



ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ
ΣΧΟΛΗ ΕΦΑΡΜΟΣΜΕΝΩΝ ΜΑΘΗΜΑΤΙΚΩΝ & ΦΥΣΙΚΩΝ
ΕΠΙΣΤΗΜΩΝ

ΔΙΑΤΜΗΜΑΤΙΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ ΜΕΤΑΠΤΥΧΙΑΚΩΝ ΣΠΟΥΔΩΝ
“ΜΙΚΡΟΣΥΣΤΗΜΑΤΑ ΚΑΙ ΝΑΝΟΔΙΑΤΑΞΕΙΣ”

ΔΙΠΛΩΜΑΤΙΚΗ ΕΡΓΑΣΙΑ

**Κατασκευή υπερυδρόφιλων - υπερυδρόφοβων πολυμερικών
μικροκαναλιών και μελέτη του πεδίου ροής νερού σε αυτά μέσω της
τεχνικής micro PIV**

Χριστοφορίδης Ι. Θεόδωρος

ΕΠΙΒΛΕΠΟΝΤΕΣ:

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

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

ΑΘΗΝΑ
ΙΟΥΛΙΟΣ 2013

ΔΙΠΛΩΜΑΤΙΚΗ ΕΡΓΑΣΙΑ

**Κατασκευή υπερυδρόφιλων - υπερυδρόφοβων πολυμερικών
μικροκαναλιών και μελέτη του πεδίου ροής νερού σε αυτά μέσω της
τεχνικής micro P.I.V.**

Χριστοφορίδης Ι. Θεόδωρος

ΕΠΙΒΛΕΠΟΝΤΕΣ

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

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

ΕΞΕΤΑΣΤΙΚΗ ΕΠΙΤΡΟΠΗ

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

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

Τσερέπη Αγγελική, Ερευνήτρια Β', Ε.Κ.Ε.Φ.Ε. «Δημόκριτος»

ΑΘΗΝΑ
ΙΟΥΛΙΟΣ 2013

Ευχαριστίες

Η παρούσα μεταπτυχιακή διπλωματική εργασία εκπονήθηκε στο Εργαστήριο Αεροδυναμικής του Τομέα Ρευστών της Σχολής Μηχανολόγων Μηχανικών και στο Ινστιτούτο Μικροηλεκτρονικής του Ε.Κ.Ε.Φ.Ε. “Δημόκριτος” κατά το χρονικό διάστημα Σεπτεμβρίου 2012 - Ιουλίου 2013, στα πλαίσια του Διατμηματικού Προγράμματος Μεταπτυχιακών Σπουδών “Μικροσυστήματα και Νανοδιατάξεις” του Εθνικού Μετσόβιου Πολυτεχνείου που συντονίζει η Σχολή Εφαρμοσμένων Μαθηματικών και Φυσικών Επιστημών Ε.Μ.Π. και συμμετέχει η Σχολή Μηχανολόγων Μηχανικών Ε.Μ.Π., η Σχολή Ηλεκτρολόγων Μηχανικών Ε.Μ.Π., η Σχολή Χημικών Μηχανικών Ε.Μ.Π. και τον τομέα Μικροηλεκτρονικής του Ε.Κ.Ε.Φ.Ε. “Δημόκριτος” ως συνεργαζόμενος φορέας.

Θα ήθελα να ευχαριστήσω θερμά τον επιβλέποντα της παρούσας μελέτης Δρ. Δημήτριο Σ. Μαθιουλάκη, αναπληρωτή καθηγητή της σχολής των Μηχανολόγων Μηχανικών Ε.Μ.Π. και υπεύθυνο του εργαστηρίου Πειραματικής Ρευστομηχανικής του τομέα Ρευστών της Σχολής Μ.Μ. Ε.Μ.Π, που με εμπιστεύτηκε να αναλάβω την διεκπεραίωση των πειραμάτων στο εργαστήριο δίνοντας μου πρωτοβουλίες και σαν να αποτελούσε συγγενικό μου πρόσωπο και γνώσεις ως ένας μεθοδικός καθηγητής, τον Ευάγγελο Γογγολίδη, ερευνητή Α΄ του Ινστιτούτου Μικροηλεκτρονικής του ΕΚΕΦΕ “Δ”, επικεφαλή της ερευνητικής ομάδας του εργαστηρίου πλάσματος, για την ενθάρρυνση για διερεύνηση του θέματος και τον χρόνο που μου διέθεσε και την Δρ. Αγγελική Τσερέπη, ερευνήτρια Β΄ ΕΚΕΦΕ «Δ» για τις επιστημονικές και γενικές συμβουλές που ευγενικά μου προσέφερε. Θα ήθελα να ευχαριστήσω και τους τρεις για την μεταβίβαση μου ενός επιστημονικού τρόπου σκέψης και ερευνητικής εργασίας.

Επίσης, θα ήθελα να ευχαριστήσω την Δρ. Κατερίνα Τσουγένη και τον υποψήφιο διδάκτορα Κοσμά Έλληνα που με βοήθησαν στην κατασκευή των μικροκαναλιών, για τις συμβουλές που μου έδωσαν, και για την όλη αποτελεσματική συνεργασία μας και την ευχάριστη συντροφιά τους κατά την κατασκευή των μικροκαναλιών. Ακόμα, ευχαριστώ τον Δρ. Γιώργο Κόκκορη που με τις λίγες υποδείξεις του με βοήθησε να εξοικονομήσω χρόνο κατά την διάρκεια των προσομοιώσεων.

Επιπλέον, θα ήθελα να ευχαριστήσω τον υποψήφιο διδάκτορα Παναγιώτη Καπίρη για τις παρατηρήσεις σε θέματα που αφορούσαν την μέθοδο micro-P.I.V. και τη βοήθεια του στην χρήση του Matlab. Καθώς και τον υποψήφιο διδάκτορα Δημήτρη Γιασεμίδη για την παρέα του κατά την εκτέλεση των πειραμάτων στο εργαστήριο Αεροδυναμικής.

Επίσης, ευχαριστώ όλα τα μέλη της ομάδας του εργαστηρίου πλάσματος, το οποίο αποτελεί ένα φιλικό περιβάλλον, που λόγω των ευχάριστων ρυθμών εργασίας που επικρατούν αποτελεί μια παραγωγική ομάδα. Επίσης, ευχαριστώ τους τεχνικούς του Ινστιτούτου μικροηλεκτρονικής του ΕΚΕΦΕ Δημόκριτος για την συνεργασία τους.

Τέλος, θα ήθελα να ευχαριστήσω την οικογένεια μου για τη στήριξη που μου προσφέρει από τα πρώτα χρόνια των σπουδών μου, ώστε να μπορώ να αφιερώνω όσο περισσότερο χρόνο και ενέργεια γίνεται, στην πρώιμη ερευνητική μου δραστηριότητα.

Θοδωρής Χριστοφορίδης

ΠΕΡΙΛΗΨΗ

Η τροποποίηση με πλάσμα αποτελεί καθιερωμένη μέθοδο ώστε να παραχθούν υπερυδροφοβικές και υπερυδροφιλικές επιφάνειες, γνωστή και ως νανο-ύφανση. Στην παρούσα εργασία επιτυγχάνεται η σε κατασκευή τραπεζοειδών μικροκαναλιών από PMMA, με τυπικές μεθόδους που χρησιμοποιούνται στην μικροτεχνολογία (κατασκευή προτύπου -καλουπιού από Πυρίτιο τραπεζοειδούς διατομής και εν θερμώ σφράγιση πολυμερικού υποστρώματος), τα οποία τροποποιούνται σε τρεις πλευρές τους με το πλάσμα. Πρόκειται για μια πρωτότυπη μέθοδο που δίνει κανάλια με 3 από τις 4 επιφάνειες τους υπερυδρόφιλες ή υπερυδρόφοβες. Χρησιμοποιώντας την μετρητική τεχνική micro P.I.V. μετρήθηκαν οι κατανομές της αξονικής ταχύτητας νερού σε διάφορα βάθη ευθύγραμμων υπερυδρόφιλων και υπερυδρόφοβων μικροκαναλιών τραπεζοειδούς διατομής βάρους 129μm. Διαπιστώθηκε ότι για παροχή 5ml/min (και $Re=0,6$) οι ταχύτητες στα υπερυδρόφοβα μικροκανάλια είναι μεγαλύτερες από εκείνες των υπερυδρόφιλων για μεγάλο εύρος της διατομής (κυρίως προς την μικρή βάση της διατομής). Στα υπερυδρόφοβα κανάλια καταγράφηκαν ταχύτητες ολίσθησης έως και 25% της μέγιστης και μήκη ολίσθησης έως 7μm. Και τα δυο αυτά μεγέθη μεταβάλλονταν με το βάθος, μεγιστοποιούμενα περί το μέσον του όπου επικρατούσαν οι μεγαλύτεροι ρυθμοί διάτμησης στην περιοχή των τοιχωμάτων των καναλιών.

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., Ταχύτητα ολίσθησης, μήκος ολίσθησης

ABSTRACT

Plasma treatment is a well established method for the fabrication of superhydrophobic and superhydrophilic surfaces, known as nanotexturing. In the present dissertation the fabrication of trapezoidal microchannels from PMMA is achieved, using typical methods that are broadly used in microtechnology (trapezoidal cross section master fabrication from silicon, and hot embossing of polymer substrate), which are treated in three sides with plasma. It constitutes a pioneering method in which 3 out of 4 sides are superhydrophobic and superhydrophilic. The velocity profiles of water flow were measured in different depths of the trapezoidal cross section straight microchannels using micro P.I.V. Both superhydrophobic and superhydrophilic microchannels of depth 129 μm were compared. It was discovered that for a 5 $\mu\text{l}/\text{min}$ (and $\text{Re}=0,6$) flow rate, the velocities of superhydrophobic microchannels were higher than those of superhydrophilic for a broad field of the cross section (especially in the region near the small base of the trapezoidal cross section). In superhydrophobic microchannels exhibited slip velocities that were up to 25% of the maximum velocities and slip lengths of up to 7 μm were measured. Both these measurements change with depth, and are maximized at the central region of the cross section, where the highest near wall shear rates were found.

SUBJECT AREA: Microfluidics, Polymer Microfluidics, Etching with Oxygen Plasma,
Velocity Flow field Measurements in Polymeric Microchannels using micro P.I.V.
KEYWORDS: Plasma Etching, Superhydrophobicity, Fluid Dynamics, Rough
Microchannel, Micro-P.I.V., Slip Length, Slip Velocity

Περιεχόμενα

Ευχαριστίες	2
ΠΕΡΙΛΗΨΗ	3
Κεφάλαιο 1 – Το διεπιστημονικό πεδίο και ο σκοπός της παρούσας διατριβής	8
1.1 Εισαγωγή σε θεωρητικές έννοιες.....	8
1.1.1 Γωνία επαφής – Υδροφοβικότητα – Υδροφιλικότητα.....	8
1.1.2 Ροές σε μικροκανάλια.....	10
1.1.3 Εφαρμογές.....	11
1.1.4 Μετρήσεις ταχυτήτων ροής σε μικροκανάλια με τη μέθοδο micro Particle Image Velocimetry.....	11
1.2 Σκοπός της εργασίας.....	12
Παραπομπές 1 ^{ου} κεφαλαίου.....	14
Κεφάλαιο 2 – Εισαγωγή στα πεδία της εργασίας	15
2.1 Φυσική των υπερυδροφόβων – υπερυδροφίλων επιφανειών.....	15
2.1.1 Διαβροχή επιφανειών.....	15
2.1.2 Επιφανειακή τάση, γωνία επαφής, ομογενής και ετερογενής διαβροχή.....	16
2.1.3 Μέτρηση της γωνίας επαφής και της υστέρησης υδροφόβων και υπερυδροφόβων επιφανειών.....	20
2.2 Τεχνολογίες παραγωγής υπερυδροφίλων ή υπερυδροφόβων επιφανειών.....	23
2.2.1 Τεχνολογίες παραγωγής υδροφοβικών και υπερυδροφοβικών επιφανειών.....	23
2.2.2 Μέθοδοι παραγωγής υδροφιλικών και υπερυδροφιλικών επιφανειών.....	24
2.2.3 Μέθοδοι ελέγχου της διαβροχής με βάση τις εκκενώσεις πλάσματος.....	25
2.3 Μικρορρευστονική (Microfluidics).....	28
2.3.1. Εισαγωγή στην μικρορρευστονική.....	28
2.3.2 Μηχανική των ρευστών και εξισώσεις ροής.....	29
2.3.3 Μηχανική των ρευστών στην μικροκλίμακα.....	32
2.3.5 Μικρορρευστονικές διατάξεις (Microfluidic Devices).....	34
2.4 Τεχνολογίες κατασκευής μικρορρευστονικών διατάξεων.....	36
2.4.1 Υλικά για την κατασκευή μικροκαναλιών.....	37
2.4.2 Διεργασίες μικροτεχνολογίας.....	38
2.4.4 Η τεχνική της εν θερμώ σφράγισης (hot embossing) θερμοπλαστικών πολυμερών.....	41

2.4.5 Σφράγιση των μικροκαναλιών	43
2.5 Χαρακτηρισμός της ροής σε μικρορευστονικές διατάξεις με την μέθοδο micro Particle Image Velocimetry (micro P.I.V.)	43
2.5.1 Particle Image Velocimetry	44
2.5.2 Micro Particle Image Velocimetry.....	44
2.5.3 Χαρακτηριστικά μεγέθη.....	47
2.5.4 Μέθοδος επεξεργασίας	49
Παραπομπές Κεφαλαίου 2	53
Κεφάλαιο 3 – Μετρήσεις ροής σε μικροκανάλια	58
3.1 Θεωρητικές προσεγγίσεις.....	58
3.2 Πειραματικές μετρήσεις	61
3.2.1 Μέτρηση κατανομών ταχυτήτων.....	61
3.3.2 Μετρήσεις με ροπόμετρο	62
3.3.3 Μετρήσεις πτώσης πίεσης.....	63
3.3.4 Άλλες πειραματικές μέθοδοι.....	63
Παραπομπές 3 ^{ου} κεφαλαίου	65
Κεφάλαιο 4 – Κατασκευή Μικροκαναλιών & Λειτουργικές Λεπτομέρειες για την λειτουργία του micro P.I.V.....	67
4.1 Διεργασίες κατασκευής των μικροκαναλιών	67
4.1.1 Συνολικά βήματα για την παραγωγή του προτύπου (master).....	68
4.1.2 Κατεργασία του πολυμερούς – δημιουργία μικροκαναλιού	70
4.1.3 Προσαρμογή της διαβροχής των μικροκαναλιών	71
4.1.4 Σφράγιση του μικροκαναλιού	73
4.2 Τεχνικές λεπτομέρειες των πειραματικών μετρήσεων	74
4.2.1 Η πειραματική διάταξη	74
4.2.2 Παράμετροι για την διεξαγωγή των πειραμάτων και την επεξεργασία των δεδομένων	74
4.2.3 Υπολογισμοί των παραμέτρων της ροής	75
4.2.4 Παραδοχές της ροής	77
4.2.5 Προβλήματα που παρουσιάστηκαν κατά την διεξαγωγή των πειραμάτων	77
4.2.6 Αδυναμίες του Micro P.I.V.....	80
4.3 Προσομοιώσεις.....	83
Παραπομπές 4 ^{ου} κεφαλαίου	86

Κεφάλαιο 5 – Αποτελέσματα και ανάλυση των αποτελεσμάτων	87
5.1 Χρονική εξέλιξη της πορείας των πειραμάτων.....	87
5.1.1 Άθροιση κατά ensemble	89
5.1.2 Επεξεργασία μετρήσεων με την κλασική μέθοδο ανάλυσης P.I.V. αντί της ensemble averaging	92
5.2 Τελικά αποτελέσματα.....	98
5.2.1 Κατανομές ταχυτήτων	98
5.2.2 Μέγιστες και μέσες τιμές των κατανομών των ταχυτήτων συναρτήσει του βάθους.....	101
5.2.3 Καμπύλες ρυθμού διάτμησης (shear rate) των ταχυτήτων στο τοίχωμα	103
5.2.4 Παροχή Όγκου	104
5.2.5 Ταχύτητες ολίσθησης – Μήκη ολίσθησης (Slip Velocities – Slip Lengths)	106
5.2.6 Σύγκριση του ρυθμού διάτμησης στο τοίχωμα που παρουσιάζεται ολίσθηση.....	108
5.2.7 Στατιστικά αποτελέσματα των πειραματικών δεδομένων	109

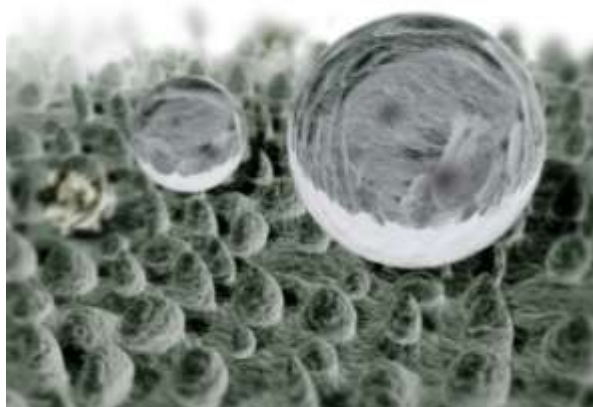
Κεφάλαιο 1 – Το διεπιστημονικό πεδίο και ο σκοπός της παρούσας διατριβής

1.1 Εισαγωγή σε θεωρητικές έννοιες

1.1.1 Γωνία επαφής – Υδροφοβικότητα – Υδροφιλικότητα

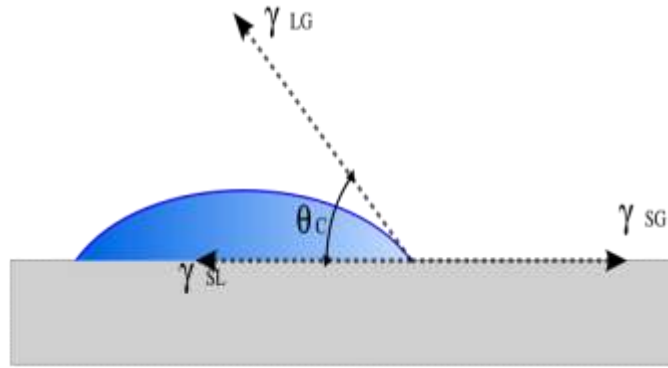
Η υπερυδροφοβικότητα ανακαλύφθηκε το 1902 από τον C.V. Boys ο οποίος παρατήρησε ότι τοποθετώντας μικρή ποσότητα νερού σε επιφάνεια λυκοποδίου αυτό ρέει υπό μορφή μικρών σφαιριδίων [1]. Η ιδέα της υπερυδροφοβικότητας εισήχθη από τον A. Cassie, ο οποίος ενδιαφέρθηκε για την απώθηση του ύδατος σε πορώδεις και τραχείες επιφάνειες [2].

Από την δεκαετία του 1990, η απωθητική ως προς το νερό συμπεριφορά μερικών φυτών έχει κινήσει το ενδιαφέρον πολλών ερευνητών με δύο σημαντικές επιτυχίες. Πρώτον, οι Wilhelm Barthlott και ο Christoph Neinhuis, κατόπιν συστηματικής μελέτης υδροφοβικότητας σε φυτά, δημοσίευσαν φωτογραφίες SEM για διάφορα είδη φυτών και γωνίες επαφής έως και 162° . Παρατηρήθηκε ότι τα καθαρά φύλλα του λωτού έχουν μικροδομές οι οποίες ενισχύουν το φαινόμενο της υδατοαπωθητικότητας [3, 4]. Ένα δεύτερο επίτευγμα κατασκευής υδρόφοβων επιφανειών είναι η κατασκευή μορφοκλασματικών δομών από μηχανικούς στην εταιρία Κάο της Ιαπωνίας όπου αναφέρθηκαν γωνίες επαφής έως 174° [5].



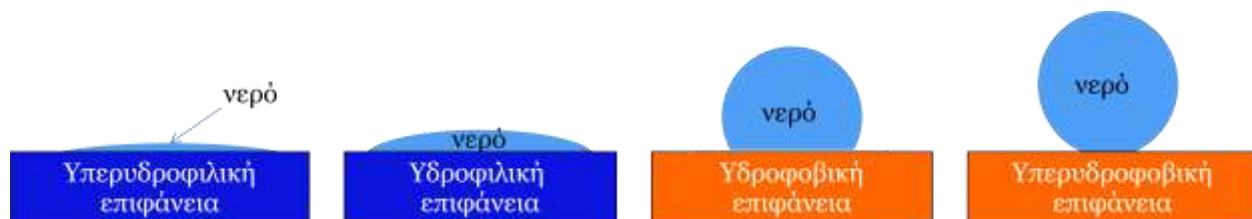
Εικόνα 1.1.1 Σταγόνα νερού πάνω σε φύλλα λωτού.

Η γωνία επαφής χαρακτηρίζει το εύρος επαφής μιας σταγόνας με μία στερεή επιφάνεια και είναι η γωνία που σχηματίζεται μεταξύ της επιφάνειας του στερεού και της γραμμής της εφαιπτομένης, επί της σταγόνας, του σημείου που αυτή έρχεται σε επαφή με το στερεό.



Εικόνα 1.1.2 Γωνία επαφής μεταξύ υγρού και στερεού. Στην εικόνα φαίνονται οι τάσεις που ισορροπούν ώστε να σχηματίζεται η γωνία επαφής της επιφάνειας με την σταγόνα. Η τάση που αναπτύσσεται μεταξύ του στερεού και του υγρού χαρακτηρίζεται ως γ_{SL} , μεταξύ του αέρα και του υγρού χαρακτηρίζεται ως γ_{LG} και μεταξύ του στερεού και του αέρα ως γ_{SG} .

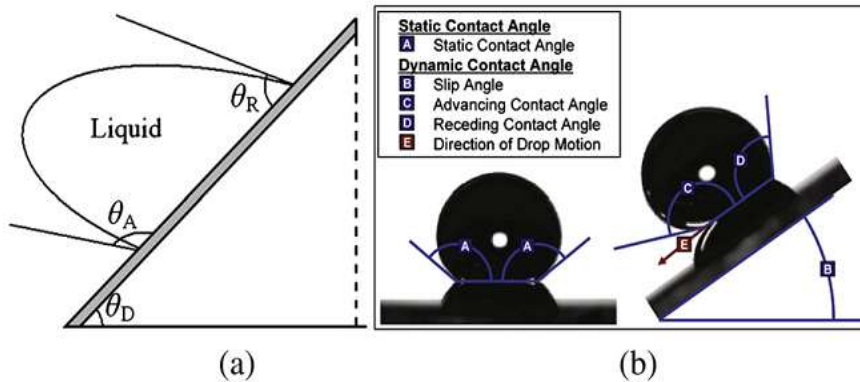
Ως υδροφοβικότητα ορίζεται η ιδιότητα των στερεών επιφανειών να απωθούν το νερό. Είναι γνωστό ότι η τραχύτητα μια υδρόφοβης επιφάνειας μπορεί να αυξήσει αισθητά την γωνία επαφής της επιφάνειας με ένα υγρό και να μειώσει την γωνία υστέρησης. Οι έννοιες γωνία επαφής και υστέρησης χαρακτηρίζουν την υδροφοβικότητα μιας επιφάνειας. Συγκεκριμένα, όσο μεγαλύτερη είναι η γωνία επαφής, τόσο μικρότερη είναι η επιφάνεια επαφής μεταξύ της σταγόνας και του στερεού, ενώ παράλληλα παρουσιάζεται μικρότερη πρόσφυση και μικρότερη αντίσταση στην κίνηση της σταγόνας. Οι επιφάνειες που παρουσιάζουν γωνία επαφής μεγαλύτερη από 90° χαρακτηρίζονται ως υδρόφοβες. Όταν το φαινόμενο αυτό είναι έντονο, η γωνία επαφής είναι μεγαλύτερη από 150° και οι επιφάνειες χαρακτηρίζονται ως υδροφοβικές. Αντίθετα, όταν η γωνία επαφής είναι μικρότερη από 90° , οι επιφάνειες χαρακτηρίζονται ως υδρόφιλες. Στην περίπτωση αυτή η γωνία της σταγόνας είναι μικρή και η επιφάνεια διαβροχής μεγάλη, δηλαδή έχουμε μεγάλη πρόσφυση της σταγόνας στην επιφάνεια. Στην περίπτωση που οι γωνία επαφής είναι μικρότερη από 5° , η επιφάνεια χαρακτηρίζεται ως υπερυδροφιλική και παρουσιάζεται πλήρης διαβροχή.



Εικόνα 1.1.3 Η διαβροχή μεταξύ νερού και επιφάνειας για τις διάφορες περιπτώσεις επιφανειών.

Γωνία υστέρησης ορίζεται ως η διαφορά μεταξύ της προωθημένης γωνίας επαφής και της οπισθοχωρούσας γωνίας επαφής, εκ των οποίων η πρώτη αποτελεί την μέγιστη γωνία επαφής μπροστά από την σταγόνα ενώ η δεύτερη την ελάχιστη γωνία επαφής πίσω από αυτήν. Η προωθημένη γωνία είναι πάντα μεγαλύτερη της οπισθοχωρούσας, λόγω των ενεργειακών φραγμών της ροής της σταγόνας που προκαλούνται από την τραχύτητα της επιφάνειας και τη χημική ανομοιογένεια. Η τιμή της γωνίας

υστέρησης καθορίζει τις ενεργειακές απώλειες δεδομένου ότι όσο μικρότερη είναι αυτή τόσο μικρότερες είναι οι ενεργειακές απώλειες προκαλώντας εύκολη ροή της σταγόνας [6].



Εικόνα 1.1.4 (a) Μια σταγόνα νερού όταν τεθεί σε κλίση θ_D αναπτύσσεται η προωθημένη γωνία θ_A και η οπισθοχωρούσα γωνία θ_R . (b) Η στατική γωνία επαφής (A), η κλίση της επιφάνειας (B), η προωθημένη γωνία επαφής (C), η οπισθοχωρούσα επαφής (D) και η κατεύθυνση της κίνησης της σταγόνας (E).

Στην επιφάνεια των φύλλων του λωτού παρουσιάζονται γωνίες επαφής μεγαλύτερες των 160° . Αυτό συμβαίνει γιατί

- στην επιφάνεια των φύλλων υπάρχουν ομάδες $-CH_2-$ όπου εμφανίζουν μικρή επιφανειακή ενέργεια και
- υπάρχει συγκεκριμένη μορφολογία της επιφάνειας σε κλίμακα μικρομέτρων και νανομέτρων.

1.1.2 Ροές σε μικροκανάλια

Στις αρχές της δεκαετίας του 1990 έγιναν οι πρώτες προσπάθειες για μελέτη της ροής υγρών σε κανάλια πολύ μικρών διαστάσεων λόγω των προβλεπόμενων τεχνολογικών εφαρμογών όπως σε εφαρμογές ψύξης, σε ηλεκτρονικά κυκλώματα και σε βιολογικές εφαρμογές. Συγκεκριμένα οι Pfahler et al. (1989) [8] έκαναν μια πρώτη απόπειρα μέτρησης χαρακτηριστικών μεγεθών της ροής υγρών ώστε να επαληθευθεί αν καταργείται τελικά η θεώρηση συνέχειας στα ρευστά για μικρές διαστάσεις και αν ισχύουν οι εξισώσεις Navier-Stokes. Μετρώντας την πτώση πίεσης ως συνάρτηση της παροχής, απέδειξαν ότι κάτω από κάποιο βάθος καναλιού τα πειραματικά αποτελέσματα δεν ταιριάζουν με τους θεωρητικούς υπολογισμούς. Επίσης, από την ίδια ερευνητική ομάδα πραγματοποιήθηκαν μετρήσεις ροής αέρα σε μικροκανάλια [9].

Από πειραματικές μετρήσεις πολλών ερευνητικών ομάδων διαπιστώθηκαν διαφορές από τα αντίστοιχα θεωρητικά αποτελέσματα της θεωρίας του συνεχούς μέσου. Οι βασικότερες διαφορές μπορούν να διακριθούν σε τέσσερα είδη:

- Επιδράσεις λόγω μη διατήρησης της συνέχειας του ρευστού
- Σημαντική επίδραση των χαρακτηριστικών των επιφανειών
- Χαμηλοί αριθμοί Reynolds – Στρωτές ροές

- Πολυδιάστατες επιδράσεις της φυσικής (φαινόμενα μεταφοράς)

1.1.3 Εφαρμογές

Ο έλεγχος της διαβροχής των επιφανειών αποτελεί σημαντικό πρόβλημα που σχετίζεται με πολλές τεχνολογικές εφαρμογές. Οι αυτοκαθαριζόμενες επιφάνειες μπορούν να εφαρμοσθούν σε δορυφορικά πιάτα, πάνελ ηλιακής ενέργειας, φωτοβολταϊκά, εξωτερικές αρχιτεκτονικές γυάλινες επιφάνειες, σε θερμοκήπια, επιφάνειες μεταφοράς θερμότητας κλιματιστικών συσκευών κ.α. Οι μη διαβρεχόμενες - υδροφοβικές επιφάνειες είναι επίσης επιθυμητές διότι πάνω σε αυτές αποτρέπεται ο σχηματισμός παγετού. Επίσης, σε υδρόφοβες επιφάνειες η ροή των υγρών επιτυγχάνεται με μειωμένες τριβές, και επομένως με μικρότερες ενεργειακές απώλειες. Κατά συνέπεια οι υδρόφοβες επιφάνειες μπορούν να χρησιμοποιηθούν σε εφαρμογές όπως τα μικρορρευστονικά συστήματα, οι σωληνώσεις και οι σκελετοί πλοίων [7].

Η χρήση των υπερυδρόφοβων επιφανειών διευρύνεται σε ένα μεγάλο εύρος εφαρμογών όπως αντιψυκτικές επιφάνειες, ελαιοαπωθητικές επιφάνειες, έλεγχο της διαβροχής με ηλεκτροδιαβροχή, διαδραστικές βιομιμητικές επιφάνειες ανάλογα με παράγοντες του περιβάλλοντος, εξάτμιση της σταγόνας, μαγνητικές ικανότητες, αλληλεπιδράσεις μεταξύ στερεών σφαιρών και νερού[10], μικρορρευστομηχανικές διατάξεις, εργαστήρια σε ψηφίδες (lab on chip. Τέλος, μπορεί να μειωθούν οι απώλειες σε σωληνώσεις και έτσι να έχουμε εξοικονόμηση ενέργειας.

Οι υπερυδρόφιλες επιφάνειες βρίσκουν εφαρμογές στη βιοϊατρική τεχνολογία, πιο συγκεκριμένα για την κατασκευή συσκευών που έρχονται σε επαφή με το εσωτερικό του ανθρώπινου σώματος, π.χ. εμφυτευμάτων τα οποία παρουσιάζει υδροφιλικό χαρακτήρα και σε φακούς επαφής. Χαρακτηριστικά αναφέρουμε το παράδειγμα επένδυσης επιφανειών εμφυτευμάτων ή λιγότερο επεμβατικών συσκευών με υδροφιλικά υλικά, με στόχο την επίτευξη αυξημένης βιοσυμβατότητας (biocompatibility), ή τη μείωση της έκτασης ενός τραύματος που τείνει να εξαπλωθεί σε γειτονικούς ιστούς.

1.1.4 Μετρήσεις ταχυτήτων ροής σε μικροκανάλια με τη μέθοδο micro Particle Image Velocimetry

Μεγάλη ανάπτυξη μικρορρευστονικών και των νανορρευστονικών διατάξεων πραγματοποιήθηκε περί τα τέλη της δεκαετίας του 1990 καθώς και μεθόδων που αφορούσαν την οπτική παρατήρηση φαινομένων μεταφοράς σε μικροκλίμακα όπως η ανάπτυξη καμερών υψηλής ανάλυσης και υψηλής ταχύτητας.

Ιστορικά, η πιο γνωστή οπτική παρατήρηση ροής έγινε το 1883 από τον Reynolds. Παρόλο που σήμερα οι τεχνικές οπτικής παρατήρησης της ροής έχουν βελτιωθεί σε μεγάλο βαθμό, στόχος κάθε μεθόδου οπτικής απεικόνισης της ροής είναι ο κατά το δυνατόν μη παρεμβατικός της χαρακτήρας. Οι επιδράσεις των τεχνικών αυτών επί της ροής είτε αμελούνται, είτε λαμβάνονται υπόψη μέσω κατάλληλων μοντέλων διόρθωσης.

Μια κατηγορία μεθόδων οπτικής παρατήρησης και μέτρησης της ροής βασίζεται στην εισαγωγή σωματιδίων-σκεδαστών στη ροή. Οι μέθοδοι αυτές βασίζονται στη μέτρηση της ταχύτητας των

σωματιδίων [11], όπως για παράδειγμα η μέθοδος Laser Doppler Velocimetry (LDV), η μέθοδος Particle Streak Velocimetry (PSV) και η μέθοδος Particle Image Velocimetry (P.I.V.). Η τελευταία διακρίνεται σε δυο άλλες μεθόδους, στην particle tracking velocimetry (PTV) και στην Pattern Matching Velocimetry (PMV) η οποία πλέον αποκαλείται *micro P.I.V.*. Στην μέθοδο **micro-P.I.V.** η ταχύτητα εκτιμάται μέσω της συσχέτισης των απεικονίσεων των σωματιδίων-σκεδαστών δυο χρονικών στιγμών σε ένα μικρό παράθυρο συσχέτισης. Από αυτήν προκύπτει η μέση στατιστικώς μετατόπισή τους και επομένως η μέση ταχύτητά τους για το δεδομένο χρονικό διάστημα [11].

1.2 Σκοπός της εργασίας

Η παρούσα εργασία αποτελεί συνέχεια μιας σειράς δημοσιεύσεων και διπλωματικών εργασιών οι οποίες κατέληξαν στην ανάπτυξη κατάλληλης τεχνολογίας κατασκευής μικροκαναλιών με υπερυδροφιλικές και υπερυδροφοβικές ιδιότητες, χρησιμοποιώντας πολυμεθυλακρυλικό μεθυλεστέρα (PMMA)[12-18]. Ο τρόπος κατασκευής βασίζεται σε τεχνικές που εφαρμόζονται στην μικροτεχνολογία ενώ η καινοτομία συνίσταται στην επίτευξη τραχύτητας με χρήση αντιδραστήρα πλάσματος στις 3 διαβρεχόμενες επιφάνειες. Οι εκκενώσεις πλάσματος υπό κατάλληλες συνθήκες προσδίδουν υπερυδροφιλικές ιδιότητες σε επιφάνειες, οι οποίες στη συνέχεια επικαλυπτόμενες από λεπτό φθορανθρακικό στρώμα αποκτούν υπερυδροφοβικές ιδιότητες.

Η παρούσα εργασία εστιάζεται α) στην κατασκευή μικρορευστονικών διατάξεων με προσχεδιασμένη διατομή, τραχύτητα, και διαβροχή από υπερυδρόφιλη σε υπερυδρόφοβη και β) στη μέτρηση ταχυτήτων ρευστού σε υπερυδρόφοβα και υπερυδρόφιλα μικροκανάλια χρησιμοποιώντας την τεχνική *micro-P.I.V.*. Κύριος σκοπός της εργασίας αποτελεί η σύγκριση των κατανομών-προφίλ των ταχυτήτων για τις διαφορετικές επιφάνειες και η εξαγωγή συνθηκών ολίσθησης. Επιπρόσθετα, αποδίδεται το θεωρητικό υπόβαθρο καθώς και βιβλιογραφική ανασκόπηση τόσο παρόμοιων μελετών σε μικροροές για διερεύνηση φαινομένων ολίσθησης, όσο και διερεύνηση των παραμέτρων της πειραματική διάταξης του *micro-P.I.V.*.

Στο θεωρητικό μέρος της εργασίας αυτής, περιγράφονται:

- τα χαρακτηριστικά της διαβροχής των επιφανειών και η φυσική τους σημασία
- διεργασίες κατασκευής επιφανειών με έντονη διαβροχή
- μέθοδοι κατασκευής μικροκαναλιών
- η μέθοδος *micro P.I.V.*
- παρόμοιες μελέτες ροής σε μικροκανάλια

Στο πειραματικό μέρος περιγράφονται

- Τα βήματα για την κατασκευή των μικροκαναλιών με υπερυδρόφοβες και υπερυδρόφιλες επιφάνειες
- Τα προβλήματα που προέκυψαν κατά την διάρκεια των πειραμάτων με την χρήση της τεχνικής *micro P.I.V.*
- Οι λεπτομέρειες για την πραγματοποίηση των προσομοιώσεων

- Τα βήματα ώστε να γίνει η τελική επιλογή της επεξεργασίας των δεδομένων από την πειραματική διαδικασία
- Τα αποτελέσματα και τα συμπεράσματα από την επεξεργασία των δεδομένων.

Παραπομπές 1^{ου} κεφαλαίου

1. Boys, C., *Soap Bubbles and the Forces Which Mould Them*, Society for Promoting Christian Knowledge, London, 1902. 1959, Dover reprint, NY.
2. Cassie, A. and S. Baxter, *Large contact angles of plant and animal surfaces*. Nature, 1945. **155**: p. 21-22.
3. Barthlott, W. and C. Neinhuis, *Purity of the sacred lotus, or escape from contamination in biological surfaces*. Planta, 1997. **202**(1): p. 1-8.
4. NEINHUIS, C. and W. BARTHLOTT, *Characterization and Distribution of Water-repellent, Self-cleaning Plant Surfaces*. Annals of Botany, 1997. **79**(6): p. 667-677.
5. Onda, T., et al., *Super-water-repellent fractal surfaces*. Langmuir, 1996. **12**(9): p. 2125-2127.
6. Nosonovsky, M. and B. Bhushan, *Hierarchical roughness makes superhydrophobic states stable*. Microelectronic Engineering, 2007. **84**(3): p. 382-386.
7. Ma, M. and R.M. Hill, *Superhydrophobic surfaces*. Current Opinion in Colloid & Interface Science, 2006. **11**(4): p. 193-202.
8. Pfahler, J., et al., *Liquid transport in micron and submicron channels*. Sensors and Actuators A: Physical, 1989. **22**(1-3): p. 431-434.
9. Harley, J.C., et al., *Gas flow in micro-channels*. Journal of Fluid Mechanics, 1995. **284**: p. 257-274.
10. Guo, Z., W. Liu, and B.-L. Su, *Superhydrophobic surfaces: from natural to biomimetic to functional*. Journal of Colloid and Interface Science, 2011. **353**(2): p. 335.
11. Adrian, R.J., *Particle-imaging techniques for experimental fluid mechanics*. Annual review of fluid mechanics, 1991. **23**(1): p. 261-304.
12. Μαλαίνου, Α., *Μικροαναλυτική Διάταξη Αέριας χρωματογραφίας με πολυδιμεθυλική σιλικόνη ως δομικό υλικό και λειτουργικό στοιχείο της μικροστήλης* 2006.
13. Μπαγιάτη, Π., *ΚΑΤΕΡΓΑΣΙΑ ΚΑΙ ΤΡΟΠΟΠΟΙΗΣΗ ΠΟΛΥΜΕΡΙΚΩΝ ΥΛΙΚΩΝ ΓΙΑ ΤΗΝ ΚΑΤΑΣΚΕΥΗ ΚΑΙ ΕΝΕΡΓΟΠΟΙΗΣΗ ΜΕ ΗΛΕΚΤΡΟΔΙΑΒΡΟΧΗ ΜΙΚΡΟΡΕΥΣΤΟΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΔΙΑΤΑΞΕΩΝ* 2007.
14. ΒΟΥΡΔΑΣ, Ν., *ΜΙΚΡΟ-ΡΕΥΣΤΟΜΗΧΑΝΙΚΗ ΓΙΑ ΧΗΜΙΚΗ ΚΑΙ ΒΙΟΛΟΓΙΚΗ ΜΙΚΡΟ-ΑΝΑΛΥΣΗ: ΑΛΛΗΛΕΠΙΔΡΑΣΗ ΠΟΛΥΜΕΡΩΝ ΜΕ ΠΛΑΣΜΑ ΑΕΡΙΩΝ ΓΙΑ ΤΗΝ ΕΚΛΕΚΤΙΚΗ ΕΓΧΑΡΑΞΗ ΚΑΙ ΤΡΟΠΟΠΟΙΗΣΗ ΑΥΤΩΝ* 2007.
15. Κοντάκης, Κ., *Εγχάραξη πολυμερών σε πλάσμα οξυγόνου για την κατασκευή και συγκόλληση μικρορευστομηχανικών διατάξεων*. 2008.
16. Τσουγένη, Α., *ΜΙΚΡΟ ΚΑΙ ΝΑΝΟ ΣΧΗΜΑΤΟΠΟΙΗΣΗ ΠΟΛΥΜΕΡΩΝ ΓΙΑ ΤΗΝ ΚΑΤΑΣΚΕΥΗ ΜΙΚΡΟ-ΑΝΑΛΥΤΙΚΩΝ ΔΙΑΤΑΞΕΩΝ*. 2010, .
17. Παπαγεωργίου, Δ., *Κατασκευή Μικροκαναλιών Ροής με Νανοδομημένα Τοιχώματα Ελεγχόμενης Διαβροχής: Χαρακτηρισμός Νανοδομής και Μετρήσεις Πτώσης Πίεσης Ροής Νερού* 2009.
18. Έλληνας, Κ., *Κατασκευή σταθερών διπλής κλίμακας τραχειών υπερυδρόφωτων και υπερυδρόφιλων επιφανειών με λιθογραφία κολλοειδών σωματιδίων και εγχάραξη με πλάσμα*. 2009.

Κεφάλαιο 2 – Εισαγωγή στα πεδία της εργασίας

Στο κεφάλαιο αυτό επιχειρείται η απόδοση εισαγωγικών στοιχείων γνώσεων που είναι απαραίτητα για την κατανόηση της παρούσας διατριβής. Στο πρώτο μέρος (2.1) εισάγονται οι έννοιες των υπερυδρόφοβων και των υπερυδρόφιλων επιφανειών, και μελετώνται οι εξισώσεις διαβροχής αυτών. Στο δεύτερο μέρος (2.2) εξετάζονται οι τεχνολογίες παραγωγής υπερυδρόφοβων και υπερυδρόφιλων επιφανειών δίνοντας έμφαση στην τεχνολογία νανο-ύφανσης με το πλάσμα, που χρησιμοποιείται και στην παρούσα διατριβή. Αφού σκοπός μας είναι η ενσωμάτωση τέτοιων επιφανειών σε μικρορρευστονικές διατάξεις, στο τρίτο μέρος (2.3) αναλύονται οι μικρορρευστονικές διατάξεις και οι εξισώσεις ροής μέσα σε αυτές, ενώ στο τέταρτο μέρος (2.4) περιγράφονται οι τεχνολογίες κατασκευής μικρορρευστονικών διατάξεων. Τέλος στο πέμπτο μέρος του κεφαλαίου αυτού (2.5) παρουσιάζεται η μέθοδος *micro P.I.V.*, η οποία και χρησιμοποιείται στην παρούσα εργασία για τον χαρακτηρισμό του πεδίου της ροής σε μικρορρευστονικές διατάξεις προκειμένου να εντοπιστούν οι διαφορές στο πεδίο ροής των μικροκαναλιών με υπερυδρόφοβες και υπερυδρόφιλες επιφάνειες.

2.1 Φυσική των υπερυδρόφοβων – υπερυδρόφιλων επιφανειών

2.1.1 Διαβροχή επιφανειών

Ο όρος **‘διαβροχή’** (*wetting*) περιγράφει την επαφή μεταξύ της υγρής και της στερεής επιφάνειας και είναι το αποτέλεσμα των διαμοριακών αλληλεπιδράσεων όταν οι δύο αυτές επιφάνειες βρίσκονται σε επαφή. Το ποσό της διαβροχής εξαρτάται από τις ενέργειες (ή τις επιφανειακές τάσεις) των διεπιφανειών ώστε η συνολική ενέργεια να ελαχιστοποιείται. Ο βαθμός της διαβροχής περιγράφεται από την γωνία επαφής. Είναι η γωνία στην οποία η διεπιφάνεια υγρού/αέρα συναντά την διεπιφάνεια στερεού υγρού.

Για επίπεδες επιφάνειες η γωνία επαφής μετρείται από την πτώση μιας σταγόνας (**drop**) ενός κατάλληλου υγρού που κάθεται στην επιφάνεια. Εάν το υγρό έλκεται ισχυρά από την στερεή επιφάνεια, όπως για παράδειγμα, νερό σε υδροφιλική στερεή επιφάνεια, η σταγόνα θα απλωθεί ολοκληρωτικά στην στερεή επιφάνεια και η γωνία επαφής θα είναι κοντά στις 0° . Λιγότερο υδρόφιλες επιφάνειες θα έχουν γωνίες επαφής μικρότερες από 90° . Εάν η στερεή επιφάνεια είναι υδρόφοβη τότε η γωνία επαφής είναι μεγαλύτερη από 90° . Επιφάνειες με γωνίες μεγαλύτερες από 150° χαρακτηρίζονται ως υπερυδρόφοβες. Σε αυτές τις επιφάνειες, οι σταγόνες απλά στέκονται στην επιφάνεια, χωρίς να διαβρέχουν στην ουσία την επιφάνεια. Έτσι, η γωνία επαφής παρέχει άμεσα πληροφορία για την αλληλεπίδραση μεταξύ της στερεής επιφάνειας και του υγρού.

Η θεωρητική περιγραφή της επαφής προκύπτει από την θεώρηση θερμοδυναμικής ισορροπίας μεταξύ των τριών καταστάσεων της ύλης: της υγρής φάσης της σταγόνας (L), της στερεής επιφάνειας του υποστρώματος (S), και της αέριας/ατμού φάσης το περιβάλλοντος (V). Η αέρια φάση θα είναι ένα μίγμα της ατμόσφαιρας περιβάλλοντος και μιας συγκέντρωσης ισορροπίας του υγρού ατμού ή μπορεί εναλλακτικά να είναι μια αμιγώς υγρή φάση. Στην θερμοδυναμική ισορροπία, το χημικό δυναμικό αυτών των τριών φάσεων είναι ίσο. [1]

2.1.2 Επιφανειακή τάση, γωνία επαφής, ομογενής και ετερογενής διαβροχή

Ένα μόριο στην μέση του υγρού ισορροπεί από τις διαταραχές από όλους τους γείτονες του και αποκτά μια σταθερότητα. Από την άλλη ένα μόριο το οποίο βρίσκεται στην επιφάνεια χάνει τις μισές από τις συνεκτικές του αλληλεπιδράσεις και χάνει την σταθερότητα του. Αυτός είναι ο θεμελιώδης λόγος που τα υγρά προσαρμόζουν το σχήμα τους έτσι ώστε να εκτίθεται το μικρότερο μέρος της επιφάνειας τους στις επιφάνειες που γειτνιάζουν. Ένα παράδειγμα αποτελεί, όταν τα μαλλιά είναι στεγνά που έχουν μεγάλο όγκο ενώ όταν είναι βρεγμένα κολλάνε μεταξύ τους και χάνουν τον όγκο τους.

Όταν διαχωρίζεται από την επιφάνεια, ένα υγρό μόριο είναι σε μια μη ευνοϊκή ενεργειακή κατάσταση. Εάν η ενέργεια συνοχής ανά μόριο μέσα στο υγρό είναι U , ένα μόριο βρίσκεται στην επιφάνεια με έλλειψη ενέργειας $U/2$. Η επιφανειακή τάση είναι ένα άμεσο μετρούμενο μέγεθος αυτής της απώλειας ενέργειας ανά μονάδα επιφάνειας. Εάν a είναι το μέγεθος του μορίου και a^2 είναι η εκτιθέμενη επιφάνεια, η επιφανειακή τάση είναι της τάξης $\gamma \cong U/(2a^2)$. Για τα περισσότερα έλαια, για τα οποία οι αλληλεπιδράσεις είναι τύπου Van der Waals, έχουμε $U \cong kT$, η οποία είναι η θερμική ενέργεια. Σε μια θερμοκρασία των 25° , kT είναι της τάξης του $0,025eV$, το οποίο δίνει $\gamma = 20mJ/m^2$. Επειδή το νερό περιέχει δεσμούς υδρογόνου, η επιφανειακή του τάση είναι μεγαλύτερη ($\gamma = 72mJ/m^2$). Για τον υδράργυρο, ο οποίος είναι ισχυρά συνεκτικό υγρό μέταλλο, $U \cong 1eV$ και $\gamma = 500mJ/m^2$.

Παρομοίως, η ενέργεια επιφάνειας μεταξύ δύο αμιγών υγρών Α και Β χαρακτηρίζεται από μια τάση αλληλεπίδρασης γ_{AB} . Ο πίνακας 2.1.1 περιέχει τις επιφανειακές τάσεις μερικών συνηθισμένων υγρών καθώς και τάσεις αλληλεπίδρασης μεταξύ νερού και ελαίου.

Παρόλο που η προέλευση της επιφανειακής τάσης μπορεί να εξηγηθεί σε μοριακό επίπεδο, είναι μακροσκοπική παράμετρος, ορισμένη σε μακροσκοπική κλίμακα.

Υγρό	Ήλιο (4K)	Αιθανόλη	Ακετόνη	Κυκλοεξάνιο	Γλυκερόλη	Νερό	Νερό (100°C)	Λιωμένο Γαλιό	Υδράργυρος	Νερό/λάδι
γ (mN/m)	0,1	23	24	25	63	73	58	~300	485	~50

Πίνακας 2.1.1. Επιφανειακές ενέργειες για διάφορα υγρά.

Έστω ότι κάποιος θέλει να εκτρέψει ένα υγρό να μεγαλώσει την επιφανειακή του περιοχή κατά ένα ποσοστό dA . Το έργο που απαιτείται είναι ανάλογο του αριθμού των μορίων που πρέπει να επέλθουν στην επιφάνεια, δηλαδή στην dA . Είναι

$$dW = \gamma dA$$

Όπου γ είναι η επιφανειακή τάση και εκφράζεται σε mJ/m^2 . Με λίγα λόγια γ είναι η ενέργεια που πρέπει να δοθεί ώστε να αυξηθεί η επιφανειακή ενέργεια κατά μια μονάδα.

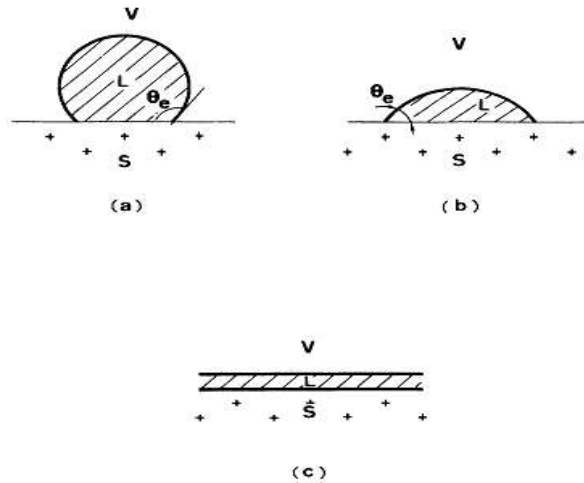
Η επιφανειακή τάση επίσης συνεισφέρει στο θερμοδυναμικό έργο. Μπορεί να ορισθεί ως η αύξηση στην εσωτερική ενέργεια U ή ως ελεύθερη ενέργεια F που συνοδεύει μια αύξηση στην επιφάνεια:

$$\gamma = \left[\frac{\partial F}{\partial A} \right]_{T,V,n}$$

Όπου n είναι ο αριθμός των μορίων και V είναι ο συνολικός όγκος [2].

Όταν μια μικρή σταγόνα υγρού βρεθεί σε επαφή με μια επίπεδη στερεή επιφάνεια, αναπτύσσονται δύο διακριτά συστήματα:

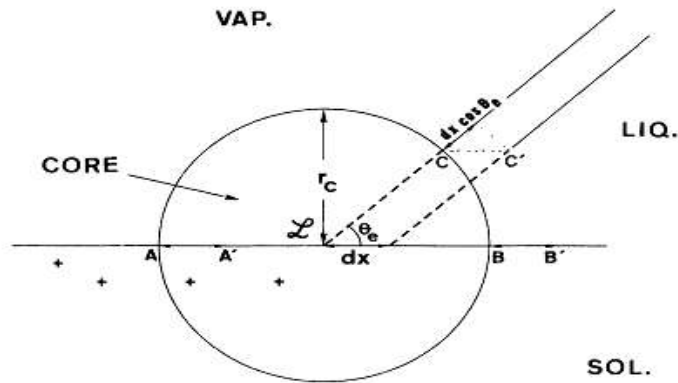
- Μερική διαβροχή με μια μικρή γωνία επαφής θ_e [Εικόνα 2.1.1 περίπτωση (a) και (b)] ή
- Ολική διαβροχή με $\theta_e = 0$ [Εικόνα 2.1.1 περίπτωση (c)]



Εικόνα 2.1.1. Μια μικρή σταγόνα σε ισορροπία σε μία οριζόντια επιφάνεια. Οι περιπτώσεις (a) και (b) αναπαριστούν μερική διαβροχή, η τάση για διαβροχή είναι μεγαλύτερη στην περίπτωση (b) από ότι στην (a). Η περίπτωση (c) αναπαριστά ολική διαβροχή. Η υγρή κατάσταση συμβολίζεται με L (Liquid), η στερεή κατάσταση συμβολίζεται με S (Solid), η αέρια κατάσταση συμβολίζεται με V (Vapor).

Σε περιπτώσεις μερικής διαβροχής, το διαβρεχόμενο μέρος της επιφάνειας περιορίζεται από μία συγκεκριμένη γραμμή επαφής L (το οποίο για την περίπτωση μας είναι κύκλος).

Η περίπτωση κοντά στην γραμμή επαφής παρουσιάζεται αναλυτικότερα στην Εικόνα 2.1.2.



Εικόνα 2.1.2. Αναπαράσταση της γωνίας επαφής του υγρού (τριπλή γραμμή) από ένα μήκος dx . Η ενέργεια παραμένει αμετάβλητη σε αυτή την διαδικασία, και αυτό οδηγεί στην εξίσωση του Young.

Τρεις φάσεις βρίσκονται σε επαφή με την γωνία: η στερεή S , η υγρή L και η ατμού V . Η κάθε διεπιφάνεια έχει μια συγκεκριμένη ελεύθερη ενέργεια ανά μονάδα επιφάνειας γ_{SL}, γ_{SV} και γ_{LV} .

Η βασική ιδέα είναι ότι η ενέργεια πρέπει να είναι σταθερή σε σύγκριση με την μετατόπιση dx της θέσης της γραμμής. Σε μια τέτοια μετατόπιση, (α) οι ολικές ενέργειες παραμένουν ανεπηρέαστες (εφόσον η πίεση είναι η ίδια στο υγρό και στον ατμό), (β) η ενέργεια του πυρήνα παραμένει ανεπηρέαστη και (γ) οι περιοχές των μακρινών διεπιφανειών (για ένα μοναδιαίο μήκος γραμμής) διευρύνονται, αντίστοιχα, κατά dx (για την διεπιφάνεια S/V), $-dx$ (για την διεπιφάνεια S/L), $-\cos \theta_e dx$ (για την διεπιφάνεια L/V).

Έτσι προκύπτει η συνθήκη $\gamma_{SV} - \gamma_{SL} - \gamma \cos \theta_e = 0$. (εξίσωση του Young)

Η εξίσωση αυτή μας δείχνει ότι η γωνία θ_e ορίζεται σε όρους θερμοδυναμικών παραμέτρων: μετρήσεις της θ_e δίνουν συγκεκριμένες πληροφορίες για τις ενέργειες των διεπιφανειών. Συνήθως, ξέρουμε ότι $\gamma_{LV} = \gamma$. Έτσι, μένουμε με δύο άγνωστους γ_{SV}, γ_{SL} και μόνο ένα δεδομένο θ_e . Αλλά είναι μόνο η διαφορά $\gamma_{SV} - \gamma_{SL}$ που είναι σχετική με πειράματα που περιλαμβάνουν το υγρό [3].

Στην εξίσωση του Young συσχετίζεται η γωνία επαφής θ (Γωνία επαφής κατά Young) με τις επιφανειακές τάσεις (ενέργειες). Όμως, καθώς οι πραγματικές επιφάνειες ποικίλουν ως προς τις συνθήκες τους, οι περισσότερες περιπτώσεις που αφορούν γωνίες επαφής πρακτικά δεν μπορούν να εξηγηθούν πλήρως με την εξίσωση του Young. Ο Wenzel πρότεινε μια άλλη εξίσωση όπου συσχετίζεται η γωνία επαφής με την τραχύτητα της επιφάνειας και τις ενέργειες της επιφάνειας. Μπορεί να γραφεί ως

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

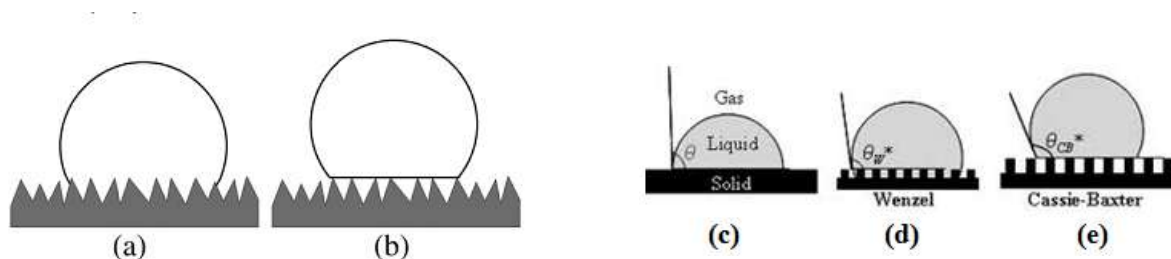
Όπου θ_w^* είναι η φαινόμενη **γωνία επαφής κατά Wenzel**, με την οποία μετράται η φαινόμενη γωνία επαφής επηρεαζόμενη από την τραχύτητα των στερεών επιφανειών. Η παράμετρος r αποτελεί τον 'παράγοντα τραχύτητας', ο οποίος αναφέρεται και ως αναλογία της τραχύτητας της περιοχής σε σχέση με την γεωμετρική επιφάνεια. Η διαμορφωμένη εξίσωση Wenzel γράφεται ως

$$\cos \theta_w^* = r \cos \theta$$

(Εξίσωση κατά Wenzel)

Στην εξίσωση Wenzel εκτιμάται ότι το νερό θα διεισδύσει μέσα στις πτυχές οι οποίες δημιουργούνται από την τραχύτητα της επιφάνειας, και έτσι η εξίσωση Wenzel σχετίζεται με το ομογενές σύστημα διαβροχής. Η φαινόμενη γωνία επαφής θ^* κατά Wenzel διαφέρει από την πραγματική γωνία θ που σχηματίζει το υγρό με την επιφάνεια, επειδή μια κοντινή θεώρηση μιας τραχιάς επιφάνειας θα δείχνει πάντα την 'πραγματική' γωνία επαφής σε κάθε στοιχείο το οποίο μπορεί να θεωρείται ως λείο. Δηλαδή η πραγματική γωνία είναι αυτή που σχηματίζει το υγρό με την τραχύτητα (εφόσον δεν υπάρχει λεία επιφάνεια) ενώ μακροσκοπικά φαίνεται ότι σχηματίζει γωνία θ^* . Η μέτρηση των γωνιών επαφής είναι τότε κάτι το αυθαίρετο, καθώς η μέτρηση του μεγέθους αυτού θα πρέπει να είναι σε διαστάσεις μοριακές ή ατομικές. Η εξίσωση του Wenzel δηλώνει ότι η διαβροχή μπορεί να βελτιωθεί με την έντονη τραχύτητα για μια υδρόφιλη επιφάνεια, αλλά μπορεί να είναι χειρότερη για υδροφοβικές.

Γενικά, υπάρχουν δύο τύποι σταθερών καταστάσεων διαβροχής, η **ομογενής** κατάσταση διαβροχής, η **ετερογενής** κατάσταση διαβροχής. Ενώ η εξίσωση Wenzel εφαρμόζεται σε συστήματα ομογενούς διαβροχής, η εξίσωση Cassie-Baxter ανταποκρίνεται σε ετερογενή συστήματα διαβροχής. Εάν η τραχύτητα της επιφάνειας αναπαρίσταται ως κολόνες και προεξοχές, οι δισδιάστατες μορφές αυτών των καταστάσεων διαβροχής γίνονται εμφανή στην εικόνα 2.1.3.



Εικόνα 2.1.3. Η ομογενής κατάσταση διαβροχής (a) και η ετερογενής κατάσταση διαβροχής (b). Η πτώση του υγρού στην ομογενή κατάσταση διαβροχής ακολουθεί την στερεή επιφάνεια και διεισδύει μέσα στις αυλακώσεις οι οποίες προκαλούνται από τις προεξοχές: η υγρή σταγόνα στην ετερογενή κατάσταση διαβροχής επικοινωνεί μόνο με την κορυφή των προεξοχών αφήνοντας τον αέρα κάτω από τις αυλακώσεις. Σε μια άλλη εφαρμογή με τετραγωνική τραχύτητα φαίνονται οι μακροσκοπική γωνία επαφής (c), η γωνία επαφής κατά Wenzel (d) και η γωνία επαφής κατά Cassie-Baxter (e).

Έτσι, σε μια ομογενή κατάσταση παρατηρείται το γεγονός ότι η υγρή σταγόνα γεμίζει τις αυλακώσεις της τραχύτητας [Εικόνα 2.1.4 (a),(d)] και εφαρμόζεται η εξίσωση Wenzel. Σε μια ετερογενή κατάσταση αναφέρεται στο γεγονός ότι οι φουσκάλες αέρα παγιδεύονται μέσα στις αυλακώσεις κάτω από το υγρό [Εικόνα 2.1.4 (b),(e)] και εφαρμόζεται η εξίσωση Cassie-Baxter. Στην ετερογενή κατάσταση, το υγρό εφάπτεται μόνο με τις κορυφές των προεξοχών κατά ένα ποσοστό που δηλώνεται με ϕ_s , το οποίο είναι

το κλάσμα της συνολικής διεπιφάνειας στερεού-υγρού σε σύγκριση με την προβολή της συνολικής επιφάνειας του στερεού υγρού. Άρα όσο μεγαλύτερη τραχύτητα έχουμε τόσο μεγαλύτερος θα είναι ο αριθμητής. Εάν ανάμεσα στην στερεή και την υγρή επιφάνεια είναι μόνο αέρας, η γωνία επαφής θα ήταν 180° . Η γωνία επαφής θ^* μίας σταγόνας 'φακίρη' προκαλείται και από το στερεό και από τον αέρα και αυτό οδηγεί σε

$$\cos \theta^* = -1 + \phi_s (\cos \theta + 1) = \phi_s \cos \theta + \phi_s - 1 \quad (\text{Εξίσωση κατά Cassie-Baxter})$$

Επίσης, εάν συμπεριληφθεί και η αναλογία της πραγματικά διαβρεγμένης επιφάνειας ως προς την προβαλλόμενη επιφάνεια, r_f , καταλήγει στην διαμορφωμένη εξίσωση Cassie-Baxter

$$\cos \theta_{CB}^* = r_f \phi_s \cos \theta + \phi_s - 1$$

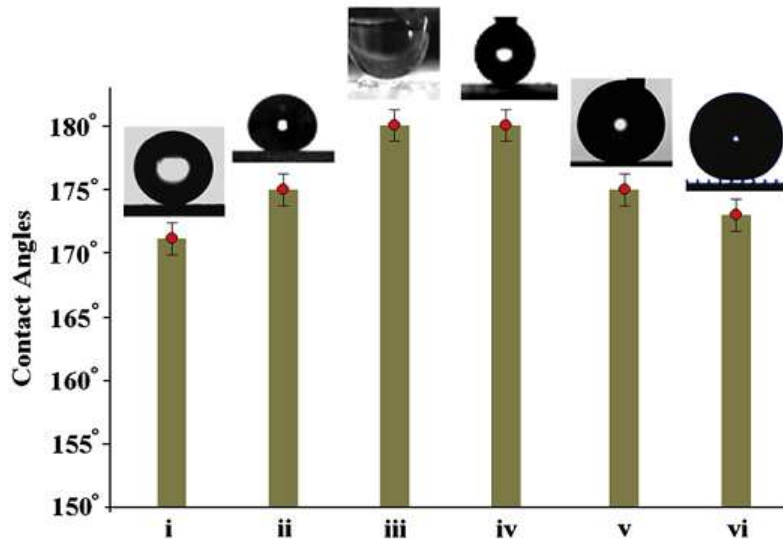
Όταν $\phi_s = 1$ και $r_f = r$, η εξίσωση Cassie Baxter μετατρέπεται στην εξίσωση Wenzel.

2.1.3 Μέτρηση της γωνίας επαφής και της υστέρησης υδρόφοβων και υπερυδροφόβων επιφανειών

Μια σειρά πειραμάτων για να εξετασθεί η υδροφοβικότητα σε μορφοκλασματικές (fractal) επιφάνειες έγινε από τον Tsujii και τους συνεργάτες του[4]. Μια τυπική διαδικασία είναι η προετοιμασία των μορφοκλασματικών επιφανειών φτιαγμένων από alkylketene dimer (AKD) και η μέτρηση της γωνίας επαφής. Η μέγιστη γωνία επαφής που αναφέρεται στην εργασία τους είναι 174°

Πιστεύεται ότι η μέγιστη γωνία επαφής μπορεί να προσεγγίσει τις 180° εάν δεν υπάρχει καθόλου προσρόφηση. Αυτό ήταν ένα ελκυστικό σημείο για την μελέτη των γωνιών επαφής σε υπερυδροφοβικές επιφάνειες, επειδή γέννησε την πιθανότητα να επιτευχθεί η προσέγγιση εξαιρετικά μεγάλων γωνιών επαφής σε πρακτικό επίπεδο. Έχουν αναφερθεί κάποιες φορές πολύ μεγάλες γωνίες επαφής και σε κάποιες περιπτώσεις μέχρι και 180° . Στην εικόνα 2.1.6 βλέπουμε κάποιες περιπτώσεις εξαιρετικά μεγάλων γωνιών επαφής για υγρές σταγόνες σε υπερυδροφοβικές επιφάνειες.

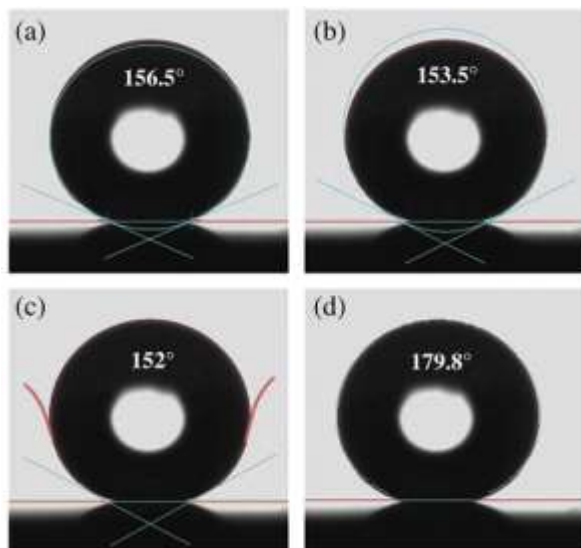
Όμως, δεν υπήρχε καμία ξεκάθαρη ερμηνεία για την υστέρηση της γωνίας επαφής (contact angle hysteresis – CAH) στο πείραμα και στην θεωρία που συσχετίζεται με τις από alkylketene dimer – AKD υπερυδροφοβικές επιφάνειες. Επίσης, η έλλειψη κάποιας ενιαίας σύμβασης ως προς τον ορισμό της γωνίας επαφής, μπορεί να προκαλέσει άλλες μεγάλες γωνίες επαφής που μπορεί να αμφισβητηθούν. Λόγω της υστέρησης της γωνίας επαφής, η μέγιστη τιμή της γωνίας επαφής δεν είναι το μόνο κριτήριο για να ορίσουμε μια σταθερή υπερυδροφοβική κατάσταση. Για να περιγραφεί μια υπερυδροφοβική κατάσταση, πρέπει να μετρηθούν η στατική γωνία καθώς και η υστέρηση της γωνίας επαφής. Για μία εξαιρετικά σταθερή υπερυδροφοβική κατάσταση, η στατική γωνία επαφής πρέπει να είναι όσο το δυνατόν μεγαλύτερη, και η υστέρηση της πρέπει να είναι όσο το δυνατόν μικρότερη, αλλιώς η επιτευχθείσα κατάσταση διαβροχής μπορεί να μεταβεί σε άλλη διαφορετική.



Εικόνα 2.1.6. Μεγάλες γωνίες επαφής υγρών σταγόνων σε τεχνητές υπερυδροφοβικές επιφάνειες.

i. $171.2^{\circ} \pm 1.6^{\circ}$, μέτρηση σε πολυβινυλικές νανοίνες ii. $175^{\circ} \pm 0.7^{\circ}$, μέτρηση σε επικάλυψη νανοσωματιδίων SiO_2 iii. 180° , μετρημένο σε υπομικρομετρικά σωματίδια ολιγομερών τετραφθοροαιθυλενίου iv. 180° , μέτρηση σε φθοροποιημένα νανοσωματίδια v. $175\text{-}180^{\circ}$ επιτευγμένο με χρήση εγχάραξη πλάσματος ελεγχόμενων παραμέτρων vi. $173^{\circ} (-3+6)$ με χρήση εγχάραξη πυριτίου και αέρια ιστροπική εγχάραξη

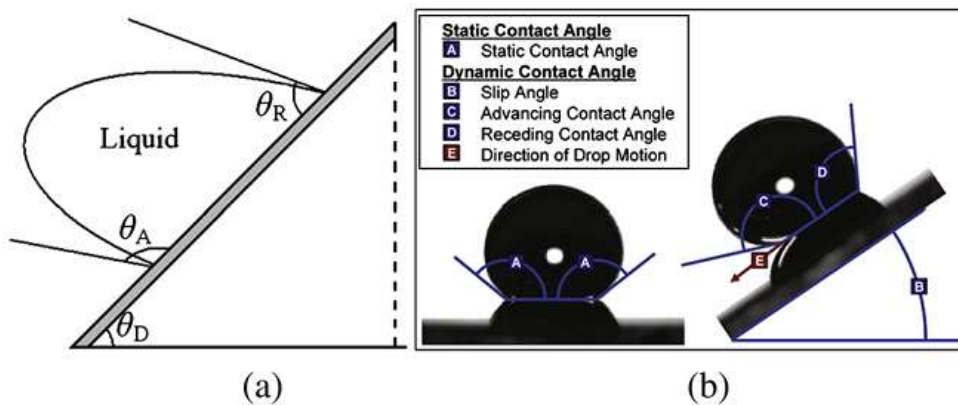
Επίσης τα μοντέλα προσαρμογής που χρησιμοποιήθηκαν για να μετρηθεί η γωνία επαφής μπορεί να επηρεάσει τις τιμές. Έχει αναφερθεί πως η ελλειψοειδής προσέγγιση, η κυκλική προσέγγιση, η εφαπτομενική προσέγγιση και η προσαρμογή κατά Laplace-Young μπορεί να προκαλέσει διάφορες τιμές γωνιών επαφής σταγόνων με παρόμοια μορφή όπως φαίνεται στην εικόνα 2.1.7. Σε αυτό οφείλονται και οι διαφορετικές τιμές στην εικόνα 2.1.7.



Εικόνα 2.1.7. Ελλειψοειδής προσέγγιση (a), η κυκλική προσέγγιση (b), η εφαπτομενική προσέγγιση (c) και η προσαρμογή κατά Laplace-Young (d). Οι προσεγγίσεις αυτές κάνουν την στατική γωνία επαφής της ίδιας σταγόνας να μετριέται διαφορετικά. Οι εικόνες περιλαμβάνουν τις γραμμές προσομοίωσης του προφίλ των υδάτινων σταγόνων και των οριζόντιων γραμμών στην βάση τους.

Επομένως, η μέθοδος προσέγγισης πρέπει να αναφέρεται έτσι ώστε να ανταποκρίνεται στην πραγματική κατάσταση διαβροχής.

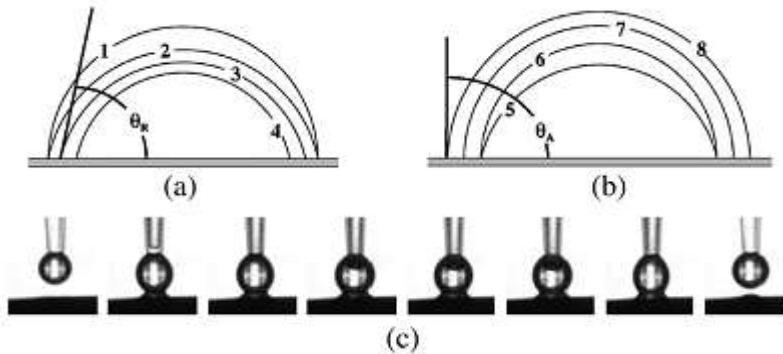
Από την άλλη μεριά, η υστέρηση της γωνίας επαφής μπορεί να ερμηνευθεί σχηματικά με δύο τρόπους. Η πρώτη ερμηνεία της υστέρησης όπως φαίνεται στην εικόνα 2.1.8, η υγρή σταγόνα θα προωθηθεί στην κατώτερη θέση και θα οπισθοχωρεί στην ανώτερη θέση όταν το υπόστρωμα θα είναι υπό κλίση θ_D η οποία είναι η γωνία ολίσθησης. Προκειμένου να κυλήσει η σταγόνα πάνω στην επιφάνεια, θα πρέπει η επιφάνεια να βρεθεί υπό κλίση. Σε αυτήν την περίπτωση, η σταγόνα διαβρέχει το προωθημένο σημείο και αποβρέχει το οπισθοχωρόν σημείο. Έτσι θ_A είναι η προωθημένη γωνία επαφής και θ_R η οπισθοχωρούσα γωνία επαφής και μένουν σταθερές κατά την διάρκεια της ολίσθησης όσο οι περιβάλλουσες συνθήκες δεν αλλάζουν.



Εικόνα 2.1.8. (a) Μια σταγόνα υγρού θεωρητικά κυλιέται με μια κλίση θ_D χωρίς επιτάχυνση. θ_A είναι η προωθημένη γωνία επαφής και θ_R η οπισθοχωρούσα γωνία επαφής. (b) Αναπαράσταση των γωνιών για στατικές και δυναμικές γωνίες επαφής.

Η δεύτερη ερμηνεία της υστέρησης δίνεται ως εξής: εάν αφαιρεθεί μέρος του υγρού από μια σταγόνα που βρίσκεται πάνω σε στερεή επιφάνεια, ο όγκος της σταγόνας καθώς και η γωνία επαφής θα μειωθούν, αλλά η επιφάνεια επαφής της σταγόνας στην επιφάνεια δεν θα αλλάξει μέχρι να ξεκινήσει να οπισθοχωρεί, όπως φαίνεται στη εικόνα 2.1.9 (a). Παρόμοια, εάν προστεθεί νερό στην σταγόνα, ο όγκος καθώς και η γωνία επαφής θα αυξηθούν, αλλά η επιφάνεια επαφής δεν θα αλλάξει μέχρι η σταγόνα να αρχίσει να προωθείται, όπως φαίνεται στην εικόνα 2.1.9 (b). Έτσι, οι γωνίες επαφής κατά την οπισθοχώρηση και κατά την προώθηση υποδηλώνονται ως η οπισθοχωρούσα γωνία επαφής θ_R και η προωθημένη γωνία επαφής θ_A αντίστοιχα. Η διαφορά μεταξύ της προωθημένης και της οπισθοχωρούσας γωνίας ορίζεται ως υστέρηση της γωνίας επαφής (CAH). Ένα τυπικό πείραμα της υστέρησης της γωνίας επαφής φαίνεται στην εικόνα 2.1.9 (c). Η γωνία επαφής μιας μεταβατικής σταγόνας που σχηματοποιείται πάνω σε μια στερεή επιφάνεια μπορεί να έχει κάθε τιμή μεταξύ της οπισθοχωρούσας και της προωθημένης γωνίας επαφής. Μερικές υστερήσεις της γωνίας επαφής είναι σχετικά μικρές, μέσα στο εύρος των 5° , όπου δεν επηρεάζουν την υπερυδροφοβικότητα δραματικά. Όμως, κάποιες υστερήσεις μπορεί να είναι μέχρι 40° , το οποίο μπορεί να αλλάξει την κατάσταση

διαβροχής. Από αυτήν την άποψη, δεν είναι μόνο η στατική γωνία επαφής αλλά και η οπισθοχωρούσα και η προωθημένη γωνία επαφής που μπορούν να χαρακτηρίσουν μια επιφάνεια.



Εικόνα 2.1.9 (α) Καθώς αφαιρείται νερό από την σταγόνα η γωνία επαφής μεταβάλλεται μέχρι την γωνία θ_R (στάδιο 2) και ύστερα παραμένει σταθερή (b) Καθώς προστίθεται νερό στην σταγόνα η γωνία επαφής μεταβάλλεται μέχρι την γωνία θ_A (στάδιο 6) (c) Μια σειρά αύξησης και μείωσης της σταγόνας.

2.2 Τεχνολογίες παραγωγής υπερυδρόφιλων ή υπερυδρόφοβων επιφανειών

2.2.1 Τεχνολογίες παραγωγής υδροφοβικών και υπερυδρόφοβικών επιφανειών

Στην φύση έχουν καταγραφεί πολλές περιπτώσεις φυτών που παρουσιάζουν υδροφοβικές ιδιότητες. Η καταγραφή αυτών των επιφανειών έχει πραγματοποιηθεί από βοτανολόγους όπως οι Neinhuis και Barthlott [5] που παρατήρησαν τις δομές των φυτών οι οποίες παρουσιάζουν συγκεκριμένες αλληλουχίες και έτσι οδήγησαν την ερευνητική κοινότητα στο να μιμηθεί την φύση με διάφορες τεχνολογίες ώστε να επιτευχθούν υπερυδρόφοβες επιφάνειες [6]. Η αντιγραφή αυτή της φύσης είναι γνωστή και ως βιομιμητική (biomimetics).

Οι Onda et al. [4] (1996) διαπίστωσαν διαφορά στην γωνία επαφής 109° σε λεία επιφάνεια και 174° σε τραχιά επιφάνεια. Οι σταγόνες νερού στην περίπτωση αυτή κυλούν όταν τεθούν σε κάποια κεκλιμένη επιφάνεια και έτσι δόθηκε μεγάλη σημασία στις ιεραρχικά δομημένες επιφάνειες, δομές που παρουσιάζουν τα φύλλα των φυτών με αυξημένη υδροφοβικότητα. Αυτή η δημοσίευση έδωσε το έναυσμα για μια σειρά πολλών ερευνών στον χώρο αυτό.

Το 1999 οι Bico et al. [7] κατέληξαν ότι στην ουσία δεν είναι η τραχύτητα το βασικό κριτήριο που παρουσιάζουν υδροφοβικότητα οι επιφάνειες αλλά η αναλογία ϕ_s της επιφάνειας όπως περιγράφηκε στην παράγραφο 2.1.2. Έτσι, δεν είναι απαραίτητο να έχουμε μεγάλες τραχύτητες. Την ίδια χρονιά οι Chen et al. (1999)[8] τόνισαν ότι είναι απαραίτητο να μελετώνται τόσο η στατική γωνία επαφής όσο

και η γωνία υστέρησης και ότι η τοπική μορφολογία της τραχύτητας είναι σημαντικός παράγοντας για την υδροφοβικότητα.

Οι Miwa et al. [9] (2000) παρατήρησαν ότι οι γωνίες ολίσθησης των σταγόνων νερού μειώθηκαν με την αύξηση της γωνίας επαφής και σημείωσαν την σημαντικότητα του αέρα που παραμένει στις πτυχώσεις της τραχύτητας. Στην συνέχεια θεώρησαν ότι οι υπερυδροφόβες επιφάνειες οφείλονται στον συνδυασμό κατάλληλης τραχύτητας με επιφάνειες με χαμηλή επιφανειακή ενέργεια [10].

Οι Tadanaga et al. [11] (2000) κατασκεύασαν επιφάνειες μέσω της μεθόδου sol-gel με εναλλάξ υπερυδροφοβικές και υπερυδροφιλικές ιδιότητες και παρατήρησαν μεγάλες διαφορές στην γωνία επαφής λόγω του ότι οι σταγόνες προτιμούσαν να κάθονται στις υπερυδροφιλικές από ότι στις υπερυδροφοβικές επιφάνειες. Στην μελέτη των Yoshimitsu et al [12] (2002) απέδειξαν ότι βασικό κριτήριο στην ολίσθηση των σταγόνων νερού ώστε να είναι πιο αποτελεσματική είναι να γίνει ο κατάλληλος σχεδιασμός των ιδιοτήτων της επιφάνειας.

Στην συνέχεια πολλές ερευνητικές ομάδες ανέπτυξαν την θεωρία για την μοντελοποίηση των υπερυδροφόβων επιφανειών [13], [14]. Έτσι, έχουν αναπτυχθεί πολλές τεχνολογίες που βασίζονται σε

- Sol gel [15]
- Ηλεκτροϋφανση (Electrospinning), [16]
- Νανοσωματίδια πυριτίας [17]
- Νανοίνες άνθρακα [18, 19]
- Χημική Απόθεση από Ατμό (Chemical Vapor Deposition - CVD)[20]
- Υγρές χημικές αντιδράσεις [21]
- Υδροθερμικές αντιδράσεις (Hydrothermal reaction) [22]
- Ηλεκτροχημική εναπόθεση (Electrochemical deposition) [23]
- Αυτοδομημένες (Self-assembly) [24]
- Διαστρωματικές μεθόδους (Layer-by-layer) [25]
- Γραφένιο [26]
- Υπεριώδεις ακτίνες laser (UV Laser) [27, 28]
- Εγχάραξη - Νανο-ύφανση με πλάσμα και εναπόθεση υδροφοβικού υμενίου[29-34]
- Άλλες ιεραρχικές δομές [35, 36]

2.2.2 Μέθοδοι παραγωγής υδροφιλικών και υπερυδροφιλικών επιφανειών

Μέθοδοι παραγωγής υδροφιλικών επιφανειών αναφέρονται σε μικρότερο εύρος σε σύγκριση με τις αντίστοιχες δημοσιεύσεις για υδροφοβικές επιφάνειες. Κάποιες μέθοδοι είναι κοινές και συνοψίζονται σε

- Ανάπτυξη πόρων σε επιφάνειες γυαλιού
- Διαστρωματικές μεθόδους (Layer-by-layer)
- Χημεία Sol-Gel
- Υδροθερμική τροποποίηση Hydrothermal Treatment

- Διαδοχική διαστρωματική προσρόφηση και αντίδραση ιόντων (Successive Ionic Layer Adsorption and Reaction - SILAR)
- Επιφανειακές μικροδομές
- Μεθόδους πολυμερισμού
- Υδρογέλες (Hydrogels)
- Μεθόδους με βάση τα διαλύματα (Solution-Based Methods)
- Χημική Απόθεση από Ατμό (Chemical Vapor Deposition - CVD)
- Ατομική διαστρωματική εναπόθεση (Atomic Layer Deposition - ALD)
- Άλλες μεθόδους [37]
- Εγχάραξη με πλάσμα οξυγόνου [29-34].

2.2.3 Μέθοδοι ελέγχου της διαβροχής με βάση τις εκκενώσεις πλάσματος

Είναι γνωστό ότι η επεξεργασία με πλάσμα επηρεάζει τις ιδιότητες της επιφάνειας με δύο τρόπους: πρώτον, αλλάζει τη χημεία της επιφάνειας, και δεύτερον μπορεί να προκαλέσει τοπογραφικές αλλαγές, όπως τραχύτητα και νανο-ύφανση. Τα πλάσματα με βάση το οξυγόνο προκαλούν υδροφιλικότητα δημιουργώντας ομάδες όπως -OH, -COOH, -CO και άλλες σχετικές ομάδες, ενώ τα πλάσματα φθορανθράκων προκαλούν υδροφοβικότητα με επικάλυψη CF_x ομάδων[38].

Τα πλεονεκτήματα του ελέγχου της διαβροχής μιας επιφάνειας με τροποποίηση πλάσματος είναι οι εξής:

- Αποτελεί γρήγορη μέθοδο
- Είναι διαμορφώσιμη (είναι εύκολο να ελεγχθούν τα αέρια πλάσματος και οι παράμετροι)
- Πραγματοποιείται σε χαμηλές θερμοκρασίες (ψυχρό πλάσμα, αντιδραστήρας χαμηλής πίεσης)
- Φιλική προς το περιβάλλον (απουσία οργανικών διαλυμάτων και αποβλήτων)
- Υπάρχει δυνατότητα να χρησιμοποιηθεί σε μαζική παραγωγή [39]

Από την ερευνητική ομάδα του εργαστηρίου πλάσματος του τμήματος της Μικροηλεκτρονικής του Ε.Κ.Ε.Φ.Ε. Δημόκριτος έχει επιτευχθεί η κατασκευή υπερυδροφобων και υπερυδροφιλων επιφανειών με χρήση εκκενώσεων πλάσματος στις οποίες βασίζεται και η παρούσα εργασία.

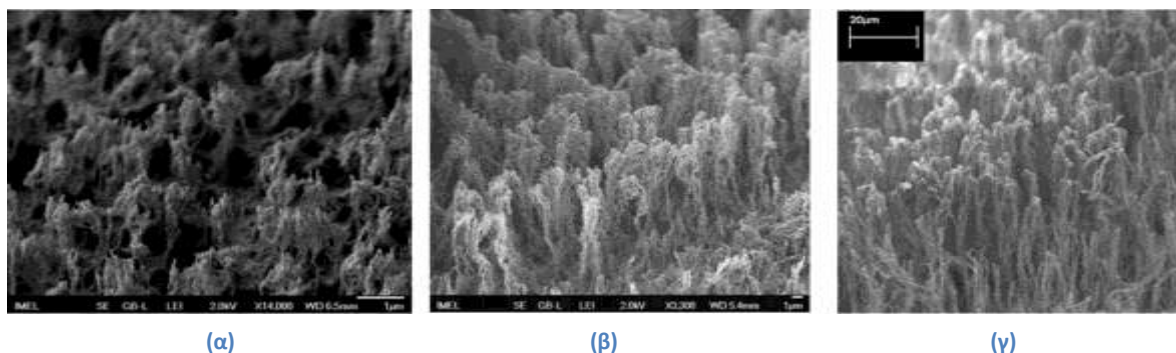
Οι πρώτες προσπάθειες έγιναν το 2004 [40] με εναπόθεση φθορανθράκων πάνω σε μεταλλικές επιφάνειες ώστε να επιτευχθεί ελεγχόμενη διαβροχή. Ύστερα η έρευνα στράφηκε στα πολυμερή λόγω των πλεονεκτημάτων που παρουσιάζουν.

Το 2006 εφαρμόστηκε η τροποποίηση πολυμερούς PDMS σε εκκένωση πλάσματος με αέριο SF_6 και διαπιστώθηκε η υπερυδροφοβικότητα που παρουσιάζεται λόγω της αύξησης της τραχύτητας [41] και οδήγησε σε κατάθεση ευρεσιτεχνίας λόγω του μεγάλου λόγου ύψους σε σύγκριση με την απόσταση των δομών (aspect ratio) της επιφάνειας που εμφανίζει η μέθοδος αυτή [42].

Το 2007 [31] δημιουργηθήκαν υπερυδροφώβες επιφάνειες σε PMMA με γωνίες επαφής πάνω από 150° με εκκενώσεις πλάσματος οξυγόνου σε χαμηλή πίεση. Στην συνέχεια διαπιστώθηκε η μεγάλη ηλεκτρο-ωσμωτική ευκινησία σε μικροκανάλια με ενσωματωμένες τέτοιες επιφάνειες [43].

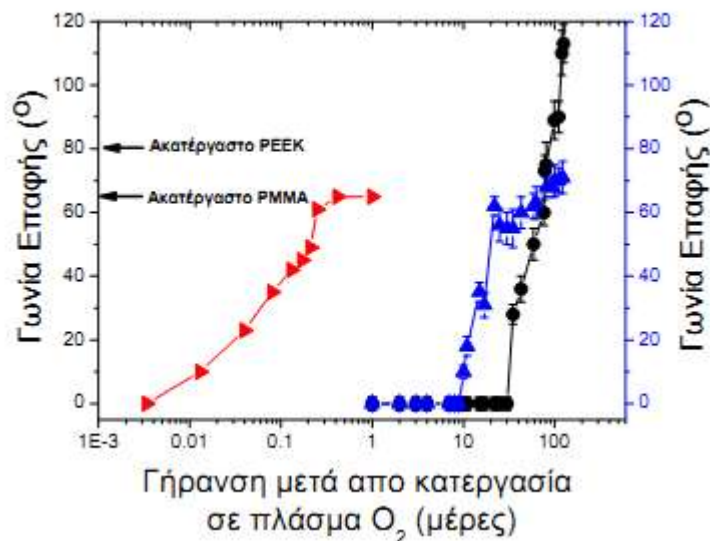
Σε επόμενες εργασίες ([44] ,[33]) πραγματοποιήθηκε εγχάραξη με πλάσμα οξυγόνου με συνθήκες (1900W,-100V, 100 sccm O_2 , $10^\circ C$, 0,75 Pa) και επιτεύχθηκε νανο-ύφανση των επιφανειών PMMA και PEEK με αποτέλεσμα την δημιουργία τοπογραφίας με υψηλό λόγο ασυμμετρίας (HAR), όπως αποδεικνύεται από την ανάλυση με AFM και SEM. Συγκεκριμένα έγινε κατεργασία επιφανειών από PMMA και PEEK σε πλάσμα οξυγόνου για μικρούς χρόνους (π.χ. 30 s, όπου η προκληθείσα από το πλάσμα χημική τροποποίηση της επιφάνειας έχει ολοκληρωθεί χωρίς εμφανή αύξηση της επιφάνειας) και για μεγάλους χρόνους (5 έως 60 min), όπου αναπτύσσεται μεγάλη τραχύτητα. Κατά τη διάρκεια της κατεργασίας με το πλάσμα O_2 σχηματίζονται στην επιφάνεια πολικές λειτουργικές ομάδες, όπως υδροξύλια και ελεύθερες καρβονυλικές ομάδες. Έτσι, αμέσως μετά την κατεργασία με πλάσμα O_2 , οι γωνίες επαφής που μετρώνται στις επιφάνειες του PEEK μειώνονται από 83° σε λιγότερο από 50° για κατεργασία μεγαλύτερη από 1 min και περίπου 30° για 30s κατεργασία. Ομοίως για τις επιφάνειες του PMMA, η γωνία επαφής μειώνεται από 65° σε λιγότερο από 50° για κατεργασία μεγαλύτερη από 1min και περίπου 25° για 30 s κατεργασία.

Είναι σημαντικό να σημειώσουμε ότι οι υδρόφιλες από το πλάσμα επιφάνειες υποφέρουν από ένα φαινόμενο γνωστό ως υδροφοβική αποκατάσταση, δηλαδή τη σταδιακή αύξηση της γωνίας επαφής με το χρόνο (γήρανση). Για τη διερεύνηση της γήρανσης, οι γωνίες επαφής των κατεργασμένων από το πλάσμα επιφανειών PMMA και PEEK μετρήθηκαν για ένα εκτεταμένο χρονικό διάστημα μετά τη κατεργασία με το πλάσμα. Τα δείγματα αποθηκεύτηκαν σε συνθήκες ατμόσφαιρας. Όπως φαίνεται στην εικόνα 2.2.2 , διαπιστώθηκε ότι η ύπαρξη της πλούσιας τοπογραφίας καθυστέρησε την υδροφοβική αποκατάσταση των επιφανειών PMMA και PEEK. Η υδροφοβική αποκατάσταση ήταν γρήγορη (εντός 10 ημερών) για τις κατεργασμένες για 30 s στο πλάσμα επιφάνειες, που χαρακτηρίζονται από αμελητέα νανο-ύφανση. Από την άλλη πλευρά, οι επιφάνειες που κατεργάστηκαν για μεγαλύτερο χρονικό διάστημα στο πλάσμα (π.χ. 60 min) παρουσίασαν υπερυδροφιλικότητα για χρονικό διάστημα 60 ημερών για το PEEK και 20 ημερών για το PMMA.



Εικόνα 2.2.1 Εικόνες από SEM σε πλάγια όψη των επιφανειών ύστερα από έκθεση σε εκκενώσεις πλάσματος, ύστερα από (α) 5 λεπτά (β) 20 λεπτά (γ) 60 λεπτά έκθεση στον αντιδραστήρα πλάσματος[30].

Σε επόμενη δημοσίευση με τον συνδυασμό της υδροφιλικής και ύστερα υδροφοβικής επιφάνειας δημιουργήθηκε βαλβίδα σε μικροκάναλι [34]. Έγινε διερεύνηση του φαινομένου με διαφορετική παράμετρο τη θερμοκρασία και στο εύρος των -110 έως 60°C παρατηρήθηκε ότι στους -20°C παρουσιάζεται το μεγαλύτερο ύψος των αναπτυσσόμενων νανοκολώνων. Οι συνθήκες διαφοροποιήθηκαν αυτή την φορά και έτσι επιτεύχθηκε βελτίωση στη γήρανση της υδροφιλικότητας.



Εικόνα 4. Υδροφοβική αποκατάσταση των πολυμερικών υποστρωμάτων PEEK (●) και PMMA (▲) μετά την νανο-ύφανση με το πλάσμα O₂ για 20 min (δυναμικό πόλωσης: -100V , πίεση: 0.75Pa , ισχύς: 1900W , ροή O₂: 100sccm). Για σύγκριση παρουσιάζεται η υδροφοβική αποκατάσταση ομαλών υποστρωμάτων από PMMA (►) μετά από κατεργασία σε πλάσμα O₂ για 1 min, σε ήπιες συνθήκες, μια τυπική διαδικασία για την τροποποίηση με πλάσμα (πίεση: $13,33\text{Pa}$, ισχύς: 100W , ροή O₂: 50sccm , αντιδραστήρας RIE). Αναφέρονται επίσης οι γωνίες επαφής ακατέργαστων επιφανειών PMMA και PEEK[38].

Έγινε επίσης μια εξέταση των ανωτέρω μορφολογιών όσον αφορά μηχανικές ιδιότητες [45] και βρέθηκε ότι η τοποθέτηση των κατεργασμένων με πλάσμα επιφανειών σε νερό πριν την εναπόθεση του φθορανθρακικού υποστρώματος οδηγεί σε συσσωμάτωση και σταθεροποίηση της νανοϋφής.

Στην συνέχεια έγινε μελέτη της μέτρησης της πίεσης της ροής όπου βρέθηκε μικρότερη πτώση πίεσης στα υπερυδροφόβα κανάλια σε σύγκριση με τα υπερυδροφιλά [46]. Στα πλαίσια της παρούσας εργασίας έγινε μια πρώτη μελέτη των προφίλ των ταχυτήτων με χρήση της μεθόδου micro P.I.V. των μικροκαναλιών τα οποία κατεργάστηκαν με βάση τις ανωτέρω εκκενώσεις πλάσματος προκειμένου να ρυθμιστεί η διαβροχή τους [47].

Στην εργασία των Jokinen et al. [48] (2012) συγκρίθηκε η υδροφιλικότητα των πολυμερών με επεξεργασία πλάσματος οξυγόνου και αζώτου και κατέληξαν ότι τα περισσότερα υλικά είχαν γρήγορη γήρανση. Ο χρόνος της έκθεσης των πολυμερών για κάθε συνθήκη ήταν 1 και 10 λεπτά οπότε δεν είχε επιτευχθεί αρκετή νανο-ύφανση. Αξίζει να σημειωθεί ότι το πολυστυρένιο (PS) διατηρεί την υδροφιλικότητα του για περισσότερο χρόνο και ειδικά για την περίπτωση όπου εκτίθεται σε άζωτο χωρίς ύστερη διαβροχή η γωνία επαφής του ανέρχεται από $<5^{\circ}$ σε $<20^{\circ}$ σε 150 ημέρες. Επομένως οι συνθήκες που θα γίνουν οι εκκενώσεις πλάσματος διαφοροποιούν ριζικά το αποτέλεσμα.

Άλλες τεχνικές πλάσματος έχουν χρησιμοποιηθεί για την παραγωγή υπερυδρόφοβων επιφανειών τροποποιώντας τη χημεία και τη μορφολογία των πολυμερικών επιφανειών όπως

- του πολυτετραφθοροαιθυλενίου PTFE σε πλάσμα Ar/O₂ [49],
- του πολυβουταδιενίου [50]
- του πολυπροπυλενίου δημιουργώντας τραχύτητα (εγχαράσσοντας γρηγορότερα την κρυσταλλική έναντι της άμορφης φάσης) και ταυτόχρονη εναπόθεση του πολυ(τετραφθοροαιθυλενίου) [51]
- του πολυ(τερεφθαλικού αιθυλενεστέρα) PET [52, 53]
- του πολυστυρενίου PS σε μίγμα CF₄ / O₂ [54]
- επιφανειών πολυαιθυλενίου με πλάσμα μικροκυμάτων (microwave plasma) σε αέριο O₂ και CF₄ σε ένα στάδιο ή σε δύο στάδια διαδικασίας [55]
- πολυκαρβονικά (polycarbonate)[32]

Οι Wohlfart, E., et al. [56] (2010) μελετώντας την κρυσταλλικότητα του πολυ(τερεφθαλικού αιθυλενεστέρα) PET σε έκθεση σε εκκενώσεις πλάσματος ανέδειξαν την σημαντικότητα της κρυσταλλικότητας του πολυμερούς έθεσαν το ζήτημα της θερμικής ιστορίας του πολυμερούς και την πιθανότητα οι διαφορετικοί ρυθμοί εγχαράξης σε εκκένωση πλάσματος να οφείλονται στην αλλαγή της μορφολογίας λόγω της αναπτυσσόμενης θερμότητας.

Πιο πρόσφατα αναφέρεται μια μέθοδος μετατροπής της υδρόφιλης επιφάνειας από επεξεργασία με πλάσμα οξυγόνου του πολυμερούς στην αρχική υδρόφοβη κατάσταση με επεξεργασία φυσικής επαφής (physical contact treatment -PCT) [57]. Έτσι, με αυτή τη μέθοδο μπορεί να μετατραπεί η διαβροχή της εκάστοτε επιφάνειας.

2.3 Μικρορευστονική (Microfluidics)

2.3.1. Εισαγωγή στην μικρορευστονική

Στις αρχές του 20^{ου} αιώνα επήλθε η άνθηση της κβαντικής φυσικής, η οποία μετά τον δεύτερο παγκόσμιο πόλεμο έδωσε έδαφος στην πρόοδο της μικροηλεκτρονικής που με την σειρά της οδήγησε στην δημιουργία του ηλεκτρονικού υπολογιστή. Παράλληλα, έχει γίνει αξιοσημείωτη πρόοδος στο χώρο της σμίκρυνσης συστημάτων όπως μηχανικών, νεολογικών, ηλεκτρομηχανικών ή θερμικών με υπομικρομετρικές διαστάσεις. Από το 1980 τα επιτεύγματα αυτά έδωσαν έδαφος στην ανάπτυξη των μικροηλεκτρομηχανολογικών συστημάτων (microelectromechanical systems – MEMS) ώστε μετά το 1990 αυτά να κατασκευάζονται για διάφορες χημικές, βιολογικές και βιοϊατρικές εφαρμογές. Σε αυτά τα συστήματα γίνεται χρήση ροών ρευστών τα οποία ρέουν σε αγωγούς μικρονικών διαστάσεων, γεγονός το οποίο οδήγησε στην δημιουργία μίας νέας έννοιας, των μικρο και νανο ρευστονικής (micro-nano fluidics) [58].

Τα MEMS κατασκευάζονται βάσει μεγάλου εύρους τεχνικών που περιέχουν πλήθος αρχών, από χημικές επιστήμες έως χύτευση πλαστικών. Συγκρινόμενα με τα αντίστοιχα συστήματα που εκτελούν

τις ίδιες λειτουργίες, διαφέρουν στο ότι εκτείνονται σε 5 με 6 φορές μικρότερης τάξης μεγέθη. Κάθε MEMS μπορεί να αποτελείται από ένα κομμάτι υλικού που παράγει εξόδους βασιζόμενες σε εισόδους διαφόρων εξωτερικών πηγών. Οι έξοδοι μπορεί να περιλαμβάνουν μηχανικές κινήσεις, κινήσεις ρευστών, ηλεκτρικές φορτίσεις, αναλογικά και ψηφιακά σήματα. Συχνά, αρκετά μικροστοιχεία ολοκληρώνονται, όπως στην περίπτωση των εργαστηρίων σε ψηφίδα (Lab On Chip), τα οποία επεξεργάζονται την είσοδο σε διάφορα στάδια και παράγουν διαφορετικού τύπου εξόδους, όλα σε μια μοναδική μικροσκοπική συσκευή [59].

2.3.2 Μηχανική των ρευστών και εξισώσεις ροής

2.3.2.1 Συνεκτικότητα (ιξώδες)

Η συνεκτικότητα μ ή ιξώδες [Pa·s] είναι μια φυσική ιδιότητα που χαρακτηρίζει τα ρευστά και είναι αυτή που προκαλεί την εμφάνιση της διατμητικής εντατικής κατάστασης στη μάζα τους. Πιο συγκεκριμένα, είναι η ιδιότητα των ρευστών να αντιστέκονται στη διάτμησή τους, δηλαδή στην κίνηση ενός στοιχείου ως προς το διπλανό του. Εναλλακτικά, η συνεκτικότητα ονομάζεται και εσωτερική τριβή. Θεωρώντας δύο γειτονικά στοιχεία του ρευστού, ευρισκόμενα σε σχετική κίνηση, αναπτύσσεται μεταξύ τους εφαπτομενική δύναμη η οποία ονομάζεται διατμητική δύναμη $d\vec{T}$.

Η διατμητική δύναμη είναι ανάλογη της κλίσης της ταχύτητας κατά την κάθετη στο στοιχείο κατεύθυνση. Ο συντελεστής αναλογίας μ ονομάζεται συντελεστής δυναμικής συνεκτικότητας ή ιξώδες του ρευστού. Η εφαπτομενική διατμητική τάση ορίζεται ως:

$$\tau = \frac{dT}{dE} = \mu \frac{du}{dy} = \mu \cdot \dot{\gamma}$$

Όπου $\dot{\gamma} = \frac{du}{dy}$ ο ρυθμός διάτμησης [s^{-1}].

Ο παραπάνω υλικός νόμος λέγεται υλική εξίσωση κατά Newton και είναι πειραματικός νόμος στον οποίο υπακούει συγκεκριμένη κατηγορία ρευστών που ονομάζονται νευτώνεια. Τα νευτώνεια είναι μια μεγάλη κατηγορία ρευστών στην οποία συμπεριλαμβάνονται το νερό και ο αέρας. Υπάρχουν όμως και ρευστά, κυρίως πολυμερή και σύνθετης μοριακής δομής, που δεν είναι νευτώνεια (π.χ. χρώματα, αίμα, πλαστικά κτλ). Τέλος, ορίζεται και ένα άλλο μέγεθος η κινηματική συνεκτικότητα ως

$$\nu = \frac{\mu}{\rho} \text{ όπου } \rho \text{ η πυκνότητα του ρευστού.}$$

Ισχύει ότι το ιξώδες των αερίων αυξάνεται ενώ το ιξώδες το υγρών μειώνεται, με την αύξηση της θερμοκρασίας. Η διαφορετική αυτή συμπεριφορά με τη μεταβολή της θερμοκρασίας, εξηγείται αν ερευνηθεί κανείς τους λόγους εμφάνισης του ιξώδους. Η αντίσταση ενός ρευστού σε διάτμηση εξαρτάται από τη συνοχή του και από την ταχύτητα μεταφοράς της μοριακής ορμής. Στα υγρά, οι αποστάσεις μεταξύ των μορίων είναι πολύ μικρότερες από ότι στα αέρια με αποτέλεσμα οι δυνάμεις

συνοχής να είναι πολύ μεγαλύτερες από ότι στα αέρια. Στα υγρά το ιξώδες, οφείλεται κυρίως στις δυνάμεις συνοχής οι οποίες μειώνονται με την αύξηση της θερμοκρασίας.

2.3.2.3 Εξισώσεις Διατήρησης Κλασικής Μηχανικής Ρευστών – (Εξισώσεις Navier – Stokes)

Εξίσωση διατήρησης της μάζας

Η εξίσωση διατήρησης της μάζας αποτελεί έκφραση του πρώτου βασικού νόμου της κλασικής μηχανικής, σύμφωνα με τον οποίον η μάζα δεν καταστρέφεται και δεν δημιουργείται εκ του μηδενός.

Θεωρώντας ως dV στοιχειώδη όγκο ρευστού και dm τη μάζα του, η πυκνότητα ορίζεται ως : $\rho = \frac{dm}{dV}$

Η εξίσωση διατήρησης της μάζας σε ολοκληρωτική μορφή είναι:

$$\int \operatorname{div}(\rho \vec{v}) dV + \int \frac{\partial \rho}{\partial t} dV = 0$$

Εξίσωση διατήρησης της ορμής

Η εξίσωση διατήρησης της ορμής αποτελεί έκφραση του δεύτερου βασικού νόμου της κλασικής μηχανικής σύμφωνα με τον οποίο η συνισταμένη των ασκούμενων δυνάμεων είναι ίση με την χρονική μεταβολή της ορμής:

$$\int \rho \vec{v} (\vec{v} \cdot \vec{n}) dE + \frac{d}{dt} \int \rho \vec{v} dV = \sum_{i=1}^n F_i$$

2.3.2.4 Μόνιμη ροή μεταξύ δύο παράλληλων πλακών

Εξετάζεται η περίπτωση της μόνιμης ροής μεταξύ δύο παράλληλων πλακών άπειρου μήκους. Ορίζεται η ταχύτητα u παράλληλη στην κατεύθυνση της ροής και η ταχύτητα v κάθετη στην ταχύτητα κατά τον άξονα που βρίσκεται παράλληλα στις πλάκες. Σε καρτεσιανές συνιστώσες οι εξισώσεις Navier – Stokes, αμελώντας την επίδραση της βαρύτητας, γράφονται για ασυμπίεστο ρευστό ως:

$$\frac{\partial u}{\partial x} + \frac{\partial v}{\partial y} = 0$$

$$\rho \left(\frac{\partial u}{\partial t} + u \frac{\partial u}{\partial x} + v \frac{\partial u}{\partial y} \right) = -\frac{\partial p}{\partial x} + \mu \left(\frac{\partial^2 u}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 u}{\partial y^2} \right)$$

$$\rho \left(\frac{\partial v}{\partial t} + u \frac{\partial v}{\partial x} + v \frac{\partial v}{\partial y} \right) = -\frac{\partial p}{\partial y} + \mu \left(\frac{\partial^2 v}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 v}{\partial y^2} \right)$$

Όπου ρ η πυκνότητα του ρευστού και p η πίεση.

Για την μόνιμη ροή μεταξύ δύο παραλλήλων ακίνητων πλακών οι εξισώσεις αυτές απλοποιούνται ως εξής:

1. Η ροή είναι παράλληλη προς τον άξονα των x : $u \neq 0, v = 0$ (διαμορφωμένη ροή)
2. Η ροή είναι μόνιμη: $\frac{\partial}{\partial t} = 0$

Έτσι προκύπτουν

- Αρχή διατήρησης της μάζας $\frac{\partial u}{\partial x} = 0$ άρα $u = u(y)$
- $-\frac{\partial p}{\partial x} + \mu \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} = 0$
- $-\frac{\partial p}{\partial y} = 0$ και άρα $p = p(x)$

Οι εξισώσεις αυτές, με την οριακή συνθήκη μη ολίσθησης μας δίνουν τα εξής συμπεράσματα:

- i. Η πίεση είναι σταθερή στην διατομή και έχει γραμμική μεταβολή κατά το μήκος του x .
- ii. Η πίεση μειώνεται κατά τη φορά της ροής.
- iii. Η κατανομή της u στη διατομή είναι παραβολική

Και εξαγονται οι εξής σχέσεις:

Η μέγιστη ταχύτητα της παραβολικής κατανομής είναι στον άξονα x

$$u_{\max} = \frac{P_1 - P_2}{2\mu l} b^2$$

Υπολογίζοντας τη μέση ταχύτητα στη διατομή βρίσκουμε

$$u_m = \frac{1}{2b} \int_{-b}^b u dy = \frac{2}{3} u_{\max}$$

Και επομένως το προφίλ ταχύτητας θα είναι

$$u = u_{\max} \left(1 - \frac{y^2}{b^2}\right) = \frac{3u_m}{2} \left(1 - \frac{y^2}{b^2}\right)$$

Και η διερχόμενη παροχή όγκου

$$\dot{V} = 2u_m b h = \frac{2(P_1 - P_2)}{3\mu l} h b^3$$

Για την πτώση πίεσης θα ισχύει

$$\delta p = p_1 - p_2 = 3u_m \mu \frac{l}{b^2} \quad \text{ή} \quad \delta p = p_1 - p_2 = \frac{24}{\text{Re}} \frac{l}{B} \frac{\rho}{2} u_m^2$$

Όπου $B=2b$ και $\text{Re} = u_m B / \nu$ είναι ο αριθμός Reynolds εκφρασμένος με τη συνολική απόσταση B των δύο πλακών ως χαρακτηριστικό μήκος.

Ο συντελεστής $\lambda = \frac{24}{\text{Re}}$ ονομάζεται συντελεστής αντίστασης της ροής και $\zeta = \lambda \frac{l}{B}$ ο συντελεστής απωλειών[60].

2.3.3 Μηχανική των ρευστών στην μικροκλίμακα

Οι νόμοι των ρευστών στα μικρορευστονικά συστήματα δεν διαφέρουν από αυτούς που επικρατούν σε μεγάλα συστήματα όπως για παράδειγμα σε υποθαλάσσια ρεύματα. Όμως, η σχετική σημασία των διαφορετικών δυνάμεων και των επιδράσεων αλλάζουν σημαντικά καθώς πηγαίνουμε από την μακροκλίμακα στην μικροκλίμακα. Έτσι, για παράδειγμα, οι δυνάμεις των επιφανειακών τάσεων και οι ηλεκτροστατικές δυνάμεις, ενώ δεν παρουσιάζουν κανένα ενδιαφέρον στην μακροκλίμακα, έχουν τεράστια σημασία στην μικροκλίμακα.

Στην μικροκλίμακα, οι σχετικές φυσικές διαστάσεις είναι μεγάλες σε σύγκριση με την κλίμακα των ατόμων και έτσι επιτρέπεται να θεωρηθεί το ρευστό ως συνεχές μέσο. Έτσι, η ταχύτητα του ρευστού u και η πίεση p θεωρούνται συνεχείς συναρτήσεις της θέσης x και του χρόνου t , και ισχύουν οι ασυμπίεστες εξισώσεις Navier-Stokes με μια χωρική πυκνότητα εξωτερικών δυνάμεων f_e

$$\rho(\partial_t u + u \cdot \nabla u) = -\nabla p + \mu \nabla^2 u + f_e$$

Όπου ρ είναι η (σταθερή) πυκνότητα του ρευστού, p η πίεση, u η ταχύτητα της ροής.

Επίσης, ισχύει η εξίσωση της συνέχειας όπου θεωρείται ότι η διαφορά της πυκνότητας είναι αμελητέα ακόμα και για μεγάλες πιέσεις.

Η χρήση των εξισώσεων Navier-Stokes είναι αποδεκτή για μελέτη ροής υγρού σε μικροκανάλια εφόσον η υδραυλική διάμετρος του συστήματος είναι μεγαλύτερη του 0,1 μm για κινούμενο μέσο νευτώνιο ρευστό όπως το νερό κάτω από τυπικές συνθήκες [61]. Επίσης, η τιμή της συνεκτικότητας παραμένει σταθερή κατά την αλλαγή των διαστάσεων και αναφέρεται ότι η τιμή της συνεκτικότητας αποκλίνει από την συμβατική τιμή μόνο για υπομικροκανάλια [62]. Οι εξισώσεις Navier-Stokes μπορούν να μετατραπούν ή να συμπληρωθούν με βοηθητικές εξισώσεις, είτε για μη Νευτώνεια ρευστά, είτε σε περιπτώσεις όπου τα επιφανειακά φαινόμενα, όπως είναι οι δυνάμεις κοντά στο τοίχωμα και η σχετική τραχύτητα, γίνονται όλο και περισσότερο σημαντικά καθώς το μέγεθος του μικροκαναλιού γίνεται μικρότερο [63].

Το σχετικό μέγεθος του αριστερού όρου της εξίσωσης της ορμής (λόγω της αδράνειας του ρευστού) και ο δεύτερος όρος στα δεξιά (λόγω της συνεκτικότητας) χαρακτηρίζονται από τον αριθμό Reynolds

$$Re = \frac{UL\rho_0}{\mu}$$

Όπου τα U και L υποδεικνύουν την χαρακτηριστική ταχύτητα και το μήκος για την ροή. Στις περισσότερες εφαρμογές της μικρορευστονικής, ισχύει ότι $Re \ll 1$. Σε μερικές εφαρμογές $Re \sim 1$. Αντίθετα, σε μεγάλες διαστάσεις ισχύει κατά κανόνα $Re \gg 1$. Λόγω του μικρού αριθμού Reynolds, στις μικρορευστονικές διατάξεις δεν πραγματοποιούνται φαινόμενα όπως διαταραγμένες ροές που οδηγούν σε χαοτικά φαινόμενα και τύρβη.

Ακόμα, αμελώντας την αδράνεια του ρευστού παίρνουμε την απλούστερη εξίσωση :

$$-\nabla p + \mu \nabla^2 u + f_e = 0$$

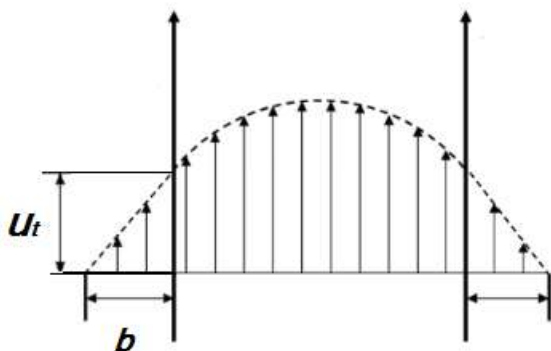
Συχνά αναφέρεται ως αργή και ισχυρά συνεκτική ροή. [64]

2.3.4.1 Η οριακή συνθήκη ολίσθησης και μη ολίσθησης κατά Navier

Μια πιο γενική περιγραφή του συνεχούς μέσου για την συνθήκη εφαπτομενικής τάσης (tangential stress condition) σε μια διεπιφάνεια χρησιμοποιεί ένα μήκος ολίσθησης (εικόνα

$$u_t = b \left. \frac{\partial u_t}{\partial n} \right|_{\text{τοίχωμα}}$$

όπου n είναι η συνιστώσα της ταχύτητας κάθετα στην διεπιφάνεια – διεύθυνση της ροής, και b είναι το μήκος ολίσθησης. Η συνθήκη μη ολίσθησης ορίζεται για $b=0$. Μη μηδενικό μήκος ολίσθησης b σημαίνει ότι τα ρευστά έχουν μη μηδενική ταχύτητα στο τοίχωμα εφόσον υπάρχει διάτμηση (shear). Τυπικές τιμές του μήκους ολίσθησης είναι της τάξης του 1nm και κατά περίπτωση του 1 μ m[65].



Εικόνα 2.3.4. Κατά την ροή της ταχύτητας με κατεύθυνση αυτή που ορίζουν τα βέλη, αναπτύσσεται ταχύτητα ολίσθησης u_t στα τοιχώματα που αποτελούν τα έντονα βέλη. Το αναπτυσσόμενο μήκος ολίσθησης b αποτελεί το την απόσταση από το σημείο που προσπίπτει το παραβολικό σχήμα της ροής μέχρι το τοίχωμα.

2.3.4.2 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 σαν 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 διεπιφάνεια του στερεού [66].

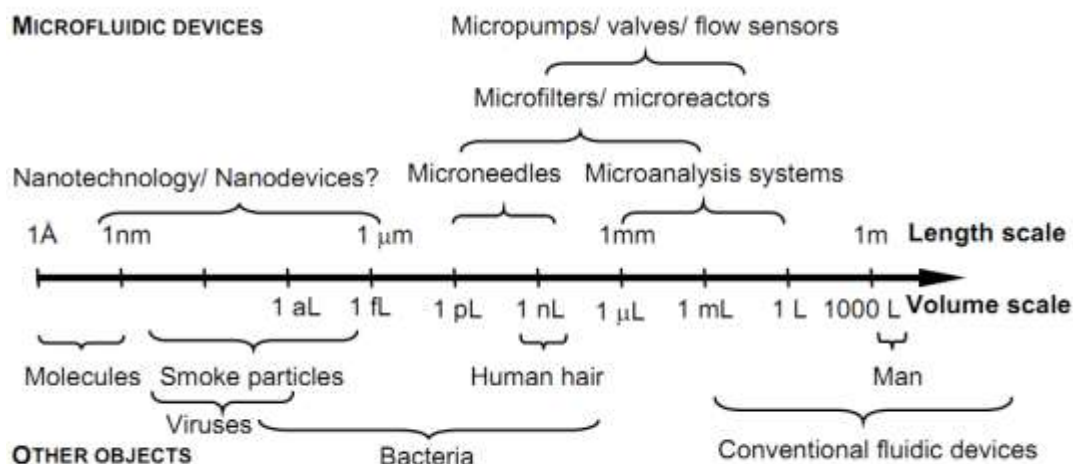
2.3.5 Μικρορευστονικές διατάξεις (Microfluidic Devices)

Για την περιγραφή των φαινομένων μεταφοράς σε συσκευές μικροσκοπικών τάξεων μήκους χρησιμοποιούνται όροι όπως microfluidics, MEMS-fluidics, BIO-MEMS και microfluidics ή microfluidic devices. Ο πιο διαδεδομένος είναι ο όρος microfluidics [67]. Ως microfluidics ορίζεται η επιστήμη σχεδιασμού και κατασκευής διατάξεων- διεργασιών χειρισμού μικροσκοπικών ποσοτήτων ρευστού [68] και εμπεριέχει την θεωρία της ροής των ρευστών τα οποία περιορίζονται σε συστήματα διαστάσεων κάτω από την τάξη των χιλιοστών.

Μικρορευστονικές διατάξεις είναι επίπεδες διατάξεις ελέγχου ροής μικρών ποσοτήτων υγρών ή αερίων κινουμένων σε κανάλια διαστάσεων της τάξης μερικών ή δεκάδων μm [68] και όγκων από microliters (μL) σε picoliters (pL) . Στην εικόνα 2.3.5 παρατηρούμε τη σχετικότητα των διαστάσεων και των όγκων διαφόρων μικρορευστονικών διατάξεων σε σύγκριση με άλλα συστήματα και σωματίδια.

Οι όροι αυτοί έχουν γίνει γνωστοί τελευταία για τις εφαρμογές τους σε τεχνολογίες μικροεργαστηρίων σε ψηφίδα (lab on chip). Η άνθηση της τεχνολογίας της μικροηλεκτρονικής με βάση το πυρίτιο βοήθησε στην ανάπτυξη τεχνικών που χρησιμοποιούνται πλέον και για την παρασκευή των lab on chip. Τα τελευταία χρόνια έχουν αναπτυχθεί μικροεργαστήρια σε υλικά με βάση τα πολυμερή λόγω των υποσχόμενων ιδιοτήτων τους όσον αφορά το χαμηλό κόστος και ταχύτερο κύκλο παραγωγικότητας [69].

Η ιδέα των lab on chip βασίζεται στην ανάπτυξη των μικροσυστημάτων ολικής ανάλυσης (χημικής ή βιοχημικής) γνωστά και ως μ-TAS micro Total Analysis Systems. Έτσι, μπορεί να επιτευχθεί η ενσωμάτωση πολλαπλών αναλυτικών τεχνικών σε συστήματα ροής υγρών, όπου τα ρευστά θα αντικαθιστούν στη μεταφορά των δειγμάτων τον ανθρώπινο παράγοντα μεταξύ των σταδίων διαχείρισης του δείγματος. Η ολοκλήρωση των μικροηλεκτρονικών διατάξεων ενέπνευσε την δημιουργία συστημάτων ολοκληρωμένης ανάλυσης για αυτοματοποίηση στην αναλυτική χημεία.



Εικόνα 2.3.5. Συγκριτικός πίνακας μεγεθών των μικρορευστονικών διατάξεων

Το κύριο πλεονέκτημά τους αποτελεί το ότι διαδικασίες όπως η χημική ανάλυση απαιτούν μικρά ποσά δείγματος και λιγότερο χρόνο. Λόγω του μικρού μεγέθους των καναλιών, ο αριθμός Reynolds συνήθως περιορίζεται σε μικρές τιμές σε σχέση με το στάδιο μετάβασης από στρωτή σε τυρβώδη ροή. Στην περίπτωση αυτή οι αδρανειακές δυνάμεις επικρατούν έναντι των δυνάμεων συνεκτικότητας. Σε αυτές τις διαστάσεις χρησιμοποιούνται αδιάστατοι αριθμοί που συσχετίζουν τα διάφορα φαινόμενα που παρουσιάζονται (πίνακας 2.3.1). Άλλοι αδιάστατοι αριθμοί χρησιμοποιούνται για την περιγραφή ανάμιξης ροών (αριθμός Peclet), για πολυμερικά ρευστά (αριθμοί Weissenberg, Deborah), για ανωστικές ροές (αριθμοί Grashof, Rayleigh) για αραιοποιημένες αέριες ροές (Knudsen) [70, 71].

Σύμβολο	Όνομα	Τύπος	Φαινόμενα που συσχετίζονται
Re	Reynolds	$Re = \frac{\rho_0 UL}{\mu}$	Αδρανειακά / συνεκτικά
We	Weber	$We = \frac{\rho_0 U D_h}{\sigma}$	Αδρανειακά / επιφανειακά
Bo	Bond	$Bo = \frac{(\Delta\rho) g D_h^2}{\sigma}$	Επιφανειακά/βαρυτικά
Ca	Capillary	$Ca = \frac{\mu U}{\gamma}$	Συνεκτικά/επιφανειακά

Πίνακας 2.3.1. Αδιάστατοι αριθμοί που συσχετίζουν φαινόμενα που παρουσιάζονται στα μικροροές

Ένας ακόμα χρήσιμος αδιάστατος αριθμός είναι ο αριθμός Poiseuille ο οποίος χρησιμοποιείται για την περιγραφή της αντίστασης της ροής σε μη συνηθισμένες διατομές. Ορίζεται ως:

$$Po = \frac{f Re}{4} = -\frac{1}{\mu} \frac{dp}{dx} \frac{D_h^2}{2U}$$

Τέλος, τα μικροκανάλια κατασκευάζονται κυρίως από πυρίτιο, σύνθετα πυριτίου, πολυμερή και μέταλλα. Η τυπική τους τεχνική κατασκευής περιέχει χημική υγρή εγχάραξη (chemical wet etching), εγχάραξη με πλάσμα (plasma or dry etching), την μηχανική κοπή, την εν θερμώ έγχυση (injection molding), την μαλακή λιθογραφία (soft lithography), την εγχάραξη με laser (laser ablation) και την εγχάραξη με εκκενώσεις πλάσματος. Οι τεχνικές εγχάραξης δίνουν την δυνατότητα ακριβούς κατασκευής μικροκαναλιών με μέγεθος πάνω από 1 μm. Είναι δυνατόν να κατασκευαστούν υπομικρονικά κανάλια με αυτές τις τεχνικές. Τα κανάλια κατασκευασμένα από άλλες τεχνικές κατασκευής έχουν τυπικό μέγεθος μεγαλύτερο από 10μm. Η κατασκευή των μικροκαναλιών περιγράφεται αναλυτικότερα στη επόμενη ενότητα.

2.4 Τεχνολογίες κατασκευής μικρορρευστονικών διατάξεων

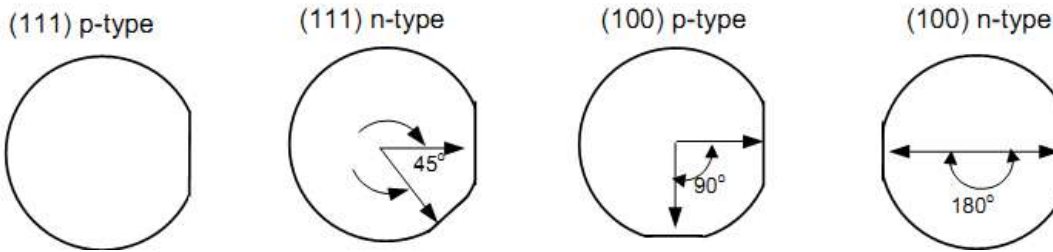
Από την εισαγωγή τους τα εργαστήρια σε ψηφίδες (lab on chip) στις αρχές της δεκαετίας του 1990, το πυρίτιο ήταν το κυρίαρχο υλικό υποστρώματος για την παραγωγή τους. Αυτό οφείλεται κυρίως στο ότι οι μέθοδοι παρασκευής τους είχαν καθιερωθεί από την βιομηχανία των ημιαγωγών. Το πυρίτιο προσφέρει πολλές ιδιότητες το οποίο το καθιστά πολύ ελκυστικό για την κατασκευή μικροκαναλιών. Όμως το υψηλό κόστος του οδήγησε τους παραγωγούς μικρορρευστονικών συστημάτων σε αναζήτηση άλλων υλικών. Έγινε μια στροφή προς την παραγωγή μικρορρευστονικών διατάξεων από πολυμερή τα οποία έχουν χαμηλό κόστος και απλοποιημένες διαδικασίες κατασκευής. Επίσης, παρέχουν μια μεγάλη ποικιλία υλικών με διαφορετικές ιδιότητες [72].

Για την κατασκευή μικροκαναλιών υπάρχουν διάφοροι τρόποι όπως είναι η εγχάραξη (etching), η χύτευση (casting) ή έγχυση σε μήτρα (injection molding), η αποτύπωση με σφραγίδα (hot embossing), η φωτοεκτομή με laser (laser ablation), η λιθογραφία ακτινών – X (X-ray lithography), η λιθογραφία μαλακής ύλης (Soft lithography) [73].

2.4.1 Υλικά για την κατασκευή μικροκαναλιών

Τα υλικά που χρησιμοποιούνται κοινώς για μικρορρευστονικές διατάξεις χωρίζονται σε τέσσερις βασικές κατηγορίες, τα πολυμερή, το πυρίτιο, το γυαλί και τα μέταλλα. Τα κεραμικά και τα σύνθετα τους είναι λιγότερο συνήθη υλικά.

Το μονοκρυσταλλικό πυρίτιο είναι ένα ισότροπο υλικό του οποίου οι ιδιότητες δεν είναι ίδιες προς όλες τις διευθύνσεις. Για παράδειγμα, η διεύθυνση (111) έχει μεγαλύτερη πυκνότητα ατόμων και είναι πιο ανθεκτική σε πολλά είδη χημικών εγχαρακτών. Αυτός είναι ο λόγος που γίνονται εφικτή η κατασκευή τραπεζοειδών γεωμετρικών υψηλής ακρίβειας, λόγω του ότι η κρυσταλλογραφική διεύθυνση (111) να σχηματίζει γωνία 54.74° με την διεύθυνση (100). Άλλα ανισοτροπικά χαρακτηριστικά είναι η διαφορά στην μηχανική ανθεκτικότητα και ο ρυθμός της επιφανειακής οξείδωσης [74]. Παρακάτω φαίνονται οι τυποποιήσεις που έχουν τα δισκία του πυριτίου ώστε να ξεχωρίζουν ανάλογα με την κρυσταλλογραφική διεύθυνση και τους πλεονάζοντες φορείς.



Εικόνα 2.4.1. Τα δισκία (wafers) πυριτίου στις διάφορες τυποποιήσεις τους.

Τα πολυμερή υπερτερούν σε σύγκριση με τα υπόλοιπα υλικά που χρησιμοποιούνται για την κατασκευή μικροκαναλιών [75]. Για την μικρορευστομηχανική τα πολυμερή που χρησιμοποιούνται κυρίως είναι η πολύδιμεθυλοσιλοξάνη (PDMS), το SU-8, το πολυμεθυλμεθακρύλιο και τα πολυιμίδια. Η γεωμετρία και η διακύμανση των υλικών για μία μεγάλη πλειοψηφία μικρορευστονικών συσκευών προσδιορίζονται από φωτολιθογραφία. Τα φωτοευαίσθητα υλικά είναι τα βασικότερα στοιχεία για την μικροκατασκευή μικροκαναλιών παρόλο που τις περισσότερες φορές αφαιρούνται από το τελικό προϊόν. [74]

Στην παραγωγή μικροκαναλιών, σημαντικό μέγεθος για τα πολυμερή αποτελεί η *θερμοκρασία υαλώδους μετάβασης* T_g , κάτω από την οποία τα πολυμερή εμφανίζονται ως σκληρά υαλώδη υλικά με διαστατική σταθερότητα. Η θερμοκρασία αυτή επιφέρει μετάπτωση κεφαλαιώδους σημασίας για τη θερμομηχανική συμπεριφορά των πολυμερών. Αυτή ονομάζεται **υαλώδης μετάπτωση ή υαλώδης μετάβαση (glass transition)** και είναι χαρακτηριστική ένδειξη της ύπαρξης άμορφων περιοχών. [76]

Από κατασκευαστικής μεριάς, μια πολύ σημαντική διάκριση των πολυμερών είναι τα **θερμοπλαστικά** και τα **θερμοσκληρυνόμενα**. Το **θερμοπλαστικό** πολυμερές γίνεται μαλακό και ευκατέργαστο όταν θερμανθεί πάνω από μία χαρακτηριστική θερμοκρασία. Ψυχόμενο το θερμοπλαστικό γίνεται και πάλι σκληρό και δύσκαμπτο. Αν αναθερμανθεί, ξαναγίνεται μαλακό και ευκατέργαστο. Αντίθετα, ένα **θερμοσκληρυνόμενο** υλικό καθίσταται μόνιμως σκληρό όταν θερμαίνεται πάνω από μία κρίσιμη θερμοκρασία. Ψυχόμενο το θερμοσκληρυνόμενο υλικό ή εκ νέου θερμαινόμενο δεν μαλακώνει. Λόγω αυτής της ιδιότητας, τα θερμοσκληρυνόμενα υλικά μορφοποιούνται κατά την πρώτη τους θέρμανση. Αντίθετα, τα θερμοπλαστικά υλικά μπορούν να μορφοποιηθούν κάθε φορά που θερμαίνονται σε κατάλληλη θερμοκρασία.

Για τη κατασκευή μικροκαναλιών, τα θερμοπλαστικά είναι επιθυμητά γιατί μπορούν να κατασκευαστούν με διαφορετικούς τρόπους οι οποίοι είναι φθηνοί και χαμηλού κόστους όπως η

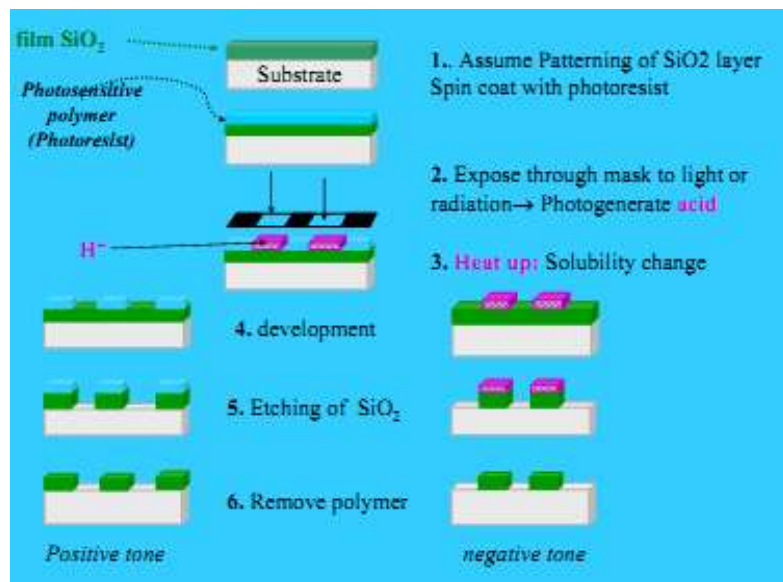
θερμομορφοποίηση (thermoforming) και η αποτύπωση με σφραγίδα (hot embossing). Μια τρίτη κατηγορία πολυμερών είναι τα ελαστομερή όπως το PDMS.

2.4.2 Διεργασίες μικροτεχνολογίας

2.4.2.1 Αποτύπωση σχήματος (μικροσχηματοποίηση) με λιθογραφία και εγχάραξη

Η διαδικασία της μικροσχηματοποίησης (micro-Patterning) είναι αυτή που μεταφέρει ένα σχήμα στην επιφάνεια ενός επίπεδου υποστρώματος (π.χ. πυριτίου). Αποτελείται από δύο επιμέρους διεργασίες: α) μια φωτογραφική διεργασία που λέγεται φωτολιθογραφία, και αποτυπώνει το σχήμα σε ένα φωτοευαίσθητο πολυμερικό υλικό, και β) μια διεργασία εγχάραξης που χρησιμοποιεί σαν επί τόπου μάσκα το φωτοπολυμερές ενώ εκλεκτικά αφαιρεί υλικό από το υπόστρωμα εκεί που δεν υπάρχει φωτοπολυμερές. Οι διεργασίες περιγράφονται στην εικόνα 2.4.2 και περιγράφονται στα παρακάτω βήματα

- Ένα στρώμα φωτοευαίσθητου πολυμερούς (φωτοπολυμερές - photoresist) εναποτίθεται πάνω στο υπόστρωμα (δισκίο- με περιστροφή από το διάλυμα του.
- Το φωτοπολυμερές φωτίζεται μέσα από μια μάσκα με διαφανείς και αδιαφανείς περιοχές, η οποία περιέχει το σχήμα που ζητούμε να αποτυπώσουμε στο πολυμερικό υπόστρωμα. Το φως που περνά από τις διαφανείς περιοχές προκαλεί χημικές αλλαγές στο φωτοευαίσθητο πολυμερές.
- Ακολουθεί η εμφάνιση του πολυμερούς σε κατάλληλο εμφανιστή που απομακρύνει είτε τις φωτισμένες περιοχές αφήνοντας άθικτες τις αφώτιστες (διεργασία θετικού τόνου, positive tone resist), είτε το αντίστροφο (αρνητικού τόνου διεργασία, negative tone resist). Με το τέλος της εμφάνισης στο πολυμερές έχει εναποτεθεί το σχήμα της μάσκας ή το αρνητικό του. Κατόπιν ακολουθεί η διεργασία της εγχάραξης του υποστρώματος με υγρά αντιδραστήρια ή χημικά αέρια που δημιουργούνται σε ηλεκτρικές εκκενώσεις πλάσματος [38].



Εικόνα 2.4.2. Οι διεργασίες κατά την μικροσηματοποίηση (micro-Patterning).

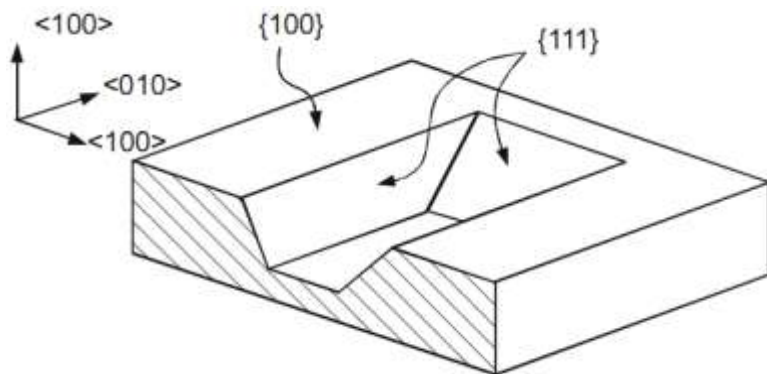
2.4.2.2 Υγρή εγχάραξη πυριτίου

Η εγχάραξη του πυριτίου είναι μια αρκετά πολύπλοκη διαδικασία. Υπάρχουν αρκετά διαλύματα τα οποία μπορούν να χρησιμοποιηθούν, τα οποία χωρίζονται σε δύο γενικές κατηγορίες, με διαφορετικά χαρακτηριστικά η κάθε μία. Αυτές είναι:

1. Οι ισοτροπικοί εγχάρακτες (εγχάραξη με την ίδια ταχύτητα προς όλες τις κατευθύνσεις), με τυπικό εκπρόσωπο το διάλυμα HF:HNO₃:H₂O (HNA), το οποίο μπορεί να πραγματοποιηθεί με μεγάλη ποικιλία στοιχειομετρίας και διαφορετικά χαρακτηριστικά.
2. Οι κρυσταλλογραφικά ανισοτροπικοί εγχάρακτες (εγχάρασσουν με διαφορετική ταχύτητα σε διαφορετικές κρυσταλλογραφικές διευθύνσεις), οι οποίοι είναι αλκαλικά ή οργανικά διαλύματα όπως τα διαλύματα KOH, EDP και TMAH.

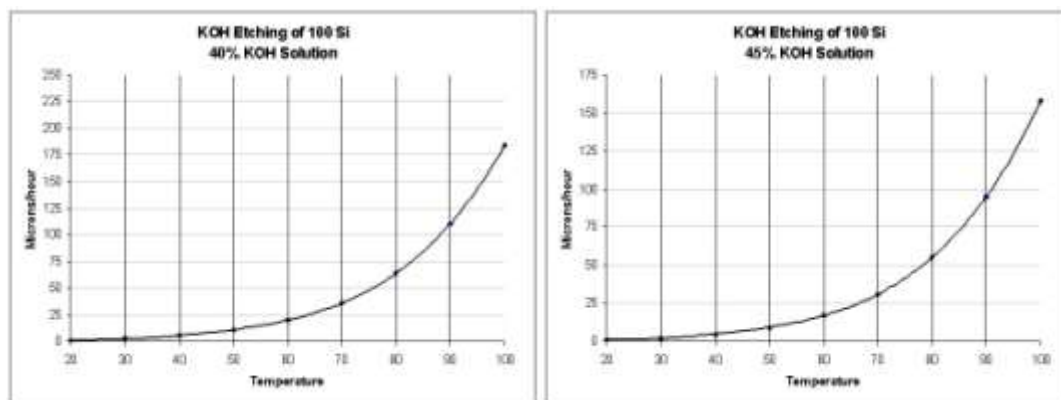
Κρυσταλλογραφικά ανισοτροπική υγρή εγχάραξη πυριτίου

Το πυρίτιο σαν κρυσταλλικό υλικό έχει κρυσταλλογραφικές διευθύνσεις οι οποίες δεν έχουν όλες τον ίδιο ρυθμό εγχάραξης σε ορισμένα διαλύματα. Έτσι τα επίπεδα που είναι παράλληλα στην κρυσταλλογραφική διεύθυνση [100] έχουν παρόμοιο ή μικρότερο ρυθμό εγχάραξης από αυτά που είναι παράλληλα στην [110], ενώ αυτά που είναι παράλληλα με την [111] εγχάρασσονται με πολύ μικρότερο ρυθμό (από 40 έως 400 φορές ανάλογα το διάλυμα). Έτσι όταν εγχάρασσεται ένα τετράγωνο παράθυρο στην επιφάνεια ενός δισκίου πυριτίου με προσανατολισμό [100] ή [110] ο ρυθμός εγχάραξης θα μειωθεί μόλις αποκαλυφθούν τα επίπεδα [111], δίνοντας έτσι κοιλότητες σχήματος V (δισκία [100]) (Εικόνα 2.4.2). Σε περίπτωση που το εγχαρασόμενο παράθυρο δεν έχει τετράγωνο σχήμα, αλλά πολυπλοκότερο, εκμεταλλευόμενοι τον μειωμένο ρυθμό εγχάραξης στα επίπεδα [111], μπορούν να κατασκευαστούν ακόμα πιο σύνθετες δομές [77].



Εικόνα 2.4.3. Η μορφοποίηση του πυριτίου ύστερα από κρυσταλλογραφικά ανισοτροπική εγχάραξη του πυριτίου σε καυστική ποτάσα (KOH)[78].

Ο ρυθμός που εγχάρασσεται το υπόστρωμα του πυριτίου εξαρτάται από την θερμοκρασία. Τα παρακάτω διαγράμματα δίνουν την τους ρυθμούς εγχάραξης για διάλυμα καυστικής ποτάσας 40% και 45% συναρτήσει της θερμοκρασίας [79].



(α)

(β)

Εικόνα 2.4.4. Οι ρυθμοί ανισοτροπικής εγχάραξης του πυριτίου σε διαλύματα (α) 40% και (β) 45% καυστικής ποτάσας (KOH)[78].

2.4.3.4 Ξηρή εγχάραξη με ηλεκτρικές εκκενώσεις πλάσματος-εγχάραξη με πλάσμα

Εκτός από την υγρή εγχάραξη υπάρχει και η ξηρή, γνωστή και ως εγχάραξη με πλάσμα. Μία επιφάνεια σε επαφή με πλάσμα εκτίθεται σε ροές ουδετέρων ατόμων, μορίων, ιόντων, ηλεκτρονίων, και φωτονίων και υφίσταται κάποια τροποποίηση. Οι βασικοί μηχανισμοί που προκαλούν την εγχάραξη είναι η μηχανική αφαίρεση του υλικού από τα ιόντα του πλάσματος που ονομάζεται

ιονοβολή (sputtering), η χημική εγχάραξη (θερμική εγχάραξη) και η χημική εγχάραξη υποβοηθούμενη από τα ιόντα (ion enhanced chemical etching).

Η βασική διαφορά της ιονοβολής με τη χημική και τη χημική εγχάραξη υποβοηθούμενη από ιόντα είναι ότι στην περίπτωση της ιονοβολής (ή αλλιώς sputtering) έχουμε μηχανική αφαίρεση του υλικού, ενώ στη δεύτερη περίπτωση το υλικό μετατρέπεται πρώτα σε μια πτητική χημική ένωση που απομακρύνεται από την επιφάνεια. Το πιο χαρακτηριστικό μέγεθος της εγχάραξης είναι η ποσότητα του υλικού που αφαιρείται συναρτήσει του χρόνου που πραγματοποιείται η εγχάραξη και ονομάζεται ρυθμός εγχάραξης (P.E.). Όταν δύο υλικά εγχάρασσονται με διαφορετικούς ρυθμούς τότε ο λόγος των δύο ρυθμών ονομάζεται εκλεκτικότητα ή επιλεκτικότητα. Η χημική εγχάραξη μπορεί να παρουσιάσει μεγάλη εκλεκτικότητα καθώς εξαρτάται από τις διαφορές στους δεσμούς και στη χημική συνοχή των διαφορετικών υλικών. Αντίθετα η εκλεκτικότητα με την ιονοβολή είναι πολύ μικρή γιατί η εγχάραξη στην περίπτωση αυτή δεν εξαρτάται από τη χημική φύση του υλικού. Η εγχάραξη περιορίζεται στο ανώτατο στρώμα της επιφάνειας του υλικού και σπάνια σε μεγαλύτερο βάθος. Επομένως, η τροποποίηση είναι επιφανειακή και το υλικό διατηρεί της φυσικές και χημικές του ιδιότητες στον κύριο όγκο του.

Η αλλαγή στην ιοντική ενέργεια τείνει να αλλάξει τη διαδικασία με την οποία αφαιρείται ένα υλικό. Για παράδειγμα σε υψηλότερες πιέσεις η χημική εγχάραξη από ρίζες υπερισχύει όταν η χημεία είναι κατάλληλη. Αντίθετα, σε χαμηλότερη πίεση η πυκνότητα των αντιδρώντων ουδετέρων ειδών που βρίσκονται στην αέρια φάση μειώνεται, η ιοντική ενέργεια αυξάνει, και οι μηχανισμοί επιφανειακής αλλοίωσης προκαλούμενοι από την ενέργεια είναι πιο σημαντικοί. Επομένως, σε πολύ υψηλή ιοντική ενέργεια και χαμηλή πίεση αντίστοιχα κυριαρχεί η φυσική ιονοβολή [38].

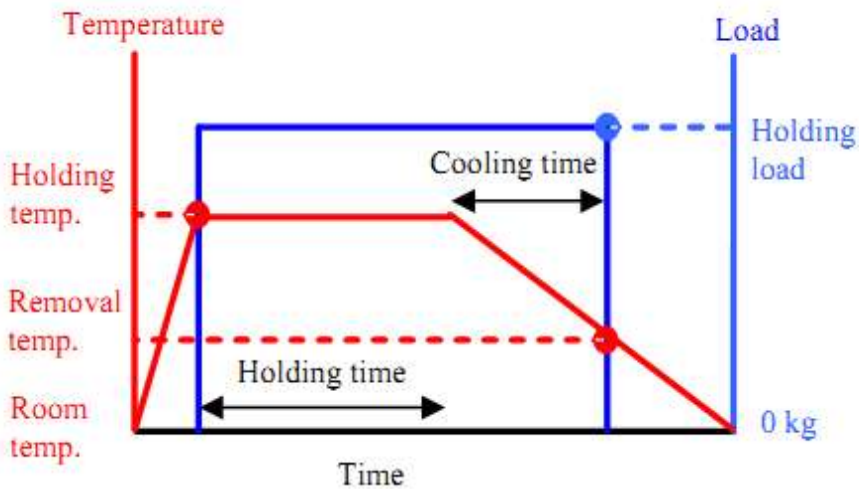
Η εγχάραξη του πυριτίου γίνεται συνήθως με αέρια που περιέχουν φθόριο (π.χ. SF₆), ενώ αυτή των πολυμερών γίνεται με αέρια που περιέχουν οξυγόνο (O₂). Για ανισοτροπική εγχάραξη του πυριτίου είναι αναγκαία η προσθήκη και άλλων αερίων (π.χ. φθορανθράκων) για παθητικοποίηση των τοιχωμάτων της εγχαρασσομένης δομής.

2.4.4 Η τεχνική της εν θερμώ σφράγισης (hot embossing) θερμοπλαστικών πολυμερών

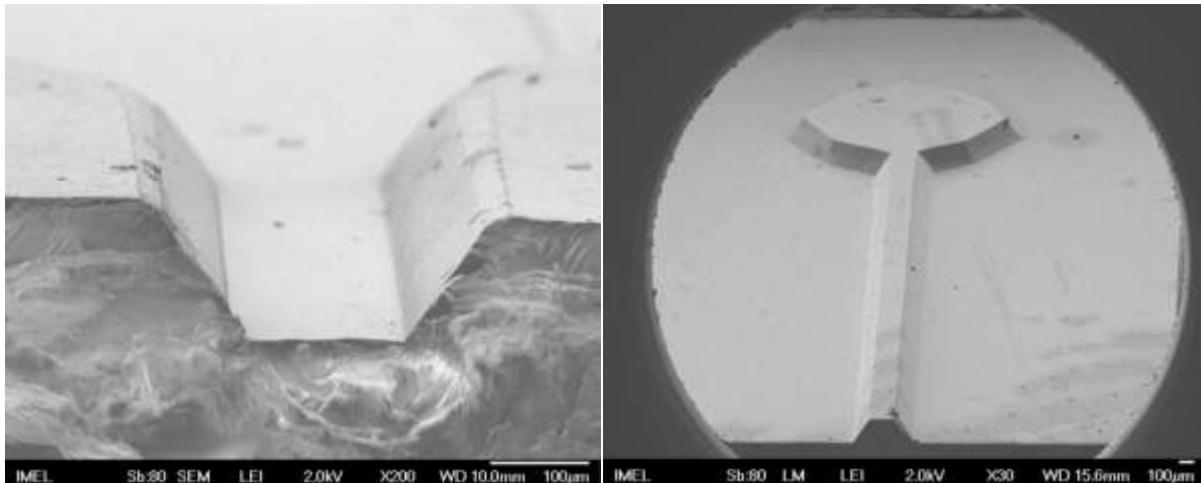
Μια σφραγίδα πυριτίου ή μετάλλου χρησιμοποιείται σαν το εργαλείο (καλούπι) αποτύπωσης για την κατασκευή πολυμερικών μικρορευστονικών συσκευών. Το πυρίτιο μπορεί να χρησιμοποιηθεί απευθείας σαν εργαλείο αποτύπωσης [80]. Για να γίνει η κατασκευή της σφραγίδας πυριτίου γίνεται λιθογραφία και εγχάραξη στο πυρίτιο και κατασκευάζεται το αρνητικό σχήμα (π.χ. αντί για κανάλι κατασκευάζεται μια δοκός). Επειδή πολλές φορές το φωτοευαίσθητο πολυμερές δεν έχει αρκετό πάχος ή αρκετή επιλεκτικότητα, βάζουμε κάτω από το πολυμερές ένα λεπτό στρώμα οξειδίου ή νιτριδίου ή μετάλλου που έχει πολύ μεγάλη επιλεκτικότητα εγχάραξης ως προς το πυρίτιο. Μετά την λιθογραφία και την εγχάραξη της «σκληρής» μάσκας (οξείδιο, νιτρίδιο, μέταλλο) ακολουθεί η εγχάραξη του πυριτίου [72].

Η διαδικασία της εν θερμώ σφράγισης συνοψίζεται στα εξής:

1. Γίνεται τοποθέτηση του πολυμερικού δείγματος και της σφραγίδας
2. Θερμαίνεται μέχρι την ζητούμενη θερμοκρασία
3. Εφαρμόζεται το απαιτούμενο φορτίο
4. Το φορτίο και η θερμοκρασία παραμένουν για ένα χρονικό διάστημα
5. Η θερμοκρασία ελαττώνεται και το φορτίο παραμένει
6. Αφαιρείται το φορτίο
7. Αφαιρείται το δείγμα (εικόνα 2.4.5) [81].



Εικόνα 2.4.5 Οι κύκλοι θερμοκρασίας και φορτίου κατά την διαδικασία της εν θερμώ σφράγισης.



Εικόνα 2.4.6 Τραπεζοειδές κανάλι ύστερα από την σφράγιση εν θερμώ, όπως κατασκευάστηκε στις αρχικές σειρές πειραμάτων (β) Εικόνα από μικροσκόπιο ηλεκτρονικής δέσμης (SEM) του προτύπου (master) ύστερα από την ανισοτροπική εγχάραξη στο καυστικό κάλιο

Για την τεχνική της αποτύπωσης με σφραγίδα πρέπει να ληφθούν υπ' όψιν οι εξής ιδιότητες:

- Η τραχύτητα των πλαγίων επιφανειών του προτύπου-σφραγίδας. Οι δυνάμεις τριβής μεταξύ του εργαλείου της αποτύπωσης και των πολυμερικών μικροτόμων κατά την αφαίρεση του υλικού πρέπει να ελαχιστοποιηθούν.
- Η γωνία των πλαγίων επιφανειών. Η χημική αλληλεπίδραση μεταξύ των επιφανειών της σφραγίδας και του υποστρώματος. Οι δύο επιφάνειες πρέπει να αναπτύσσουν όσο το δυνατόν λιγότερους χημικούς δεσμούς.
- Η διαφορά των θερμικών συντελεστών του υποστρώματος και της σφραγίδας. Είναι δυνατόν να αναπτυχθούν επιπρόσθετες δυνάμεις από την μεγαλύτερη συστολή του πολυμερικού υλικού σε σχέση με την σφραγίδα.[75]

2.4.5 Σφράγιση των μικροκαναλιών

Η σφράγιση των μικροκαναλιών χωρίζεται σε δύο ευρείες κατηγορίες, την έμμεση σφράγιση και την άμεση σφράγιση. Ως έμμεση σφράγιση εννοείται η σφράγιση του μικροκαναλιού με προσκόλληση των δυο επιφανειών με χρήση κάποιου ενδιάμεσου μέσου (adhesive bonding) όπου είναι είτε υγρές κόλλες οι οποίες προσκολλώνται με την εξάτμιση των διαλυτών είτε εποξειδικές κόλλες και ακρυλικά που πολυμερίζονται και διασταυρώνονται μετά από την μίξη τους με τον καταλύτη. Στην κατηγορία αυτή ανήκουν και τα λεπτά ελάσματα (lamination films) που χρησιμοποιούνται για την σφράγιση των καναλιών.

Η άμεση σφράγιση αποτελείται από τη μέθοδο 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) [82]

2.5 Χαρακτηρισμός της ροής σε μικρορευστονικές διατάξεις με την μέθοδο micro Particle Image Velocimetry (micro P.I.V.)

Η μέθοδος micro Particle Image Velocimetry (micro P.I.V.) αποτελεί μια σύγχρονη μέθοδο καταγραφής της ταχύτητας ροών στην μικροκλίμακα. Ο τρόπος λειτουργίας της βασίζεται στην αντίστοιχη μέθοδο Particle Image Velocimetry (P.I.V.) η οποία εφαρμόζεται στην μακροκλίμακα. Στην συνέχεια περιγράφεται συνοπτικά η μέθοδος P.I.V. και στη ύστερα αναλύεται η μέθοδος micro P.I.V. ως προς τα χαρακτηριστικά της.

2.5.1 Particle Image Velocimetry

Σε μια ανασκόπηση της μεθόδου Particle Image Velocimetry - P.I.V. [83] αναφέρεται πως η τεχνική αυτή αποτελεί 'ακριβή, ποσοτική και ταυτόχρονη μέτρηση των διανυσμάτων της ταχύτητας ρευστών σε ένα πολύ μεγάλο αριθμό σημείων'. Η εισαγωγή σωματιδίων στη ροή καθιστά δυνατή την μελέτη της κινηματικής του ρευστού. Τα σωματίδια επιλέγονται ώστε η πυκνότητά τους να είναι παραπλήσια εκείνης του ρευστού και μικρής διαμέτρου ώστε να ακολουθούν πιστά την κίνηση του ρευστού λόγω μικρής αδράνειας ενώ παράλληλα να αντανακλούν αποτελεσματικά την προσπίπτουσα σε αυτά φωτεινή ακτινοβολία. Η κίνηση των σωματιδίων καταγράφεται με την χρήση φωτογραφικών μεθόδων πολλαπλών ή απλών εκθέσεων. Γνωρίζοντας τον χρόνο που μεσολαβεί μεταξύ δύο εικόνων των σωματιδίων και την μεγέθυνση της φωτογραφικής μηχανής εξάγεται κατόπιν κατάλληλης επεξεργασίας η ταχύτητα των σωματιδίων [84].

Η μέθοδος Particle Image Velocimetry (P.I.V.) αποτελεί μια καινοτόμο τεχνολογία στο πεδίο της οπτικής παρατήρησης ροών. Αναπτύχθηκε την δεκαετία του '90 και εξελίχθηκε λόγω των βελτιώσεων των συνιστωσών που απαρτίζουν το μετρητικό σύστημα όπως το laser, οι οπτικές μέθοδοι, τα ηλεκτρονικά, η ψηφιακή απεικόνιση και η τεχνολογία των υπολογιστών.

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

- 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.
- 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 [85].

2.5.2 Micro Particle Image Velocimetry

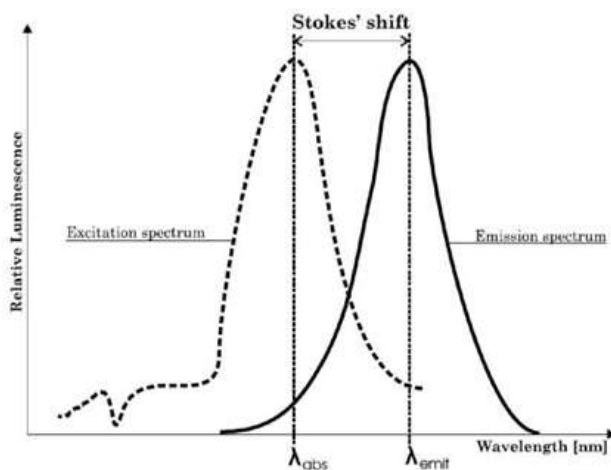
2.5.2.1 Η μέθοδος

Η μέθοδος micro Particle Image Velocimetry - micro-P.I.V. ή μ-P.I.V.- αποτελεί μια μέθοδο καταγραφής ταχυτήτων ρευστού στην μικροκλίμακα. Η μέθοδος αυτή είναι μη παρεμβατική σύμφωνα με την οποία εισάγονται κατάλληλα σωματίδια στην ροή 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 λογική της μεθόδου βασίζεται στην απλή σχέση $u = \Delta x / \Delta t$ όπου u είναι

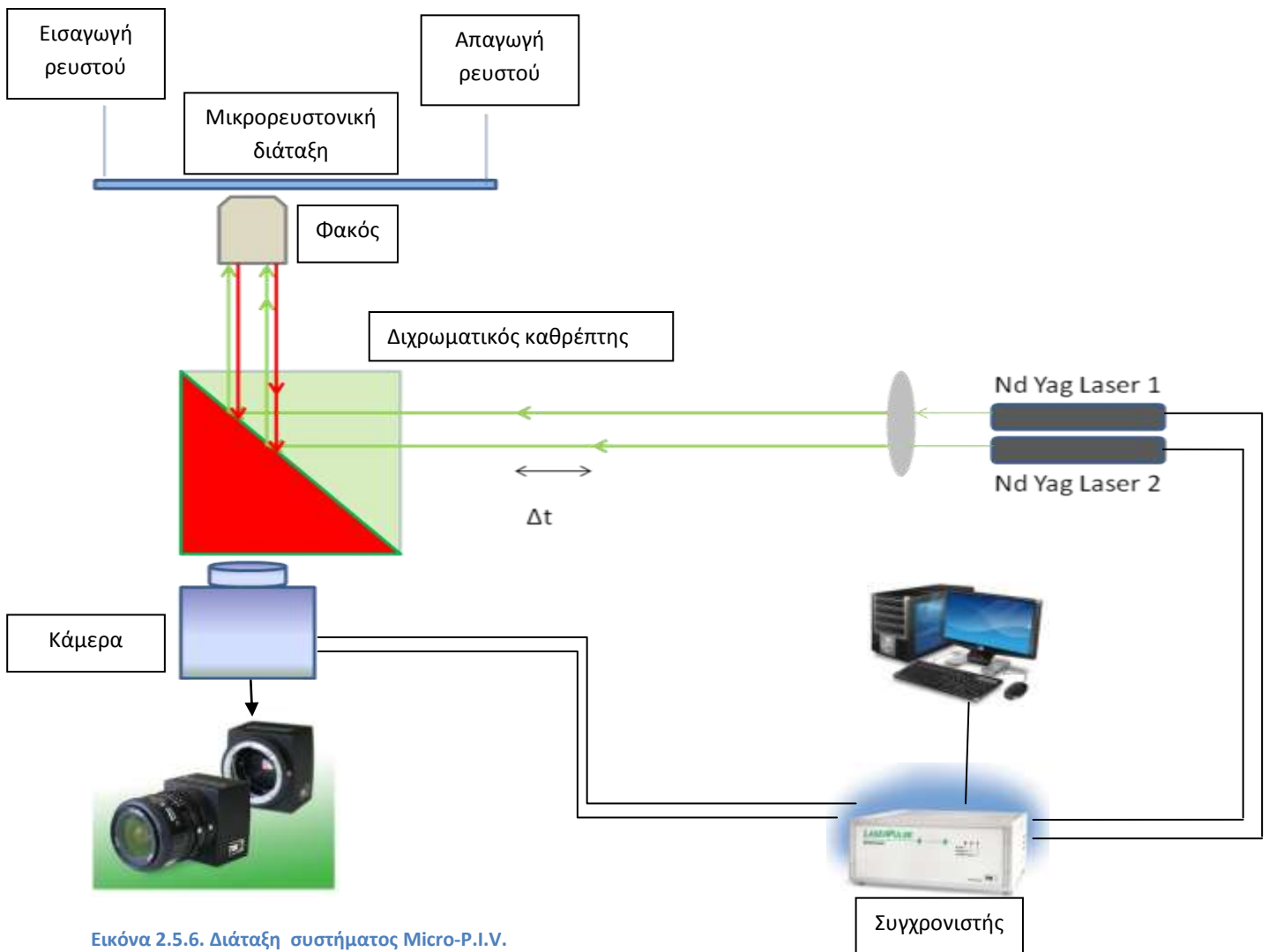
η ταχύτητα, Δx η μετατόπιση των σωματιδίων μιας μικρής περιοχής και Δt το χρονικό διάστημα λήψης των δυο εικόνων.

Ένα τυπικό σύστημα micro-P.I.V. περιλαμβάνει μία κάμερα, ένα μικροσκόπιο φθορισμού (ευθύ ή ανεστραμμένο), μια πηγή φωτός (συνήθως laser), οπτικούς φακούς και φωσφορίζοντα σωματίδια. 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 [86].



Εικόνα 2.5.5. Διαφορά μήκους κύματος μεταξύ διέγερσης (αριστερή καμπύλη) και εκπομπής (δεξιά καμπύλη) της φθορίζουσας ουσίας.



Εικόνα 2.5.6. Διάταξη συστήματος Micro-P.I.V.

2.5.2.2 Διαφορές της μεθόδου Micro P.I.V. σε σχέση με την P.I.V.

Σύμφωνα με τους Wereley et al. [87] (2002) υπάρχουν τρεις βασικές διαφοροποιήσεις της micro-P.I.V. από την μακροσκοπική P.I.V.:

- Δεδομένου ότι στη micro-P.I.V. απαιτείται η χρήση σωματιδίων διαμέτρου $< 2\mu\text{m}$, οι ανακλάσεις του φωτός δεν είναι επαρκείς λόγω του μικρού μεγέθους των σωματιδίων [88-90]. 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 (epi-illumination 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).

2.5.2.3 Ιστορική ανασκόπηση

Το πρώτο επιτυχές πείραμα micro-P.I.V. πραγματοποιήθηκε το 1998 από τον Santiago [89] και τον επόμενο χρόνο επαναλήφθηκε το ίδιο πείραμα με την διαφορά ότι αντί για συνεχή πηγή φωτισμού Hg-arc lamp χρησιμοποιήθηκε παλλόμενη πηγή laser Nd:YAG laser [91]. Παράλληλα, ένα από τα πρώτα πειράματα διεξήχθη από τους Koutsiaris et al. (1999) [92] με επιτυχή εξαγωγή αποτελεσμάτων της ταχύτητας της ροής. Το 2000 με την δημοσίευση των Olsen et al. [93] βρέθηκε τρόπος ώστε να μην συμπεριλαμβάνονται οι κινήσεις Brown στις μετρήσεις των ταχυτήτων και σε άλλη δημοσίευση τους [94] έθεσαν το πρόβλημα των σωματιδίων λόγω του ότι λαμβάνονται μετρήσεις σε όγκο και όχι σε επίπεδο με ανάπτυξη κατάλληλου αλγορίθμου ως επίλυση του προβλήματος. Το 2003 οι Devasenathipathy et al. [95] έκαναν σύγκριση των μεθόδων micro P.I.V. και PTV εξάγοντας συμπεράσματα για την αποτελεσματικότητα της μεθόδου.

2.5.3 Χαρακτηριστικά μεγέθη

2.5.3.1 Θόρυβος

Στην μέθοδο micro-P.I.V. στην οποία φωτίζεται όγκος (και όχι επίπεδο όπως στην μέθοδο 2D P.I.V.), όλα τα σωματίδια μέσα στον κώνο φωτισμού (ανεξάρτητα εάν είναι εντός ή εκτός εστίασης) φωτίζονται και επομένως εκπέμπουν φως το οποίο συνεισφέρει στο πεδίο εγγραφής της εικόνας. Πέρα από τα σωματίδια τα οποία είναι εντός του βάθους συσχέτισης 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.[96]

2.5.3.2 Μέγεθος σωματιδίων

Λόγω της διαφοράς πυκνοτήτων σωματιδίου-ρευστού, η διάμετρος των σωματιδίων πρέπει να είναι επαρκώς μικρή, 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 [93]. 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 φωσφοριζόντων 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. [97]

2.5.3.3 Συγκέντρωση σωματιδίων

Στην δημοσίευση των [96] μετρήθηκε ο λόγος σήματος – θορύβου (SNR) για τέσσερα διαφορετικά βάθη καναλιού και τέσσερις διαφορετικές συγκεντρώσεις σωματιδίων, δείχνοντας ότι υψηλότερος SNR επιτυγχάνεται μειώνοντας είτε το βάθος του καναλιού είτε τη συγκέντρωση των σωματιδίων. Σε περίπτωση που το εξεταζόμενο μικροκανάλι έχει σχεδιαστεί για να εξυπηρετήσει ένα συγκεκριμένο σκοπό, η γεωμετρία του καναλιού είναι προκαθορισμένη και έτσι το βάθος του καναλιού δεν μπορεί να αλλάξει. Επομένως, η συγκέντρωση των σωματιδίων είναι η μόνη προσαρμόσιμη παράμετρος.

Η λογική έχει ως εξής: 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 ο 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). [98]

2.5.3.4 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 την μαθηματική έκφραση να είναι η εξής (Inoue & Spring, 1997) [99]:

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

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..

2.5.3.5 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 επίπεδο 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 μέτρηση της ταχύτητας. Προκύπτει η σχέση για το βάθος συσχέτισης

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

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.[94] (2000) θα είναι

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

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 $f^{\#}$. Έτσι, 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 [100].

2.5.4 Μέθοδος επεξεργασίας

Στην κλασική μέθοδο P.I.V., οι εικόνες με τα σωματίδια υποδιαιρούνται σε ένα πλέγμα μικρότερων περιοχών (περιοχές συσχέτισης - interrogation regions), όπου κάθε μια περιοχή συσχετίζεται με την αντίστοιχη περιοχή της δεύτερης εικόνας από το ζεύγος εικόνων, και έτσι εξάγεται ένα διάνυσμα ταχύτητας. Στην μέθοδο micro P.I.V. η σχετικά μικρή ποσότητα σωματιδίων που είναι απαραίτητη ώστε να μην υπάρχει αυξημένος θόρυβος και έτσι η συγκέντρωση των σωματιδίων σε κάθε εικόνα είναι συχνά χαμηλή. Έτσι, θα πρέπει είτε

1. Να χρησιμοποιηθούν μεγάλα παράθυρα συσχέτισης που θα εμπερικλείουν αρκετά σωματίδια ώστε να ληφθεί καλή συσχέτιση, μειώνοντας έτσι την ανάλυση του συστήματος είτε

2. Χρήση παραθύρων αποδεκτών μεγεθών ώστε να διατηρείται η ανάλυση, ελαττώνοντας έτσι την ποσότητα των σωματιδίων μέσα στο κάθε παράθυρο.

Με την δεύτερη μέθοδο παράγεται ένα ελαττωματικό προφίλ ταχυτήτων λόγω της έλλειψης συσχετίσεων σωματιδίων και υψηλού θορύβου στις εικόνες [87]. Για να αποφευχθεί αυτός ο περιορισμός λαμβάνονται ειδικές τεχνικές συσχέτισης ή προεπεξεργασία των εικόνων της μεθόδου micro P.I.V..

Συνήθως ακολουθείται η μέθοδος όπου λαμβάνονται μικρότερα παράθυρα με κόστος να μην λαμβάνονται πάντα διανύσματα. Ένας τρόπος να αντιμετωπισθεί αυτό είναι η χρήση αλγόριθμου όπου τοποθετούνται διανύσματα στη ροή σύμφωνα με την πορεία των γειτονικών τους που εξήχθησαν μέσα από συσχετίσεις (image overlapping –η εντολή recursive filling του προγράμματος Insight 4G της TSI). Συνήθως ακολουθείται αυτός ο τρόπος αλλά με λήψη πολλαπλών εικόνων. Η μέθοδος συσχέτισης που χρησιμοποιείται κατά κόρον είναι η ετεροσυσχέτιση (cross correlation) η οποία δίνει καλύτερα αποτελέσματα από την αυτοσυσχέτιση (autocorrelation).

Η συνάρτηση ετεροσυσχέτισης

Ο υπολογισμός της ταχύτητας βασίζεται στη σύγκριση δυο εικόνων οι οποίες έχουν ληφθεί σε δυο διαφορετικές χρονικές στιγμές, χρονικής απόστασης dt . Η σύγκριση γίνεται με τη βοήθεια της συνάρτησης ετεροσυσχέτισης η οποία δίνεται από τον τύπο

$$\varphi(\tau_x, \tau_y) = \iint I_1(x, y) I_2(x + \tau_x, y + \tau_y) dx dy$$

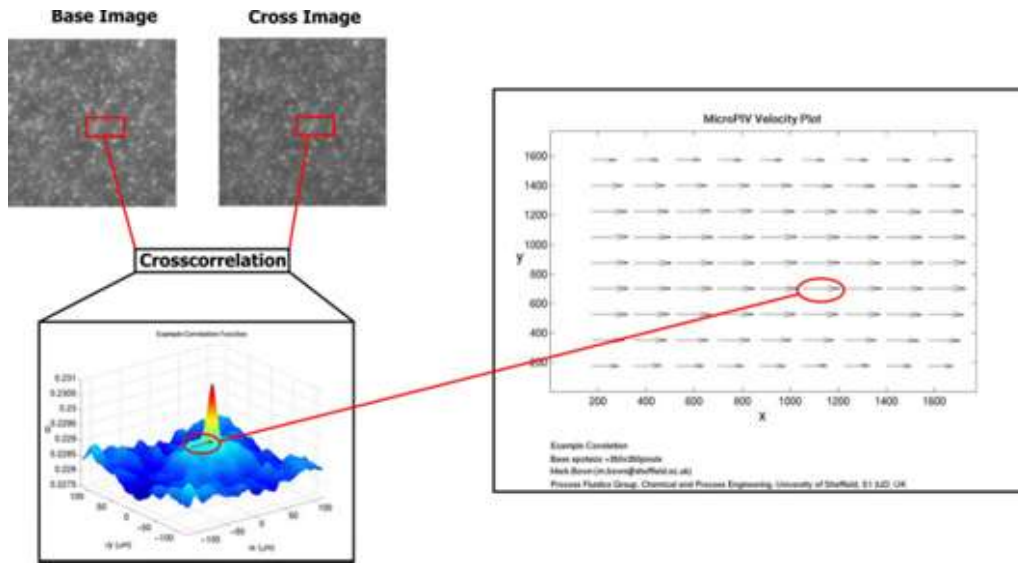
Όπου I_1 και I_2 είναι οι φωτεινότητες των δύο εικόνων. Η συνάρτηση αυτή παρουσιάζει ένα μέγιστο (αντί τριών της συνάρτησης αυτοσυσχέτισης) του οποίου η θέση αντιστοιχεί στο μέτρο και τη φορά της μέσης στατιστικώς μετατόπισης των σωματιδίων. Η μέθοδος αυτή πλεονεκτεί σε σύγκριση με την μέθοδο αυτοσυσχέτισης ως προς τον ταυτόχρονο υπολογισμό μέτρου και φοράς της ταχύτητας, αλλά μειονεκτεί ως προς τον χρόνο υπολογισμού γιατί απαιτούνται τρεις μετασχηματισμοί Fourier αντί για δύο που απαιτούνται για την αυτοσυσχέτιση [103].

Προσθετικές μέθοδοι για τον υπολογισμό της ταχύτητας

Όταν έχουμε σταθερή, μη μεταβατική και στρωτή ροή είναι δυνατόν να προσθέσουμε τα προφίλ που προκύπτουν μέσα από δείγμα πολλών εικόνων ώστε να συγκεντρωθούν αρκετά δεδομένα για την απόδοση ενός προφίλ.

Για την εκτίμηση του κάθε διανύσματος του κάθε παραθύρου συσχέτισης (interrogation window) του πεδίου ταχυτήτων είναι απαραίτητα τα εξής βήματα:

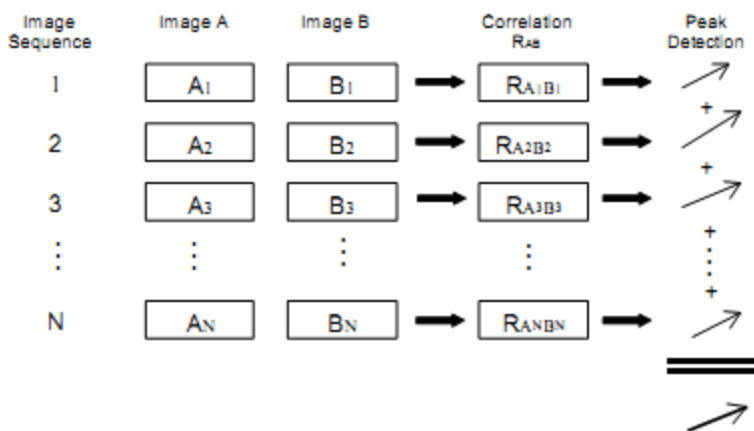
1. Λήψη των εικόνων με τα σωματίδια
2. Συσχέτιση των εικόνων με τα σωματίδια
3. Εντοπισμός του μέγιστου της προκύπτουσας συσχέτισης



Εικόνα 2.5.3. Μετά την λήψη των εικόνων, οι εικόνες χωρίζονται σε παράθυρα συσχέτισης και το κάθε παράθυρο συσχέτισης συσχετίζεται με το αντίστοιχο της επόμενης εικόνας δίνοντας έτσι ένα διάνυσμα ταχύτητας στη θέση αυτή.

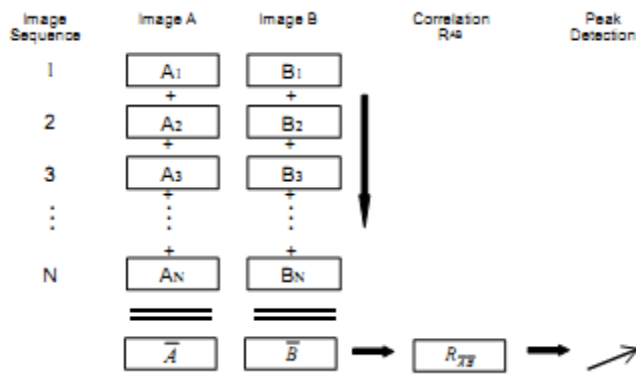
Υπάρχουν τρία είδη επεξεργασίας των δεδομένων της μεθόδου micro P.I.V., η μέθοδος μέσης ταχύτητας (average velocity method), η μέθοδος μέσης εικόνας (average image method) και η μέθοδος μέσης συσχέτισης (average correlation method).

Με την μέθοδο μέσης ταχύτητας λαμβάνονται ένα ζεύγος εικόνων, συσχετίζονται και εξάγεται ένα διάνυσμα ταχύτητας. Ύστερα, εφόσον έχει γίνει λήψη πολλών ζευγών, λαμβάνεται ένα μέσο όρο της ταχύτητας για κάθε παράθυρο συσχέτισης. Αυτή η μέθοδος πλεονεκτεί στο ότι μπορούν να ληφθούν στιγμιαία διανύσματα, κάτι που μπορεί να είναι χρήσιμο από φυσικής άποψης.



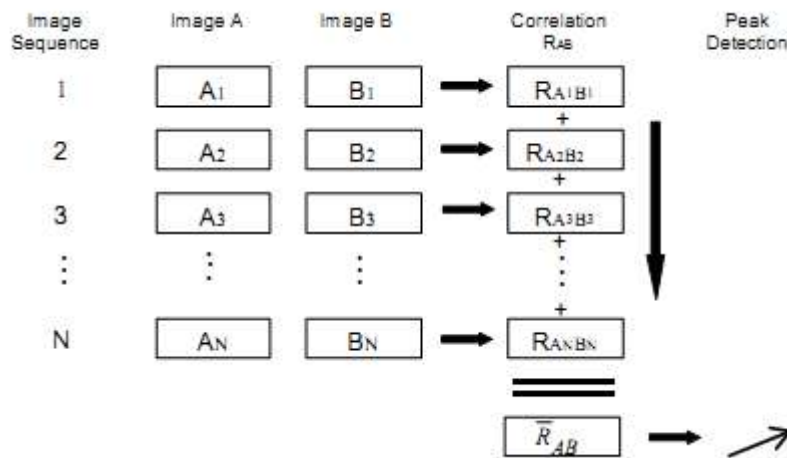
Εικόνα 2.5.4. Μέθοδος μέσης ταχύτητας

Με την μέθοδο μέσης εικόνας γίνεται δυνατή η αύξηση της πυκνότητας των σωματιδίων ανά παράθυρο συσχέτισης. Όμως υπερβολική προσθήκη εικόνων μπορεί να συμπεριλάβει πολλά σωματίδια ανά παράθυρο συσχέτισης και να μειωθεί τελικά η ορατότητα των σωματιδίων.



Εικόνα 2.5.5. Μέθοδος μέσης εικόνας

Με την μέθοδο μέθοδος μέσης συσχέτισης εξαγονται οι συναρτήσεις συσχέτισης σε κάθε εικόνα, ύστερα υπολογίζεται ένα μέσο όρο των συσχετίσεων αυτών και τέλος προσδιορίζεται η θέση του σήματος προς τον θόρυβο. Με αυτή τη μέθοδο ελαττώνεται ο θόρυβος που μπορεί να οδηγήσει σε ανακριβείς αποτελέσματα. [104]



Εικόνα 2.5.6. Μέθοδος μέσης συσχέτισης

Ensemble averaging

Οι Meinhart et al. (1999)[88] λόγω του μικρού αριθμού των σωματιδίων ανά σημείο συσχέτισης χρησιμοποίησαν την τεχνική της μέσης συσχέτισης που ονομάζεται ως ensemble averaging ώστε να επιτευχθεί λήψη μεγάλης ποιότητας σήματος. Η μέθοδος ensemble averaging βασίζεται στη μέθοδο άθροισης μέσης συσχέτισης. Η μέθοδος αυξάνει τον αριθμό των σωματιδίων ανά όγκο μέτρησης και παρέχει αρκετό σήμα έτσι ώστε οι μετρήσεις να είναι πιο αξιόπιστες

Παραπομπές 2^{ου} Κεφαλαίου

1. Forch, R., H. Schonherr, and A.T.A. Jenkins, *Surface Design: Applications in Bioscience and Nanotechnology*. 2009, Wiley VCH.
2. Gennes, P.G.d., F. Brochard-Wyart, and D. Quere, *Capillarity and Wetting Phenomena: Drops, Bubbles, Pearls, Waves*. 2003: Springer.
3. Gennes, P.G.d., *Wetting: statics and dynamics*. Reviews of Modern Physics, 1985. **57**(3).
4. Onda, T., et al., *Super-Water-Repellent Fractal Surfaces*. Langmuir, 1996. **12**(9): p. 2125-2127.
5. Barthlott, W. and C. Neinhuis, *Purity of the sacred lotus, or escape from contamination in biological surfaces*. Planta, 1997. **202**(1): p. 1-8.
6. Koch, K., B. Bhushan, and W. Barthlott, *Diversity of structure, morphology and wetting of plant surfaces*. Soft Matter, 2008. **4**(10): p. 1943-1963.
7. Bico, J., C. Marzolin, and D. Quéré, *Pearl drops*. EPL (Europhysics Letters), 1999. **47**(2): p. 220.
8. Chen, W., et al., *Ultrahydrophobic and ultralyophobic surfaces: some comments and examples*. Langmuir, 1999. **15**(10): p. 3395-3399.
9. Miwa, M., et al., *Effects of the Surface Roughness on Sliding Angles of Water Droplets on Superhydrophobic Surfaces*. Langmuir, 2000. **16**(13): p. 5754-5760.
10. Nakajima, A., K. Hashimoto, and T. Watanabe, *Recent Studies on Super-Hydrophobic Films*. Monatshefte für Chemie / Chemical Monthly, 2001. **132**(1): p. 31-41.
11. Tadanaga, K., et al., *Superhydrophobic-superhydrophilic micro-Patterning on flowerlike alumina coating film by the sol-gel method*. Chemistry of materials, 2000. **12**(3): p. 590-592.
12. Yoshimitsu, Z., et al., *Effects of Surface Structure on the Hydrophobicity and Sliding Behavior of Water Droplets*. Langmuir, 2002. **18**(15): p. 5818-5822.
13. Patankar, N.A., *On the Modeling of Hydrophobic Contact Angles on Rough Surfaces*. Langmuir, 2003. **19**(4): p. 1249-1253.
14. Bhushan, B. and Y. Chae Jung, *Wetting study of patterned surfaces for superhydrophobicity*. Ultramicroscopy, 2007. **107**(10): p. 1033-1041.
15. Shirtcliffe, N.J., et al., *Intrinsically superhydrophobic organosilica sol-gel foams*. Langmuir, 2003. **19**(14): p. 5626-5631.
16. Wang, X., et al., *Engineering biomimetic superhydrophobic surfaces of electrospun nanomaterials*. Nano Today, 2011. **6**(5): p. 510-530.
17. Basu, B.J. and V. Dinesh Kumar, *Fabrication of superhydrophobic nanocomposite coatings using polytetrafluoroethylene and silica nanoparticles*. ISRN Nanotechnology, 2011. **2011**.
18. Das, A., et al., *Superhydrophobic and conductive carbon nanofiber/PTFE composite coatings for EMI shielding*. Journal of Colloid and Interface Science, 2011. **353**(1): p. 311-315.
19. Das, A., et al., *Superoleophobic and conductive carbon nanofiber/fluoropolymer composite films*. Carbon, 2012. **50**(3): p. 1346-1354.
20. Liu, H., et al., *Reversible wettability of a chemical vapor deposition prepared ZnO film between superhydrophobicity and superhydrophilicity*. Langmuir, 2004. **20**(14): p. 5659-5661.
21. Guo, Z., et al., *Stable biomimetic super-hydrophobic engineering materials*. Journal of the American Chemical Society, 2005. **127**(45): p. 15670-15671.
22. Wang, D., et al., *In situ hydrothermal synthesis of nanolamellate CaTiO₃ with controllable structures and wettability*. Inorganic chemistry, 2007. **46**(19): p. 7707-7709.
23. Safaee, A., D. Sarkar, and M. Farzaneh, *Superhydrophobic properties of silver-coated films on copper surface by galvanic exchange reaction*. Applied Surface Science, 2008. **254**(8): p. 2493-2498.

24. Ramaratnam, K., et al., *Ultrahydrophobic textile surface via decorating fibers with monolayer of reactive nanoparticles and non-fluorinated polymer*. Chemical communications, 2007. **0**(43): p. 4510-4512.
25. Wu, D., et al., *Three-Level Biomimetic Rice-Leaf Surfaces with Controllable Anisotropic Sliding*. Advanced Functional Materials, 2011. **21**(15): p. 2927-2932.
26. Dong, J., et al., *Control of Superhydrophilic and Superhydrophobic Graphene Interface*. Scientific reports, 2013. **3**.
27. Bohren, C.F., *Absorption and scattering of light by small particles*: John Wiley & Sons, Incorporated.
28. Pazokian, H., et al., *Tailoring the wetting properties of polymers from highly hydrophilic to superhydrophobic using UV laser pulses*. Journal of Micromechanics and Microengineering, 2012. **22**(3): p. 035001.
29. Tserepi, A.D., M.-E. Vlachopoulou, and E. Gogolides, *Nanotexturing of poly(dimethylsiloxane) in plasmas for creating robust super-hydrophobic surfaces*. Nanotechnology, 2006. **17**(15): p. 3977.
30. Tsougeni, K., et al., *Nano-texturing of poly (methyl methacrylate) polymer using plasma processes and applications in wetting control and protein adsorption*. Microelectronic Engineering, 2009. **86**(4): p. 1424-1427.
31. Vourdas, N., A. Tserepi, and E. Gogolides, *Nanotextured super-hydrophobic transparent poly (methyl methacrylate) surfaces using high-density plasma processing*. Nanotechnology, 2007. **18**(12): p. 125304.
32. Palumbo, F., et al., *SuperHydrophobic and SuperHydrophilic Polycarbonate by Tailoring Chemistry and Nano-texture with Plasma Processing*. Plasma Processes and Polymers, 2011. **8**(2): p. 118-126.
33. Tsougeni, K., et al., *Mechanisms of oxygen plasma nanotexturing of organic polymer surfaces: from stable super hydrophilic to super hydrophobic surfaces*. Langmuir, 2009. **25**(19): p. 11748-11759.
34. Tsougeni, K., et al., *"Smart" polymeric microfluidics fabricated by plasma processing: controlled wetting, capillary filling and hydrophobic valving*. Lab on a Chip, 2010. **10**(4): p. 462-469.
35. Rios, P., et al., *Transparent ultra-hydrophobic surfaces*. Journal of adhesion science and technology, 2007. **21**(5-6): p. 399-408.
36. Zhang, B., J. Wang, and X. Zhang, *Effects of the Hierarchical Structure of Rough Solid Surfaces on the Wetting of Microdroplets*. Langmuir, 2013.
37. Tettey, K.E., M.I. Dafinone, and D. Lee, *Progress in Superhydrophilic Surface Development*. Materials Express, 2011. **1**(2): p. 89-104.
38. Τσουγένη, Α., *ΜΙΚΡΟ ΚΑΙ ΝΑΝΟ ΣΧΗΜΑΤΟΠΟΙΗΣΗ ΠΟΛΥΜΕΡΩΝ ΓΙΑ ΤΗΝ ΚΑΤΑΣΚΕΥΗ ΜΙΚΡΟ-ΑΝΑΛΥΤΙΚΩΝ ΔΙΑΤΑΞΕΩΝ*. 2010, .
39. Xia, D., et al., *Tailoring anisotropic wetting properties on submicrometer-scale periodic grooved surfaces*. Langmuir, 2010. **26**(4): p. 2700-2706.
40. Bayiati, P., et al., *Selective plasma-induced deposition of fluorocarbon films on metal surfaces for actuation in microfluidics*. Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films, 2004. **22**(4): p. 1546-1551.
41. Tserepi, A., et al., *Method for the fabrication of high surface area ratio and high aspect ratio surfaces on substrates*. 2006, Google Patents.
42. TSEREPI, A., et al., *METHOD FOR THE FABRICATION OF HIGH SURFACE AREA RATIO AND HIGH ASPECT RATIO SURFACES ON SUBSTRATES*. 2007, WO Patent 2,007,031,799.
43. Vourdas, N., et al., *Plasma processing for polymeric microfluidics fabrication and surface modification: Effect of super-hydrophobic walls on electroosmotic flow*. Microelectronic Engineering, 2008. **85**(5-6): p. 1124-1127.

44. Vourdas, N., et al., *Nano-textured polymer surfaces with controlled wetting and optical properties using plasma processing*. International Journal of Nanotechnology, 2009. **6**(1): p. 196-207.
45. Gnanappa, A.K., et al., *Hierarchical, Plasma Nanotextured, Robust Superamphiphobic Polymeric Surfaces Structurally Stabilized Through a Wetting–drying Cycle*. Plasma Processes and Polymers, 2012. **9**(3): p. 304-315.
46. Papageorgiou, D., et al., *Superhydrophobic, hierarchical, plasma-nanotextured polymeric microchannels sustaining high-pressure flows*. Microfluidics and Nanofluidics, 2013. **14**(1-2): p. 247-255.
47. Tsougeni, K., Ellinas, K., Glynou, A., Christoforidis, T., Mathioulakis, D. , Tserepi, A. , Gogolides E. , , *FLOW STUDY IN RANDOMLY-ROUGH SUPERHYDROPHILIC, AND SUPERHYDROPHOBIC PLASMA-NANOTEXTURED MICRO-CHANNELS USING MICRO-P.I.V.*. 2012.
48. Jokinen, V., P. Suvanto, and S. Franssila, *Oxygen and nitrogen plasma hydrophilization and hydrophobic recovery of polymers*. Biomicrofluidics, 2012. **6**(1): p. 16501-1650110.
49. Morra, M., et al., *On the aging of oxygen plasma-treated polydimethylsiloxane surfaces*. Journal of Colloid and Interface Science, 1990. **137**(1): p. 11-24.
50. Woodward, I., et al., *Super-hydrophobic surfaces produced by plasma fluorination of polybutadiene films*. Langmuir, 2003. **19**(8): p. 3432-3438.
51. Youngblood, J.P. and T.J. McCarthy, *Ultrahydrophobic polymer surfaces prepared by simultaneous ablation of polypropylene and sputtering of poly (tetrafluoroethylene) using radio frequency plasma*. Macromolecules, 1999. **32**(20): p. 6800-6806.
52. Teshima, K., et al., *Transparent ultra water-repellent poly (ethylene terephthalate) substrates fabricated by oxygen plasma treatment and subsequent hydrophobic coating*. Applied Surface Science, 2005. **244**(1): p. 619-622.
53. Powell, H.M. and J.J. Lannutti, *Nanofibrillar surfaces via reactive ion etching*. Langmuir, 2003. **19**(21): p. 9071-9078.
54. Di Mundo, R., F. Palumbo, and R. d'Agostino, *Nanotexturing of polystyrene surface in fluorocarbon plasmas: From sticky to slippery superhydrophobicity*. Langmuir, 2008. **24**(9): p. 5044-5051.
55. Fresnais, J., J. Chapel, and F. Poncin-Epaillard, *Synthesis of transparent superhydrophobic polyethylene surfaces*. Surface and Coatings Technology, 2006. **200**(18): p. 5296-5305.
56. Wohlfart, E., et al., *Nanofibrillar patterns by plasma etching: The influence of polymer crystallinity and orientation in surface morphology*. Macromolecules, 2010. **43**(23): p. 9908-9917.
57. Guckenberger, D.J., et al., *Induced hydrophobic recovery of oxygen plasma-treated surfaces*. Lab on a Chip, 2012. **12**(13): p. 2317-2321.
58. Tabeling, P., *Introduction to microfluidics*. 2005: OUP Oxford.
59. LIOU, F. and Y. Fang, *Microfluid mechanics: Principles & mode ling,(Nanoscience & technology series)*. 2005.
60. Τσαγγάρης, Σ., *Μηχανική των Ρευστών*.
61. Koo, J. and C. Kleinstreuer, *Liquid flow in microchannels: experimental observations and computational analyses of microfluidics effects*. Journal of Micromechanics and Microengineering, 2003. **13**(5): p. 568.
62. Ho, C.-M. and Y.-C. Tai, *MICRO-ELECTRO-MECHANICAL-SYSTEMS (MEMS) AND FLUID FLOWS*. Annu. Rev. Fluid Mech, 1998. **30**: p. 579-612.
63. Bayraktar, T. and S.B. Pidugu, *Characterization of liquid flows in microfluidic systems*. International Journal of Heat and Mass Transfer, 2006. **49**(5): p. 815-824.

64. Ghosal, S., *Department of Mechanical Engineering, Northwestern University 2145 Sheridan Road, Evanston, IL 60208.*
65. Kirby, B., *Micro-and nanoscale fluid mechanics.* 2010: Cambridge University Press.
66. Neto, C., et al., *Boundary slip in Newtonian liquids: a review of experimental studies.* Reports on Progress in Physics, 2005. **68**(12): p. 2859.
67. Nguyen, N.-T. and S.T. Wereley, *Fundamentals and applications of microfluidics.* 2002: Artech House Publishers.
68. Τσερέπη, Α., *Μικρορρευστονικά συστήματα - Τεχνολογία κατασκευής και εφαρμογές στη μικρο-ανάλυση.* 2011.
69. Bruus, H., *Theoretical microfluidics.* MIC-Department of micro and Nanotechnology, Technical University of Denmark, 2005. **2**.
70. Squires, T.M. and S.R. Quake, *Microfluidics: Fluid physics at the nanoliter scale.* Reviews of Modern Physics, 2005. **77**(3): p. 977.
71. Berthier, J. and P. Silberzan, *Microfluidics for biotechnology.* 2010: Artech House.
72. Becker, H. and L.E. Locascio, *Polymer microfluidic devices.* Talanta, 2002. **56**(2): p. 267-287.
73. Μαλαίνου, Α., *Μικροαναλυτική Διάταξη Αέριας χρωματογραφίας με πολυδιμεθυλική σιλικόνη ως δομικό υλικό και λειτουργικό στοιχείο της μικροστήλης* 2006.
74. Lee, S.-J.J. and N. Sundararajan, *Microfabrication for microfluidics.* 2010: Artech House.
75. Becker, H. and U. Heim, *Hot embossing as a method for the fabrication of polymer high aspect ratio structures.* Sensors and Actuators A: Physical, 2000. **83**(1-3): p. 130-135.
76. Κλώνος, Π., *ΜΟΡΙΑΚΗ ΔΥΝΑΜΙΚΗ ΚΑΙ ΑΛΛΑΓΕΣ ΦΑΣΗΣ ΣΕ ΠΟΛΥΜΕΡΗ ΠΡΟΣΡΟΦΗΜΕΝΑ ΣΕ ΝΑΝΟΣΩΜΑΤΙΔΙΑ ΟΞΕΙΔΙΩΝ.* 2009.
77. ΤΣΟΥΚΑΛΑΣ, Δ., *ΜΙΚΡΟ-NANO ΑΙΣΘΗΤΗΡΕΣ.* 2000.
78. Franssila, S., *Introduction to Microfabrication,* ed. Wiley. 2004.
79. Seidel, H., *Anisotropic Etching of Crystalline Silicon in Alkaline Solutions.* J. Electrochem. Soc, 1990. **137**(11).
80. Becker, H. and U. Heim. *Silicon as tool material for polymer hot embossing.* in *Micro Electro Mechanical Systems, 1999. MEMS'99. Twelfth IEEE International Conference on.* 1999: IEEE.
81. Sum Huan, N., R.T. Tjeung, and W. Zhenfeng. *Hot embossing on polymethyl methacrylate.* in *Electronics Packaging Technology Conference, 2006. EPTC '06. 8th.* 2006.
82. Tsao, C.-W. and D.L. DeVoe, *Bonding of thermoplastic polymer microfluidics.* Microfluidics and Nanofluidics, 2009. **6**(1): p. 1-16.
83. Adrian, R.J., *Twenty years of particle image velocimetry.* Experiments in Fluids, 2005. **39**(2): p. 159-169.
84. Grant, I., *Particle Image Velocimetry: A review.* 1997.
85. Bremner, M.D., Hutcheson, V. Florence, Stead, J. Daniel, *Methodology for the Elimination of Reflection and System Vibration Effects in Particle Image Velocimetry Data Processing.* 2005.
86. Γλυνού, Α., *ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΜΕΛΕΤΗ ΡΟΗΣ ΣΕ ΥΔΡΟΦΙΛΕΣ ΚΑΙ ΥΔΡΟΦΟΒΕΣ ΕΠΙΦΑΝΕΙΕΣ ΜΙΚΡΟΚΑΝΑΛΙΩΝ ΜΕ ΧΡΗΣΗ ΤΗΣ ΤΕΧΝΙΚΗΣ micro-P.I.V..* 2012.
87. Wereley, S., L. Gui, and C. Meinhart, *Advanced algorithms for microscale particle image velocimetry.* Aiaa Journal, 2002. **40**(6): p. 1047-1055.
88. Meinhart, C., S. Wereley, and J. Santiago, *P.I.V. measurements of a microchannel flow.* Experiments in Fluids, 1999. **27**(5): p. 414-419.
89. Santiago, J., et al., *A particle image velocimetry system for microfluidics.* Experiments in Fluids, 1998. **25**(4): p. 316-319.
90. Prasad, A., et al., *Effect of resolution on the speed and accuracy of particle image velocimetry interrogation.* Experiments in Fluids, 1992. **13**(2-3): p. 105-116.

91. Meinhart, C.D., Wereley S.T., Santiago J.G., *P.I.V. measurements of a microchannel flow*. Experiments in Fluids 1999. **27**: p. 414-419.
92. Koutsiaris, A.G., D.S. Mathioulakis, and S. Tsangaris, *Microscope P.I.V. for velocity-field measurement of particle suspensions flowing inside glass capillaries*. Measurement Science and Technology, 1999. **10**(11): p. 1037-1046.
93. Olsen, M.G. and R.J. Adrian, *Brownian motion and correlation in particle image velocimetry*. Optics & Laser Technology, 2000. **32**(7): p. 621-627.
94. 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.
95. Devasenathipathy, S., et al., *Particle imaging techniques for microfabricated fluidic systems*. Experiments in Fluids, 2003. **34**(4): p. 504-514.
96. Meinhart, C., S. Wereley, and M. Gray, *Volume illumination for two-dimensional particle image velocimetry*. Measurement Science and Technology, 2000. **11**(6): p. 809.
97. MIELNIK, M.M., *Micro-P.I.V. and its application to some BioMEMS related microfluidic flows*. 2005.
98. MIELNIK, M.M. and L.R. SAETRAN, *Micro particle image velocimetry—an overview*. Turbulence, 2004. **10**: p. 83-90.
99. Inoué, S. and K.R. Spring, *Video Microscopy: The Fundamentals (The Language of Science)*. 1997, Plenum, New York.
100. Bourdon, C.J., M.G. Olsen, 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.
101. Meinhart, C.D. and S.T. Wereley, *The theory of diffraction-limited resolution in micro-Particle image velocimetry*. Measurement Science and Technology, 2003. **14**(7): p. 1047.
102. Bourdon, C.J., M.G. Olsen, and A.D. Gorby, *The depth of correlation in micro-P.I.V. for high numerical aperture and immersion objectives*. Journal of fluids engineering, 2006. **128**(4): p. 883-886.
103. Μαθιουλάκης, Δ., Σ., *ΤΕΧΝΙΚΕΣ ΜΕΤΡΗΣΕΙΣ ΠΕΥΣΤΟΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΜΕΓΕΘΩΝ*. 2006.
104. Meinhart, C.D., S.T. Wereley, and J.G. Santiago, *A P.I.V. algorithm for estimating time-averaged velocity fields*. Journal of Fluids Engineering, Transactions of the ASME, 2000. **122**(2): p. 285-289.

Κεφάλαιο 3 – Μετρήσεις ροής σε μικροκανάλια

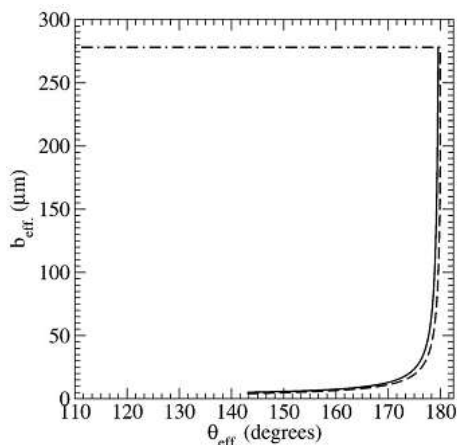
Πολλές θεωρητικές μελέτες σχετικά με την θερμοδυναμική των υγρών και των διεπιφανειών οδήγησαν στην μελέτη των ρευστών στην μικροκλίμακα τις περασμένες δεκαετίες, δίνοντας παράλληλα ιδιαίτερη έμφαση στα τεχνολογικά τους οφέλη. Λόγω του αυξημένου ενδιαφέροντος για ροές σε μικροκανάλια, τα τελευταία χρόνια έχουν δημοσιευθεί πολλές εργασίες με θεωρητικούς υπολογισμούς, προσομοιώσεις και πειράματα.

Στο κεφάλαιο αυτό γίνεται βιβλιογραφική ανασκόπηση δημοσιεύσεων με αντικείμενο τις ροές σε μικροκανάλια με ιδιαίτερη έμφαση στα μικροκανάλια με υδροφοβικά και υδροφιλικά τοιχώματα. Οι θεωρητικές προσεγγίσεις που περιγράφονται στην παράγραφο 3.1 εστιάζονται σε προσομοιώσεις κυρίως με τη μέθοδο lattice Boltzmann, ενώ τα πειράματα που αναφέρονται στην παράγραφο 3.2 αφορούν μετρήσεις κατανομών ταχύτητας με την μέθοδο micro P.I.V., μετρήσεις με παροχόμετρα και σε μετρήσεις πτώσης πίεσης.

3.1 Θεωρητικές προσεγγίσεις

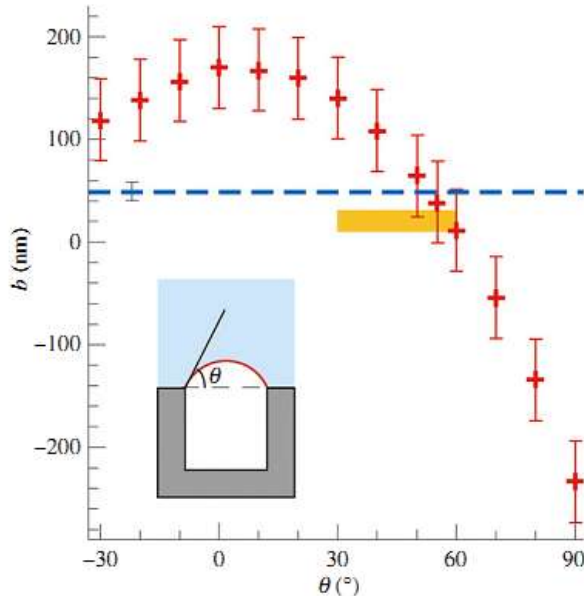
Στην παράγραφο αυτή παρουσιάζονται διάφορα μοντέλα για να προσομοιωθεί η τραχύτητα σε υπερυδροφόβα μικροκανάλια. Στα περισσότερα μοντέλα χρησιμοποιήθηκε τραχύτητα με τετραγωνικές πτυχώσεις και μελετήθηκε η ροή ρευστού πάνω σε αυτές. Θεωρείται ότι στις πτυχώσεις αυτές εγκλωβίζεται αέρας, φαινόμενο που συμβαίνει σε υπερυδροφόβες επιφάνειες.

Οι Joseph et al. (2006)[1] πραγματοποίησαν μια ανάλυση των ιδιοτήτων τριβής υπερυδροφοβικών επιφανειών συναρτήσει των γεωμετρικών τους χαρακτηριστικών. Έδειξαν ότι σε επιφάνεια από μικροκλώνες ύψους 5μm που στοιχίζονται σε τετραγωνικό πλέγμα με μια μεταξύ τους απόσταση 5μm, το μήκος ολίσθησης αυξάνεται με μεγάλο ρυθμό όταν η γωνία επαφής πλησιάζει και υπερβεί τις 176° λαμβάνοντας μια τιμή 260μm για γωνία επαφής 180°.



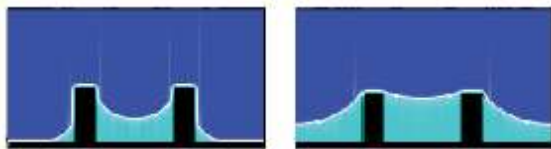
Εικόνα 3.1.1 Διάγραμμα που απεικονίζει την αύξηση του μήκους ολίσθησης κατά την αλλαγή της γωνίας επαφής σύμφωνα με τους Joseph et al. 2006[1].

Οι Steinberger, Cottin-Bizonne et al. (2007) [2] εξέτασαν την επίδραση του σχήματος των μηνίσκων (της γωνίας επαφής του αέρα στις πτυχώσεις) στο μήκος ολίσθησης μέσω αριθμητικών υπολογισμών. Βρέθηκε ότι η μείωση του μήκους ολίσθησης οφείλεται στην καμπυλότητα του μηνίσκου. Επίσης, παρατηρήθηκε μεγάλη μείωση του μήκους ολίσθησης για μηνίσκους με γωνίες επαφής μεγαλύτερες από 45° (Εικόνα 3.1.2).



Εικόνα 3.1.2 Επίδραση του σχήματος του μηνίσκου στο μήκος ολίσθησης [2].

Οι Sbragaglia et al. (2006) [3] εφάρμοσαν τη μέθοδο lattice Boltzmann για την προσομοίωση ρευστών στην περιοχή των μικροδομημένων υδροφοβικών επιφανειών για την εξαγωγή κάποιου συμπεράσματος σχετικά με τον εγκλωβισμό αέρα στις πτυχώσεις υδρόφοβων επιφανειών.

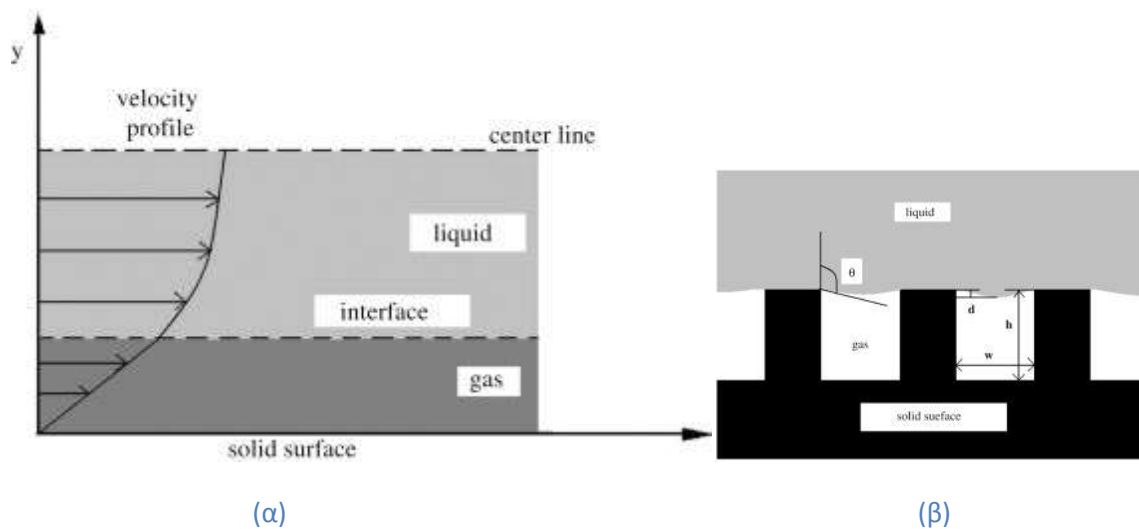


Εικόνα 3.1.3 Εικόνες από την προσομοίωση των υδρόφοβων αυλακώσεων από την εργασία των Sbragaglia et al. 2006[3]

Σε μια παρόμοια εργασία οι Samaha et al. (2011)[4] βρήκαν τα ίδια αποτελέσματα αναπτύσσοντας έναν δικό τους αλγόριθμο. Τα αποτελέσματα έδειξαν ότι η πτώση πίεσης ελατώνεται με αύξηση της ποσότητας του εγκλωβιζόμενου στις πτυχώσεις αέρα.

Στην εργασία των Cui, Li et al. (2011) [5] πραγματοποιήθηκαν αναλύσεις με τη μέθοδο Lattice Boltzmann όπου μελετήθηκε ο μηχανισμός της ελάττωσης της αντίστασης της ροής. Συγκεκριμένα εξήχθη ότι:

- Στις λείες επιφάνειες το νερό προσκολλάται στο υδρόφιλο τοίχωμα, ενώ στα υδρόφοβα παρατηρείται ένα λεπτό φιλμ αέρα μεταξύ του τοιχώματος και του υγρού. Αυτό έχει ως αποτέλεσμα την ανάπτυξη ταχύτητας ολίσθησης στην διεπιφάνεια ενώ παράλληλα η διεπιφάνεια υγρού/ στερεού αντικαθίσταται από την διεπιφάνεια αέρα/υγρού προκαλώντας μείωση της πτώσης πίεσης.
- Στην τραχιά επιφάνεια το υγρό παγιδεύεται στις αυλακώσεις του υδρόφιλου τοιχώματος ενώ περνά πάνω από τις πτυχώσεις στην περίπτωση υπερυδρόφιλων τοιχωμάτων. Ενώ η περιοχή επαφής μεταξύ της υγρής και της στερεής επιφάνειας είναι στα υδρόφιλα τοιχώματα αυξημένη, στα υδρόφοβα τραχιά τοιχώματα αυτή είναι μειωμένη. Επομένως, η τραχύτητα επιδρά στην αύξηση της πτώσης πίεσης των υπερυδρόφιλων επιφανειών και την μείωσή της στις υπερυδροφοβικές επιφάνειες.



Εικόνα 3.1.4 Απεικονίζεται το προφίλ ταχύτητας κατά την ροή του πάνω στις αυλακώσεις (α). Το προφίλ ταχύτητας 'κόβεται' από τον αέρα που παγιδεύεται στην δομή των μικροκαναλιών, το οποίο επιφέρει ταχύτητα ολίσθησης πάνω στο επίπεδο των αυλακώσεων (β) [5]

Οι Raisi, Ghasemi et al. (2011) [6] μοντελοποίησαν τη ροή νανορευστού με σωματίδια χαλκού σε μικροκάναλι και την θερμική τους συμπεριφορά. Καθώς η ταχύτητα ολίσθησης αυξάνεται, η ταχύτητα ροής στο κέντρο μειώνεται ως αποτέλεσμα της διατήρησης της μάζας χωρίς να αλλάζει η θερμοκρασία για αριθμούς Reynolds κάτω του 10. Η θερμοκρασία αλλάζει μόνο με την αύξηση του αριθμού Reynolds. Τα αποτελέσματά τους αποδεικνύουν ότι το θερμοκρασιακό προφίλ δεν εξαρτάται από την ολίσθηση στα τοιχώματα για αριθμούς Re κάτω του 10 ενώ η εξάρτηση της ολίσθησης από τον αριθμό Nu γίνεται εμφανής σε μεγάλους αριθμούς Re.

3.2 Πειραματικές μετρήσεις

3.2.1 Μέτρηση κατανομών ταχυτήτων

Μια από τις πρώτες πειραματικές διατάξεις για την ανίχνευση της ολίσθησης της ροής στα τοιχώματα έγινε από τους Watanabe et al. (1998) [7] όπου χρησιμοποιήθηκε σωλήνας τετραγωνικής διατομής με υδατοαπωθητικά τοιχώματα με διαστάσεις 15×15×2000mm. Έγινε χρήση νερού και διαλύματος νερού-γλυκερόλης για διάφορους αριθμούς Reynolds χρησιμοποιώντας την ανεμομετρία θερμού νήματος για τη μέτρηση ταχυτήτων. Βρέθηκε ότι ισχύει η συνθήκη του Navier για τα νευτώνια υγρά, αφού οι ταχύτητες ολίσθησης συμφωνούν με τους θεωρητικούς υπολογισμούς. Τα επόμενα πειράματα της ερευνητικής ομάδας έδειξαν ότι σε έναν σωλήνα διαμέτρου 12mm η ελάττωση αντίστασης ροής νερού ανέρχεται περίπου στο 14% [8].

Στην συνέχεια παρουσιάζονται εργασίες στις οποίες γίνεται χρήση της μετρητικής τεχνικής *micro P.I.V.* η οποία παρουσιάζει αξιόπιστα αποτελέσματα σε μετρήσεις μικροροών.

*Μετρήσεις με τη μέθοδο *micro-P.I.V.**

Οι Tretheway and Meinhardt 2002 [9] εφάρμοσαν την μέθοδο *micro-P.I.V.* σε μικροκανάλια ορθογώνιας διατομής 30×300 μm² επικαλυμμένα με ένα παχύ υδρόφοβο (octadecyltrichlorosilane) στρώμα που παρουσιάζει γωνία επαφής 120°. Οι μετρήσεις των κατανομών της ταχύτητας με την τεχνική *micro-P.I.V.* έγιναν με διάταξη που περιλάμβανε αντικειμενικό φακό 60x και NA=1,4, ενώ τα χρησιμοποιηθέντα φθορίζοντα σωματίδια είχαν μέση διάμετρο 300nm. Παρατηρήθηκε ταχύτητα ολίσθησης στα τοιχώματα του καναλιού περίπου 10% της μέγιστης ταχύτητας και μήκος ολίσθησης περίπου 1μm. Ύστερα έγινε επιβεβαίωση των πειραματικών αυτών δεδομένων από θεωρητικούς υπολογισμούς με χρήση της μεθόδου lattice Boltzmann [10].

Το 2005 οι Joseph et al. [11] εφάρμοσαν τη μέθοδο *P.I.V.* προκειμένου να μετρήσουν προφίλ ταχύτητας σε λεία υδρόφιλα και υδρόφοβα μικροκανάλια. Οι διαστάσεις των μικροκαναλιών ήταν 10μm×100μm×1cm κατασκευασμένα από PDMS. Για τα υδρόφοβα κανάλια η γωνία επαφής είναι 95°. Η πειραματική διάταξη αποτελείται από φακό 100x και NA=1,3 με χρήση σωματιδίων 100nm ή 200nm. Το παράθυρο συσχέτισης που χρησιμοποιήθηκε ήταν 12μm×25μm με χρήση 25 ζευγαριών εικόνων. Αναφέρεται ότι το μήκος ολίσθησης είναι μικρότερο από 100nm.

Το 2008 οι Byun et al. [12] κατασκεύασαν υδρόφιλα ορθογώνια μικροκανάλια από γυαλί με βάθος 200 μm, και υδρόφοβα μικροκανάλια από PDMS με 200 μm πλάτος και βάθος 50μm. Στα υδρόφοβα μικροκανάλια αναπτύχθηκαν αυλακώσεις και παρατηρήθηκαν γωνίες επαφής περίπου 140°. Έγινε χρήση συστήματος *micro-P.I.V.* με φακό 60x και NA=1,515, ανάλυση 2,78×3,08μm² με χρήση φθορίζοντων σωματιδίων 1μm. Οι αυλακώσεις των υδρόφοβων καναλιών μεταβάλλονταν και σε μια διερεύνηση μεγέθους των αυλακώσεων και παροχής της ροής εντοπίστηκαν μήκη ολίσθησης από 0,4μm έως 5,4μm.

Οι Tsai et al. (2009) [13] ανίχνευσαν στρωτές ροές σε υπερυδρόφοβα μικροκανάλια με τη μέθοδο **micro P.I.V.**. Τα μικροκανάλια αποτελούνται από οριζόντιες διαμήκεις αυλακώσεις κατασκευασμένα από πολυμερή μήκους 40 mm, ύψους 50 μm, και πλάτους 320 μm. Έγινε διερεύνηση για διάφορα εύρη

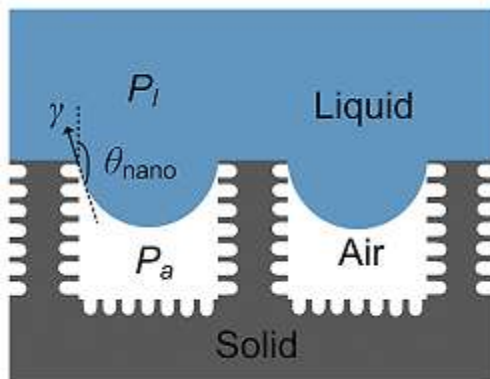
αυλακίων. Τα μικροκανάλια αυτά χαρακτηρίζονται ως υδρόφοβα στις τρεις πλευρές που βρίσκεται το πολυμερές με γωνίες επαφής $120-127^\circ$, και υδρόφιλα στην μια πλευρά που σφραγίζεται το κανάλι με γυαλί. Η πειραματική διάταξη αποτελείται από φακό $100\times$ με $NA=1,4$ και ακολουθήθηκε η μέθοδος επεξεργασίας ensemble averaging για 150-200 ζεύγη εικόνων. Παρατηρήθηκε μήκος ολίσθησης 200nm στην υδρόφοβη πλευρά που βρίσκονται οι αυλακώσεις.

Οι Woolford et al. (2009)[14] δημιούργησαν πτυχώσεις πάχους $4\mu\text{m}$ και βάθους $20\mu\text{m}$ οι οποίες βρίσκονται σε απόσταση $32\mu\text{m}$ με χρήση εγχάραξης πλάσματος σε πυρίτιο. Στο πυρίτιο εναποτίθεται αλουμίνιο για διευκόλυνση εναπόθεσης φθοροπολυμερούς ώστε να καταστεί η επιφάνεια υδροφοβική. Η γωνία επαφής στην επιφάνεια με τις πτυχώσεις είναι 154° στην κατά μήκος διεύθυνση των πτυχώσεων και 160° στην κάθετη της διεύθυνση. Έγινε μέτρηση της ροής με χρήση της μεθόδου μPIV και παράλληλα της πτώσης πίεσης για αριθμούς Reynolds μεταξύ 4000 και 10000 . Η υδραυλική διάμετρος των μικροκαναλιών ήταν $8,2\text{mm}$. Βρέθηκε ότι η πλευρά με τις πτυχώσεις παρουσίαζε μειώσεις αντίστασης περίπου 11% .

3.3.2 Μετρήσεις με ροπόμετρο

Οι Li et al. (2009) [15] μέτρησαν με χρήση ροπομέτρου το μήκος ολίσθησης κατά τη ροή υγρού (70% γλυκερίνη) πάνω σε υπερυδρόφοβες επιφάνειες με γωνία επαφής 157° . Με το ροπόμετρο μετράται η ροπή από την οποία εξήχθησαν συμπεράσματα για το μήκος ολίσθησης το οποίο βρέθηκε ότι ανέρχεται σε $40\mu\text{m}$ για ένα εύρος ρυθμών διάτμησης από περίπου 10 έως 100s^{-1} .

Στην εργασία των Lee et al. (2009) [16] αναφέρεται το μεγαλύτερο μήκος ολίσθησης σε μικρορευστονικές διατάξεις. Γίνεται χρήση δισκίων πυρίτιου που με εγχάραξη πλάσματος καταλήγουν σε κάθετες ανισοτροπικές μικροκολόνες μεγάλου λόγου ύψους ($50-230\mu\text{m}$) προς πλάτος ($4-9\mu\text{m}$). Ύστερα γίνεται επίστρωση χρυσού ο οποίος δρα με τα τοιχώματα και αφαιρείται, έχοντας δημιουργήσει την κατάλληλη ιεραρχική δομή που χρειάζεται. Χρησιμοποιώντας ροπόμετρο βρέθηκε ότι αναπτύσσεται μήκος ολίσθησης **$400\mu\text{m}$** , αρκετά μεγάλο ώστε να έχει επίδραση και σε μακροκλίμακες. Αυτό οφείλεται στο μεγάλο ποσοστό που καταλαμβάνει ο αέρας ανάμεσα στις μικροκολόνες οι οποίες απέχουν μεταξύ τους $50\mu\text{m}$. Τέτοια δομή χαρακτηρίζεται ως υπερυδρόφοβη με γωνία επαφής 150° .



Εικόνα 3.2.1 Η δομή των ανισότροπων μικροκολόνων που αναπτύχθηκαν από τους Lee et al. 2009[16].

3.3.3 Μετρήσεις πτώσης πίεσης

Οι Ou, Perot et al. (2004) [17] παρατήρησαν αύξηση της **πτώσης πίεσης** με αύξηση της παροχής της ροής. Τα μικροκανάλια έχουν ορθογώνια διατομή με πάχος μεταξύ 76 μm-254 μm από πλαστικό και σταθερό λόγο βάρους προς ύψος ίσο με 20. Το μικροκάνάλι σφραγίστηκε με γυαλί το οποίο είναι λείο και υδρόφιλο και επιτρέπει να περάσει το φως. Παρατηρήθηκε μείωση της πτώσης πίεσης έως και 40% και μήκος ολίσθησης μεγαλύτερο από 20 μm στα υπερυδροφόβα μικροκανάλια (επίστρωση 1,1,2,2-tetrahydrodecyldimethylchlorosilane και γωνίες επαφής 130°-174°).

Σε μια ύστερη εργασία των Ou et al. (2005)[18] μετρήθηκε η ταχύτητα και η πτώση πίεσης σε υπερυδροφόβα μικροκανάλια κατασκευασμένα με πυρίτιο. Συγκεκριμένα, για την κατασκευή των μικροκαναλιών δημιουργήθηκαν πτυχωσεις στο κανάλι με λιθογραφία οι οποίες καλύφθηκαν μέσω χημικών αντιδράσεων με οργανική σιλάνη. Παρουσιάστηκε ολίσθηση στην διεπιφάνεια αέρα – νερού η οποία δρα ως ο πρωταρχικός μηχανισμός για την εμφανιζόμενη ελάττωση της οπισθέλκουσας για υπερυδροφώβες ροές.

Το 2010 έγινε μέτρηση της πτώσης πίεσης από τους Carlborg et al. [19]. Τα μικροκανάλια που χρησιμοποιήθηκαν είχαν διαστάσεις, βάθος $h=60$ μm, πλάτος $w=30$ μm ($D_h=40$ μm), και μήκος $l=1.2$ mm και ήταν κατασκευασμένα από πυρίτιο. Έγινε χρήση μιας δομής ώστε να ελαττώνεται η πτώση πίεσης κατά την αύξηση της παροχής στο ένα μικροκάνάλι και το άλλο μικροκάνάλι ήταν υδρόφοβο με γωνία επαφής 108°. Βρέθηκε ότι η τριβή μειώθηκε και στις δύο διατάξεις κατά 13% σε σύγκριση με αντίστοιχη διάταξη με υδρόφιλες επιφάνειες. Η διαφορά έγκειται στο ότι με την χρήση της ειδικής διάταξης επιτεύχθηκε διατήρηση της μείωσης σε μεγαλύτερες έως και τρεις φορές πιέσεις.

Σε προηγούμενη δημοσίευση από την ερευνητική ομάδα του Δημόκριτου[20], έγινε εγχάραξη του καναλιού με εκκένωση πλάσματος και στην συνέχεια τροποποιήθηκαν οι επιφάνειες ώστε να καταστούν υπερυδροφιλικές και υπερυδροφοβικές, ξανά με χρήση εκκένωσης πλάσματος. Τα μικροκανάλια έχουν βάθος 25μm και πλάτος 256μm. Οι μετρούμενες γωνίες επαφής είναι 0° για τα υπερυδρόφιλα και 160° για τα υπερυδροφόβα. Μετρήθηκε η πτώση πίεσης της ροής στην οποία φαίνεται η γραμμική συμπεριφορά της συναρτήσεως της παροχής. Με θεωρητικούς υπολογισμούς εξήχθη το μήκος ολίσθησης που προκύπτει 1,2μm και μια μείωση της αντίστασης της ροής κατά 12%.

3.3.4 Άλλες πειραματικές μέθοδοι

Σε μια μελέτη για την εύρεση του μήκους ολίσθησης οι Choi et al. (2003) [21] βασίστηκαν στις μετρήσεις της διατμητικής τάσης σε υδροφιλικά και υδροφοβικά μικροκανάλια. Το μετρητικό σύστημα της ροής αναπτύχθηκε από την συγκεκριμένη ερευνητική ομάδα. Βρέθηκε ότι το μήκος ολίσθησης είναι γραμμικώς ανάλογο της διατμητικής τάσης. Η μετατροπή των μικροκαναλιών από υδρόφιλα σε υδρόφοβα έγινε με επίστρωση OTS. Το βάθος των καναλιών ήταν 1-2μm.

Αν το ύψος του καναλιού οριστεί ως $2h$, το πλάτος w και το μήκος L , με την ταχύτητα ολίσθησης στο στερεό σύνορο u_{slip} οι εξισώσεις Navier Stokes υπό ορισμένες συνθήκες επιλύονται δίνοντας την παροχή όγκου του ρευστού ως:

$$Q = -\frac{2wh^3}{3\mu} \frac{\Delta p}{L} + 2hw \cdot u_{slip}$$

όπου μ είναι η κινηματική συνεκτικότητα του ρευστού. Ο πρώτος όρος αποτελεί τον όρο ροής κατά Poiseuille και ο δεύτερος τον όρο ροής ολίσθησης. Υπολογίζοντας την υπόθεση Navier για την ολίσθηση του ρευστού δηλαδή ότι η ταχύτητα στο στερεό σύνορο είναι ανάλογη της διατμητικής τάσης στην επιφάνεια, το μήκος ολίσθησης, δ , μπορεί να υπολογισθεί ως:

$$\delta = \frac{u_{slip}}{\dot{\gamma}} = \frac{\mu QL}{2\Delta p wh^2} - \frac{h}{3}$$

Τα πειραματικά αποτελέσματα επιβεβαίωσαν την γραμμική συσχέτιση της πτώσης πίεσης με την αύξηση της ροής, καθώς και την μεγαλύτερη αύξηση του μήκους και της ταχύτητας ολίσθησης στα υδρόφοβα κανάλια σε σύγκριση με τα υδρόφιλα. Προέκυψε ότι για μεγάλους ρυθμούς διάτμησης, της τάξης των 10^5 s^{-1} , το μήκος ολίσθησης είναι σχετικά μικρό περίπου 50nm.

Σε μια ύστερη εργασία τους, οι Choi, Ulmanella et al. (2006) [22] έχοντας την δυνατότητα πλέον να αναπτύξουν αναδομημένες πτυχώσεις κατέληξαν σε παρόμοια συμπεράσματα και επιβεβαίωσαν ότι μέσα στις πτυχώσεις παραμένει αέρας ακόμα και κάτω από υψηλές πιέσεις.

Οι Choi, Shin et al. (2011) [23] χρησιμοποίησαν παραλληλόγραμμα μικροκανάλια γυαλιού με διαφορετικές ιδιότητες διαβροχής ώστε να εξαχθούν συμπεράσματα σχετικά με την επίδραση της διαβροχής σε διφασική ροή. Βρέθηκε ότι ο συντελεστής μεταφοράς θερμότητας καθώς και η πτώση πίεσης στα υδρόφοβα κανάλια λαμβάνουν μεγαλύτερες τιμές σε σύγκριση με τα υδρόφιλα.

Επίσης οι Bashan et al. (2009) [24] μελέτησαν τη συνθήκη ολίσθησης στα τοιχώματα υδρόφιλων, υδρόφοβων και υπέρ-υδρόφοβων επιφανειών, με χρήση της μεθόδου AFM (Atomic Force Microscopy). Από την πειραματική διαδικασία προέκυψαν μήκη ολίσθησης 43nm και 236nm για την περίπτωση της υδρόφοβης και της υπερυδρόφοβης επιφάνειας, αντίστοιχα.

Παραπομπές 3^{ου} κεφαλαίου

1. Joseph, P., et al., *Slippage of water past superhydrophobic carbon nanotube forests in microchannels*. Physical Review Letters, 2006. **97**(15): p. 156104.
2. Steinberger, A., et al., *High friction on a bubble mattress*. Nature materials, 2007. **6**(9): p. 665-668.
3. Sbragaglia, M., et al., *Surface roughness-hydrophobicity coupling in microchannel and nanochannel flows*. Physical Review Letters, 2006. **97**(20): p. 204503.
4. Samaha, M.A., H.V. Tafreshi, and M. Gad-el-Hak, *Modeling drag reduction and meniscus stability of superhydrophobic surfaces comprised of random roughness*. Physics of Fluids, 2011. **23**: p. 012001.
5. Cui, J., W. Li, and W.-H. Lam, *Numerical investigation on drag reduction with superhydrophobic surfaces by lattice-Boltzmann method*. Computers & Mathematics with Applications, 2011. **61**(12): p. 3678-3689.
6. Raisi, A., B. Ghasemi, and S.M. Aminossadati, *A Numerical Study on the Forced Convection of Laminar Nanofluid in a Microchannel with Both Slip and No-Slip Conditions*. Numerical Heat Transfer, Part A: Applications, 2011. **59**(2): p. 114-129.
7. Watanabe, K., Yanuar, and H. Mizunuma, *Slip of Newtonian fluids at slid boundary*. JSME International Journal, Series B: Fluids and Thermal Engineering, 1998. **41**(3): p. 525-529.
8. Watanabe, K., Yanuar, and H. Udagawa, *Drag reduction of Newtonian fluid in a circular pipe with a highly water-repellent wall*. Journal of Fluid Mechanics, 1999. **381**: p. 225-238.
9. Tretheway, D.C. and C.D. Meinhart, *Apparent fluid slip at hydrophobic microchannel walls*. Physics of Fluids, 2002. **14**(3): p. L9-L12.
10. Zhu, L., et al., *Simulation of fluid slip at 3D hydrophobic microchannel walls by the lattice Boltzmann method*. Journal of Computational Physics, 2005. **202**(1): p. 181-195.
11. Joseph, P. and P. Tabeling, *Direct measurement of the apparent slip length*. Physical Review E, 2005. **71**(3): p. 035303.
12. Byun, D., et al., *Direct measurement of slip flows in superhydrophobic microchannels with transverse grooves*. Physics of Fluids, 2008. **20**: p. 113601.
13. Tsai, P., et al., *Quantifying effective slip length over micro-Patterned hydrophobic surfaces*. Physics of Fluids, 2009. **21**(11): p. 112002-112002-8.
14. Woolford, B., et al., *Particle image velocimetry characterization of turbulent channel flow with rib patterned superhydrophobic walls*. Physics of Fluids, 2009. **21**(8): p. 085106-12.
15. Li, J., et al., *On the measurement of slip length for liquid flow over super-hydrophobic surface*. Chinese Science Bulletin, 2009. **54**(24): p. 4560-4565.
16. Lee, C. and C.-J.C. Kim, *Maximizing the giant liquid slip on superhydrophobic microstructures by nanostructuring their sidewalls*. Langmuir, 2009. **25**(21): p. 12812-12818.
17. Ou, J., B. Perot, and J.P. Rothstein, *Laminar drag reduction in microchannels using ultrahydrophobic surfaces*. Physics of Fluids, 2004. **16**: p. 4635.
18. Ou, J. and J.P. Rothstein, *Direct velocity measurements of the flow past drag-reducing ultrahydrophobic surfaces*. Physics of Fluids, 2005. **17**(10): p. 103606-103606-10.
19. Carlborg, C.F. and W. van der Wijngaart, *Sustained superhydrophobic friction reduction at high liquid pressures and large flows*. Langmuir, 2010. **27**(1): p. 487-493.
20. Papageorgiou, D., et al., *Superhydrophobic, hierarchical, plasma-nanotextured polymeric microchannels sustaining high-pressure flows*. Microfluidics and Nanofluidics, 2013. **14**(1-2): p. 247-255.
21. 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. 2897-2902.

22. Choi, C.H., et al., *Effective slip and friction reduction in nanogated superhydrophobic microchannels*. *Physics of Fluids*, 2006. **18**(8).
23. Choi, C., et al., *Flow boiling behaviors in hydrophilic and hydrophobic microchannels*. *Experimental Thermal and Fluid Science*, 2011. **35**(5): p. 816-824.
24. Bhushan, B., Y. Wang, and A. Maali, *Boundary slip study on hydrophilic, hydrophobic, and superhydrophobic surfaces with dynamic atomic force microscopy*. *Langmuir*, 2009. **25**(14): p. 8117-8121.

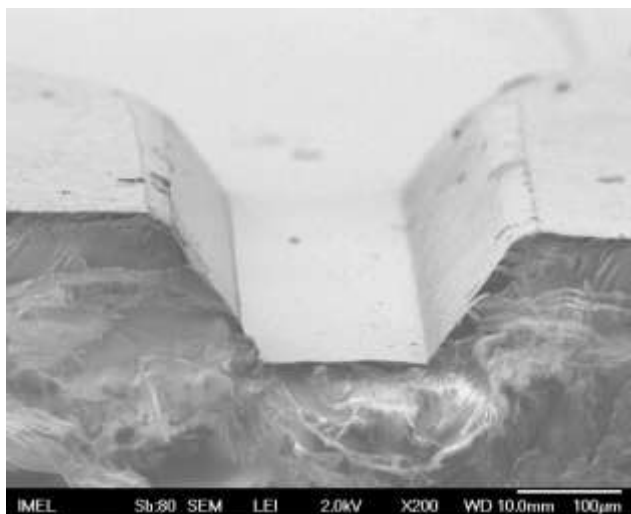
Κεφάλαιο 4 – Κατασκευή Μικροκαναλιών & Λειτουργικές Λεπτομέρειες για την λειτουργία του micro P.I.V.

Η κατασκευή μικροκαναλιών με υπερυδροφοβικές ιδιότητες διαβροχής των επιφανειών συνήθως περιορίζεται σε ορθογώνιες διατομές με μόνο την μία από τις τρεις πλευρές του ορθογωνίου να είναι υπερυδροφοβική. Στην παρούσα εργασία τα μικροκανάλια που χρησιμοποιήθηκαν αποτελούνται από τραπεζοειδή διατομή στην οποία επιτυγχάνεται υπερυδροφοβικότητα και υπερυδροφιλικότητα στις τρεις από τις τέσσερις επιφάνειες του μικροκαναλιού.

Στο κεφάλαιο αυτό περιγράφονται οι λεπτομέρειες της διατριβής. Στην παράγραφο 4.1 περιγράφονται αναλυτικά τα βήματα για την κατασκευή των μικροκαναλιών. Στην συνέχεια στην παράγραφο 4.2 περιγράφονται οι τεχνικές λεπτομέρειες που αφορούν τον προσδιορισμό της πειραματικής διάταξης του micro P.I.V. καθώς και διάφορα προβλήματα που αντιμετωπίστηκαν κατά την διεξαγωγή των πειραμάτων. Στην παράγραφο 4.3 περιγράφονται οι συνθήκες που λήφθηκαν προκειμένου να γίνει η προσομοίωση για ροή σε μικροκανάλια σύμφωνα με αυτά που κατασκευάστηκαν για το πείραμα.

4.1 Διεργασίες κατασκευής των μικροκαναλιών

Στην αρχή των πειραμάτων έγινε κατασκευή τραπεζοειδών μικροκαναλιών με διαστάσεις μεγάλης βάσης 340 μm , μικρής βάσης 175 μm και βάθους 100 μm (εικόνα 4.1.1). Η κλίση των μικροκαναλιών σχηματίζει σύμφωνα με την κρυσταλλογραφική διεύθυνση του πυριτίου γωνία $54,7^\circ$. Στην συνέχεια των πειραμάτων, κατασκευάστηκαν τραπεζοειδή μικροκανάλια τα οποία έχουν μικρότερα εύρη μικρών και μεγάλων βάσεων. Η αλλαγή αυτή έγινε λόγω του περιορισμού που έχει η κάμερα CCD του $\mu\text{P.I.V.}$, η οποία έχει δυνατότητα να καταγράψει πλάτη έως 132 μm . Τα μικρότερα αυτά κανάλια έχουν διαστάσεις μεγάλης βάσης 199 μm , μικρής βάσης 24 μm και βάθους 129 μm . Στην συνέχεια περιγράφονται αναλυτικά τα βήματα που ακολουθήθηκαν για την κατασκευή των μικροκαναλιών.

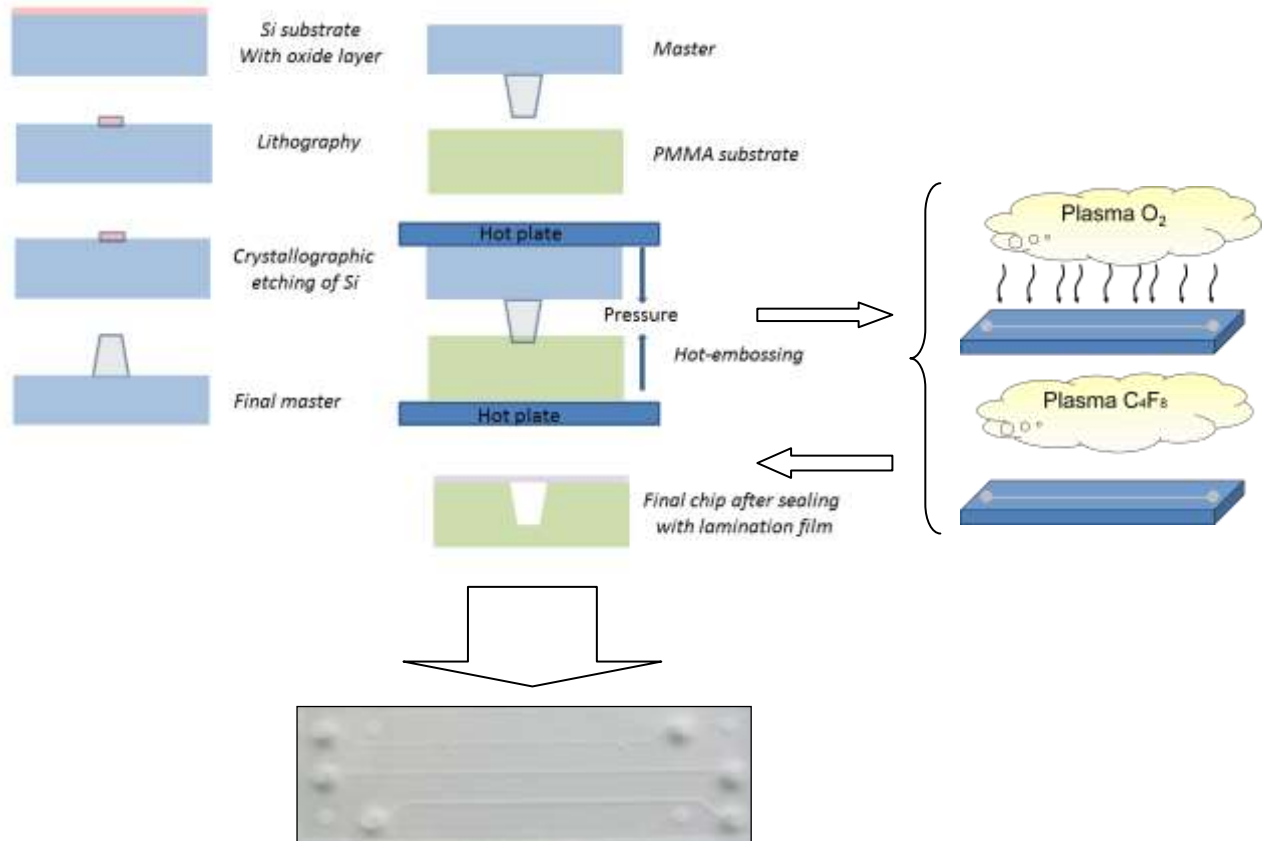


Εικόνα 4.1.1 Τραπεζοειδές κανάλι ύστερα από την σφράγιση εν θερμώ, όπως κατασκευάστηκε στις αρχικές σειρές πειραμάτων.

4.1.1 Συνολικά βήματα για την παραγωγή του προτύπου (master)

Κατά την παραγωγή των πρώτων καναλιών χρησιμοποιήθηκαν δισκία 3" (76 mm), τα οποία είχαν αρκετή επιφάνεια για το μέγεθος των μικροκαναλιών. Παρατηρήθηκε όμως ότι τα δισκία αυτά δεν είναι αρκετά ανθεκτικά καθώς κατά την κοπή τους (dicing saw) για την εξαγωγή των προτύπων έσπασαν. Έτσι, σε επόμενες κατασκευές προτύπων χρησιμοποιήθηκαν δισκία 4" (100 mm) τα οποία είναι πάχους 525 μm σε αντίθεση με τα δισκία 3" τα οποία έχουν πάχος 375 μm .

Για την κατασκευή της σφραγίδας- προτύπου (master) χρησιμοποιούνται δισκία πυριτίου και στην συνέχεια τοποθετείται διοξείδιο του πυριτίου (SiO_2) σαν μάσκα με χημική εναπόθεση με ατμό χαμηλής πίεσης (Low Pressure Chemical Vapor Deposition - LPCVD). Στην συγκεκριμένη περίπτωση το πάχος του διοξειδίου του πυριτίου (SiO_2) είναι 2000 \AA (ή 200nm). Για την επίτευξη καλύτερης αντοχής του προτύπου στην μετέπειτα έκθεση του στο καυστικό κάλιο κατά την κρυσταλλογραφική ανισοτροπική εγχάραξη προστίθεται και ένα στρώμα νιτριδίου του πυριτίου (Si_3N_4) με πάχος 1000 \AA (ή 100nm).



Εικόνα 4.1.2 Σχηματική απεικόνιση της κατασκευής του τελικού προτύπου, των μικροκαναλιών καθώς και των τροποποιήσεων τους. Τελικά προκύπτει το chip όπως απεικονίζεται στο τέλος της εικόνας, με το σχήμα του να καθορίζεται από τη μάσκα που χρησιμοποιήθηκε.

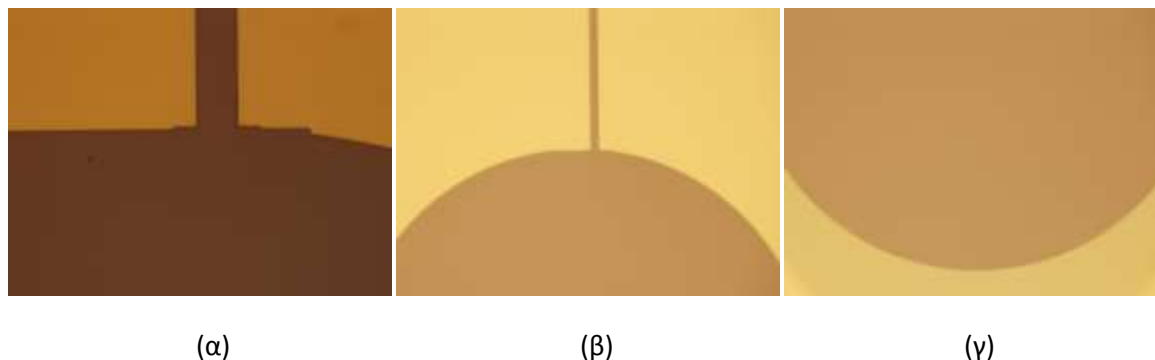
4.1.1.1. Λιθογραφία

Για την κατασκευή των πρώτων μικροκαναλιών με τα μεγάλα εύρη χρησιμοποιήθηκε αρνητική μάσκα ώστε να πραγματοποιηθεί θετική λιθογραφία. Πάνω στο δισκίο πυριτίου (wafer) επιστρώνεται το φωτοευαίσθητο υλικό (photoresist) AZ5214 στις 5000rpm για 30'' και ύστερα τοποθετείται 10' στους 95° C στον φούρνο & 6'' exposure ώστε να διασταυρωθεί το πολυμερές. Τέλος τοποθετείται για 1' σε υδατικό διάλυμα βάσης (TMAH) ώστε να εμφανιστεί η ζητούμενη επιφάνεια.

Για την κατασκευή των μικροκαναλιών με τις μικρότερες διαστάσεις χρησιμοποιείται θετική μάσκα όπου γίνεται αρνητική λιθογραφία. Πάνω στο δισκίο επιστρώνεται φωτοευαίσθητο υλικό AZ 5214 στις 5000rpm για 30''. Ύστερα τοποθετείται για 1,5' στους 110° C στον φούρνο, εκτίθεται για 2,5'' σε UV ακτινοβολία και ψήνεται ξανά για 2,5' στους 120° C. Ύστερα υπόκειται έκθεση 3' χωρίς μάσκα στην UV ακτινοβολία (flood exposure). Τέλος τοποθετείται για 1' σε υδατικό διάλυμα βάσης (TMAH) ώστε να εμφανιστεί η ζητούμενη επιφάνεια.

4.1.1.2. Ξηρή ανισοτροπική εγχάραξη με εκκένωση πλάσματος για εγχάραξη Si_3N_4

Ο αντιδραστήρας πλάσματος αποτελεί σύστημα Reactive Ion Etching (RIE) τύπου Nextral 330. Στην συνέχεια γίνεται ξηρή ανισοτροπική εγχάραξη του δισκίου με εκκενώσεις πλάσματος στον RIE έτσι ώστε να εγχαραχθεί η περιοχή που δεν καλύφθηκε με φωτοευαίσθητο υλικό από την λιθογραφία. Οι συνθήκες στον αντιδραστήρα πλάσματος είναι πίεση 10 mTorr με ισχύ 400W και εργαζόμενο αέριο SF_6 όπου διαρκεί 1' για την αφαίρεση του νιτριδίου και 2' για την αφαίρεση μέρους του οξειδίου το οποίο αποτελεί χρόνο μεγαλύτερο από τον χρειαζόμενο, αλλά εγχάρασσεται λίγο περισσότερο (overetching) προκειμένου να πραγματοποιηθεί η εγχάραξη στα σίγουρα, χωρίς αυτό να επηρεάζει την ύστερη διαδικασία. Το εναπομείνον διοξείδιο του πυριτίου εγχάρασσεται με υγρή εγχάραξη αραιωμένου υδροφθορίου (Buffered HF-BHF) Στην συνέχεια ακολουθεί καθαρισμός ρητίνης με ακετόνη (acetone) και ισοπροπανόλη (IPA) με χρήση υπερήχων για 15'.



Εικόνα 4.7.3 Εικόνες από μικροσκόπιο του προτύπου (master) με μεγέθυνση (α) 50x (β) 20x και (γ) 10x.

Αποτελούν την εικόνα του μετά την διεργασία εγχάραξης με εκκένωση πλάσματος ώστε να αφαιρεθεί . Το σκούρο χρώμα αποτελεί την εναπομένουσα ρητίνη και το ανοιχτό το νιτρίδιο του πυριτίου. Στην πραγματικότητα τα χρώματα είναι κόκκινο-κεραμιδί και ασημένιο αντίστοιχα.

4.1.1.3. *Ανισοτροπική εγχάραξη*

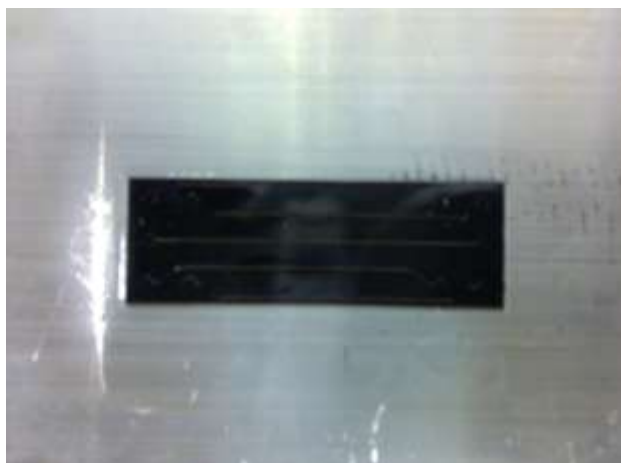
Στην συνέχεια το δισκίο τοποθετείται σε καυστικό κάλιο ώστε να επιτευχθεί ανισοτροπική εγχάραξη. Η κατάλληλη θερμοκρασία για να επιτευχθεί ο ζητούμενος ρυθμός εγχάραξης είναι οι 80° C και έτσι τοποθετείται περίπου για 70-80' μέσα σε διάλυμα 44% KOH τοποθετημένο σε απιονισμένο νερό το οποίο ανακατεύεται με ρυθμό 6 στροφές το δευτερόλεπτο. Για την θέρμανση του δοχείου χρησιμοποιείται ειδική αντίσταση – θερμοζεύγος - η οποία είναι τοποθετημένη μέσα σε λάδι. Το διάλυμα με το καυστικό κάλιο αναδεύεται για καλύτερη επίτευξη της εγχάραξης.

Πριν την τοποθέτηση του δισκίου μέσα στο καυστικό κάλιο γίνεται μια εμβάπτιση του δισκίου σε διάλυμα 1% υδροφθορίου – νερού ώστε να απομακρυνθεί το οξείδιο που αναπτύσσεται στο πυρίτιο λόγω της έκθεσης του στον ατμοσφαιρικό αέρα (native oxide) το οποίο θα εμποδίσει την ύστερη διαδικασία της εγχάραξης με καυστικό κάλιο.

Με την μέθοδο αυτή το πυρίτιο εγχάρασσεται στην κρυσταλλογραφική διεύθυνση των 54.7° και δημιουργείται η ζητούμενη εγκοπή, που αποτελεί την τελική σφραγίδα. Η εγκοπή αυτή ελέγχεται για να διαπιστευθεί ότι είναι η κατάλληλη με μέτρηση του εύρους της στο προφιλόμετρο. Ύστερα ακολουθεί το κόψιμο της ψηφίδας σε διαστάσεις 4,5×1,5cm.



(α)



(β)

Εικόνα 4.8.4 (α) Εικόνα από μικροσκόπιο ηλεκτρονικής δέσμης (SEM) του προτύπου (master) ύστερα από την ανισοτροπική εγχάραξη στο καυστικό κάλιο (β) Εικόνα του προτύπου τοποθετημένο σε μεταλλική πλάκα η οποία τοποθετείται στην κάτω θερμαινόμενη πλάκα της πρέσας και ακουμπώντας πάνω του το chip από PMMA διαμορφώνεται το μικροκανάλι πάνω στο chip ύστερα αφού πιεστεί και θερμανθεί με την πρέσα.

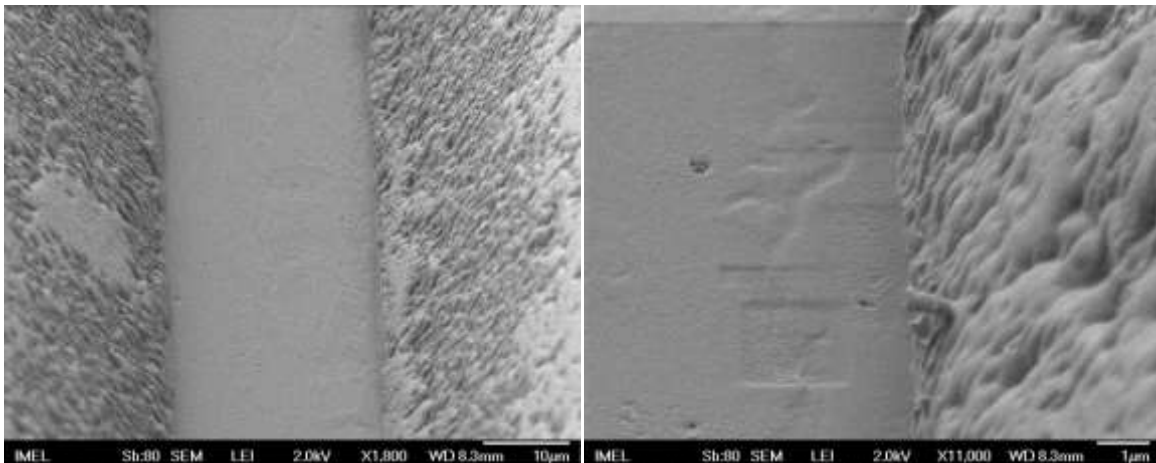
4.1.2 Κατεργασία του πολυμερούς – δημιουργία μικροκαναλιού

Για την κατεργασία του πολυμερούς και την δημιουργία του μικροκαναλιού χρησιμοποιήθηκε η μέθοδος σφραγίδας εν θερμώ (hot embossing) της οποίας οι λεπτομέρειες περιγράφονται παρακάτω.

Συνθήκες της μεθόδου σφραγίδας εν θερμώ (hot embossing)

Για την αποτύπωση του καναλιού χρησιμοποιείται η τεχνική της αποτύπωσης σφραγίδας εν θερμώ (hot embossing). Η διαδικασία έχει ως εξής:

- Το πρότυπο (master) επιστρώνεται με φθοράνθρακα στον αντιδραστήρα του πλάσματος έτσι ώστε κατά την πίεση που θα υποστεί το πλαστικό chip με το πρότυπο που αποτελείται από πυρίτιο 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-σφραγίδα-πλαστικό chip- κομμάτι πυριτίου τοποθετείται στις δύο πλάκες της πρέσας σε θερμοκρασία 130° C με πίεση 350 λίβρες ανά τετραγωνική ίντσα (~2,6MPa) και αφήνεται πάνω στην πρέσα μέχρι να ψυχθεί στους 90° 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.



Εικόνα 4.1.5. Απεικόνιση του μικροκαναλιού από μικροσκόπιο ηλεκτρονικής δέσμης (SEM) του προτύπου μετά από την μέθοδο hot embossing. Βλέπουμε ότι με την μέθοδο αυτή δημιουργείται κάποια τραχύτητα.

4.1.3 Προσαρμογή της διαβροχής των μικροκαναλιών

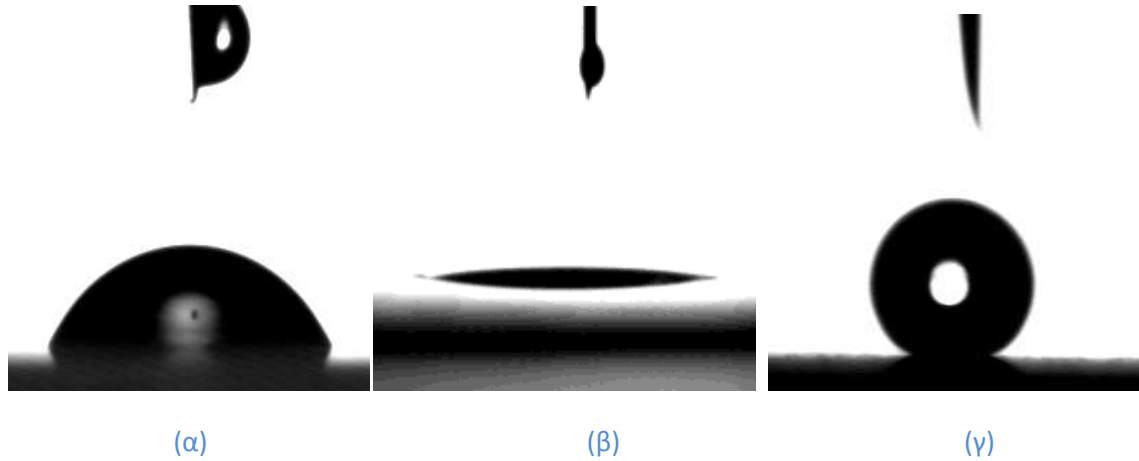
Για την προσαρμογή της διαβροχής των μικροκαναλιών χρησιμοποιήθηκε η χρήση του αντιδραστήρα ιόντων (Reactive Ion Etching- RIE) για την δημιουργία τραχύτητας και του αντιδραστήρα ICP για την εναπόθεση του υδρόφοβου υλικού.

4.1.3.1 Υδροφιλοποίηση των μικροκαναλιών

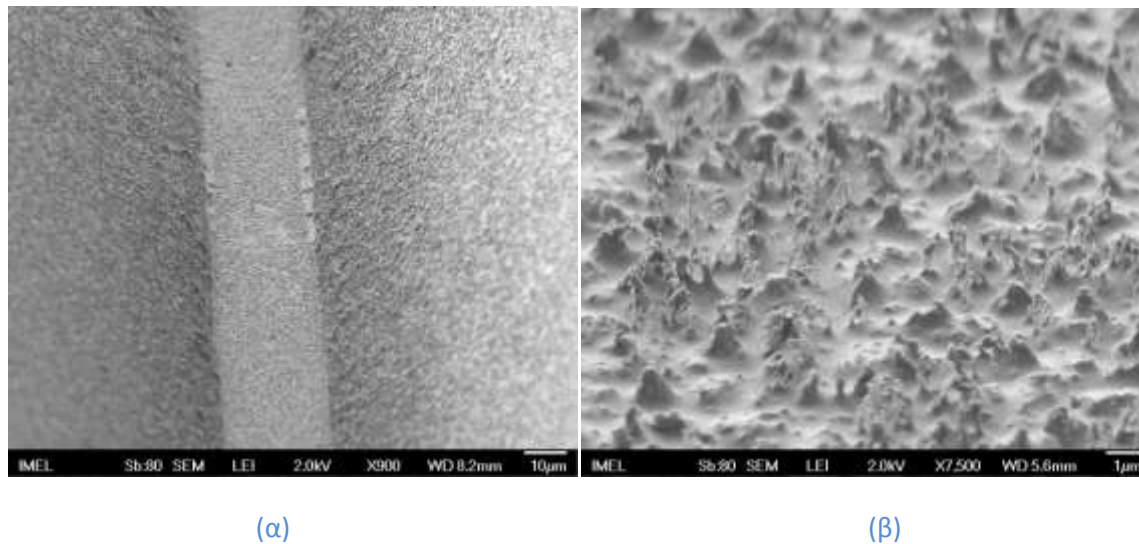
Γίνεται χρήση πλάσματος οξυγόνου στον αντιδραστήρα RIE με συνθήκες πίεσης 10 mTorr, ισχύ 400W, παροχή οξυγόνου 50sccm. Η έκθεση του πολυμερούς σε αντιδραστήρα πλάσματος γίνεται διακοπτόμενα σε 12 διαστήματα του 1'. Έτσι, μεσολαβεί χρόνος ώστε το πλαστικό να μην εκτίθεται

συνεχόμενα στις υψηλές θερμοκρασίες που επικρατούν μέσα στον θάλαμο του αντιδραστήρα και προκαλέσει υπερθέρμανση και αστοχία του υλικού.

Τοποθετούμε τα chips μέσα σε απιονισμένο νερό για 5' και στην συνέχεια τα εκθέτουμε μέσα στον ξηραντήρα (desiccator) για 15' ώστε να επιτευχθεί σταθεροποίηση (stabilization) της επιφάνειας. Ο ξηραντήρας στην ουσία αποτελεί ένα γυάλινο δοχείο το οποίο βρίσκεται υπό πίεση και έτσι εξατμίζεται το νερό.



4.1.6 Εικόνες γωνιών επαφής σταγονιδίων νερού για (α) το ακατέργαστο PMMA, (β) για επιφάνεια PMMA μετά από την υδροφιλοποίηση και (γ) για επιφάνεια PMMA ύστερα από την υδροφοβοποίηση.



Εικόνα 4.1.7 Εικόνα από μικροσκόπιο ηλεκτρονικής δέσμης (SEM) του προτύπου ύστερα από διεργασία πλάσματος. (α) Απεικόνιση από τη μέση περίπου του βάθους και (β) απεικόνιση της τραχύτητας που αναπτύσσεται μετά την έκθεση σε εκκενώσεις πλάσματος.

4.1.3.2 Υδροφοβοποίηση των μικροκαναλιών

Προτού εισαχθούν τα chips στον αντιδραστήρα πλάσματος εφοδιασμένο με πηγή Alcatel επαγωγικής σύζευξης (Inductively Coupled Plasma–ICP) στα 13.56MHz, γίνεται επάλειψη της κάτω επιφάνειας των chips με ειδική θερμοαγώγιμη κρέμα (thermal paste) ώστε να γίνει καλή μετάδοση θερμότητας από το chip. Με αυτόν τον τρόπο αποφεύγεται τυχόν αστοχία του υλικού. Οι συνθήκες που επικρατούν στον αντιδραστήρα επαγωγικής σύζευξης (Inductive Couple Plasma) είναι παροχή O₂ 25sccm, πίεση 32Pa, 0V bias voltage, ισχύς 900W, θερμοκρασία 0° C και εκτίθεται για 1’.

4.1.4 Σφράγιση του μικροκαναλιού

Κατά την αποτύπωση της σφραγίδας στο PMMA αναπτύσσεται ένα αυλάκι πάνω στην επιφάνεια του και ανοίγονται διαμπερής τρύπες με διάτρηση (drilling) ώστε να χρησιμοποιηθούν ως είσοδος και έξοδος του υγρού. Ύστερα, στην πλευρά του πλαστικού που βρίσκεται το μικροκανάλι επικολλάται επάνω ταινία ελασματοποίησης και έτσι διαμορφώνεται ένα κλειστό μικροκανάλι – αγωγός.

Ταινία ελασματοποίησης (lamination film)

Η συγκόλληση έγινε χρησιμοποιώντας διαφανείς ταινίες ελασματοποίησης από πολυολεφίνη (3M Advanced Polyolefin Micro-Plate Sealing Tape 9795 από την εταιρεία 3M) μέσα σε λίγα δευτερόλεπτα σε θερμοκρασία δωματίου. Οι διαφανείς αυτές ταινίες από πολυολεφίνη είναι αδιαφανής, έχουν χαμηλό αυτοφθορισμό και δεν αφήνουν υπολείμματα κόλλας στο υπόστρωμα. Στη συγκόλληση με τις ταινίες ελασματοποίησης, η μία πλευρά του υμενίου πολυολεφίνης, πάχους 50 μm, περιέχει διαφανές συγκολλητικό παράγοντα από σιλικόνη που ενεργοποιείται με πίεση και έχει πάχος 50 μm (Pressure Sensitive Adhesive, PSA).

4.2 Τεχνικές λεπτομέρειες των πειραματικών μετρήσεων

4.2.1 Η πειραματική διάταξη

Η πειραματική διάταξη micro-P.I.V. βρίσκεται στο εργαστήριο Αεροδυναμικής της Σχολής Μηχανολόγων Μηχανικών του ΕΜΠ και 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)
- Ένα ανεστραμμένο μικροσκόπιο Olympus IX71
- 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
 - πλαστικό καπάκι PMMA με οπές και σπείρωμα για τη σύνδεση του μικροκαναλιού με σωλήνες διοχέτευσης κα 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.

4.2.2 Παράμετροι για την διεξαγωγή των πειραμάτων και την επεξεργασία των δεδομένων

Η κίνηση του ρευστού στην μικροκλίμακα, δηλαδή το γεγονός ότι η κίνηση αυτή περιορίζεται σε πολύ μικρές διαστάσεις, έχει δημιουργήσει πολλαπλές προκλήσεις ως προς την μελέτη τέτοιων ροών. Για την επίλυση αυτών των ζητημάτων πρέπει να ληφθούν αποφάσεις όσον αφορά την επιλογή του περιεκτικότητας των σωματιδίων στην ροή, τον φωτισμό τους, τις διαστάσεις των παραθύρων συσχέτισης (interrogation windows) [1].

Κατά την διεξαγωγή των πειραμάτων επιλέχθηκαν ύστερα από διερεύνηση τα ακόλουθα χαρακτηριστικά:

- Η χρονική διαφορά των δύο παλμών του laser (δηλαδή το χρονικό διάστημα καταγραφής της μετατόπισης των σωματιδίων) τέθηκε στα 200μs.

- Η περιεκτικότητα διαλύματος σωματιδίων στον όγκο του νερού κυμάνθηκε μεταξύ 1% και 2% . Συγκεκριμένα με τη χρήση μικροπιπέτας χρησιμοποιούνται για την περίπτωση αναλογίας 2% 100μl διαλύματος σωματιδίων σε 5ml νερού
- Το παράθυρο συσχέτισης (interrogation window) που επιλέξαμε ήταν 128pixel κατά την αξονική διεύθυνση και 64pixel κατά την εγκάρσια.

4.2.3 Υπολογισμοί των παραμέτρων της ροής

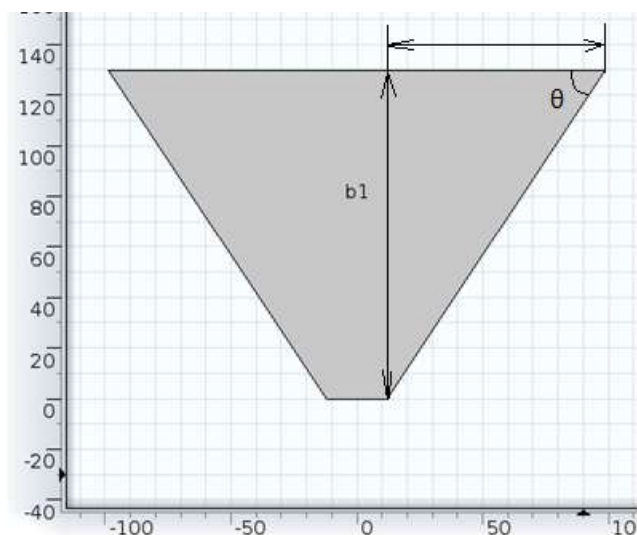
Η παροχή που χρησιμοποιήθηκε για την διεξαγωγή των πειραμάτων είναι

$$Q = 5 \mu\text{L}/\text{min} = 5 \cdot 10^{-6} \text{L}/\text{min} = 5 \cdot 10^{-6} \cdot 10^{-3} \cdot \text{m}^3/\text{min} = 5 \cdot 10^{-6} \cdot 10^{-3} \cdot \text{m}^3/60\text{s} = 0,8333 \cdot 10^{-10} \cdot \text{m}^3/\text{s}$$

Η κατακόρυφη είσοδος στο οριζόντιο μικροκανάλι έχει κωνική μορφή με μήκος 2mm εφόσον η οπή της εισόδου είναι διαμετρής και το πάχος του PMMA είναι επίσης 2mm.

Η διατομή μικροκαναλιού είναι τραπεζοειδής και σύμφωνα με την εικόνα του SEM (εικόνα 4.2.1) οι διαστάσεις έχουν ως εξής:

- Μεγάλη Βάση: 199μm
- Μικρή Βάση: 24μm
- Ύψος: 129μm



Εικόνα 4.2.1 Η τραπεζοειδής διατομή του μικροκαναλιού. Αναγράφονται το ύψος b_1 και η γωνία $\theta \approx 55,8^\circ$ που αντιστοιχεί στην γωνία της που σχηματίζεται κατά την κρυσταλλογραφική εγχάραξη του πυριτίου. Βλέπουμε δηλαδή ότι παρουσιάζει μια απόκλιση περίπου $1,5^\circ$ από την θεωρητική γωνία των $57,4^\circ$.

Φέρνοντας κάθετη από την άκρη της πλευράς της μικρής βάσης σχηματίζεται τρίγωνο. Η κάθετη αυτή πλευρά θα είναι το ύψος του τραπέζιου και η άλλη πλευρά θα έχει μήκος

$$\frac{\text{Μεγάλη Βάση} - \text{Μικρή Βάση}}{2} = \frac{199\mu\text{m} - 24\mu\text{m}}{2} = \frac{175\mu\text{m}}{2} = 87,5\mu\text{m}$$

Οπότε η εφαπτομένη της γωνίας θ θα είναι

$$\tan \theta = \frac{\text{απέναντι}}{\text{προσκειμένη}} = \frac{129}{87,5} = 1,474285714$$

και η γωνία $\theta = 55,85^\circ$.

Η διαγώνια – υποτείνουσα του τριγώνου θα είναι

$$d = \sqrt{(87,5^2 + 129^2)} = 155,88 \mu\text{m}$$

Επομένως η περίμετρος θα είναι

$$P = 2d + B + b = 2 \cdot 155,88 + 199 + 24 = 534,75 \mu\text{m}$$

Και η διατομή έχει εμβαδόν:

$$A = \frac{B+b}{2} h = \frac{24+197}{2} 129,5 = 1,4383 \cdot 10^{-8} \cdot \text{m}^2$$

Άρα η μέση ταχύτητα του ρευστού είναι το πηλίκο της παροχής όγκου προς το εμβαδόν της διατομής

$$u = \frac{Q}{A} = \frac{0,8333 \cdot 10^{-10} \cdot \text{m}^3/\text{s}}{1,4383 \cdot 10^{-8} \cdot \text{m}^2} = 0,005793676 \frac{\text{m}}{\text{s}} \approx 5,8 \frac{\text{mm}}{\text{s}}$$

Η υδραυλική διάμετρος θα είναι

$$D_h = \frac{4A}{P} = \frac{4 \cdot 1,4398 \cdot 10^{-8} \cdot \text{m}^2}{534,46 \cdot 10^{-6} \cdot \text{m}} = 0,00010759 \cdot \text{m}$$

Και ο αριθμός Reynolds

$$\text{Re} = \frac{uD_h}{\nu} = \frac{0,00579 \frac{\text{m}}{\text{s}} \cdot 0,1076 \cdot 10^{-3} \cdot \text{m}}{10^{-6} \frac{\text{m}^2}{\text{s}}} = 0,6233 \approx 0,62$$

Επομένως η ροή είναι στρωτή όπως αναμενόταν λόγω των μικρών διαστάσεων του καναλιού.

Η ροή για να θεωρηθεί πλήρως ανεπτυγμένη στα μικροκανάλια πρέπει να έχει περάσει ένα χαρακτηριστικό μήκος L_e . Αυτό το μήκος ορίζεται ως [2]

$$\frac{L_e}{D_h} \approx \frac{0,6}{1 + 0,035 \text{Re}} + 0,056 \text{Re} \Rightarrow L_e \approx 66,9 \mu\text{m}$$

Επομένως το μήκος ανάπτυξης της ροής είναι πολύ μικρό και οι μετρήσεις πάντα γίνονται αφού έχει αναπτυχθεί πλήρως η ροή.

4.2.4 Παραδοχές της ροής

Λαμβάνονται κάποιες παραδοχές απλοποίησης για τις συνθήκες της ροής όπως λαμβάνονται και από τους Morini 2006 [3] για παρόμοιες συνθήκες ροής.

- 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.

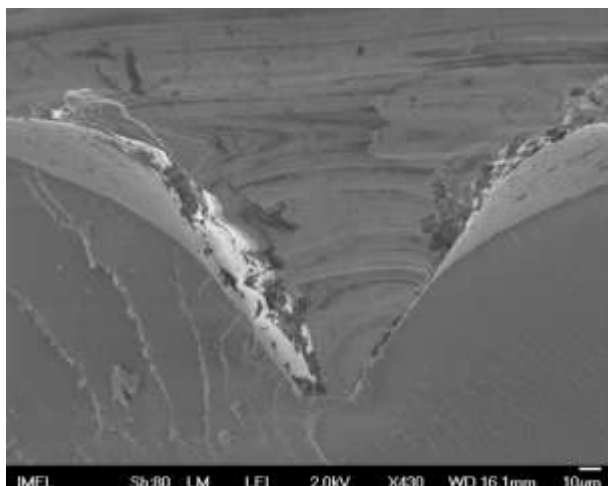
4.2.5 Προβλήματα που παρουσιάστηκαν κατά την διεξαγωγή των πειραμάτων

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 [4], το μέγεθος και η μετατόπιση των σωματιδίων [5] είναι κάποια από αυτά τα οποία έχουν επιλυθεί επιτυχώς. Στην παρούσα εργασία αντιμετωπίστηκαν τα ακόλουθα προβλήματα.

4.2.5.1 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.

Ο ακριβής προσδιορισμός της γεωμετρίας δεν είναι εφικτός με τα υπάρχοντα οπτικά μέσα. Με το μικροσκόπιο οι ακμές του τραπέζιου 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 (εικόνα 4.2.4). Κατά συνέπεια, η φωτογραφία από το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο της τομής του δεν αποτελεί ακριβή τρόπο προσδιορισμού των γεωμετρικών του χαρακτηριστικών.



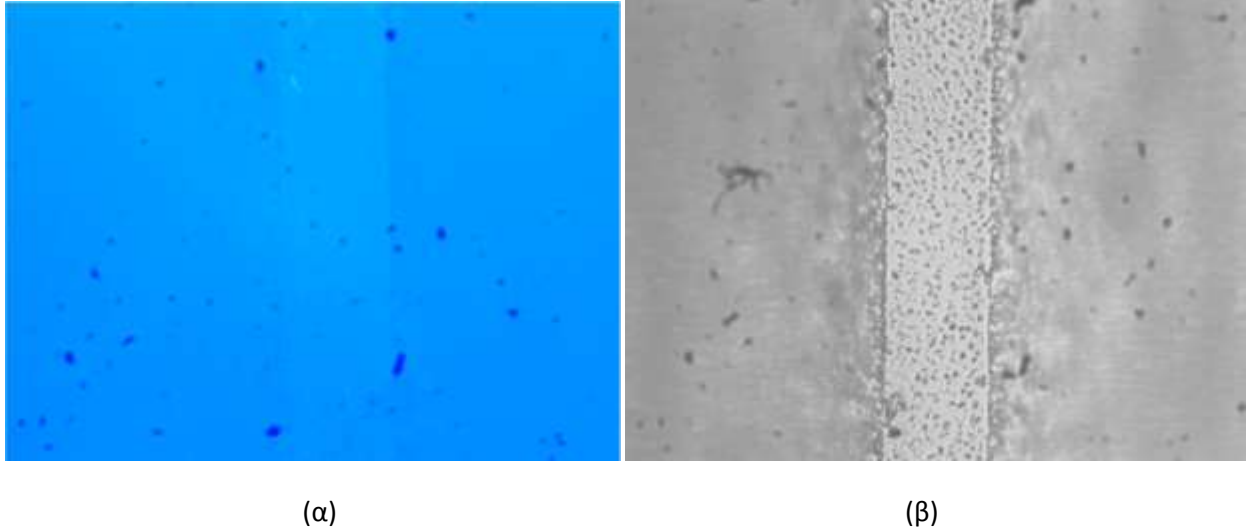
Εικόνα 4.2.4. Απεικόνιση της διατομής του μικροκαναλιού μετά από την μέθοδο hot embossing και πριν την επεξεργασία με πλάσμα από μικροσκόπιο ηλεκτρονικής δέσμης (SEM). Κατά την μηχανική κοπή η διατομή μπορεί να έχει παραμορφωθεί, οπότε δεν είμαστε σίγουροι για τις διαστάσεις του. Στην εικόνα φαίνονται και διάφορα υπολείμματα που έχουν δημιουργηθεί από την κοπή.

Ο ρυθμός εγχάραξης κατά την διαδικασία της υδροφιλοποίησης αναμένεται περίπου στα 500nm ανά λεπτό. Για την υδροφιλοποίηση γίνεται εγχάραξη επί 12 λεπτά, επομένως εκτιμάται ότι η σμίκρυνση των διαστάσεων θα είναι της τάξης των 6µm.

4.2.5.2 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 υπερυδρόφοβων και υπερυδρόφιλων μικροκαναλιών. Ως σημείο αναφοράς ορίστηκε η μικρή βάση του τραπεζίου. 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 τραπεζίου.** Ανάλογες δυσκολίες προσδιορισμού του ύψους των καναλιών έχουν αναφερθεί στην βιβλιογραφία όπως για παράδειγμα στην εργασία των Choi et al. (2003) [6].

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.



Εικόνα 4.2.5 Εικόνες του μικροκαναλιού όπως φαίνεται μέσα από την κάμερα για χρήση (α) του φωτός του μικροσκοπίου και (β) εξωτερικού φωτός ανεξάρτητου από την συνολική διάταξη.

4.2.5.3 Συγκέντρωση σωματιδίων στην ταινία ελασματοποίησης και στην είσοδο του καναλιού.

Κατά τη διάρκεια της ροής του διαλύματος νερού και σωματιδίων, παρατηρήθηκε ότι τα σωματίδια επικάθονται στην ταινία ελασματοποίησης. Αυτό δημιουργεί επιπλέον θόρυβο κατά τις πειραματικές μετρήσεις του συστήματος micro P.I.V.. Επιδίωξη λοιπόν κατά την πραγματοποίηση των πειραμάτων αποτέλεσε η κατά το δυνατόν γρηγορότερη πραγματοποίηση μετρήσεων, προκειμένου να μειωθεί η πιθανότητα συγκέντρωσης σωματιδίων στην ταινία ελασματοποίησης (εικόνα 4.2.6(α)).

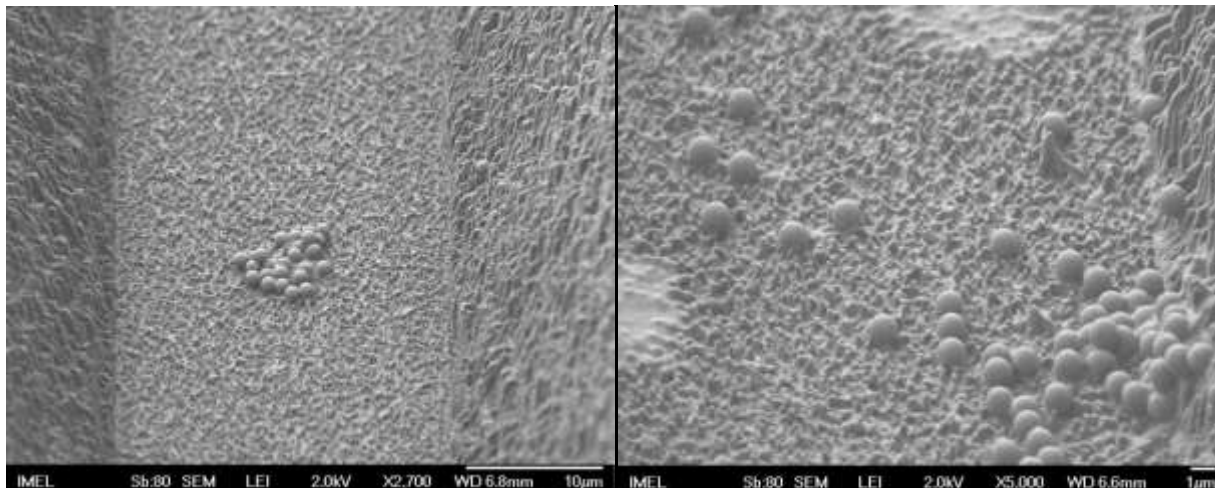


Εικόνα 4.2.6 (α) Εικόνα της ταινίας ελασματοποίησης και (β) εικόνα της εισόδου του μικροκαναλιού από το μικροσκόπιο με σκοτεινό πεδίο (dark field). Είναι εμφανής η συγκέντρωση σωματιδίων και στις δύο περιπτώσεις.

Επίσης, κατά την διέλευση της ροής, πολλά σωματίδια επικάθονται στην είσοδο αλλά και στην έξοδο του μικροκαναλιού(εικόνα 4.2.6(β)). Αυτό έχει ως συνέπεια κάποιες φορές να μην γίνεται συνεχής η

ροή αλλά να παρουσιάζει αυξομειώσεις των ταχυτήτων. Μετά τη διέλευση ποσοτήτων ροής νερού και σωματιδίων συγκεντρώνονται των σωματίδια στην και μπλοκάρει η ροή και ύστερα αναπτύσσεται πίεση και αποτονώνεται το φαινόμενο αυτό. Πιθανόν, κάποιες κατασκευαστικές ανομοιομορφίες να δυσχεραίνουν το φαινόμενο αυτό.

Επίσης έγινε οπτικός έλεγχος της συγκέντρωσης των σωματιδίων στα τοιχώματα των μικροκαναλιών με χρήση του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου (SEM). Διαπιστώθηκε ότι η συγκέντρωση των σωματιδίων στα τοιχώματα των μικροκαναλιών είναι μικρή και έτσι αμελήθηκε (εικόνα 4.2.7).



Εικόνα 4.2.7 Εικόνες από τον οπτικό έλεγχο των μικροκαναλιών με χρήση του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου (SEM) ύστερα από την μέτρηση των ροών με τη μέθοδο *micro-P.I.V.*. Διακρίνονται μικρές συγκεντρώσεις σωματιδίων που επικάθονται στις επιφάνειες των μικροκαναλιών. Τα μικροσωματίδια έχουν διάμετρο 1 μm .

4.2.5.4 Άλλα σφάλματα

Κατά την διεξαγωγή των πειραμάτων προστίθενται διάφορα σφάλματα στις μετρήσεις που οφείλονται κυρίως στις μικρές διαστάσεις των καναλιών και τη αδυναμία ρυθμίσεων με αυτόματα συστήματα.

Αυτά τα σφάλματα συνοψίζονται ως εξής:

- Ευθυγράμμιση του καναλιού ως προς την κάμερα
- Καθετότητα του επιπέδου της ροής δηλ του chip holder ως προς την διεύθυνση της δέσμης laser (‘αλφάδιασμα’ του chip).

4.2.6 Αδυναμίες του *Micro P.I.V.*

4.2.6.1 Λήψη πολλών μετρήσεων

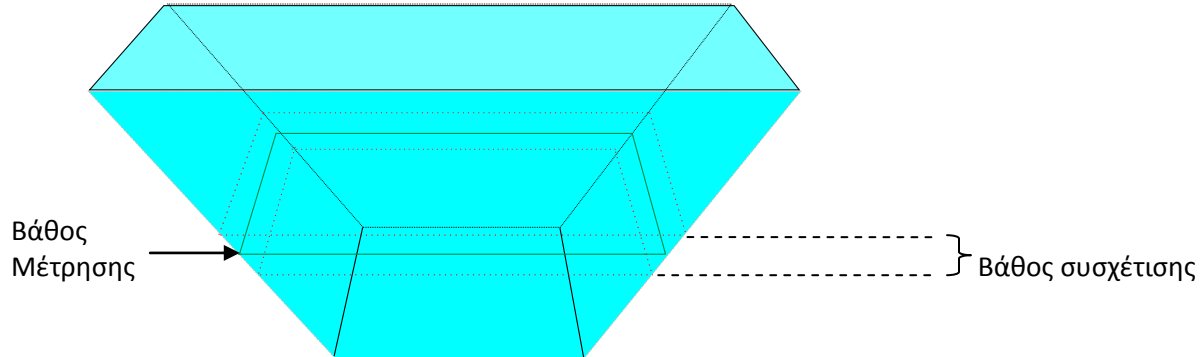
Στην βιβλιογραφία αναφέρεται συνήθως ότι λαμβάνονται 100 με 200 εικόνες κατά την εφαρμογή της τεχνικής *micro-P.I.V.* των οποίων η επεξεργασία γίνεται με την μέθοδο *Ensemble P.I.V.* [7-10]. Αναφέρεται επίσης ότι η εξαγωγή του μέσου όρου χρησιμοποιώντας πάνω από 100 ζεύγη εικόνων

συγκλίνει κατά 2%, ύστερα από ανάλυση 1000 εικόνων [11]. Λίγες δημοσιεύσεις αναφέρουν δείγματα μετρήσεων πολλών εικόνων που φθάνουν σε μέγεθος τα 2000 ζευγάρια εικόνων [12, 13]. Η λήψη μεγάλου αριθμού εικόνων αναφέρεται ότι συνήθως συνδέεται με μεγάλα μετρητικά σφάλματα [14].

Στην παρούσα εργασία ακολουθήθηκε στην αρχή λήψη μετρήσεων 250 εικόνων και επεξεργασία με ensemble P.I.V. αλλά επειδή τα αποτελέσματα δεν ήταν ικανοποιητικά καταλήξαμε να λαμβάνουμε δείγματα 2000 ζευγών εικόνων έχοντας επιλέξει παράθυρο συσχέτισης 64 κατά την κάθετη και 128 κατά την οριζόντια διεύθυνση με 50% επικάλυψη (overlap).

4.2.6.2 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 [15]. Για παράδειγμα, εάν οι μετρήσεις των ταχυτήτων πραγματοποιούνται σε μικροκανάλι στο οποίο η ροή είναι Poisseuille, 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 η μετρούμενη ταχύτητα υπερεκτιμάται λόγω των ταχυτήτων των σωματιδίων που είναι μεγαλύτερες σε υπερκείμενα επίπεδα από το επίπεδο μέτρησης [16].



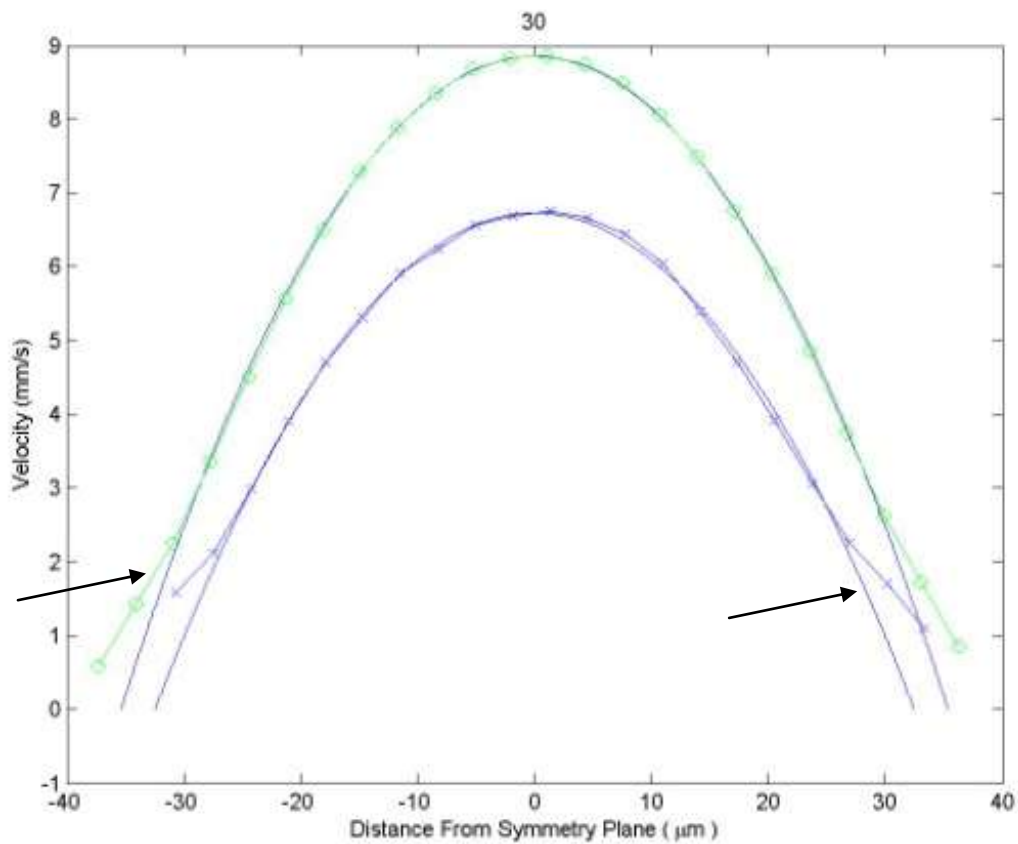
Εικόνα 4.2.8 Απεικόνιση του βάθους συσχέτισης (correlation depth) που δημιουργείται λόγω του φωτισμού όγκου στα μικροκανάλια.

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

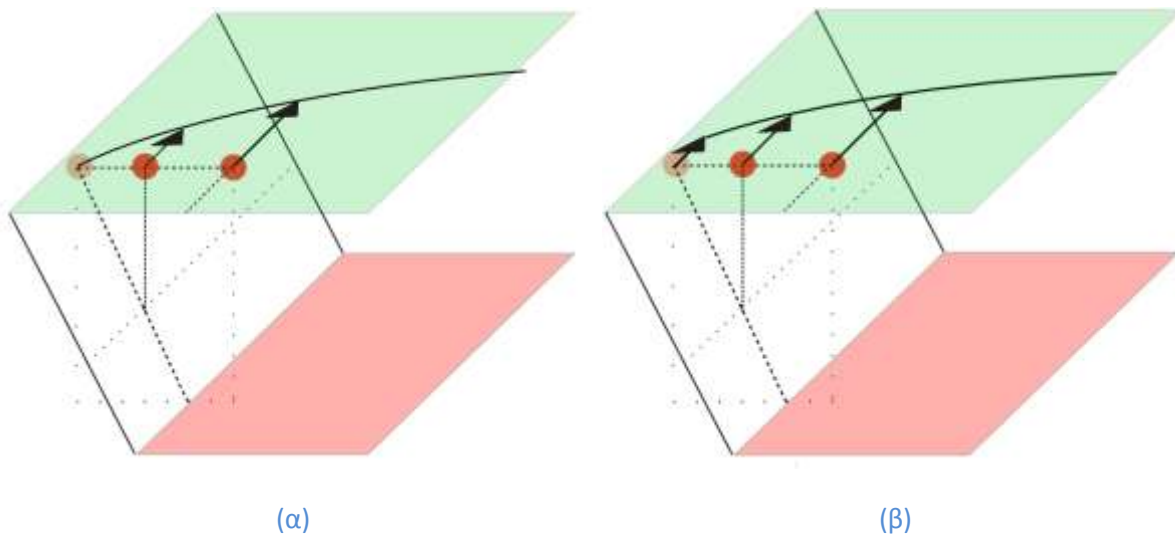
$$\delta z_m = \frac{3n\lambda_0}{NA^2} + \frac{2,16d_p}{\tan \theta} + d_p = \frac{3 \times 0,532}{0,5^2} \mu m + \frac{2,16}{\tan 30^\circ} \mu m + 1 \mu m = 11,125 \mu m$$

που αντιστοιχεί περίπου στο 9% του συνολικού βάθους. Κατά την μέτρηση κοντά στο τοίχωμα έχουμε συνεισφορά μόνο των σωματιδίων που βρίσκονται πάνω από το επίπεδο εστίασης. Έτσι, καταλήγουμε να έχουμε μεγαλύτερες ταχύτητες από τις πραγματικές κοντά στα τοιχώματα.

Αυτό το φαινόμενο είναι εντονότερο στα υδρόφιλα μικροκανάλια. Συγκεκριμένα, τα προφίλ ταχυτήτων των υδρόφιλων καναλιών παρουσιάζουν μια περιοχή κοντά στον τοίχο που εμφανίζει σημαντική απόκλιση από το αναμενόμενο παραβολικό σχήμα. Επομένως, για την εξαγωγή ασφαλέστερων συμπερασμάτων χρησιμοποιείται καμπύλη προσαρμογής η οποία προεκτείνεται έως ότου μηδενιστεί η ταχύτητα στον τοίχο για την περίπτωση των υπερυδρόφιλων ή καταλήξει σε μια μηδενική ταχύτητα στην περίπτωση των υπερυδρόφοβων καναλιών. Με τον ίδιο τρόπο εργάστηκαν και οι Silva et al. (2009) [17].



Εικόνα 4.2.9 Κατανομές-προφίλ ταχυτήτων για πραγματικό βάθος 30 μm όπως εξάγονται από το υπολογιστικό πακέτο MATLAB. Οι συνεχείς γραμμές δείχνουν τα παραβολικά προφίλ ενώ τα σημεία (x) αποτελούν τα πειραματικά δεδομένα για τα υπερυδρόφιλα κανάλια και τα σημεία (o) για τα υπερυδρόφοβα. Τα βέλη εντοπίζουν τις περιοχές κοντά στα τοιχώματα, όπου τα πειραματικά δεδομένα αποκλίνουν από το παραβολικό σχήμα του προφίλ.



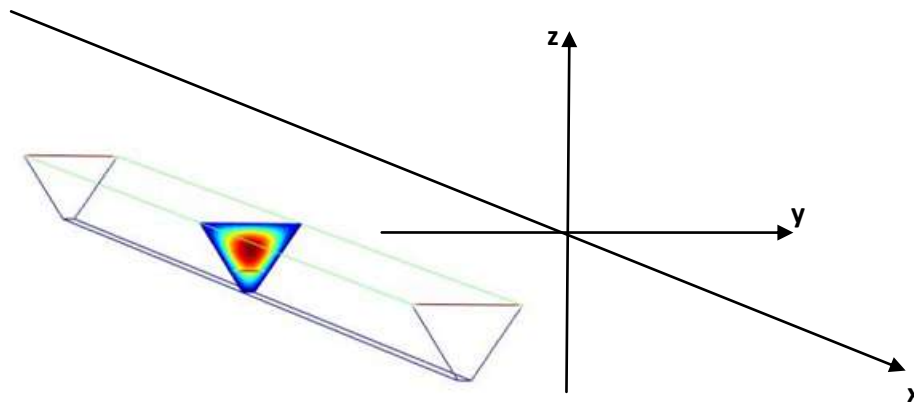
Εικόνα 4.2.10 Τα πειραματικά δεδομένα κοντά στο τοίχωμα εξάγονται μόνο από το πάνω μέρος του βάθους συσχέτισης λόγω της γεωμετρίας. Στην εικόνα το κάτω επίπεδο (ροζ) αποτελεί το πεδίο μέτρησης και το πάνω πεδίο (πράσινο) αποτελεί το πάνω μέρος του βάθους συσχέτισης. Στην εικόνα (α) φαίνεται η ροή των σωματιδίων για συνθήκη μη ολίσθησης και στην (β) με ολίσθηση. Κατά τις μετρήσεις επομένως τα σωματίδια του πάνω μέρους του βάθους συσχέτισης συνεισφέρουν στα πειραματικά δεδομένα, με αποτέλεσμα να εμφανίζεται μεγαλύτερη ταχύτητα κοντά στα τοιχώματα. Στην περίπτωση που υπάρχει ολίσθηση το φαινόμενο αυτό διευρύνεται ακόμα περισσότερο.

Για την εξαγωγή συμπερασμάτων όσον αφορά την περιοχή κοντά στο τοίχωμα οι Zheng, Kong et al. (2013) [18] έκαναν χρήση της μεθόδου micro-PTV για την μέτρηση της ταχύτητας της ροής κοντά στα τοιχώματα υδροφιλικών μικροκαναλιών με δύο διαφορετικά μεγέθη σωματιδίων. Το αποτέλεσμα είναι ότι για τα σωματίδια με διάμετρο 50nm οι μετρούμενες ταχύτητες είχαν 48% απόκλιση σε σύγκριση με τους θεωρητικούς υπολογισμούς με την παραδοχή της συνθήκης μη ολίσθησης στο τοίχωμα. Για τον αντίστοιχο υπολογισμό με σωματίδια διαμέτρου 200nm η απόκλιση ήταν 93%. Προκύπτει επομένως ότι για τον καλύτερο προσδιορισμό των ταχυτήτων στο τοίχωμα, ενδεχομένως μια αλλαγή στην διάμετρο των σωματιδίων να παίζει σημαντικό ρόλο στον προσδιορισμό της ταχύτητας ολίσθησης για τις υδρόφοβες επιφάνειες.

4.3 Προσομοιώσεις

Προκειμένου να επιβεβαιωθούν τα πειραματικά δεδομένα έγινε μια προσομοίωση επίλυσης της ροής με χρήση της υπολογιστικής ρευστομηχανικής (computational fluid dynamics-CFD). Συγκεκριμένα, οι προσομοιώσεις γίνονται με χρήση του εμπορικού προγράμματος COMSOL 4.2, χρησιμοποιώντας τις διαστάσεις του μικροκαναλιού δηλ. τραπέζιο με μεγάλη βάση 199 μm , μικρή βάση 24 μm και ύψος 129 μm . Οι άξονες φαίνονται στο παρακάτω σχήμα. Χρησιμοποιήθηκε μήκος καναλιού κατά το x άξονα 0,5cm, ενώ το πραγματικό chip είναι 4,5cm μαζί με τις πηγές. Το μικρότερο αυτό μήκος δεν επηρεάζει τα αποτελέσματα εφόσον η ροή έχει αναπτυχθεί σε μικρότερο από 0,01cm. Τα δεδομένα εξήχθησαν

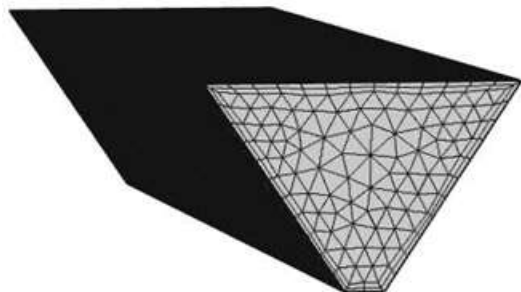
για το μέσο του μήκους του καναλιού δηλ για, τη θέση 0,25cm. Για την αποτελεσματικότερη απόδοση των προσομοιώσεων, θεωρήθηκε η μισή γεωμετρία του μικροκαναλιού και τέθηκε συμμετρία στο κέντρο του γύρω από τον άξονα z.



Εικόνα 4.3.1 Το μικροκανάλι σε απόδοση του COMSOL και η κατανομή ταχυτήτων σε μια διατομή του

Προκειμένου να επιλυθεί το πρόβλημα υπολογιστικής ρευστομηχανικής δημιουργήθηκε ένα πλέγμα και ύστερα επιλύθηκαν σε κάθε στοιχείο του πλέγματος οι αντίστοιχες εξισώσεις δηλ. συνέχειας και ορμής. Το πλέγμα που δημιουργήθηκε είχε τα ακόλουθα χαρακτηριστικά:

- Μέγεθος μέγιστου στοιχείου: 6,00 μm
- Μέγεθος ελάχιστου στοιχείου: 2,00 μm
- Ρυθμός αύξησης του μέγιστου στοιχείου: 1,13 μm
- Διακριτότητα της καμπυλότητας: 2,00 μm
- Διακριτότητα των στενών περιοχών: 2,00 μm



Εικόνα 4.3.2. Το δημιουργούμενο πλέγμα του μικροκαναλιού όπως αποδίδεται από το COMSOL 4.2

Συγκεκριμένα μας ενδιαφέρουν τα προφίλ ταχυτήτων κατά το επίπεδο $x-y$ τα οποία παρουσιάζουν το παραβολικό σχήμα που μας δίνουν τα αποτελέσματα των πειραμάτων. Επίσης χρήσιμος είναι ο συμμετρικός άξονας των z στον οποίο εμφανίζονται οι μέγιστες ταχύτητες.

Η προσομοίωση θεωρείται ότι αφορά μόνο το υπερυδροφιλο όπου δεχόμαστε ότι ισχύει σε όλα τα τοιχώματα η συνθήκη μη ολίσθησης. Για το υπερυδροφοβο κανάλι δεν μπορεί να γίνει σχετική ανάλυση καθώς δεν γνωρίζουμε τις συνθήκες ολίσθησης που επικρατούν. Η ροή είναι στρωτή με μέση ταχύτητα $5,8\text{mm/s}$. Τα αποτελέσματα της προσομοίωσης αντιπαραβάλλονται με τα πειραματικά στο επόμενο κεφάλαιο.

Παραπομπές 4^{ου} κεφαλαίου

1. Wereley, S.T. and C.D. Meinhart, *Recent advances in micro-particle image velocimetry*. Annual review of fluid mechanics, 2010. **42**: p. 557-576.
2. Nguyen, N.-T. and S.T. Wereley, *Fundamentals and applications of microfluidics*. 2002: Artech House Publishers.
3. Morini, G.L., *Scaling Effects for Liquid Flows in Microchannels*. Heat Transfer Engineering, 2006. **27**(4): p. 64-73.
4. Olsen, M.G. and R.J. Adrian, *Brownian motion and correlation in particle image velocimetry*. Optics & Laser Technology, 2000. **32**(7): p. 621-627.
5. Westerweel, J., *Theoretical analysis of the measurement precision in particle image velocimetry*. Experiments in Fluids, 2000. **29**(1): p. S003-S012.
6. 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. 2897-2902.
7. Meinhart, C.D., Wereley S.T., Santiago J.G., *P.I.V. measurements of a microchannel flow*. Experiments in Fluids 1999. **27**: p. 414-419.
8. Błóński, S. and T.A. Kowalewski, *P.I.V. analysis of turbulent flow in a micro-channel*. Journal of Theoretical and Applied Mechanics, 2007. **45**(3): p. 489-503.
9. Byun, D., et al., *Direct measurement of slip flows in superhydrophobic microchannels with transverse grooves*. Physics of Fluids, 2008. **20**: p. 113601.
10. Ou, J. and J.P. Rothstein, *Direct velocity measurements of the flow past drag-reducing ultrahydrophobic surfaces*. Physics of Fluids, 2005. **17**(10): p. 103606-103606-10.
11. Bown, M., J. MacInnes, and R. Allen, *Micro-P.I.V. simulation and measurement in complex microchannel geometries*. Measurement Science and Technology, 2005. **16**(3): p. 619.
12. Shinohara, K., et al., *High-speed micro-P.I.V. measurements of transient flow in microfluidic devices*. Measurement Science and Technology, 2004. **15**(10): p. 1965.
13. Sugii, Y., et al., *Velocity measurement of both red blood cells and plasma of in vitro blood flow using high-speed micro P.I.V. technique*. Measurement Science and Technology, 2005. **16**(5): p. 1126.
14. Raben, J.S., et al., *Improved accuracy of time-resolved micro-Particle Image Velocimetry using phase-correlation and confocal microscopy*. Microfluidics and Nanofluidics, 2013: p. 1-14.
15. Olsen, M.G., *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.
16. Rossi, M., et al., *On the effect of particle image intensity and image preprocessing on the depth of correlation in micro-P.I.V.*. Experiments in Fluids, 2012. **52**(4): p. 1063-1075.
17. Silva, G., N. Leal, and V. Semiao, *Determination of microchannels geometric parameters using micro-P.I.V.*. Chemical Engineering Research and Design, 2009. **87**(3): p. 298-306.
18. Zheng, X., G.-P. Kong, and Z.-H. Silber-Li, *The influence of nano-particle tracers on the slip length measurements by micro-PTV*. Acta Mechanica Sinica, 2013: p. 1-9.

Κεφάλαιο 5 – Αποτελέσματα και ανάλυση των αποτελεσμάτων

Στο κεφάλαιο αυτό περιγράφεται η εξέλιξη των πειραμάτων κατά την πάροδο του χρόνου και οι σχετικές αλλαγές που έγιναν ώστε τελικά να καταλήξουμε στα τελικά αποτελέσματα. Η χρονική αυτή εξέλιξη της πορείας των πειραμάτων ώστε να βελτιωθούν τα αποτελέσματα, περιγράφεται στην παράγραφο 5.1 και τα αποτελέσματα που τελικά εξήχθησαν παρουσιάζονται στην παράγραφο 5.2.

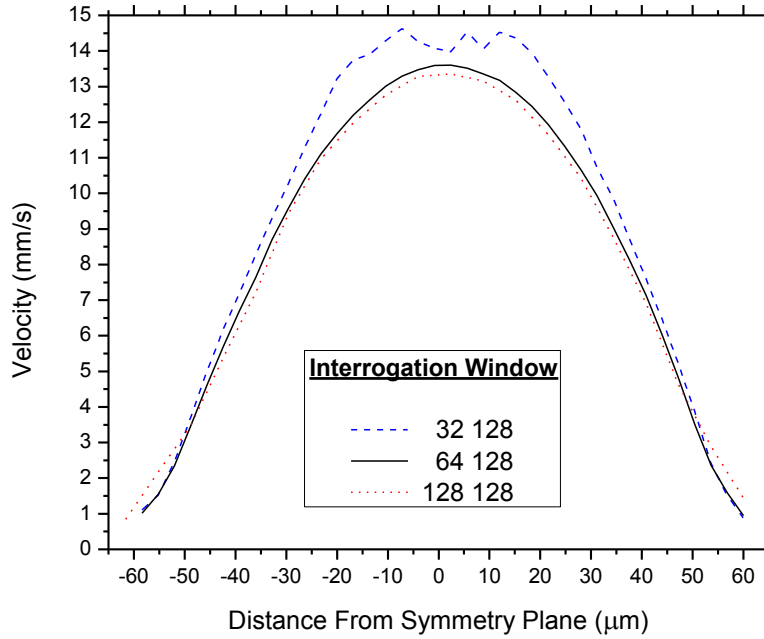
Σε όλα τα πειράματα ως βάθος ορίστηκε η απόσταση από την μικρή βάση του τραπεζίου της τραπεζοειδούς διατομής των μικροκαναλιών που εξετάστηκαν, λαμβάνοντας υπόψη το φαινόμενο της διάθλασης. Σύμφωνα με αυτό, η κατακόρυφη μετατόπιση του φακού του μικροσκοπίου αντιστοιχεί σε μια κατά περίπου 33% μεγαλύτερη μετατόπιση του επιπέδου εστίασης, δηλαδή του επιπέδου μέτρησης της ταχύτητας λόγω του δείκτη διάθλασης του νερού που είναι ίσος με 1,33. Υπενθυμίζεται ότι το φως του laser εισέρχεται από την πλευρά της μεγάλης βάσης, η οποία είναι στραμμένη προς το κάτω.

5.1 Χρονική εξέλιξη της πορείας των πειραμάτων

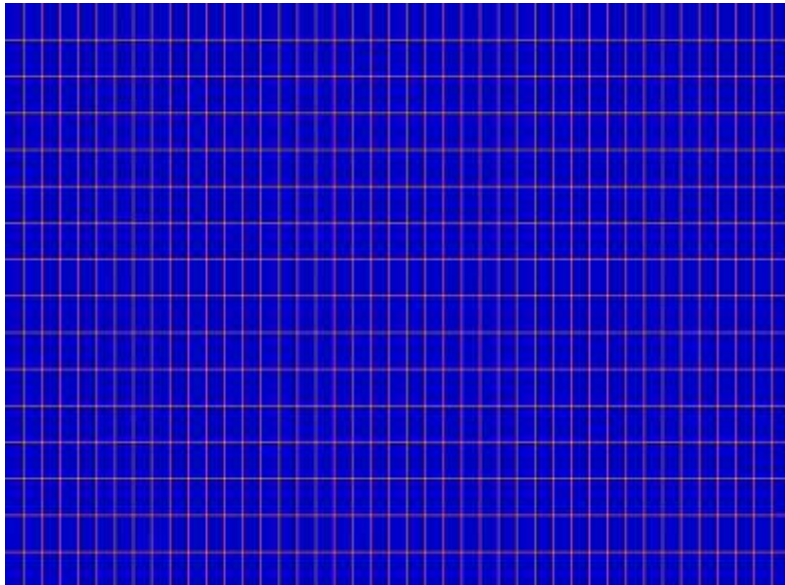
Επιλογή του παραθύρου συσχέτισης (interrogation window)

Στόχος της παρούσας εργασίας είναι η εύρεση της ταχύτητας ολίσθησης υπερυδροφόβου μικροκαναλιού. Επομένως, μεγάλη σημασία έχει η λεπτομερής καταγραφή της ταχύτητας του ρευστού στην περιοχή κοντά στα τοιχώματα του μικροκαναλιού, όπου όμως η μέθοδος micro P.I.V. παρουσιάζει κάποια σφάλματα λόγω του λεγόμενου βάθους συσχέτισης (παράγραφος 4.2.6.2). Κατά συνέπεια αναγκαστήκαμε για τον υπολογισμό της ταχύτητας ολίσθησης να βασιστούμε στις μετρήσεις της ταχύτητας μακριά από το τοίχωμα κάνοντας χρήση καμπυλών προσαρμογής (curve fitting).

Αναφορικά με την εφαρμογή της μετρητικής τεχνικής P.I.V. και συγκεκριμένα την επιλογή του παραθύρου συσχέτισης συγκρίθηκαν τα αποτελέσματα για τρία μεγέθη παραθύρου δηλαδή 128×128 pixel, 32×128 pixel και 64×128 pixel. Τελικώς επελέγη ως πλέον κατάλληλο το παράθυρο 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 (εικόνα 5.1.1). 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 15x42=630 διανύσματα (εικόνα 5.1.2). Δηλαδή λόγω της υπερκάλυψης (overlapping) του κάθε παραθύρου συσχέτισης κατά 50%, εξάγονται ταχύτητες ανά 3,2μm ενώ το παράθυρο έχει πλάτος 6,4μm.



Εικόνα 5.1.1 Σύγκριση τριών διαφορετικών παραθύρων συσχέτισης για την περίπτωση του υπερυδροφόβου μικροκαναλιού και βάθος 56μm. Στον κάθετο άξονα απεικονίζονται οι ταχύτητες και στον οριζόντιο η απόσταση από το επίπεδο συμμετρίας. Για την εξαγωγή των αποτελεσμάτων χρησιμοποιείται η μέθοδος της μέσης ταχύτητας.

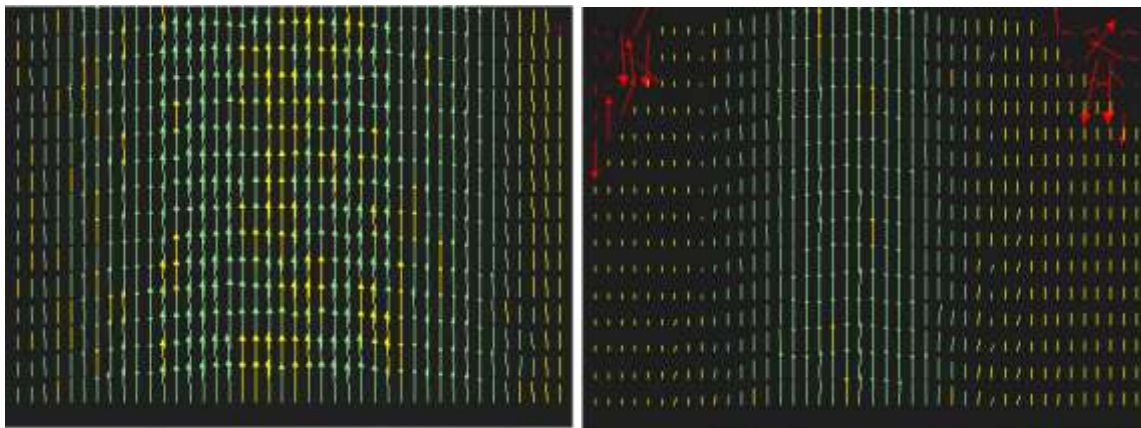


Εικόνα 5.1.2 Το πεδίο ροής όπως φαίνεται από την κάμερα μέσω του προγράμματος Insight 4G της TSI με τη χρήση ψευδοχρώματος. Το ψευδόχρωμα βοηθάει για την καλύτερη απεικόνιση των σωματιδίων από τον άνθρωπο (δεν επηρεάζει την επεξεργασία). Πάνω στην εικόνα φαίνονται διαγραμμισμένα τα παράθυρα συσχέτισης. Μέσα σε κάθε παράθυρο συσχέτισης θα δημιουργηθεί ένα διάνυσμα.

Είδη διανυσμάτων

Κατά την επεξεργασία των μετρήσεων με το εμπορικό λογισμικό ανάλυσης Insight 4G της εταιρίας TSI προκύπτουν 3 είδη διανυσμάτων (εικόνα 5.1.3):

- Διανύσματα πράσινου χρώματος που είναι τα αποδεκτά διανύσματα δηλαδή αυτά που έχουν αναλογία σήματος προς θόρυβο μεγαλύτερη από το όριο που έχει τεθεί από τον χρήστη.
- Κίτρινα διανύσματα που εισάγονται από το λογισμικό σε περιοχές που δεν έγινε εφικτός ο υπολογισμός διανυσμάτων λόγω διαφόρων αιτιών (π.χ. ύπαρξη κάποιας φυσαλίδας). Τα επιπλέον αυτά διανύσματα υπολογίζονται με βάση τα γειτονικά τους διανύσματα (μέθοδος image overlapping – εντολή recursive filling του προγράμματος Insight 4G).
- Κόκκινα διανύσματα τα οποία υπολογίστηκαν μεν αλλά χωρίς να ικανοποιούν τον λόγο σήματος προς θόρυβο που επέλεξε ο χρήστης.

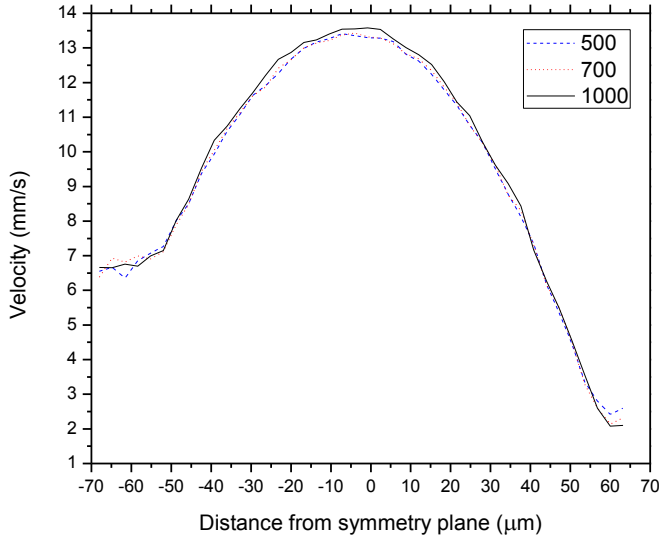


Εικόνα 5.1.3. Το πεδίο διανυσμάτων όπως φαίνεται από το πρόγραμμα Insight 4G της TSI για (α) μεγάλο βάθος (98μm) όπου το πεδίο ροής καλύπτει όλο το εύρος της κάμερας και (β) μικρότερο βάθος (30μm) όπου το πεδίο ροής είναι μικρότερο από το εύρος της εικόνας με αποτέλεσμα το πρόγραμμα να παρεμβάλλει διανύσματα εκτός των τοιχωμάτων του μικροκαναλιού για το βάθος αυτό. Και στις δύο εικόνες έχει γίνει άθροιση κατά ensemble με 1500 ζεύγη εικόνων και για αυτό υπάρχουν διανύσματα στο μεγαλύτερο εύρος των εικόνων.

5.1.1 Άθροιση κατά ensemble

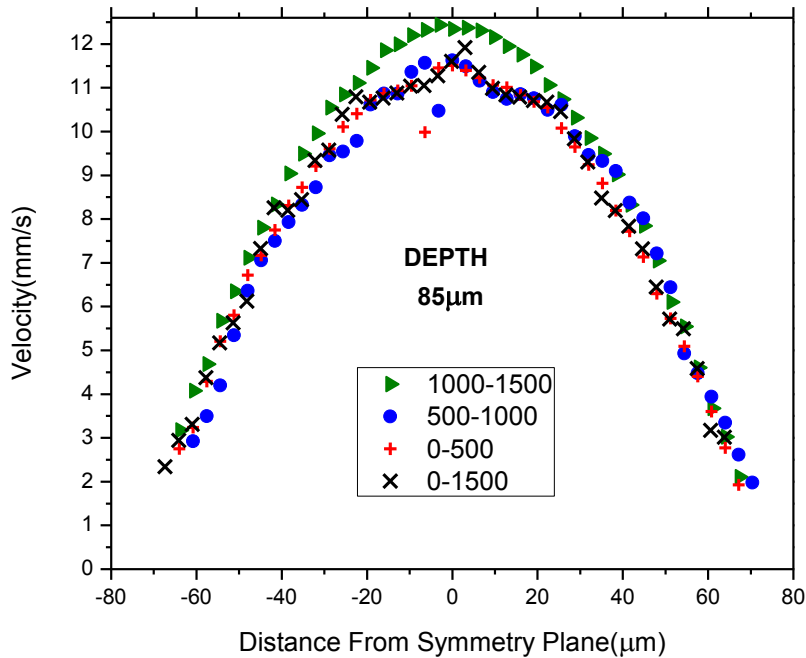
Στις πρώτες 2 σειρές πειραμάτων χρησιμοποιήθηκε η μέθοδος ensemble averaging για τον υπολογισμό του μέσου πεδίου ταχυτήτων χρησιμοποιώντας αρχικώς 250 ζεύγη εικόνων. Σύμφωνα με την μέθοδο αυτή το πεδίο ταχυτήτων προκύπτει αθροίζοντας τις συναρτήσεις ετεροσυσχέτισης όλων των ζευγών των εικόνων και βρίσκοντας το μέσο όρο τους. Επειδή το σφάλμα των μετρήσεων ελαττώνεται με την αύξηση του αριθμού των εικόνων η παραπάνω μέθοδος εφαρμόστηκε σε μεγαλύτερα δείγματα. Για παράδειγμα στο πίνακα της εικόνας 5.1.4 παρατηρείται αύξηση του ποσοστού των αποδεκτών διανυσμάτων από 67.9% σε 77.14% αυξάνοντας τον αριθμό των εικόνων από 500 σε 1000. Σε μια προσπάθεια περαιτέρω βελτίωσης των αποτελεσμάτων ελήφθησαν 1500 εικόνες και διαπιστώθηκε το εξής παράδοξο: από την ομάδα των 500 πρώτων εικόνων καθώς και από την ομάδα των επόμενων 500 εικόνων προέκυψαν διαταραγμένες κατανομές ταχύτητας το οποίο όμως δεν συνέβη στην τελευταία

ομάδα των 500 εικόνων από τις οποίες το προφίλ ταχύτητας ήταν άψογο. Στη συνέχεια χρησιμοποιώντας τις 1500 εικόνες το προφίλ ταχύτητας διαπιστώθηκε ότι δεν βελτιώθηκε αντίθετα προς τα αναμενόμενα (λόγω του μεγαλύτερου δείγματος εικόνων). Για να διαλευκανθεί ο λόγος αυτής της ανομοιομορφίας εξετάστηκαν οι ακόλουθες πιθανές αιτίες.



Αριθμός Εικόνων	500		700		1000	
	Αριθμός διανυσμάτων					
Διανύσματα	630	%	630	%	630	%
Αποδεκτά	428	67.9	470	74.6	486	77.14
Μη αποδεκτά	4	0.6	7	1.11	2	0.31
Παρεμβαλλόμενα	198	31.4	153	24.28	142	22.54

Εικόνα 5.1.4 Σύγκριση των προφίλ για διαφορετικό αριθμό ζευγών εικόνων. Στον κάθετο άξονα είναι το μέτρο της κατανομής της ταχύτητας και στον οριζόντιο η απόσταση από τον άξονα συμμετρίας. Παρατηρείται ότι κατά την αύξηση του δείγματος αυξάνονται τα αποδεκτά διανύσματα (πίνακας) καθώς και βελτιώνεται η πορεία της καμπύλης στα δεξιά. Το αριστερό μέρος της καμπύλης είναι συνέπεια των παρεμβαλλόμενων διανυσμάτων(διάγραμμα).



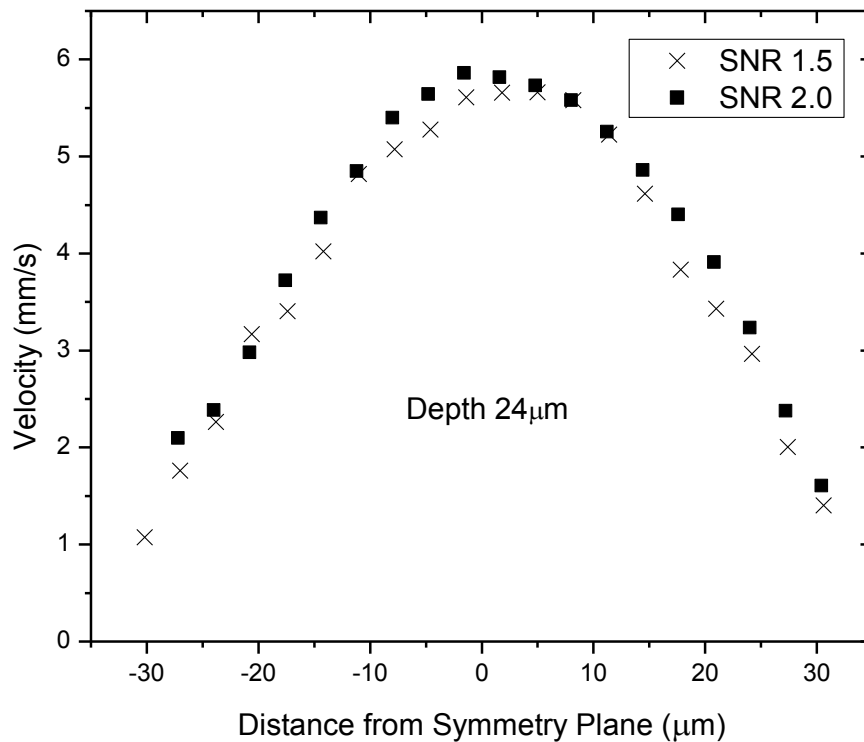
Εικόνα 5.1.5 Λαμβάνοντας 1500 εικόνες ανά βάθος και επεξεργάζοντας τις εικόνες με τη μέθοδο ensemble averaging βρέθηκε ότι για το βάθος 85 μm τα πρώτα 500 ζεύγη εικόνων (+) και τα δεύτερα 500 ζεύγη εικόνων (•) δεν παρουσίασαν ομοιόμορφο προφίλ ενώ τα τελευταία 500 ζεύγη (►) έδωσαν ομοιόμορφο προφίλ. Επομένως οι πρώτες 1000 εικόνες έχουν κάποιο σφάλμα και επηρεάζουν το τελικό σχήμα του προφίλ για τα 1500 ζεύγη εικόνων (x).

Αφαίρεση των παρεμβαλλόμενων διανυσμάτων

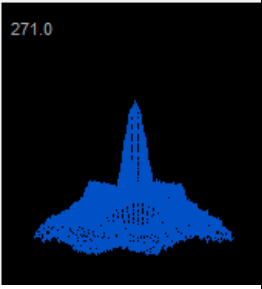
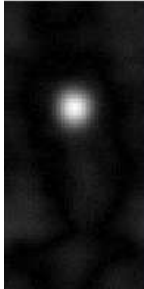
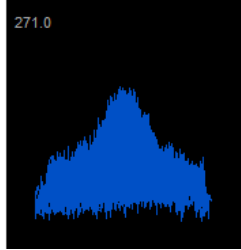

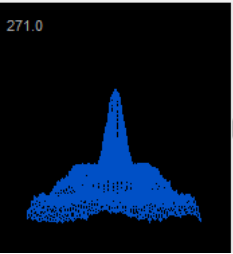
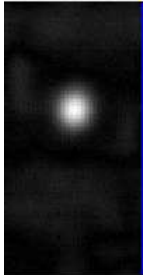
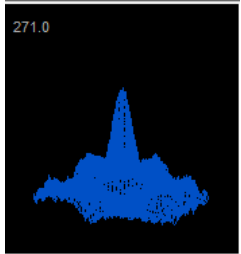

Παρατηρήθηκε ότι στα μικρά βάθη δηλαδή πλησιέστερα προς την μικρή βάση της τραπεζοειδούς διατομής χρησιμοποιώντας τη μέθοδο αυτή, το πρόγραμμα απέδιδε κίτρινα διανύσματα και πέραν των τοιχωμάτων του (εκτός του καναλιού), τα οποία προφανώς δεν ήταν ρεαλιστικά. Έτσι, στις επόμενες προσπάθειες αφαιρέθηκε από το πρόγραμμα το εργαλείο image overlapping, δηλαδή η εντολή recursive filling του προγράμματος Insight 4G.

Αύξηση του λόγου σήματος προς θόρυβο (Signal to Noise) των διανυσμάτων

Κάναμε αυστηρότερο το κριτήριο αποδοχής των διανυσμάτων αυξάνοντας τον λόγο σήματος προς θόρυβο με αποτέλεσμα κάποια βελτίωση των κατανομών ταχύτητας.



Εικόνα 5.1.6. Σύγκριση των κατανομών ταχυτήτων για διαφορετικό λόγο σήματος προς θόρυβο κατά την διάρκεια της επεξεργασίας με τη μέθοδο ensemble averaging. Στον κάθετο άξονα είναι το μέτρο της ταχύτητας και στον οριζόντιο η απόσταση από το επίπεδο συμμετρίας.

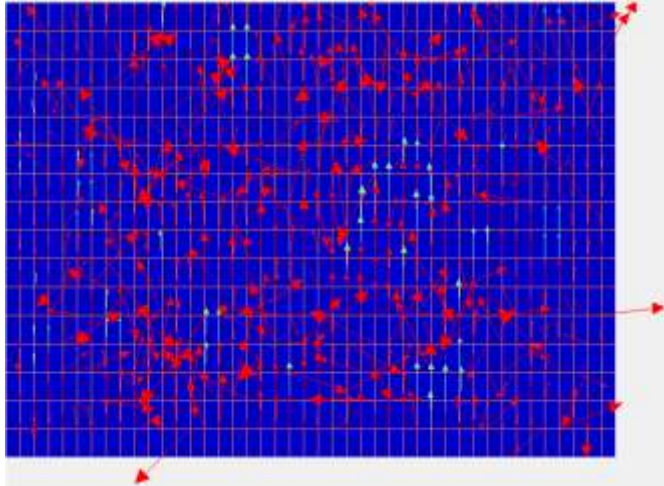
Καμπύλες ετεροσυσχέτισης και οι αντίστοιχες διδιάστες εικόνες στο παράθυρο συσχέτισης τους			
Αποδεκτές		Μη αποδεκτές	
Σήμα/Θόρυβος	5.86	Σήμα/Θόρυβος	1.006480
			
Σήμα/Θόρυβος	5.622005	Σήμα/Θόρυβος	1.019990
			

Εικόνα 5.1.7. Καμπύλες ετεροσυσχέτισης και οι αντίστοιχες διδιάστατες εικόνες στο παράθυρο συσχέτισης τους όπως αποδίδονται από το πρόγραμμα Insight 4G της TSI. Στα αριστερά φαίνονται οι καμπύλες που έχουν αποδεκτό λόγο σήματος προς θόρυβο και στα δεξιά αυτές που δεν έχουν αποδεκτό λόγο σήματος προς θόρυβο.

Κατόπιν αυτών αποφασίστηκε να κάνουμε χρήση της κλασικής επεξεργασίας των μετρήσεων όπως εξηγείται στην επόμενη παράγραφο.

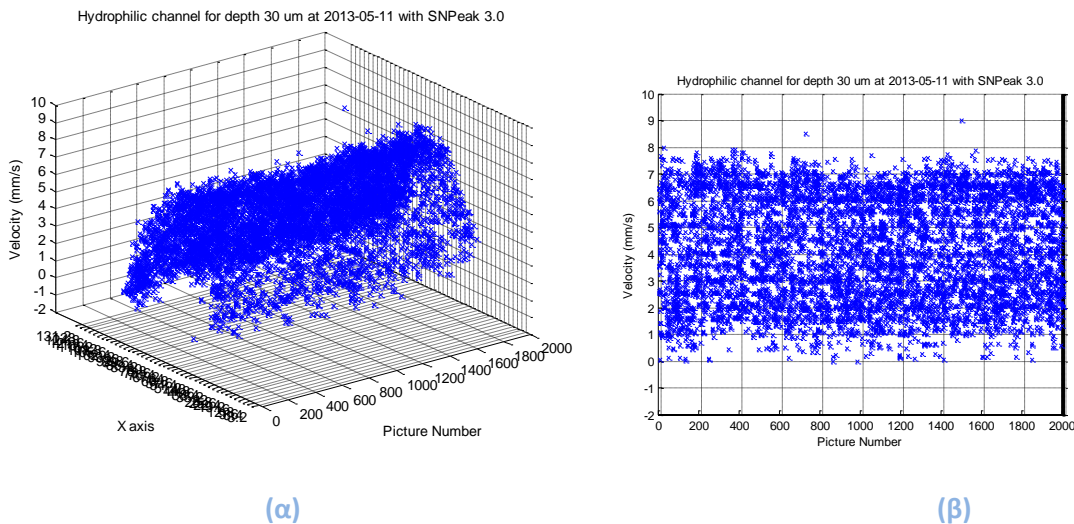
5.1.2 Επεξεργασία μετρήσεων με την κλασική μέθοδο ανάλυσης P.I.V. αντί της ensemble averaging

Κατά την μέθοδο αυτή γίνεται ετεροσυσχέτιση για κάθε ζευγάρι εικόνων από την οποία προκύπτει περιορισμένος αριθμός διανυσμάτων λόγω του μικρού αριθμού σωματιδίων που απαντώνται κατά την εφαρμογή της micro-P.I.V.. Για το λόγο αυτό είναι απαραίτητη η λήψη μεγάλου αριθμού εικόνων



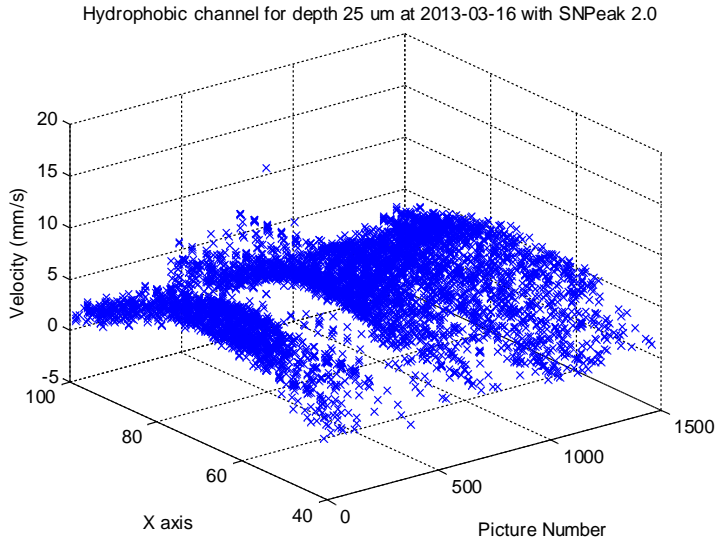
Εικόνα 5.1.8 Το πεδίο διανυσμάτων όπως φαίνεται από το πρόγραμμα Insight 4G της TSI για βάθος 98μm όπου το πεδίο ροής καλύπτει όλο το εύρος της κάμερας μετά την ετεροσυσχέτιση ενός ζεύγους εικόνων ακολουθώντας την κλασσική μέθοδο επεξεργασίας.

Τα διανύσματα κάθε ζεύγους εικόνων απεικονίστηκαν σε ένα διάγραμμα για όλα τα ζεύγη εικόνων. Έτσι, προκύπτει ένα διάγραμμα τριών διαστάσεων. Στον κατακόρυφο άξονα είναι η απεικόνιση των μέτρων των ταχυτήτων (Velocity) και στον οριζόντιο (X axis) το πλάτος του καναλιού. Και στον τρίτο άξονα τα στιγμιότυπα (Picture Number). Επομένως, σχηματίζεται ένα τρισδιάστατο σχήμα το οποίο παρουσιάζει τη μεταβολή της ροής στο συγκεκριμένο επίπεδο μέτρησης συναρτήσει του χρόνου, λαμβάνοντας υπόψη ότι εικόνες λαμβάνονται με συχνότητα 5 περίπου ανά δευτερόλεπτο (εικόνα 5.1.9). Η επεξεργασία των δεδομένων έγινε με χρήση του προγράμματος MATLAB.

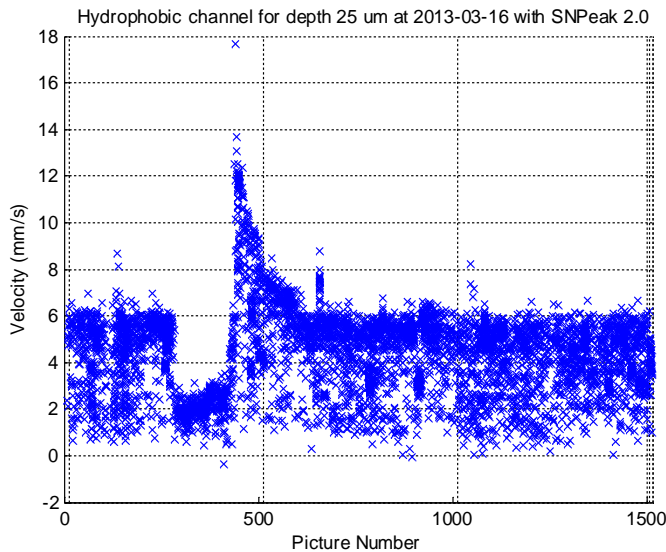


Εικόνα 5.1.8 (α) Το τρισδιάστατο πεδίο διανυσμάτων για βάθος 30μm και αναλογία σήματος προς θόρυβο 3, για 2000 ζεύγη εικόνων όπως απεικονίζονται από το Matlab. Στον οριζόντιο άξονα είναι η απεικόνιση των μέτρων των ταχυτήτων (Velocity) και στον οριζόντιο είναι η μετατόπιση από τον άξονα συμμετρίας (X axis). Στον τρίτο άξονα αναπτύσσεται το κάθε ζεύγος εικόνων, και αντίστοιχα χρόνος, με την σειρά που λήφθηκαν (Picture Number). (β) Η πλάγια όψη του τρισδιάστατου πεδίου είναι ένα δισδιάστατο διάγραμμα μεταβολής της ταχύτητας συναρτήσει του κάθε ζεύγους εικόνας όπως αυτές διαγράφονται με την πάροδο του χρόνου.

Τελικά από την ανάλυση αυτή διαπιστώθηκε ότι η ροή δεν ήταν σταθερή, αυξομειούμενη κάποιες χρονικές στιγμές (εικόνα 5.1.9) πιθανώς λόγω παρουσίας φυσαλίδων ή συγκέντρωσης σωματιδίων. Το γεγονός αυτό αποτέλεσε την αιτία λόγω της οποίας η εφαρμογή της επεξεργασίας ensemble averaging δεν κατέληγε σε ασφαλή συμπεράσματα (εικόνα 5.1.5).

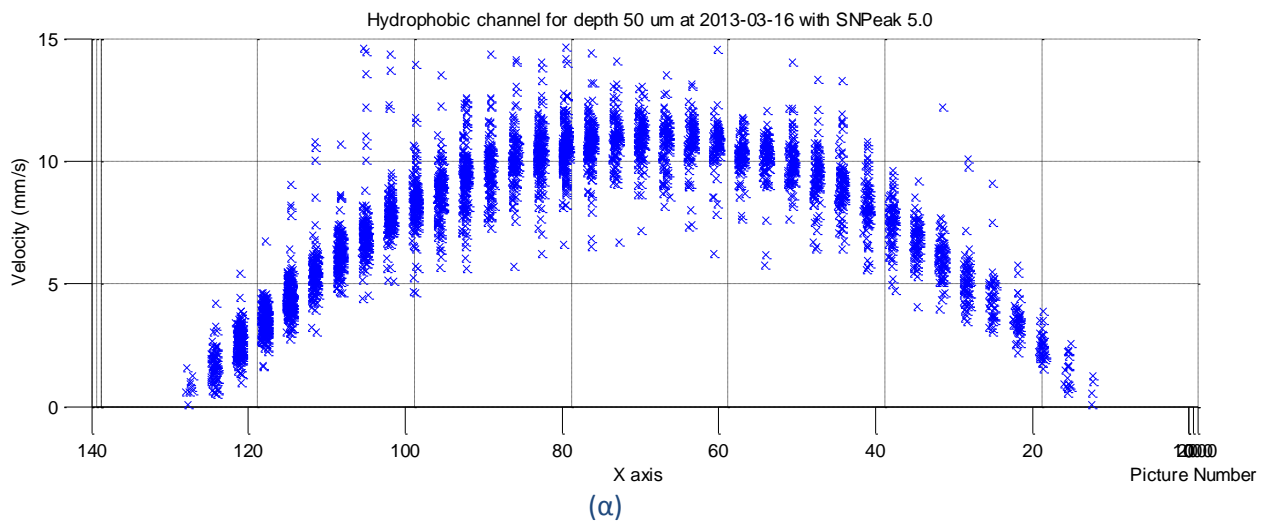
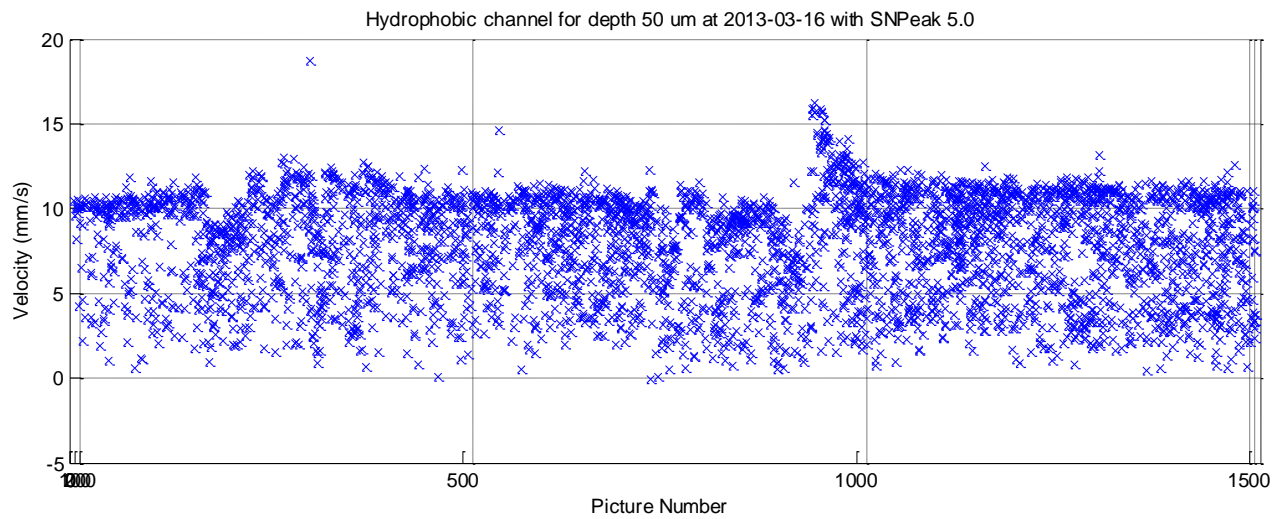


(α)



(β)

Εικόνα 5.1.9 (α) Το τρισδιάστατο πεδίο διανυσμάτων για βάθος 25μm, 1500 ζεύγη εικόνων και με αναλογία σήμα προς θόρυβο 1,5 όπως απεικονίζονται από το Matlab. (β) Η πλάγια όψη του τρισδιάστατου πεδίου είναι ένα δισδιάστατο διάγραμμα μεταβολής της ταχύτητας συναρτήσει της κάθε εικόνας όπως αυτές διαγράφονται με την πάροδο του χρόνου όπως απεικονίζονται από το Matlab. Κατά την πάροδο του χρόνου, περίπου στο 300^ο ζεύγος εικόνων φαίνεται μια απότομη μείωση της ροής και στην συνέχεια μετά από 100 περίπου ζεύγη μια απότομη αύξηση της ροής. Στην συνέχεια εμφανίζονται πολύ μικρότερες αυξομειώσεις.

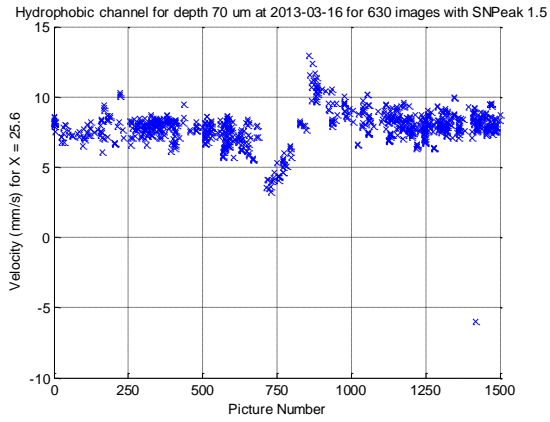


(β)

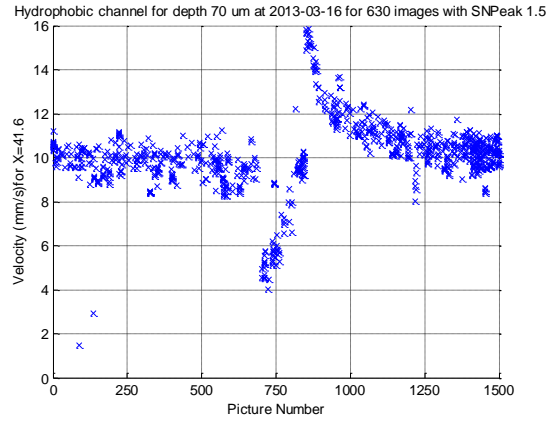
Εικόνα 5.1.10 (α) Η πλάγια όψη ταχύτητας – τρέχων ζεύγος εικόνων του τρισδιάστατου πεδίου για το βάθος 50 μm για αναλογία σήματος – θορύβου 5 όπως απεικονίζονται από το Matlab. Παρόλο ότι είναι αυξημένο το σήμα, φαίνονται ακόμα αυξομειώσεις της ροής, επομένως δεν είναι κάποιο σφάλμα του συστήματος αλλά υπάρχει πρόβλημα στην ροή. Στην αύξηση του σήματος προς θόρυβο οφείλεται και η μικρότερη πυκνότητα των διανυσμάτων. (β) Η πλάγια όψη ταχύτητας – μετατόπισης από την αρχή του πεδίου (X axis-η αρχή του πεδίου είναι το 0- το επίπεδο συμμετρίας αναμένεται περίπου στα 70 μm από την αρχή του πεδίου). Σε αυτή την όψη φαίνονται όλα τα διανύσματα για όλα τα ζεύγη εικόνων όπως

απεικονίζονται από το Matlab. Σχηματίζεται ένα σύννεφο (cloud) τιμών από το οποίο, όταν δεν υπάρχουν απότομες αυξομειώσεις, λαμβάνεται το μέσο όρο για κάθε οριζόντια τιμή – απόσταση από τα τοιχώματα.

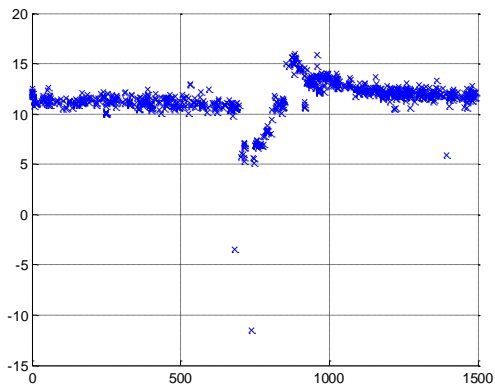
25.6



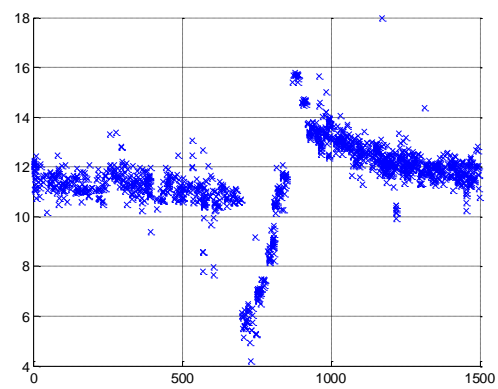
41.6



60.8



70.4

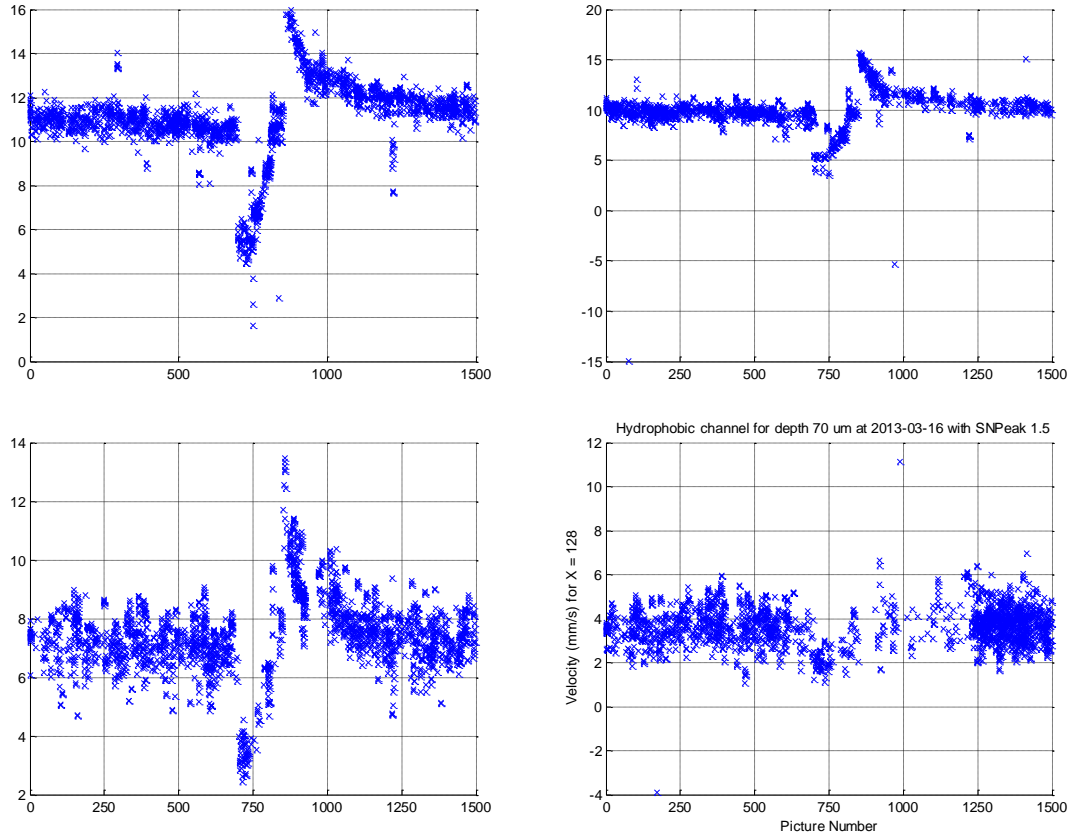


80.0

92.8

112

128



Εικόνα 5.1.11 Η πλάγια όψη ταχύτητας – τρέχον ζεύγος εικόνων του τρισδιάστατου πεδίου για διάφορες οριζόντιες θέσεις, απόσταση από την αρχή του πεδίου, για το βάθος 70 μm, αναλογία σήματος – θορύβου 1,5 και 1500 ζεύγη εικόνων όπως απεικονίζονται από το Matlab.

Μετά την αντιμετώπιση όλων αυτών των προβλημάτων, ελήφθησαν 2000 ζεύγη εικόνων, των οποίων η επεξεργασία έγινε με την κλασική μέθοδο P.I.V., παράθυρο συσχέτισης 64×128 και λόγο σήματος προς θόρυβο 3.

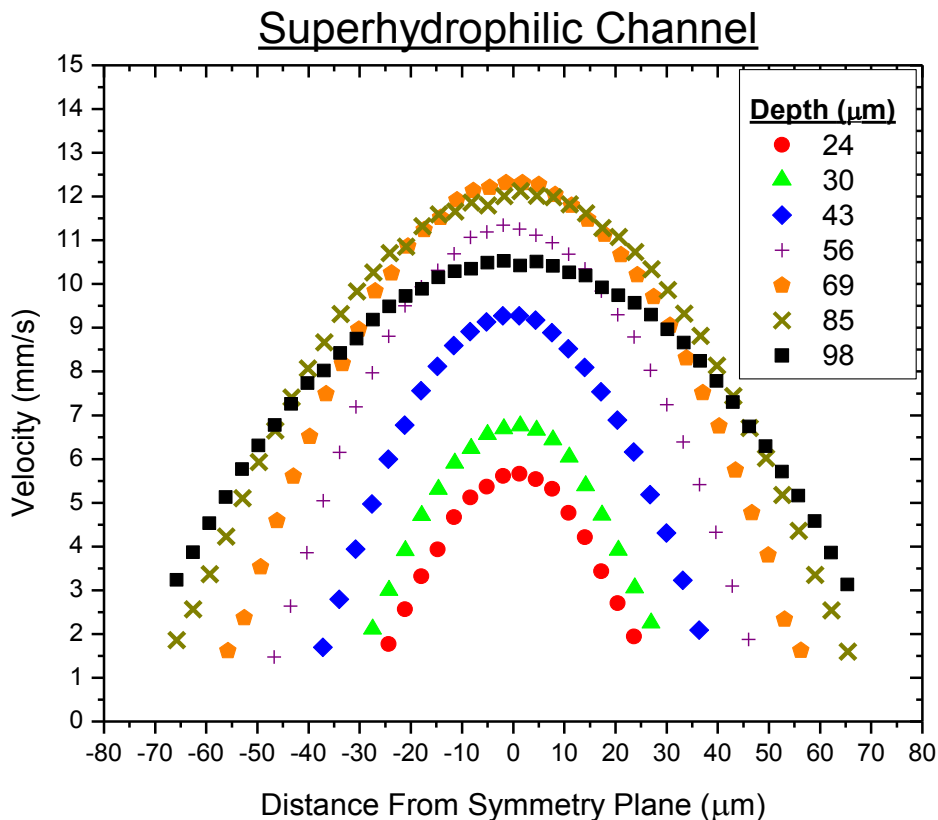
Τα πειραματικά αποτελέσματα παρουσίασαν παραβολική κατανομή ταχύτητας, εκτός από τα δεδομένα που βρίσκονται κοντά στο τοίχωμα τα οποία αποκλίνουν προς μεγαλύτερες τιμές. Για την απόδοση των κατανομών ταχυτήτων χρησιμοποιήθηκε καμπύλη προσαρμογής 2^{ου} βαθμού στα πειραματικά δεδομένα.

5.2 Τελικά αποτελέσματα

Τα τελικά αποτελέσματα εξήχθησαν ακολουθώντας την κλασική μέθοδο ετεροσυσχέτισης βάσει της οποίας υπολογίζονται τα διανύσματα ταχύτητας από κάθε ζεύγος εικόνων και στη συνέχεια υπολογίζεται ο μέσος όρος των διανυσμάτων όλων των ζευγών. Από τις 2000 εικόνες που ελήφθησαν για κάθε περίπτωση προκύπτει η κατανομή της μέσης ταχύτητας για διάφορα βάθη του καναλιού καθώς και η τυπική της απόκλιση. Με βάση τις τιμές αυτές υπολογίστηκαν επίσης οι μέγιστες τιμές των ταχυτήτων, η κλίση της ταχύτητας (ή ο ρυθμός διάτμησης), τα μήκη ολίσθησης και οι ταχύτητες ολίσθησης αναφορικά με τα υπερυδροφίλα κανάλια.

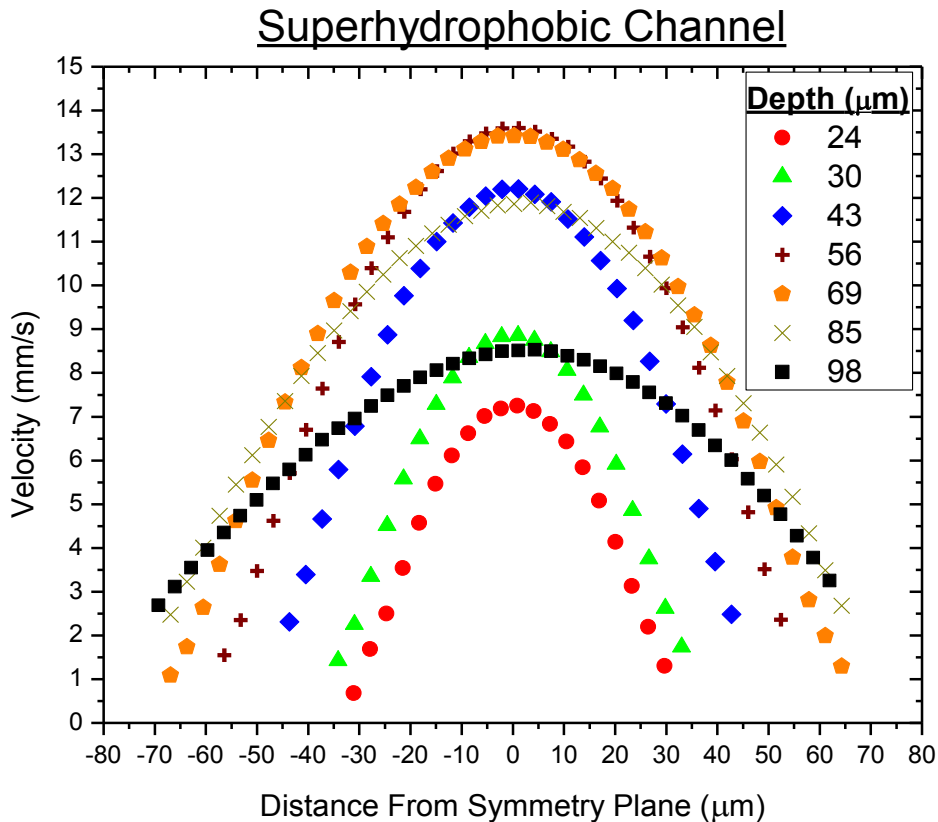
5.2.1 Κατανομές ταχυτήτων

Στα παρακάτω γραφήματα παρουσιάζονται οι κατανομές της μέσης ταχύτητας για επτά βάθη δηλ 24, 30, 43, 56, 69, 85 και 98 μm από την μικρή βάση της τραπεζοειδούς διατομής. Στην εικόνα 5.2.1 παρουσιάζονται οι κατανομές ταχύτητας στο υπερυδροφίλο κανάλι.



Εικόνα 5.2.1 Οι κατανομές ταχυτήτων για διάφορα βάθη του υπερυδροφίλου μικροκαναλιού.

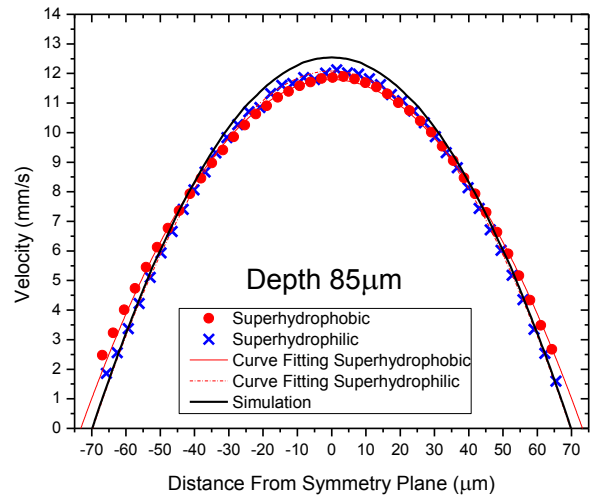
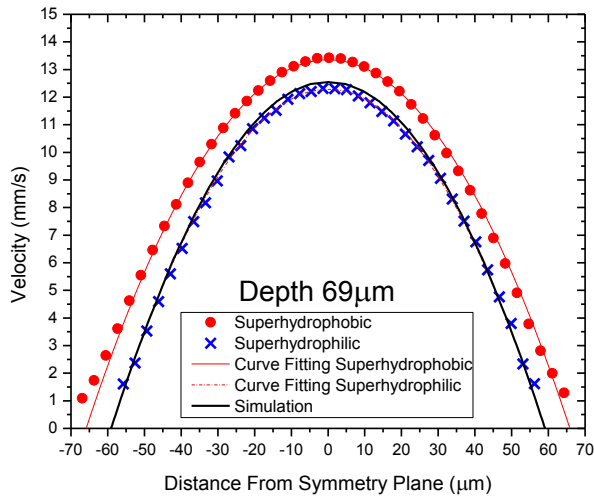
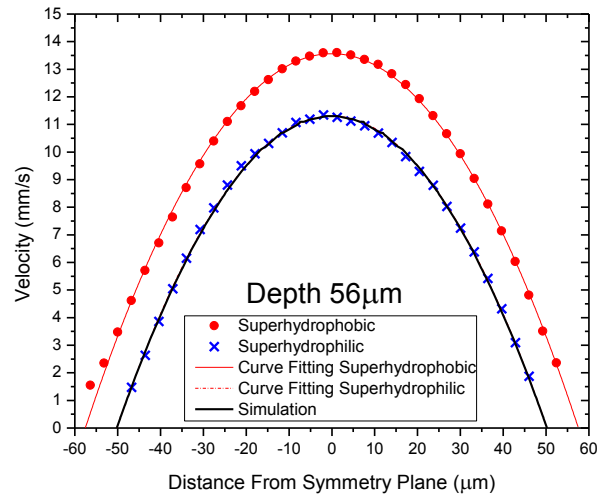
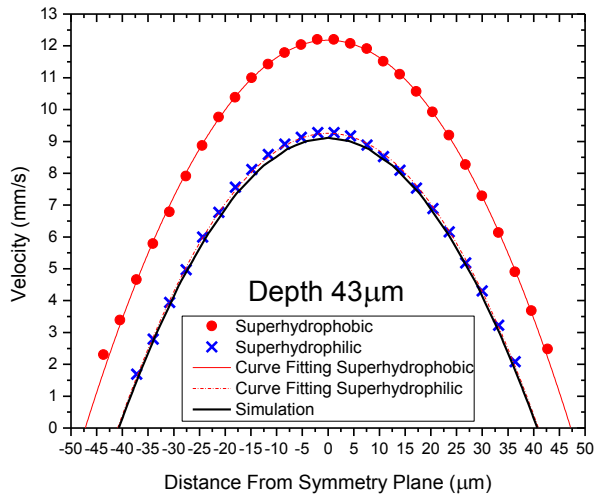
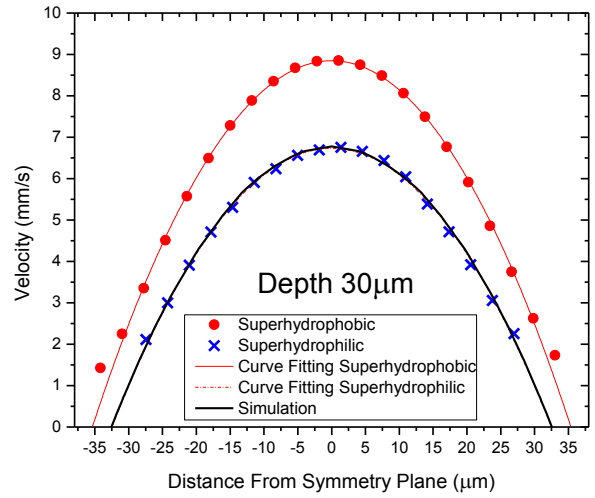
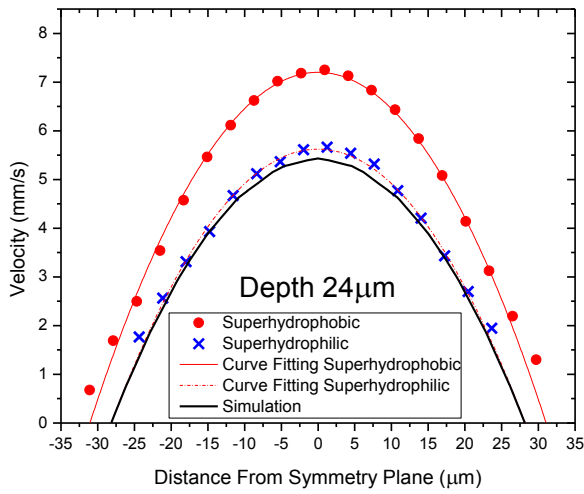
Παρατηρούμε από το προηγούμενο γράφημα ότι καθώς απομακρυνόμαστε από την μικρή βάση του τραπεζίου (ή αυξάνει το βάθος) αυξάνει η ταχύτητα μέχρι το βάθος των 69 μm και μειώνεται στη συνέχεια λόγω της αύξησης του πλάτους του καναλιού αλλά και της γειτνίασης με την μεγάλη βάση.

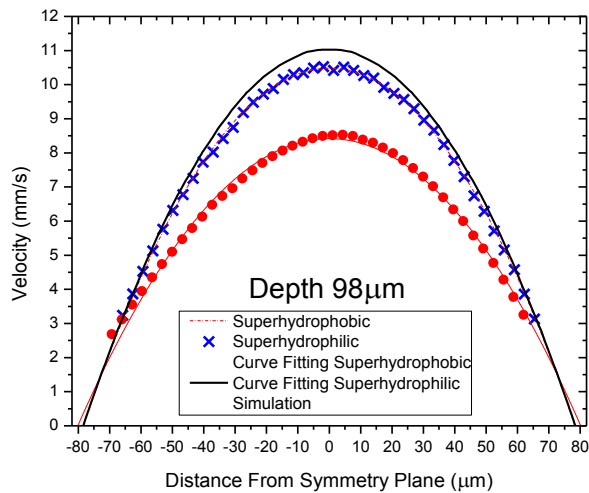


Εικόνα 5.2.2 Οι κατανομές ταχυτήτων για διάφορα βάθη του υπερυδρόφοβου μικροκαναλιού.

Αντίστοιχη συμπεριφορά παρατηρείται και στο υπερυδρόφοβο κανάλι (εικόνα 5.2.2) μόνο που στην περίπτωση αυτή το μέγιστο της ταχύτητας εμφανίζεται στο βάθος των 56 μm αντί 69 μm που παρουσιάστηκε στο υπερυδρόφιλο κανάλι. Επίσης, η ταχύτητα παίρνει μεγαλύτερες τιμές κοντά στην μικρή βάση σε σχέση προς το υπερυδρόφιλο με μέγιστη τιμή 13,7 mm/s (αντίστοιχη τιμή στο υπερυδρόφιλο είναι 12,3mm/s).

Στην συνέχεια γίνεται σύγκριση της κατανομής ταχυτήτων ρευστού μεταξύ του υπερυδρόφιλου και υπερυδρόφοβου μικροκαναλιού για κάθε εξεταζόμενο βάθος. Επιπλέον, τα αποτελέσματα για το υπερυδρόφιλο μικροκάνάλι συγκρίνονται με τα αποτελέσματα της προσομοίωσης. Τα πειραματικά αποτελέσματα περιέχουν μια μπάρα το μήκος της οποίας αντιστοιχεί στην τυπική απόκλιση της ταχύτητας και μια καμπύλη προσαρμογής δευτέρου βαθμού.



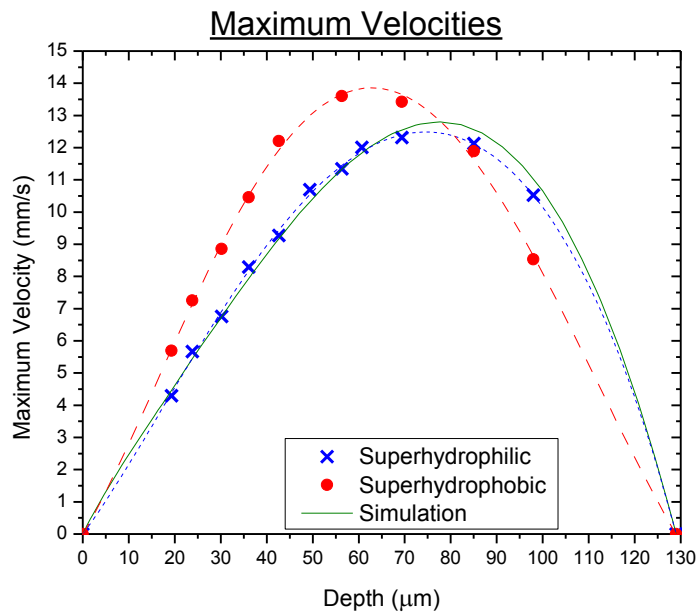


Εικόνα 5.2.3 Οι κατανομές ταχυτήτων για κάθε βάθος του υπερυδροφίλου (x) και του υπερυδροφόβου (●) μικροκαναλιού. Στον κάθετο άξονα αναγράφονται οι τιμές των ταχυτήτων και στον οριζόντιο οι αποστάσεις από τον άξονα συμμετρίας. Πάνω στα πειραματικά αποτελέσματα αναγράφονται με μπάρες οι σχετικές αποκλίσεις της κάθε μέτρησης. Με μαύρη γραμμή αναγράφονται τα αποτελέσματα των προσομοιώσεων, και με κόκκινη συνεχής γραμμή τα αποτελέσματα από το curve fitting για το υπερυδροφόβο μικροκανάλι ενώ με κόκκινη διακεκομμένη γραμμή για το υπερυδροφίλο μικροκανάλι.

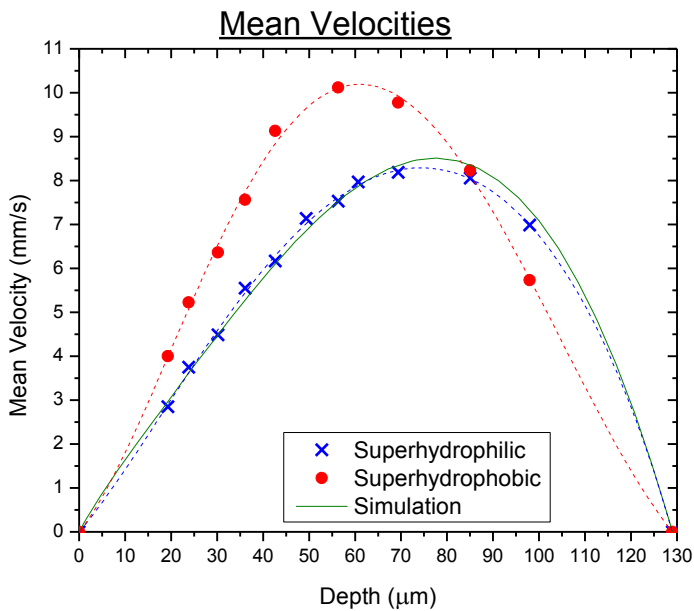
Για το υπερυδροφίλο κανάλι παρατηρείται ότι στα μικρά βάθη (24 -30 – 43 μm) τα πειραματικά αποτελέσματα συγκρινόμενα με εκείνα της προσομοίωσης παρουσιάζουν μεγαλύτερες τιμές ταχύτητας κυρίως στο κέντρο του καναλιού. Αντιθέτως στα μεγαλύτερα βάθη οι ταχύτητες της προσομοίωσης είναι μεγαλύτερες σε σχέση προς τα πειραματικά αποτελέσματα πολύ πιθανόν λόγω του γνωστού σφάλματος του βάθους συσχέτισης.

5.2.2 Μέγιστες και μέσες τιμές των κατανομών των ταχυτήτων συναρτήσει του βάθους

Στο επόμενο διάγραμμα παρουσιάζονται οι μέγιστες και μέσες τιμές της ταχύτητας συναρτήσει του βάθους (υπενθυμίζοντας ότι το βάθος μετράται από τη μικρή βάση του τραπεζίου) και για τα δυο είδη καναλιού καθώς και το αποτέλεσμα της προσομοίωσης του υπερυδροφίλου καναλιού.



(α)



(β)

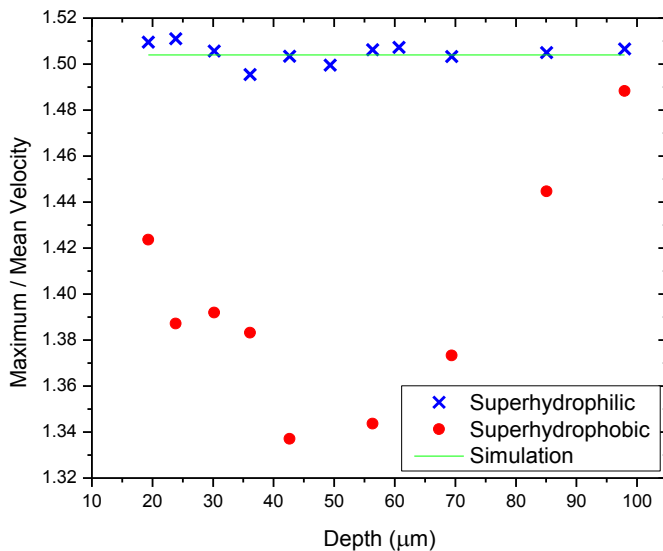
Εικόνα 5.2.4 Οι κατανομές των μέγιστων (α) και μέσων (β) ταχυτήτων για κάθε βάθος του υπερυδροφίλου (x) και του υπερυδρόφοβου (●). Με συνεχή γραμμή διαγράφονται τα αποτελέσματα της προσομοίωσης και με διακεκομμένες ένα (για λόγους καλύτερης οπτικής διαίσθησης) curve fitting 5^{ου} βαθμού για κάθε είδος μικροκαναλιού.

Από τα παραπάνω διαγράμματα εξάγεται το εξής βασικό συμπέρασμα:

Μέχρι το βάθος των 85 περίπου μικρομέτρων οι ταχύτητες του ρευστού στα υπερυδροφόβα κανάλια είναι μεγαλύτερες από εκείνες των υπερυδροφίλων παρουσιάζοντας μια προοδευτική αύξηση της διαφοράς τους μέχρι περίπου το μέσον του βάθους του καναλιού. Πέραν αυτού του βάθους, η διαφορά τους ελαττώνεται και αλλάζει πρόσημο από το βάθος των 85μm έως τη μεγάλη βάση του τραπεζίου οπότε οι ταχύτητες στο υπερυδροφίλο είναι πλέον μεγαλύτερες από εκείνες του υπερυδροφόβου.

Λόγος μέγιστης ταχύτητας προς μέση ταχύτητα

Μια άλλη παράμετρος που εξετάστηκε είναι ο λόγος της μέγιστης ταχύτητας προς τη μέση ταχύτητα του ρευστού συναρτήσει του βάθους. Είναι χαρακτηριστικό ότι στα υπερυδροφίλα κανάλια ο λόγος αυτός είναι πολύ κοντά στην τιμή 1,5 με μέγιστη απόκλιση 0,8% . Υπενθυμίζεται ότι ο λόγος 1,5 ισχύει στην περίπτωση ροής μεταξύ επιπέδων πλακών και επίσης η προσομοίωση του συγκεκριμένου καναλιού κατέληξε στον ίδιο λόγο.

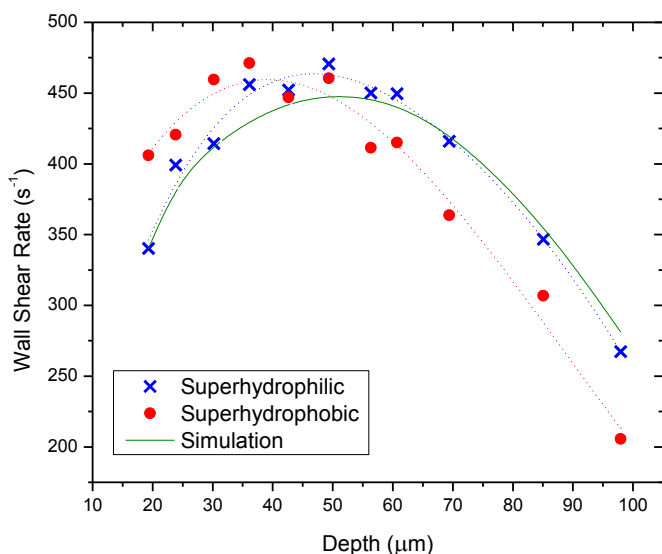


Εικόνα 5.2.5 Το πηλίκο της μέγιστης προς τη μέση ταχύτητα του υπερυδροφίλου (x) και του υπερυδροφόβου (●) συναρτήσει του βάθους. Με συνεχή γραμμή προσομοίωση διαγράφονται τα αποτελέσματα των προσομοιώσεων.

Αντιθέτως, στα υπερυδροφόβα μικροκανάλια ο λόγος αυτός μεταβάλλεται, λαμβάνοντας μικρότερες τιμές στην περιοχή βαθών 40 μm με 70μm όπου η μικρότερη τιμή του είναι 1,338. Το γεγονός αυτό αποτελεί ένδειξη της απομάκρυνσης της κατανομής της ταχύτητας από την παραβολική της μορφή τείνοντας να γίνει ομοιόμορφη, χαρακτηριστικό της ροής σε υπερυδροφόβα κανάλια.

5.2.3 Καμπύλες ρυθμού διάτμησης (shear rate) των ταχυτήτων στο τοίχωμα

Ο ρυθμός διάτμησης στο τοίχο του καναλιού υπολογίστηκε με βάση την καμπύλη προσαρμογής δευτέρου βαθμού που πέρασε από τα πειραματικά δεδομένα.



Εικόνα 5.2.6 Ο ρυθμός διάτμησης (shear rate) στο τοίχωμα για το υπερυδροφιλο (x) και το υπερυδροφόβο (●) μικροκανάλι. Με συνεχή γραμμή διαγράφονται τα αντίστοιχα αποτελέσματα για την προσομοίωση.

Διαπιστώνουμε ότι ο ρυθμός διάτμησης είναι μεγαλύτερος στα υπερυδροφόβα μικροκανάλια μέχρι περίπου το βάθος των 50μm και ύστερα το φαινόμενο αυτό αντιστρέφεται. Είναι προφανές ότι λόγω μεταβολής του πλάτους του καναλιού με το βάθος δεν είναι εύκολη η εξαγωγή συμπερασμάτων σχετικά με την υδροφοβικότητα του καναλιού λαμβάνοντας υπόψη μόνον τον ρυθμό διάτμησης στο τοίχο του καναλιού. Πιο συγκεκριμένα, μείωση του ρυθμού διάτμησης δεν συνεπάγεται απαραίτητα μεγαλύτερη υδροφοβική συμπεριφορά της επιφάνειας του καναλιού.

5.2.4 Παροχή Όγκου

Για τον υπολογισμό του όγκου ακολουθήθηκε η εξής διαδικασία:

- Περνώντας καμπύλη προσαρμογής 5^{ου} βαθμού από την καμπύλη των μέσων ταχυτήτων συναρτήσει του βάθους, προκύπτει μια καμπύλη με 100 σημεία απέχοντας μεταξύ τους 1,3 μικρόμετρα.
- Με βάση τη μέση τιμή της ταχύτητας μεταξύ δυο οριζόντιων επιπέδων απόστασης 1,3 μm υπολογίζεται η παροχή όγκου που διέρχεται από το αντίστοιχο τραπέζιο ύψους 1,3μm.
- Αθροίζοντας τις παροχές των 100 αυτών τραπεζίων προκύπτει η συνολική παροχή για κάθε περίπτωση.

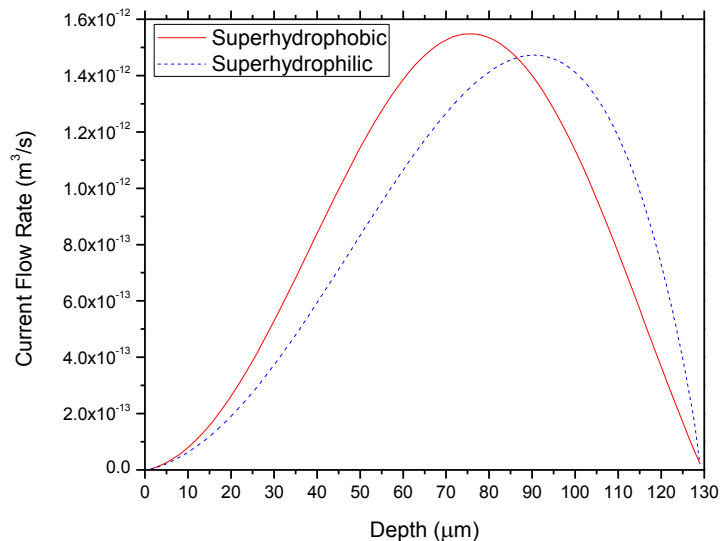
Κατά την διεξαγωγή των πειραμάτων η παροχή όγκου ήταν 5μL/min που αντιστοιχεί σε $83333 \cdot 10^{-15} \text{ m}^3/\text{s}$.

Με την προαναφερθείσα μέθοδο βρέθηκε ότι η παροχή είναι

- Για την περίπτωση της προσομοίωσης $83600 \cdot 10^{-15} \text{ m}^3/\text{s}$
- Για τα υπερυδρόφιλα κανάλια $81701 \cdot 10^{-15} \text{ m}^3/\text{s}$
- Για τα υπερυδρόφοβα κανάλια $84384 \cdot 10^{-15} \text{ m}^3/\text{s}$

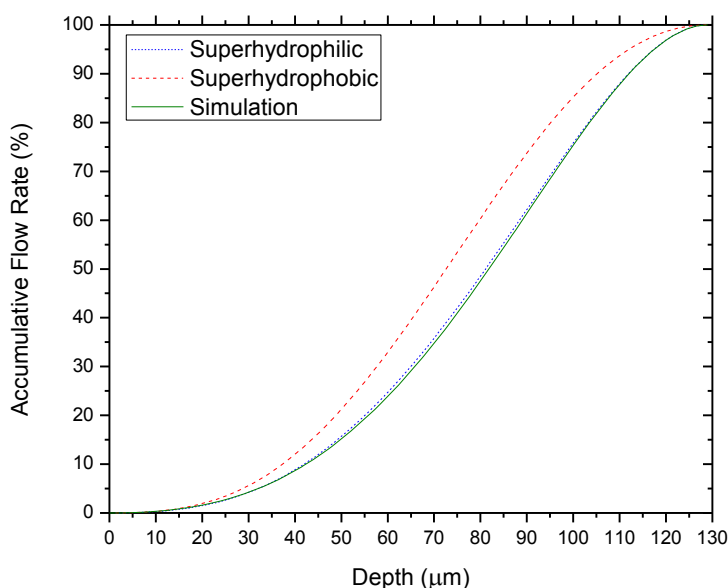
Παρατηρούμε επομένως ότι η παροχή για την περίπτωση της προσομοίωσης διαφέρει 0,3% από την πραγματική παροχή, για την περίπτωση των υπερυδρόφιλων έχουμε μια απόκλιση της τάξης του -1,85% και για τα υπερυδρόφοβα +1,2% .

Στην συνέχεια παρουσιάζουμε το διάγραμμα των παροχών συναρτήσει του βάθους του μικροκαναλιού. Οι παροχές σε κάθε ύψος αντιστοιχούν στο γινόμενο της κατά τόπους μέσης ταχύτητας πολλαπλασιασμένης με το εμβαδόν του αντίστοιχου τραπεζίου. Η μέγιστη παροχή εμφανίζεται στην θέση 75,5 μm για το υπερυδρόφοβο και για το υπερυδρόφιλο στη θέση 89,9 μm . Οι αντίστοιχες μέγιστες ταχύτητες εμφανίζονται στα βάθη 61,2 μm και 74,3 μm .



Εικόνα 5.2.7 Η τιμές των εκάστοτε παροχών ανά βάθος.

Ακολουθεί το διάγραμμα της αδιάστατης παροχής όγκου του ρευστού που διέρχεται μεταξύ της μικρής βάσης της διατομής και του τρέχοντος βάθους. Οι επιμέρους παροχές έχουν αδιαστατοποιηθεί με τη συνολική παροχή. Συγκριτικά, στο υπερυδρόφιλο το 50% της παροχής περνά από στο διάστημα μεταξύ μικρής βάσης και βάθους 81 μm , ενώ στο υπερυδρόφοβο το αντίστοιχο βάθος είναι 72 μm προφανώς λόγω των μεγαλύτερων ταχυτήτων που εμφανίζονται προς την περιοχή της μικρής βάσης.



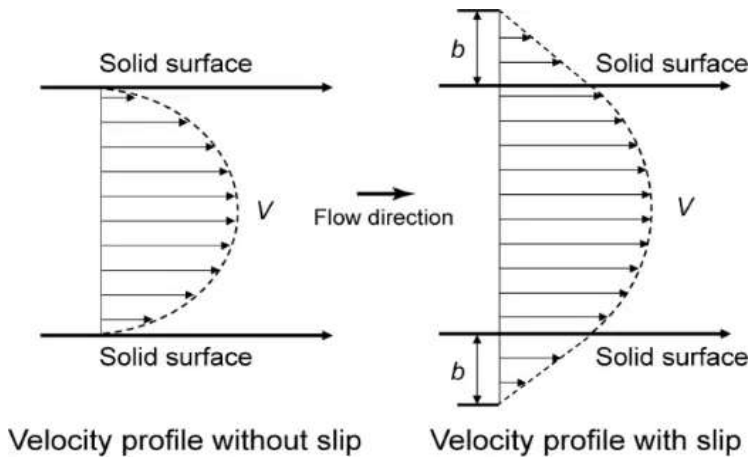
Εικόνα 5.2.8 Η τιμές των αθροιστικών παροχών ανά βάθος.

5.2.5 Ταχύτητες ολίσθησης – Μήκη ολίσθησης (Slip Velocities – Slip Lengths)

Τρόπος εύρεσης ταχυτήτων και μηκών ολίσθησης

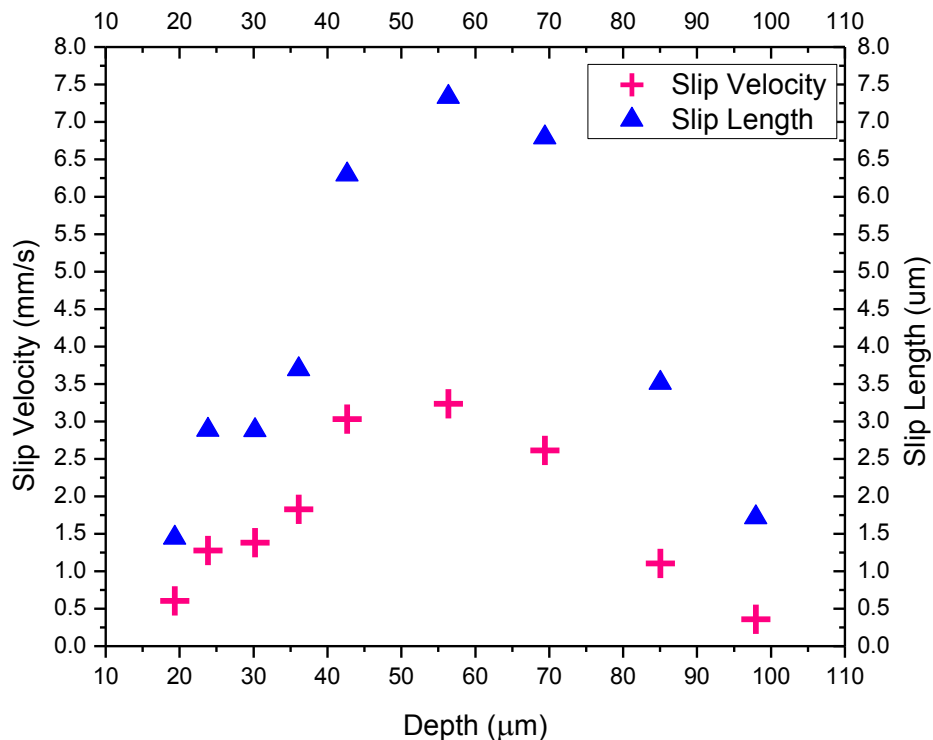
Για την εύρεση του μήκους και της ταχύτητας ολίσθησης συναρτήσεως του βάθους ακολουθήθηκε η εξής διαδικασία:

- Περάστηκε καμπύλη προσαρμογής πολυωνύμου $2^{ου}$ βαθμού στα πειραματικά δεδομένα του υπερυδρόφιλου καναλιού για κάθε βάθος.
- Το μήκος ολίσθησης αποτελεί την απόσταση μεταξύ του τοίχου του καναλιού και του σημείου που τέμνει η καμπύλη προσαρμογής τον άξονα μηδενικής ταχύτητας.
- Ταχύτητα ολίσθησης είναι η τιμή της ταχύτητας στο τοίχωμα του υπερυδρόφοβου καναλιού, του οποίου η θέση προσδιορίστηκε με βάση την καμπύλη προσαρμογής της κατανομής ταχύτητας του υπερυδρόφιλου καναλιού. Συγκεκριμένα, επειδή όπως αναφέρθηκε σε προηγούμενη παράγραφο η τεχνική P.I.V. παρουσιάζει σφάλματα κοντά στο τοίχο, οι ταχύτητες στην περιοχή αυτή προσδιορίστηκαν από την προέκταση της καμπύλης προσαρμογής έως ότου η ταχύτητα μηδενιστεί. Η θέση μηδενισμού της ταχύτητας ταυτίζεται με το εσωτερικό τοίχωμα του καναλιού δεδομένου ότι ισχύει η συνθήκη μη ολίσθησης για την περίπτωση του υδροφιλικού καναλιού. Η θέση του τοίχου του υδρόφιλου καναλιού σε ένα συγκεκριμένο βάθος ταυτίζεται με την αντίστοιχη του υδρόφοβου δεδομένου ότι τα δυο κανάλια είναι ιδίων διατάσεων.



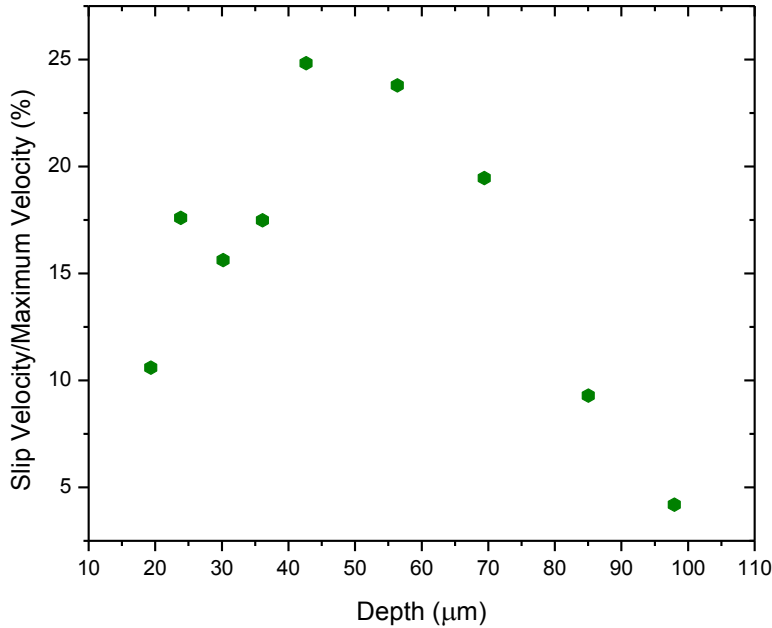
Εικόνα 5.2.9 Οι κατανομές ταχυτήτων για ροή με ολίσθηση (δεξιά) και χωρίς ολίσθηση (αριστερά). Η ροή έχει κατεύθυνση προς τα δεξιά. Το προφίλ της ροής με ολίσθηση (υπερυδρόφοβο) τέμνει τον άξονα των μηδενικών ταχυτήτων εξωτερικά από τα τοιχώματα του μικροκαναλιού (solid surface). Η απόσταση του σημείου τομής με το σημείο που βρίσκεται το τοίχωμα αποτελεί το μήκος ολίσθησης. Το μήκος ολίσθησης b για τη ροή των υπερυδρόφιλων μικροκαναλιών είναι μηδέν και το προφίλ ταχυτήτων τέμνει τον άξονα μηδενικών ταχυτήτων στο τοίχωμα του μικροκαναλιού.

Στην συνέχεια παρουσιάζονται τα μήκη και οι ταχύτητες ολίσθησης για κάθε βάθος. Παρατηρούμε ότι η ταχύτητα ολίσθησης λαμβάνει μέγιστη τιμή 3,3mm/s και το μήκος ολίσθησης 7,3μm, για βάθος 56μm.



Εικόνα 5.2.10 Οι ταχύτητες (▲) και τα μήκη (+) ολίσθησης για τα εξεταζόμενα βάθη.

Στην συνέχεια γίνεται σύγκριση της ταχύτητας ολίσθησης με την μέγιστη ταχύτητα για κάθε βάθος. Παρατηρούμε ότι στα βάθη που κορυφώνεται η ταχύτητα ολίσθησης αποτελεί σημαντικό ποσοστό της μέγιστης ταχύτητας (25%), μολονότι η μέγιστη ταχύτητα παίρνει τις μεγαλύτερες τιμές της στα βάθη αυτά.



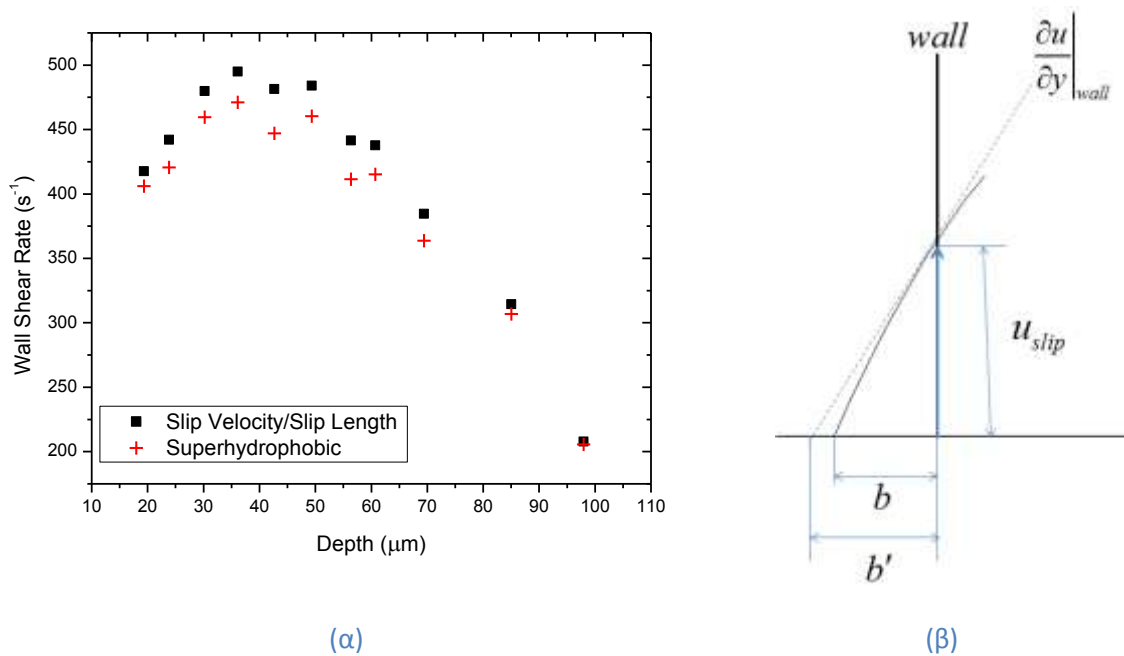
Εικόνα 5.2.11 Σύγκριση της ταχύτητας ολίσθησης με την μέγιστη ταχύτητα για τα εξεταζόμενα βάθη.

5.2.6 Σύγκριση του ρυθμού διάτμησης στο τοίχωμα που παρουσιάζεται ολίσθηση

Σύμφωνα με την θεωρία θα πρέπει ο ρυθμός διάτμησης του υπερυδροφобου προφίλ ταχύτητας στο τοίχωμα να είναι ίσος με τον λόγο ταχύτητας ολίσθησης προς το μήκος ολίσθησης. Η σχέση αυτή είναι:

$$\frac{u_{slip}}{b} = \left. \frac{\partial u}{\partial y} \right|_{hydrophobic}$$

όπου u_{slip} είναι η ταχύτητα ολίσθησης και b το μήκος ολίσθησης.



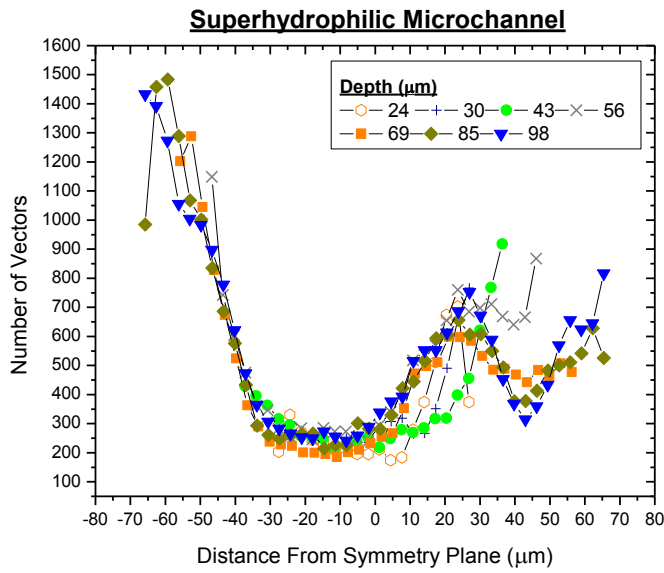
Εικόνα 5.2.12 Σύγκριση του ρυθμού διάτμησης (●) στο τοίχωμα για την κατανομή ταχυτήτων της ροής στο υπερυδροφόβο μικροκανάλι με τον λόγο ταχύτητας ολίσθησης προς το μήκος ολίσθησης (■) για κάθε εξεταζόμενο βάθος.

Παρατηρείται ότι ο ρυθμός διάτμησης της καμπύλης του υπερυδροφόβου είναι λίγο μικρότερος με μικρή διαφορά από τον λόγο της ταχύτητας ολίσθησης u_{slip} προς το μήκος ολίσθησης b . Αυτό οφείλεται στο γεγονός ότι η κλίση της καμπύλης στο τοίχωμα, δηλαδή η εφαπτομένη ευθεία στη θέση αυτή, τέμνει την καμπύλη των μηδενικών ταχυτήτων εξωτερικά από την παραβολική καμπύλη σχηματίζοντας ένα αντίστοιχο μήκος ολίσθησης b' μεγαλύτερο από το πραγματικό. Επομένως, ο λόγος της ταχύτητας ολίσθησης u_{slip} προς το μήκος b' είναι μικρότερος από τον λόγο της ταχύτητας ολίσθησης u_{slip} προς το πραγματικό μήκος ολίσθησης b , όπως φαίνεται στην παρακάτω σχέση (εικόνα 5.2.12 (β)):

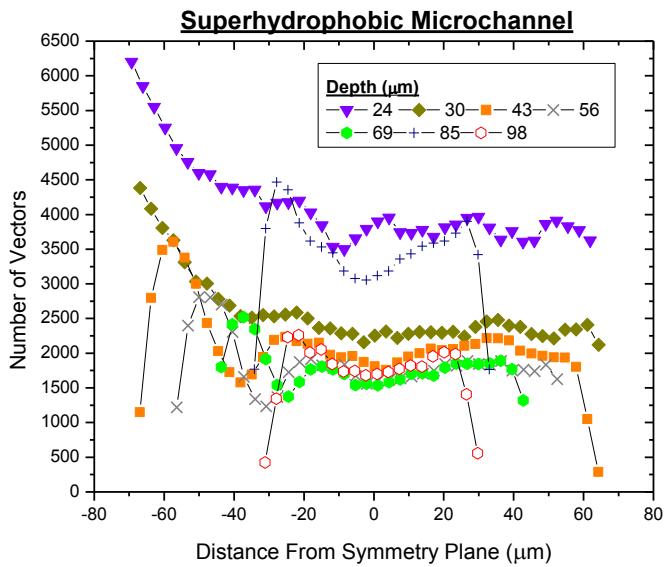
$$b' > b \Rightarrow \frac{u_{slip}}{b'} < \frac{u_{slip}}{b} \Rightarrow \left. \frac{\partial u}{\partial y} \right|_{hydrophobic} < \frac{u_{slip}}{b}$$

5.2.7 Στατιστικά αποτελέσματα των πειραματικών δεδομένων

Ακολουθούν διαγράμματα με τον αριθμό των διανυσμάτων ταχύτητας για κάθε θέση από τα οποία προέκυψαν οι μέσες τιμές της ταχύτητας και οι τυπικές τους αποκλίσεις.



(α)

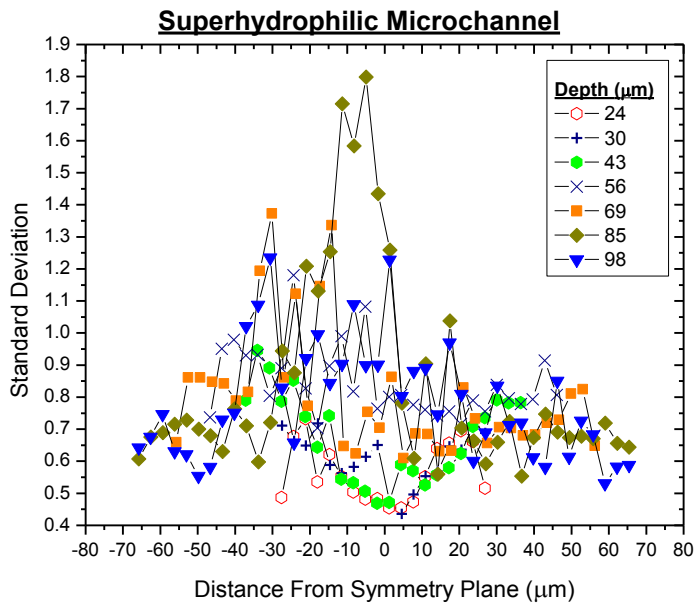


(β)

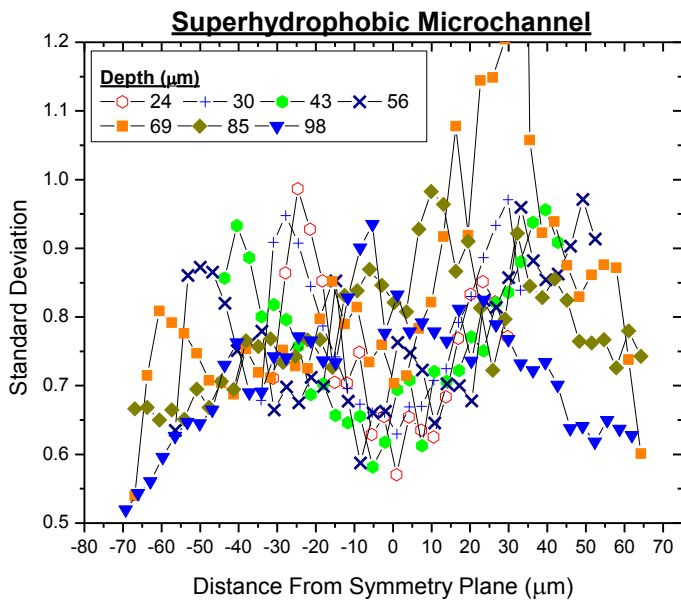
Εικόνα 5.2.13 Διάγραμμα των ποσοτήτων των διανυσμάτων ανά θέση και βάθος από τα τελικά πειράματα με την κλασική μέθοδο επεξεργασίας για τη ροή (α) στο υπερυδρόφιλο και (β) στο υπεδρόφιλο μικροκανάλι.

Ο λόγος που για το υπερυδρόφιλο έχουμε πολύ λιγότερα διανύσματα ανά θέση (200 έως 1500) σε σχέση με το υπεδρόφοβο (από 500 έως 6000), είναι ότι τα αποτελέσματα του πρώτου προέκυψαν μετά από αρκετές προσπάθειες με αποτέλεσμα να έχει συσσωρευτεί μεγάλος αριθμός σωματιδίων στην ταινία ελασματοποίησης δυσκολεύοντας τη διέλευση του φωτός.

Στην συνέχεια ακολουθεί ένα συγκριτικό διάγραμμα των τυπικών αποκλίσεων των ταχυτήτων.



(α)

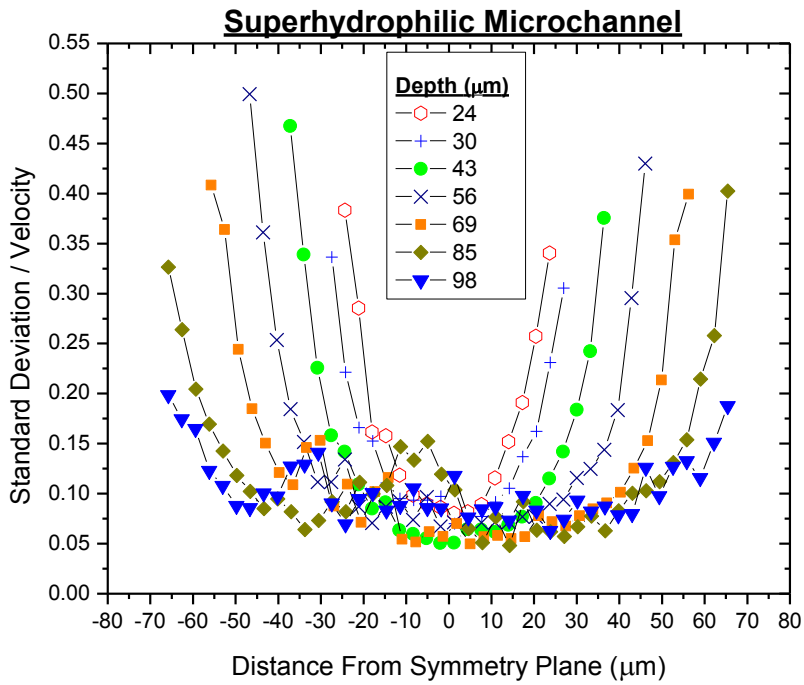


(β)

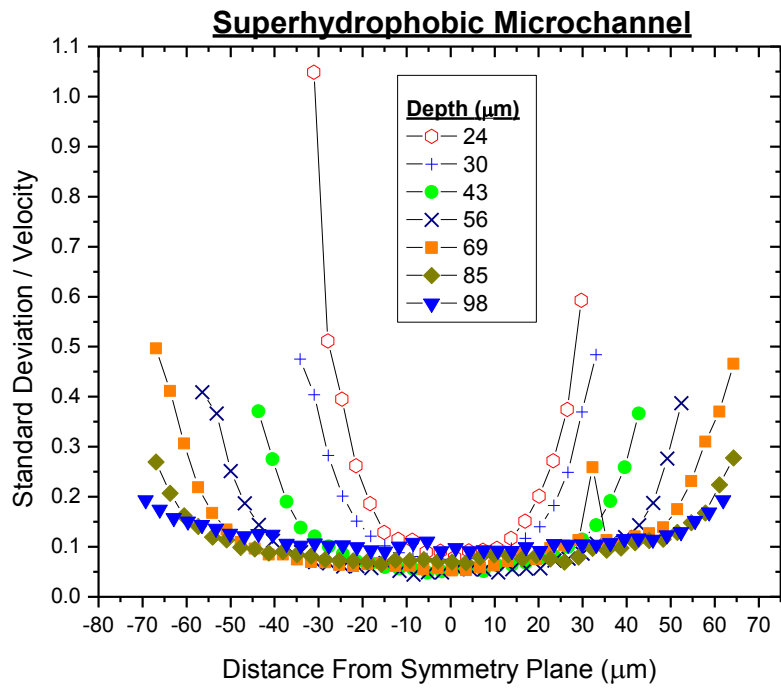
Εικόνα 5.2.14 Διάγραμμα των τυπικών αποκλίσεων των αποτελεσμάτων των ταχυτήτων ανά θέση και βάθος από τα τελικά πειράματα με την κλασική μέθοδο επεξεργασίας για τη ροή (α) στο υπερυδρόφιλο και (β) στο υπεδρόφιλο μικροκανάλι.

Παρατηρείται ότι οι τυπικές αποκλίσεις για το υπερυδρόφιλο μικροκανάλι βρίσκονται κυρίως στο διάστημα από 0,5mm/s έως 1,2mm/s ενώ αντίστοιχα για το υπεδρόφιλο από 0,5mm/s έως 1,0mm/s.

Τέλος, παρουσιάζονται οι λόγοι της τυπικής απόκλισης προς την ταχύτητα ανά θέση και βάθος.



(α)



(β)

Εικόνα 5.2.15 Διάγραμμα των τυπικών αποκλίσεων προς την ταχύτητα ανά θέση για κάθε βάθος από τα τελικά πειράματα με την κλασσική μέθοδο επεξεργασίας για τη ροή (α) στο υπερυδρόφιλο και (β) στο υπεδρόφιλο μικροκανάλι.

Παρατηρούμε ότι τα μέγιστα των παραπάνω λόγων βρίσκονται κοντά στα τοιχώματα όπου η μέση ταχύτητα και η τυπική απόκλιση, ιδιαίτερα κοντά στη μικρή βάση, είναι της ίδιας τάξης. Τέλος, αξίζει να σημειωθεί ότι η τυπική απόκλιση της μέσης ταχύτητας σε κάθε περίπτωση είναι πολύ μικρή. Αυτό οφείλεται στο γεγονός ότι είναι το πηλίκο της τυπικής απόκλισης της ταχύτητας διαιρεμένη με την τετραγωνική ρίζα του αριθμού των διανυσμάτων.