝΙΣΜΕΝΩΝ ΜΟΡΙΩΝ	$10^{-8} - 10^{-5}$
ΠΥΚΝΟΤΗΤΑ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΩΝ	$10^8 - 10^{10}$ ηλεκτρόνια / cm^3
ΜΕΣΗ ΕΝΕΡΓΕΙΑ (ΘΕΡΜΟΚΡΑΣΙΑ)	
• ουδέτερων μορίων	0.025 eV (300K) - 0.035 eV (400K)
• ιόντων στο πλάσμα	0.025 eV (300K) - 0.30 eV
• ηλεκτρονίων	1 eV (11600K) – 10 eV (116000K)
ΡΟΗ O_2	50 sccm
ΣΥΝΗΘΗΣ ΣΥΧΝΟΤΗΤΑ ΕΝΑΛΛΑΣΣΟΜΕΝΗΣ ΤΑΣΗΣ	13.56 MHz
ΣΥΝΗΘΗΣ ΜΕΣΗ ΕΝΕΡΓΕΙΑ ΙΟΝΤΩΝ ΠΑΝΩ ΣΤΗΝ ΕΠΙΦΑΝΕΙΑ ΤΟΥ ΔΙΣΚΙΟΥ	0 - 100 eV (κάθετα στο δισκίο) (στην κλίμακα 0-300)

Πίνακας: Συνοπτική παρουσίαση των χαρακτηριστικών μεγεθών του αντιδραστήρα RIE Nextral Alcatel NE330

Αντιδραστήρας πλάσματος ICP

Ο αντιδραστήρας πλάσματος ICP (Inductively Coupled Plasma - αντιδραστήρας πλάσματος επαγωγικής σύζευξης) που βρίσκεται στο εργαστήριο πλάσματος του Ινστιτούτου Μικροηλεκτρονικής είναι κατασκευασμένος από την Alcatel και έχει την ονομασία MET (Micromachining Etch Tool). Είναι σχεδιασμένος κυρίως για εφαρμογές της μικρομηχανικής και για την επεξεργασία δισκίων πυριτίου, χρησιμοποιείται όμως επίσης για την εγχάραξη πολυμερών και για διεργασίες εναπόθεσης.

Όπως φαίνεται και στην παρακάτω εικόνα το σύστημα αποτελείται από έναν προθάλαμο, από τον κύριο θάλαμο και από ένας διάφορες επιμέρους μονάδες που χρησιμεύουν για τη λειτουργία του αντιδραστήρα. Αυτές είναι η κεντρική μονάδα που διαχειρίζεται τις βασικές λειτουργίες του συστήματος (π.χ. φόρτωση –εκφόρτωση δισκίου), το σύστημα ρύθμισης δυναμικού (bias), το σύστημα ελέγχου πίεσης, η μονάδα ελέγχου ισχύος, το σύστημα ρύθμισης θερμοκρασίας, οι ρυθμιστές ροής των αερίων, οι ενδείξεις πίεσης του προθαλάμου και του κυρίου θαλάμου και η μονάδα ενημέρωσης της κατάστασης της τούρμπο-μοριακής αντλίας και της μηχανικής αντλίας.



Εικόνα: Ο αντιδραστήρας ICP MET Alcatel του εργαστηρίου πλάσματος

Όλες οι βασικές διαδικασίες ελέγχου του αντιδραστήρα γίνονται από τη κεντρική μονάδα. Από εκεί τίθεται σε λειτουργία το σύστημα, γίνεται η άντληση ή η επαναφορά του θαλάμου και του προθαλάμου, γίνονται όλες οι ρυθμίσεις που αφορούν την εισαγωγή των αερίων στο θάλαμο και δίνεται η εντολή για την εισαγωγή και την εξαγωγή των δειγμάτων προς και από τον κύριο θάλαμο.

Τα δείγματα μπορεί να είναι ολόκληρα δισκία των 3 και 4 ιντσών ή επιμέρους κομμένα κομμάτια. Στην τελευταία περίπτωση και όταν πρόκειται για δισκία 3 ιντσών, τα δείγματα τοποθετούνται πάνω σε μία βάση πυριτίου 4 ιντσών, η οποία μπορεί να είναι επιστρωμένη με πολυμερές SU-8,

αναλόγως με τη διαδικασία εγχάραξης που θα πραγματοποιηθεί. Τα δείγματα κολλούνται στη βάση με μια θερμική κόλλα, έτσι ώστε να εξασφαλίζεται η ομαλή μεταφορά θερμότητας από τη βάση προς το δείγμα. Στη συνέχεια ο θάλαμος αντλείται με τη βοήθεια μιας μηχανικής και μιας τούρμπο αντλίας και η πίεσή του κατεβαίνει μέχρι τα $\sim 10^{-6}$ mbar.

Η περιοχή του κυρίου θάλαμου, περικλείεται από κύλινδρο αλουμίνιας (dome) ύψους 26 cm και ακτίνας 8.5 cm. Η στεφάνη είναι από χαλκό επικαλυμμένο με πλατίνα, ψύχεται εσωτερικά με συνεχή διέλευση ψυκτικού, και βρίσκεται έξω από τον κύλινδρο από αλουμίνια, στο κάτω μέρος του, λίγα εκατοστά μακριά από αυτόν. Ο θάλαμος του αντιδραστήρα είναι επενδυμένος εσωτερικά με ανοδιωμένο αλουμίνιο. Ο κύριος θάλαμος είναι επίσης εξοπλισμένος με ένα μαγνητικό πολυπολικό σύστημα περιορισμού του πλάσματος, αποτελούμενο από ραβδόμορφους μαγνήτες σε διάταξη NS - SN.

Το ηλεκτρόδιο στο οποίο τοποθετείται το δείγμα είναι από αλουμίνιο. Στο κέντρο του υπάρχει μία οπή για την διοχέτευση αερίου He στο πίσω μέρος του δείγματος, με το οποίο γίνεται ο έλεγχος της θερμοκρασίας του. Η θερμοκρασία του ηλεκτροδίου ρυθμίζεται με κατάλληλο σύστημα PID με χρήση ηλεκτρικών αντιστάσεων και ροής υγρού αζώτου.

Τα κύρια χαρακτηριστικά του αντιδραστήρα ICP παρουσιάζονται συνοπτικά στον παρακάτω πίνακα.

Μέγεθος	Χαρακτηριστικά
Ισχύς πλάσματος	μέχρι 2000 W
Τάση δυναμικού πόλωσης	Από -20 μέχρι -250 Volts
Πίεση αερίου	0.2 – 133 Pa
Θερμοκρασία ηλεκτροδίου	-100 °C μέχρι +150 °C
Ρυθμοί εγχάραξης (σε πολυμερή)	1 – 1,2 $\mu\text{m}/\text{min}$
Ροή αερίου	0 – 10 sccm

Πίνακας: Συνοπτική παρουσίαση των χαρακτηριστικών μεγεθών του αντιδραστήρα ICP MET Alcatel

Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης (Scanning Electron Microscopy - SEM)

Η Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης (Scanning Electron Microscopy, SEM) είναι μία σύγχρονη και ευέλικτη μέθοδος ανάλυσης της μικροδομής μεγάλου αριθμού υλικών. Η ικανότητα των οπτικών μικροσκοπίων περιορίζεται λόγω της φύσης του φωτός σε επίπεδα μεγεθύνσεων έως $\times 1000$ και σε

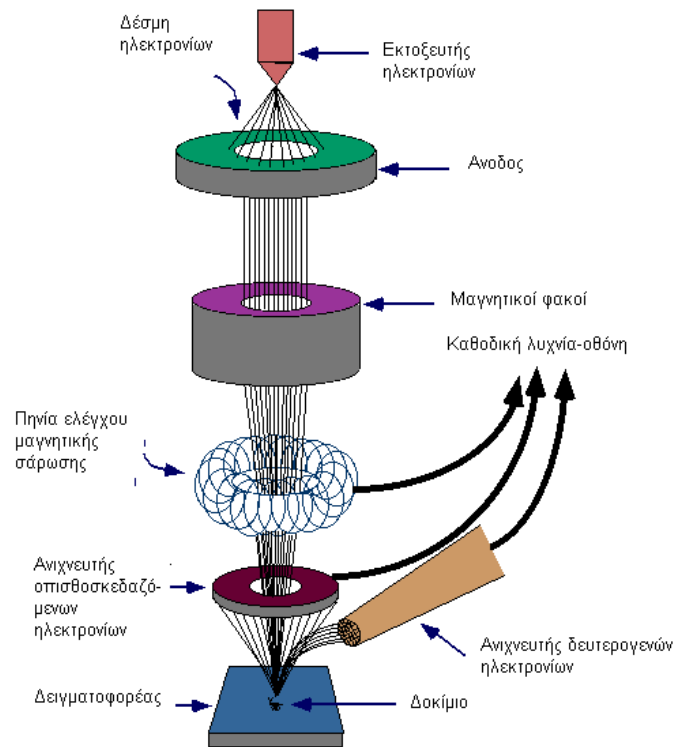
διακριτική ικανότητα έως 0.2 μm . Η απαίτηση μεγεθύνσεις μεγαλύτερες από $\times 10,000$ οδήγησε στην εφεύρεση και εφαρμογή των ηλεκτρονικών μικροσκοπίων.

Το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης είναι ένα όργανο που λειτουργεί, όπως περίπου και ένα οπτικό μικροσκόπιο, μόνο που χρησιμοποιεί δέσμη ηλεκτρονίων υψηλής ενέργειας αντί για φως, για να εξετάσει αντικείμενα σε λεπτομερή κλίμακα. Τα ηλεκτρόνια λόγω της κυματικής τους φύσης μπορούν να εστιαστούν όπως και τα οπτικά κύματα, αλλά σε πολύ μικρότερη επιφάνεια (π.χ. κόκκος υλικού). Η δέσμη ηλεκτρονίων σαρώνει την επιφάνεια του δείγματος με την οποία αλληλεπιδρά. Από την αλληλεπίδραση αυτή προκύπτουν πληροφορίες σε σχέση με τα άτομα των στοιχείων που απαρτίζουν το εξεταζόμενο υλικό. Από τα άτομα αυτά εκπέμπονται κυρίως δευτερογενή (secondary) και οπισθοσκεδαζόμενα (backscattered) ηλεκτρόνια καθώς και ακτίνες-Χ. Η ένταση των εκπεμπόμενων ηλεκτρονίων επηρεάζεται από τα χαρακτηριστικά της επιφάνειας. Έτσι το SEM δίνει πληροφορίες που αφορούν κυρίως στη μορφολογία, αλλά και στη σύσταση της επιφανείας με τη βοήθεια ενός προγράμματος που συνοδεύει το SEM που αναπαριστά μια τρισδιάστατη εικόνα της εξωτερική επιφάνειας της δομής.

Η λειτουργία του SEM στηρίζεται στις αλληλεπιδράσεις της προσπίπτουσας δέσμης ηλεκτρονίων με το προς εξέταση δείγμα. Οι βασικές διατάξεις που υπάρχουν στο μικροσκόπιο είναι: το σύστημα παραγωγής δέσμης ηλεκτρονίων, το σύστημα κατεύθυνσης της δέσμης, το σύστημα πληροφοριών και τέλος το σύστημα κενού.

Τα βασικά στάδια λειτουργίας ενός ηλεκτρονικού μικροσκοπίου είναι:

- 1) Σχηματίζεται μία δέσμη ηλεκτρονίων από την πηγή και επιταχύνεται προς το δείγμα μέσω ενός θετικού ηλεκτρικού δυναμικού.
- 2) Χρησιμοποιώντας μεταλλικά ανοίγματα, ηλεκτρομαγνητικούς φακούς και πηλίκια σάρωσης, επιτυγχάνεται μία λεπτή εστιασμένη μονοχρωματική δέσμη, η οποία σαρώνει την επιφάνεια του δείγματος.
- 3) Οι αλληλεπιδράσεις δέσμης δείγματος καταγράφονται από τους ανιχνευτές και μετατρέπονται σε εικόνα.



Εικόνα: Σχηματική αναπαράσταση της δομής και λειτουργίας του Ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου Σάρωσης (SEM).

Το μοντέλο που χρησιμοποιήθηκε στο Ινστιτούτο Μικροηλεκτρονικής, είναι το JOEL JSM-7401F και είναι ένα ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης εκπομπής πεδίου (Field Emission SEM). Η διακριτική ικανότητα του σύμφωνα με τον κατασκευαστή είναι 1 nm (στα 15kV) και 1.5 nm (στο 1kV) και η μεγέθυνση που επιτυγχάνεται είναι από $\times 100$ έως $\times 1,000,000$. Χρησιμοποιεί έναν εκτοξευτή ηλεκτρονίων (electron gun) ψυχρής εκπομπής πεδίου, με τάση επιτάχυνσης δέσμης από 0.1kV ως 30kV. Η ευθυγράμμιση του εκτοξευτή γίνεται με ηλεκτρομαγνήτες. Η πίεση στο χώρο του εκτοξευτή είναι περίπου 10^{-8} Pa. Το κενό στον κυρίως θάλαμο είναι της τάξης του 10^{-5} Pa, ενώ υπάρχει και προθάλαμος για τη μεταφορά του δείγματος.



Εικόνα: Το SEM JOEL JSM-7401F του Ινστιτούτου Μικροηλεκτρονικής.

Στα δείγματα εναποτίθεται ένα λεπτό υμένιο πλατίνας (πάχους ~5 nm) ώστε να μη φορτίζεται η επιφάνεια τους από τα ηλεκτρόνια που προσκρούουν. Η επιμετάλλωση (sputtering) πραγματοποιείται μέσα σε μια διάταξη αντιδραστήρα πλάσματος.



Εικόνα: Ο αντιδραστήρας πλάσματος που γίνεται η επιμετάλλωση

Σύστημα μέτρησης της γωνίας επαφής

Το σύστημα που χρησιμοποιείται στο εργαστήριο πλάσματος του Ινστιτούτου Μικροηλεκτρονικής για τις μετρήσεις γωνιών επαφής είναι το GBX Digidrop Contact Angle Measurement System.

Το σύστημα εναποθέτει αυτόματα, με ανέβασμα της βάσης πάνω στην οποία τοποθετείται το δείγμα, μια σταγόνα πάνω στην επιφάνεια, για να μετρηθεί η ικανότητα διαβροχής αυτής. Το υγρό τοποθετείται μέσα σε μια μικρομετρική σύριγγα που συγκρατείται πάνω από το δείγμα. Η επιφάνεια του δείγματος και η άκρη της σύριγγας είναι τοποθετημένες έτσι ώστε να βρίσκονται στο οπτικό πεδίο μιας κάμερας για να φαίνεται στην οθόνη ενός υπολογιστή μια μεγενθυμένη εικόνα της σταγόνας και του σημείου επαφής της με την επιφάνεια. Το σύστημα περιέχει εκτός από την CCD κάμερα για την καταγραφή των δεδομένων, και ένα software για την ανάλυση της εικόνας. Το software αυτό καθορίζει το σχήμα και την περίμετρο της σταγόνας και εξάγει τις γωνίες επαφής (δεξιά και αριστερή γωνία).



Εικόνα: Το Σύστημα μέτρησης των γωνιών επαφής GBX Digidrop

Για την μέτρηση των γωνιών επαφής χρησιμοποιήθηκε το πρόγραμμα επεξεργασίας εικόνας, Labview. Το πρόγραμμα αυτό με τη βοήθεια ενός πολωνύμου παίρνει τα σημεία της σταγόνας που βρίσκονται σε επαφή με την επιφάνεια και υπολογίζει την γωνία επαφής. Το μεγάλο πλεονέκτημα της χρήσης αυτού του λογισμικού είναι το γεγονός ότι η σταγόνα μπορεί και κρατιέται πάνω στη σύριγγα χωρίς να ολισθαίνει πάνω στο δείγμα (όπως συμβαίνει στις υπερυδροφικές επιφάνειες) ενώ ταυτόχρονα γίνεται η ανάλυση. Στον παρακάτω πίνακα παρουσιάζονται τα σημαντικότερα μεγέθη του γωνιόμετρου.

Μέγεθος	Χαρακτηριστικά
Εύρος μετρήσεων	0 – 1800
Ακρίβεια	$\pm 0,50$
Διακριτικότητα	0,10
Όγκος σταγόνας	$\geq 0,5$ μl
Χωρητικότητα σύριγγας	1 ml

Πίνακας: Χαρακτηριστικά μεγέθη του γωνιόμετρου

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ Β' – ΚΩΔΙΚΑΣ FORTRAN

Στο παράρτημα β' παρουσιάζεται ο κώδικας της FORTRAN που χρησιμοποιήθηκε για την επεξεργασία και ομαδοποίηση των αποτελεσμάτων.

```
DIMENSION VR(50,50),X(100),VF(50,2000),VAVG(50),RMS(50),ISN(50),VL(20),
*SM(20)
CHARACTER*47 DTFILE, DPATH
CHARACTER*140 DFINAL
OPEN(7,FILE='C:\RESULTS\PASSOS RESULTS\SEPT11BU\55.DAT')
OPEN(2,FILE='C:\RESULTS\PASSOS RESULTS\SEPT11BU\55OUT.DAT')
OPEN(3,FILE='C:\RESULTS\PASSOS RESULTS\SEPT11BU\55OUT1.DAT')
OPEN(4,FILE='C:\RESULTS\PASSOS RESULTS\SEPT11BU\55OUT2.DAT')
OPEN(5,FILE='C:\RESULTS\PASSOS RESULTS\SEPT11BU\55FREQ.DAT')
OPEN(8,FILE='C:\RESULTS\PASSOS RESULTS\SEPT11BU\55A.DAT')
C*****GIVE DEPTH OF PARTICULAR VELOCITY PROFILE
*****
WRITE(*,*) 'GIVE DEPTH & IPOINT'
READ(*,*) DEPTH,IPOINT
C***** BASIC INPUT DATA *****
JSTART=1
IST=1
SCALX=10.
DT=200.
DX=32.
DY=64.
I1=42
J1=15
ITOT=I1*J1
C*****CHANNEL GEOMETRY *****
```

```

SMBASE=24.

PI=ACOS(-1.)

FI=54.7*PI/180.

IWIDTH=SMBASE+2.*DEPTH*TAN(PI/2.-FI)

C***** 128 IS THE DIMENSION OF THE INTERROGATION WINDOW ALONG FLOW
DIRECTION *****

VRMAX=128./4.

VRMIN=0.01

NFSTART=2

NFEND=1999

NFILES=NFEND-NFSTART+1

DO 100 M1=NFSTART,NFEND

M=M1-NFSTART+1

C*****READ DATA FILES *****

K0=M1/100000

KA=M1-100000*K0

K1=KA/10000

KA=KA-10000*K1

K2=KA/1000

KA=KA-1000*K2

K3=KA/100

KA=KA-100*K3

K4=KA/10

K5=KA-10*K4

DPATH='C:\RESULTS\PASSOS RESULTS\SEPT11BU\55\Analysis\'

DTFILE='55BOT'//CHAR(48+K0)//CHAR(48+K1)//

*CHAR(48+K2)//CHAR(48+K3)//CHAR(48+K4)//CHAR(48+K5)//

*'.T000.D000.P000.H000.L.VEC'

```

```

DFINAL=DPATH//DTFILE

C  WRITE(2,*) DFINAL

C  GOTO 1000

OPEN(1,FILE=DFINAL)

C***** Y IS THE VERTICAL AXIS PARALLEL TO THE MICROCHANNEL AXIS. UU IS ALONG THE
CHANNEL AXIS VELOCITY COMPONENT (parallel to y axis) *****

C*****READ FIRST LINE *****

READ(1,*)

C*****READ DATA *****

DO 10 I=1,ITOT

READ(1,*) XX,YY,VV,UU,CON

II=INT(XX/DX)

JJ=INT(YY/DY)+1

VR(II,JJ)=UU

IF(CON.EQ.-1) VR(II,JJ)=100000.

C  WRITE(2,*) II,JJ,VR(II,JJ)

10 CONTINUE

C*****COMPUTE AVERAGE FIELD based on the data of a
file*****

DO 20 I=IST,I1

SUMV=0.

MM=0

DO 16 J=JSTART,J1

IF(VR(I,J).LT.0.) GOTO 16

IF(ABS(VR(I,J)).GT.VRMAX.OR.ABS(VR(I,J)).LE.VRMIN) GOTO 16

MM=MM+1

SUMV=SUMV+VR(I,J)

16 CONTINUE

```

```

        IF(MM.EQ.0) THEN
VF(I,M)=0.
        GOTO 20
        ENDIF
VF(I,M)=1000.*SUMV/(MM*DT*SCALX)
C    WRITE(2,*) VF(I,M),SND(I,M),I,M
20  CONTINUE
100 CONTINUE
C    GOTO 1000
C*****END OF LOOP READING ALL DATA FILES *****
X(1)=0.
        DO 25 I=1,I1-1
            X(I+1)=X(I)+DX/SCALX
25  CONTINUE
C***** AVERAGED VELOCITY FIELD based on the data of all files
*****
        DO 30 I=IST,I1
            ISUM=0
            SUMV=0.
            DO 35 L=1,NFILES
                IF(VF(I,L).EQ.0.) THEN
                    IPAR=0
                ELSE
                    IPAR=1
                ENDIF
                SUMV=SUMV+VF(I,L)
                ISUM=ISUM+IPAR
35  CONTINUE

```

```

IF(ISUM.EQ.0) THEN
VAVG(I)=0.
ISN(I)=0
ELSE
VAVG(I)=SUMV/ISUM
ISN(I)=ISUM
ENDIF
C  WRITE(2,*) X(I),VAVG(I),ISN(I)
30  CONTINUE
C***** CENTER DATA , MEAN VELOCITY OF THE PROFILE AND PEAK
VELOCITY *****
VM=0.
SUMV=0.
IS=0
DO 32 II=IST,I1
IF(VAVG(II).GE.VM) THEN
VM=VAVG(II)
XM=X(II)
ENDIF
IF(VAVG(II).EQ.0.) THEN
ISP=0.
ELSE
ISP=1
ENDIF
IS=IS+ISP
SUMV=SUMV+VAVG(II)
32  CONTINUE
SMEANVEL=SUMV/IS

```



```

PEAKTOMEAN=VM/SMEANVEL

WRITE(7,*) 'MEAN VEL (mm/sec)', 'PEAKTOMEAN RATIO', 'CHAN WIDTH'

WRITE(7,*) SMEANVEL, PEAKTOMEAN, IWIDTH

DO 33 II=IST, I1

X(II)=X(II)-XM

33 CONTINUE

C***** STANDARD DEVIATION *****

DO 40 I=IST, I1

IF(ISN(I).EQ.0) THEN

RMS(I)=0.

GOTO 40

ENDIF

RSUM=0.

DO 45 L=1, NFILES

IF(VF(I,L).EQ.0.) GOTO 45

RSUM=RSUM+(VF(I,L)-VAVG(I))**2

45 CONTINUE

RMS(I)=SQRT(RSUM/ISN(I))

40 CONTINUE

C***** STORE DATA *****

DO 50 I=IST, I1

WRITE(2,*) X(I), VAVG(I), RMS(I), ISN(I)

50 CONTINUE

DO 60 I=IST, I1

DO 60 L=1, NFILES

WRITE(4,*) L, VF(I,L)

60 CONTINUE

```

```

DO 61 L=10,NFILES

IF(VF(IPOINT,L).EQ.0.) GOTO 61

WRITE(3,*) L,VF(IPOINT,L)

61 CONTINUE

DO 62 I=IST,I1

DO 62 L=10,NFILES

IF(VF(I,L).EQ.0.) GOTO 62

WRITE(8,*) X(I),VF(I,L)

62 CONTINUE

C*****FREQUENCY OF VELOCITY OCCURENCE AT A PARTICULAR POINT
*****

VL(1)=1.

SM(16)=0.

DO 65 II=1,15

SM(II)=0

VL(II+1)=VL(II)+1.

65 CONTINUE

DO 70 L=1,NFILES

I=IPOINT

IF(VF(I,L).GT.0.5.AND.VF(I,L).LT.1.5) SM(1)=SM(1)+1

IF(VF(I,L).GT.1.5.AND.VF(I,L).LT.2.5) SM(2)=SM(2)+1

IF(VF(I,L).GT.2.5.AND.VF(I,L).LT.3.5) SM(3)=SM(3)+1

IF(VF(I,L).GT.3.5.AND.VF(I,L).LT.4.5) SM(4)=SM(4)+1

IF(VF(I,L).GT.4.5.AND.VF(I,L).LT.5.5) SM(5)=SM(5)+1

IF(VF(I,L).GT.5.5.AND.VF(I,L).LT.6.5) SM(6)=SM(6)+1

IF(VF(I,L).GT.6.5.AND.VF(I,L).LT.7.5) SM(7)=SM(7)+1

IF(VF(I,L).GT.7.5.AND.VF(I,L).LT.8.5) SM(8)=SM(8)+1

IF(VF(I,L).GT.8.5.AND.VF(I,L).LT.9.5) SM(9)=SM(9)+1

```

```
IF(VF(I,L).GT.9.5.AND.VF(I,L).LT.10.5) SM(10)=SM(10)+1
IF(VF(I,L).GT.10.5.AND.VF(I,L).LT.11.5) SM(11)=SM(11)+1
IF(VF(I,L).GT.11.5.AND.VF(I,L).LT.12.5) SM(12)=SM(12)+1
IF(VF(I,L).GT.12.5.AND.VF(I,L).LT.13.5) SM(13)=SM(13)+1
IF(VF(I,L).GT.13.5.AND.VF(I,L).LT.14.5) SM(14)=SM(14)+1
IF(VF(I,L).GT.14.5.AND.VF(I,L).LT.15.5) SM(15)=SM(15)+1
IF(VF(I,L).GT.15.5.AND.VF(I,L).LT.16.5) SM(16)=SM(16)+1
```

```
70 CONTINUE
```

```
SUM=0.
```

```
DO 71 II=1,16
```

```
SUM=SUM+SM(II)
```

```
71 CONTINUE
```

```
DO 75 II=1,16
```

```
PERCENT=100.*SM(II)/SUM
```

```
WRITE(5,*) VL(II),SM(II),PERCENT,SUM
```

```
75 CONTINUE
```

```
C*****END OF FREQUENCY
*****
```

```
1000 CONTINUE
```

```
STOP
```

```
END
```

ΑΝΑΦΟΡΕΣ

1. Shirtcliffe, N.J., et al., *An introduction to superhydrophobicity*. Adv Colloid Interface Sci, 2010. **161**(1-2): p. 124-38.
2. Quéré, D., *Wetting and Roughness*. Annual Review of Materials Research, 2008. **38**(1): p. 71-99.
3. Neinhuis, C. and W. Barthlott, *Characterization and distribution of water-repellent, self-cleaning plant surfaces*. Annals of Botany, 1997. **79**(6): p. 667-677.
4. Michielsen, S. and H.J. Lee, *Design of a superhydrophobic surface using woven structures*. Langmuir, 2007. **23**(11): p. 6004-6010.
5. Bhushan, B., *Nanotribology, Nanomechanics and Materials Characterization Studies*. 2009.
6. Zhang, J. and D.Y. Kwok, *Contact line and contact angle dynamics in superhydrophobic channels*. Langmuir, 2006. **22**(11): p. 4998-5004.
7. Wong, T.-S., et al., *Bioinspired self-repairing slippery surfaces with pressure-stable omniphobicity*. Nature, 2011. **477**(7365): p. 443-447.
8. Barthlott, W. and C. Neinhuis, *Purity of the sacred lotus, or escape from contamination in biological surfaces*. Planta, 1997. **202**(1): p. 1-8.
9. Sealy, C., *A small issue*. Materials Today, 2003. **6**(11): p. 1.
10. Negishi, N., et al., *Transparent micrometer-thick TiO₂ films on SiO₂-coated glass prepared by repeated dip-coating/calcination: Characteristics and photocatalytic activities for removing acetaldehyde or toluene in air*. Chemistry of Materials, 2007. **19**(15): p. 3808-3814.
11. Metya, A.K., S. Khan, and J.K. Singh, *Wetting Transition of the Ethanol–Water Droplet on Smooth and Textured Surfaces*. The Journal of Physical Chemistry C, 2014. **118**(8): p. 4113-4121.
12. Gu, Y.W., et al., *Biomimetic deposition of apatite coating on surface-modified NiTi alloy*. Biomaterials, 2005. **26**(34): p. 6916-6923.
13. Li, W. and A. Amirfazli, *A thermodynamic approach for determining the contact angle hysteresis for superhydrophobic surfaces*. Journal of Colloid and Interface Science, 2005. **292**(1): p. 195-201.
14. Song, Y., et al., *Superhydrophobic surfaces produced by applying a self-assembled monolayer to silicon micro/nano-textured surfaces*. Nano Research, 2009. **2**(2): p. 143-150.
15. Neto, C., et al., *Boundary slip in Newtonian liquids: a review of experimental studies*. Reports on Progress in Physics, 2005. **68**(12): p. 2859-2897.
16. Youngsam Yoon, D.-W.L., Jun-Hyung Ahn, Joon Sohn and Jeong-Bong (JB) Lee, *ONE-STEP FABRICATION OF OPTICALLY TRANSPARENT POLYDIMETHYLSILOXANE ARTIFICIAL LOTUS LEAF FILM USING UNDER-EXPOSED UNDER-BAKED PHOTORESIST MOLD*. 2012.
17. Nosonovsky, M. and B. Bhushan, *Roughness optimization for biomimetic superhydrophobic surfaces*. Microsystem Technologies, 2005. **11**(7): p. 535-549.
18. Chakraborty, A., M. Xiang, and C. Luo, *Fabrication of Super-Hydrophobic Microchannels via Strain-Recovery Deformations of Polystyrene and Oxygen Reactive Ion Etch*. Materials, 2013. **6**(8): p. 3610-3623.
19. Noh, J., et al., *Fabrication of Hierarchically Micro- and Nano-structured Mold Surfaces Using Laser Ablation for Mass Production of Superhydrophobic Surfaces*. Japanese Journal of Applied Physics, 2010. **49**(10): p. 106502.
20. Wang, B.B., et al., *Fabrication of novel superhydrophobic surfaces and water droplet bouncing behavior - Part 1: Stable ZnO-PDMS superhydrophobic surface with low hysteresis constructed using ZnO nanoparticles*. Journal of Adhesion Science and Technology, 2010. **24**(15-16): p. 2693-2705.
21. Dey, R., et al., *Tunable hydrodynamic characteristics in microchannels with biomimetic superhydrophobic (lotus leaf replica) walls*. Soft Matter, 2014. **10**(19): p. 3451-62.

22. Liu, X. and C. Luo, *Fabrication of super-hydrophobic channels*. Journal of Micromechanics and Microengineering, 2010. **20**(2): p. 025029.
23. Ellinas, K., A. Tserepi, and E. Gogolides, *Superhydrophobic, passive microvalves with controllable opening threshold: exploiting plasma nanotextured microfluidics for a programmable flow switchboard*. Microfluidics and Nanofluidics, 2014.
24. Ng, S.H., R.T. Tjeung, and Z. Wang. *Hot embossing on polymethyl methacrylate*. in *Proceedings of the Electronic Packaging Technology Conference, EPTC*. 2006.
25. Tsao, C.W. and D.L. DeVoe, *Bonding of thermoplastic polymer microfluidics*. Microfluidics and Nanofluidics, 2009. **6**(1): p. 1-16.
26. Pang, F.-M., et al., *Densities and viscosities of aqueous solutions of 1-propanol and 2-propanol at temperatures from 293.15 K to 333.15 K*. Journal of Molecular Liquids, 2007. **136**(1–2): p. 71-78.
27. Avelar, A.C., et al. *A PIV study of the flow around a NACA 0012 airfoil in a subsonic wind tunnel*. in *Collection of Technical Papers - 25th AIAA Aerodynamic Measurement Technology and Ground Testing Conference*. 2006.
28. Wereley, S.T., L. Gui, and C.D. Meinhart, *Advanced algorithms for microscale particle image velocimetry*. AIAA Journal, 2002. **40**(6): p. 1047-1055.
29. Devasenathipathy, S., J.G. Santiago, and K. Takehara, *Particle Tracking Techniques for Electrokinetic Microchannel Flows*. Analytical Chemistry, 2002. **74**(15): p. 3704-3713.
30. Γλυνού, Α., ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΜΕΛΕΤΗ ΡΟΗΣ ΣΕ ΥΔΡΟΦΙΛΕΣ ΚΑΙ ΥΔΡΟΦΟΒΕΣ ΕΠΙΦΑΝΕΙΕΣ ΜΙΚΡΟΚΑΝΑΛΙΩΝ ΜΕ ΧΡΗΣΗ ΤΗΣ ΤΕΧΝΙΚΗΣ micro-P.I.V. 2012.
31. Morini, G.L., *Scaling Effects for Liquid Flows in Microchannels*. Heat Transfer Engineering, 2006. **27**(4): p. 64-73.
32. Olsen, M.G. and R.J. Adrian, *Brownian motion and correlation in particle image velocimetry*. Optics & Laser Technology, 2000. **32**(7–8): p. 621-627.
33. M.M. M., *Micro-P.I.V. and its application to some BioMEMS related microfluidic flows*. 2005.
34. MIELNIK, M.M.a.L.R.S., *Micro particle image velocimetry—an overview*. . 2004.
35. Inoué, S.a.K.R.S., *Video Microscopy: The Fundamentals (The Language of Science)*. 1997. **Plenum, New York**.
36. Olsen, M.G. and R.J. Adrian, *Out-of-focus effects on particle image visibility and correlation in microscopic particle image velocimetry*. Experiments in Fluids, 2000. **29**(1): p. S166-S174.
37. Christopher, J.B., G.O. Michael, and A.D. Gorby, *Validation of an analytical solution for depth of correlation in microscopic particle image velocimetry*. Measurement Science and Technology, 2004. **15**(2): p. 318.
38. Meinhart, C.D., S.T. Wereley, and M.H.B. Gray, *Volume illumination for two-dimensional particle image velocimetry*. Measurement Science and Technology, 2000. **11**(6): p. 809.
39. Westerweel, J., *Theoretical analysis of the measurement precision in particle image velocimetry*. Experiments in Fluids, 2000. **29**(1): p. S003-S012.
40. Choi, C.-H., K.J.A. Westin, and K.S. Breuer, *Apparent slip flows in hydrophilic and hydrophobic microchannels*. Physics of Fluids, 2003. **15**(10): p. 2897.
41. Michael, G.O., *Directional dependence of depth of correlation due to in-plane fluid shear in microscopic particle image velocimetry*. Measurement Science and Technology, 2009. **20**(1): p. 015402.
42. Rossi, M., et al., *On the effect of particle image intensity and image preprocessing on the depth of correlation in micro-PIV*. Experiments in Fluids, 2012. **52**(4): p. 1063-1075.
43. Karatay, E., et al., *Control of slippage with tunable bubble mattresses*. Proc Natl Acad Sci U S A, 2013. **110**(21): p. 8422-6.

