

Документ подписан простой электронной подписью
Информация о владельце:
ФИО: Локтионова Оксана Геннадьевна
Должность: проректор по учебной работе
Дата подписания: 15.04.2025
Уникальный программный ключ:
0b817ca911e6668abb13a5d426d39e5f1c11eabb75e943d14a48511da56d089


МИНОБРАЗОВАНИЯ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Юго-Западный государственный университет» (ЮЗГУ)

Кафедра нанотехнологий, микроэлектроники, общей и прикладной физики

УТВЕРЖДАЮ

Проректор по учебной работе


О.И. Локтионова
« 8 » 04



ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ МИКРО- И НАНОТЕХНОЛОГИИ

Методические указания к выполнению лабораторных работ для студентов направления подготовки 28.03.01 «Нанотехнологии и микросистемная техника»

УДК 53.02

Составители: П.А. Ряполов, Е.В. Шельдешова, Е.А. Соколов,
Д.А. Калюжная

Рецензент

Кандидат физико-математических наук, доцент А.Е. Кузько

Физико-химические основы микро- и нанотехнологии:
методические указания к выполнению лабораторных работ для
студентов направления подготовки 28.03.01 «Нанотехнологии и
микросистемная техника»/ Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: П.А. Ряполов,
Е.В. Шельдешова, Е.А. Соколов, Д.А. Калюжная - Курск, 2025. - 31
с.: Библиогр.: с.8, 14, 24, 31.

Излагаются методические рекомендации по выполнению лабораторных работ, в которых изучаются методы измерения коэффициента поверхностного натяжения и измерения краевых углов смачивания жидкостей, а также способы генерации эмульсий и исследование влияния гидродинамических сил на каплеобразование в микрожидкостных чипах.

Методические указания соответствуют требованиям Федеральных государственных образовательных стандартов высшего образования и учебного плана направления подготовки 28.03.01 Нанотехнологии и микросистемная техника, степень (квалификация) – бакалавр. Материал предназначен для студентов направления подготовки 28.03.01 «Нанотехнологии и микросистемная техника», а также будет полезен студентам всех других направлений подготовки, изучающих дисциплины нанотехнологического профиля.

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать *8.04.25* Формат 60 x 84 1/16.

Усл. печ. л. 1,8. Уч.-изд. л. 1,63. Тираж 50 экз. Заказ *543* Бесплатно.

Юго-Западный государственный университет.

305040, Курск, ул. 50 лет Октября, 94

СОДЕРЖАНИЕ

Лабораторная работа №1 «Метод счета капель для измерения коэффициента поверхностного натяжения».....	4
Лабораторная работа №2 «Определение характера смачивания поверхности с помощью измерения краевого угла».....	9
Лабораторная работа №3 «Генерация эмульсий 1-го и 2-го рода в микрофлюидных технологиях».....	15
Лабораторная работа №4 «Исследование влияния гидродинамических сил на каплеобразование в микрожидкостных чипах».....	25

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №1

МЕТОД СЧЕТА КАПЕЛЬ ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ КОЭФФИЦИЕНТА ПОВЕРХНОСТНОГО НАТЯЖЕНИЯ

Цель работы: определить коэффициент поверхностного натяжения жидкости методом отрыва капель.

Оборудование и материалы: сосуд с исследуемой жидкостью, шприц, лабораторный штатив с лапкой, капилляр с определенным внутренним диаметром d , сосуд для сбора капель, лабораторные весы.

Теоретические сведения.

Молекулы поверхностного слоя жидкости обладают избытком потенциальной энергии по сравнению с энергией молекул, находящихся внутри жидкости. За счет уменьшения этой энергии молекулярные силы – силы поверхностного натяжения совершают работу A , сокращая площадь свободной поверхности S [1].

$$A = \sigma \Delta S, \quad (1)$$

где σ – коэффициент поверхностного натяжения. σ измеряется в Дж/м² или Н/м.

$$\sigma = \frac{A}{\Delta S} \quad или \quad \sigma = \frac{F}{l}, \quad (2)$$

где F – сила поверхностного натяжения, l – длина границы поверхностного слоя жидкости.

Одним из методов измерения поверхностного натяжения [2] является метод отрыва капель, который основан на том, что при образовании капель жидкости, вытекающей из вертикально расположенного капилляра с внутренним диаметром d , отрыв капли происходит в момент, когда её сила тяжести F_m преодолевает силу поверхностного натяжения $F_{нов}$, действующую по периметру шейки капли (рис. 1, а).

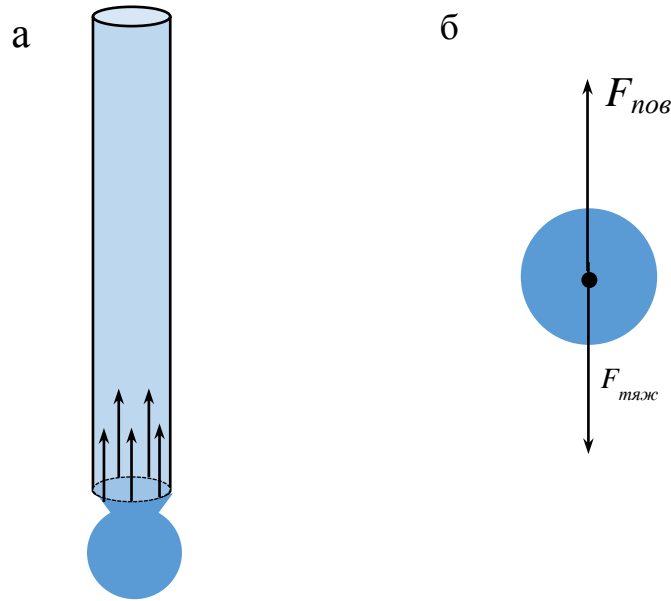


Рисунок 1. – Метод отрыва капли от конца капилляра: (а) вдоль окружности шейки капилляра действует сила поверхностного натяжения $F_{нов}$, направленная вверх; (б) в момент отрыва капли наблюдается неустойчивое равновесие, т.е. сила тяжести и сила поверхностного натяжения равны по модулю и противоположны по направлению

Перед моментом отрыва капли сила тяжести $F_m = mg$ равна силе поверхностного натяжения $F_{нов}$ (рис. 1, б).

По определению коэффициента поверхностного натяжения $\sigma = F_{нов}/l$, где l – длина поверхности капли, соприкасающейся с трубкой и равна длине окружности $l = 2\pi r_{капли} = \pi d_{капли}$. Тогда $F_{нов} = \sigma \cdot \pi d_{капли}$. Так как $F_{нов} = F_{тяж} = mg$, где g – ускорение свободного падения, а m – масса капли. Тогда

$$\sigma = \frac{mg}{\pi d_{капли}} \quad (3)$$

Масса m одной капли мала и определить ее непросто, поэтому обычно считается число капель n (порядка 30-100 капель) и определяется масса этого количества капель m_n (уже достаточно большая). Понятно, что масса одной капли составляет $m = m_n/n$. Отсюда находят коэффициент поверхностного натяжения равен

$$\sigma = \frac{mg}{n\pi 0,9d} \quad (4)$$

Опыт показывает, что диаметр капли $d_{\text{капли}}$ равен $0,9d$, где d – диаметр капилляра.

Ход работы:

1) Наберите в шприц исследуемую жидкость и прикрепите к носику шприца капилляр, предварительно измерив его диаметр.

2) Вертикально закрепите шприц с капилляром на лабораторном штативе.

3) Взвесьте на лабораторных весах сосуд для сбора капель и оттарируйте весы.

4) Перемещая поршень шприца с помощью микрометрического винта (используя другую емкость для сбора жидкости) добейтесь того, чтобы в процессе вытекания жидкости формировались отдельные капли.

5) Подставив емкость для сбора капель, накапайте в нее n капель исследуемой жидкости.

6) Взвесьте на лабораторных весах получившуюся массу капель m . Данные запишите в таблицу.

7) После взвешивания надо вылить воду из емкости, насухо протереть емкость.

8) Выполните пункты 3-7 для указанных значений n .

9) Вычислите поверхностное натяжение по формуле: $\sigma = \frac{mg}{n\pi 0,9d}$.

Результат запишите в таблицу.

10) Найдите среднее значение поверхностного натяжения по формуле

$$\sigma_{\text{cp}} = \frac{\sum \sigma_N}{N}, \quad (5)$$

где N – число измерений. Результат запишите в таблицу.

11) Определите относительную погрешность методом оценки результатов измерений по формуле

$$\delta = \frac{|\sigma_{табл} - \sigma_{ср}|}{\sigma_{табл}} \cdot 100\% . \quad (6)$$

Результат запишите в таблицу. Проанализируйте полученный результат.

Таблица 1. – Результаты измерений

№	Число капель, n	Масса капель, m_n , кг	Диаметр капилляра, d , м	Коэффициент поверхностного натяжения, σ , Н/м	Среднее значение коэффициента поверхностного натяжения $\sigma_{ср}$, Н/м	Табличное значение поверхностного натяжения, $\sigma_{табл}$, Н/м	Относительная погрешность $\delta\%$
1	10						
2	20						
3	30						
4	40						
5	50						

Контрольные вопросы:

1. Определение коэффициента поверхностного натяжения (силовое и энергетическое) и его размерность.
2. От каких факторов зависит коэффициент поверхностного натяжения?
3. Объясните, почему при отсутствии внешних сил форма капель жидкости – сферическая?
4. Явление смачивания. Привести примеры.
5. Метод определения коэффициента поверхностного натяжения в данной работе. Получите формулу. Какие еще методы определения коэффициента поверхностного натяжения существуют?
6. Изменится ли результат вычисления, если уменьшить диаметр капилляра? Если да, то объяснить, как.

Рекомендуемая литература:

1. Горохов А. А. Коллоидная химия: учебное пособие / А. А. Горохов. – ГОУ ОГУ, 2006. – 106 с.
2. Байсангурова А. А. и др. Обзор методов измерения поверхностного натяжения // WORLD SCIENCE: PROBLEMS AND INNOVATIONS. – 2017. – С. 20-29.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №2

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХАРАКТЕРА СМАЧИВАНИЯ ПОВЕРХНОСТИ С ПОМОЩЬЮ ИЗМЕРЕНИЯ КРАЕВОГО УГЛА

Цель работы: определить значение краевого угла смачивания воды методом лежащей капли на поверхностях с различной смачиваемостью.

Оборудование и материалы: предметные стекла с различной смачиваемостью, подкрашенная вода, шприц с иглой, цифровой USB микроскоп Микмед 5.0, персональный компьютер, программное обеспечение Digimizer.

Теоретические сведения.

Смачивание – это явление межмолекулярного взаимодействия на границе раздела трех фаз: твердого тела, жидкости и газа (или другой жидкости, не смачивающейся с первой), выражающееся в растекании жидкости на поверхности твердого тела [1].

Характер смачивания поверхности определяется краевым углом θ .

Капля жидкости на поверхности твердого тела в зависимости от природы твердого тела, жидкости и среды, в которой она находится, приобретает вид, изображенный на рисунке 1.

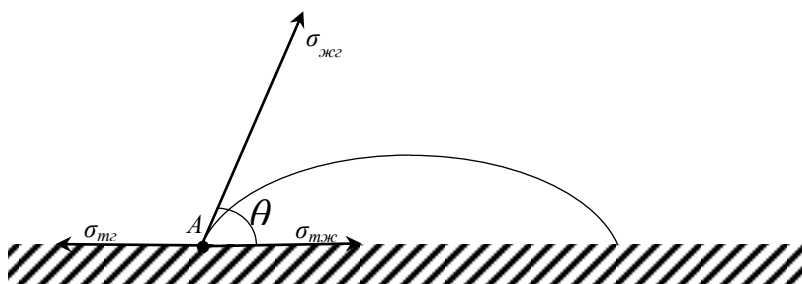


Рисунок 1. – Краевой угол смачивания

Касательные проведенные к поверхности жидкости ($\sigma_{тг}$, $\sigma_{тж}$, $\sigma_{жг}$) через точку соприкосновения трех сред (точка А). Угол θ между касательными и

поверхностью твердого, тела, отсчитываемый через жидкость, называется краевым углом. Краевой угол отсчитывается в сторону жидкости.

На единицу длины контура капли, имеющую вид окружности, действуют следующие силы:

- $\sigma_{тж}$ – сила поверхностного натяжения между твердым телом и жидкостью;
- $\sigma_{жг}$ – сила поверхностного натяжения между жидкостью и газом;
- $\sigma_{тг}$ – сила поверхностного натяжения по границе между твердым телом и газом.

На рисунке 2 показаны значения краевых углов, которые может принимать капля, находящаяся на гидрофильной (рис. 2, а), гидрофобной (рис. 2, б) и сверхгидрофобной (рис. 2, в) поверхности.

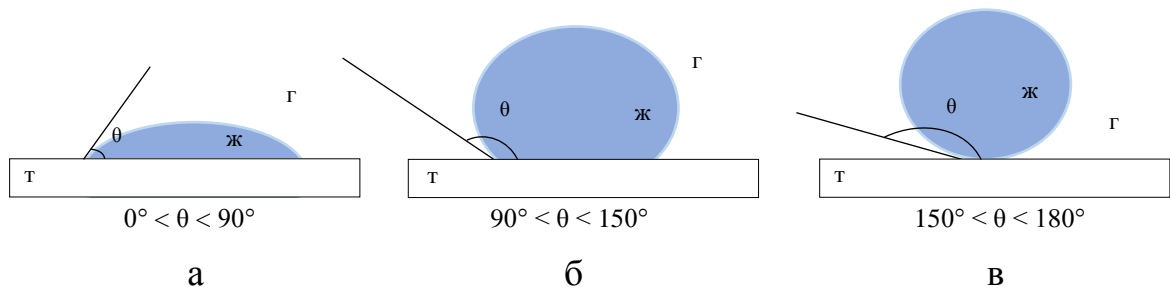


Рисунок 2. – Явление смачивания на поверхности: (а) капля растекается по поверхности – острый угол; (б) капля частично растекается по поверхности, образуя с ней некоторый тупой угол; (в) капля остается на поверхности в виде сферы – тупой угол

Твердые поверхности, смачиваемые водой, называются гидрофильными, а поверхности, на которых вода не растекается или образует тупой краевой угол называются гидрофобными [2].

Зависимость краевого угла от природы соприкасающихся веществ в условии равновесия капли на поверхности твердого тела можно представить в виде закона Юнга:

$$\cos\theta = \frac{\sigma_{тг} - \sigma_{тж}}{\sigma_{жг}}. \quad (1)$$

Угол θ всегда измеряется в жидкой фазе.

Для гидрофильных поверхностей характерно $\theta < 90^\circ$ и $\cos\theta > 0$, т. е. косинус краевого угла смачивания положителен.

Для гидрофобных поверхностей угол $\theta > 90^\circ$ и $\cos\theta < 0$, т.е. косинус краевого угла смачивания отрицателен.

В предельных случаях $\cos\theta = 0$ – полное смачивание и $\cos\theta = 180^\circ$ – полное несмачивание.

Смачивание твердого тела жидкостью связано с уменьшением поверхностного натяжения твердого тела.

Смачивание обусловлено адгезионным взаимодействием жидкости и твердого тела. Адгезия – это взаимодействие между приведенными в контакт поверхностями конденсированных тел различной природы. По мере удаления слоя жидкости от поверхности твердого тела адгезионное взаимодействие уменьшается, уступая место когезионному W_k , т.е. взаимодействию между молекулами в объеме одной фазы [3].

Количественно адгезия характеризуется работой адгезии W_a и определяется работой обратимого разрыва адгезионной связи, отнесенной к единице площади. Работу адгезии выражает уравнение Дюпре:

$$W_a = \sigma_{жг} + \sigma_{тг} - \sigma_{тж}. \quad (2)$$

Единицы измерения данной величины соответствуют единицам поверхностного натяжения Дж/м².

Смачивание и адгезия сопровождают друг друга и характеризуются безразмерной величиной косинуса краевого угла смачивания $\cos\theta$.

Значение краевого угла θ выражается соотношением работы адгезии $W_a = \sigma_{тг} + \sigma_{жг} - \sigma_{тж}$ и когезии $W_k = 2\sigma_{жг}$.

Из уравнения (1) следует $\sigma_{тг} - \sigma_{тж} = \sigma_{жг} \cos\theta$. Подставляя его в выражение (2) можно экспериментально найти W_a жидкости к твердому телу.

$$W_a = \sigma_{жг} (1 + \cos\theta). \quad (3)$$

В свою очередь, подстановка выражений для работы адгезии и работы когезии жидкости в уравнение Юнга дает уравнение:

$$\cos\theta = \frac{W_a - \frac{W_k}{2}}{\frac{W_k}{2}}, \quad (4)$$

Природу твердой поверхности можно, изменить и превратить гидрофильную поверхность в гидрофобную и, наоборот.

Существует несколько методов определения краевого угла смачивания. Один из них – метод лежащей капли, который заключается в том, что на твердую поверхность с помощью шприца помещается капля жидкости диаметром от 2 до 5 мм с известным поверхностным натяжением. Затем измеряется угол между твердой поверхностью и жидкостью в точке контакта трех фаз (рис. 3).

Измерения можно проводить с помощью гониометра, микроскопа или фотофиксацией с последующей обработкой изображения.

Также в данном методе расчет краевого угла можно провести с использованием геометрических размеров капли в зависимости от её формы. На изображении проекции капли отмечают высоту h и диаметр D капли, а также отмечают точку пересечения трех фаз и проводят касательную наклона для определения краевого угла смачивания θ .

Краевой угол капле измеряют, исходя из предположения, что капля сферична.

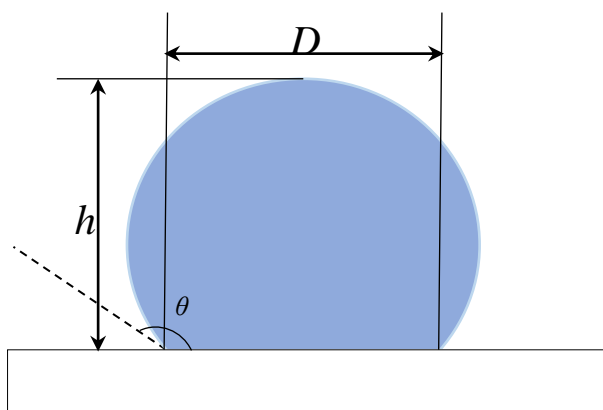



Рисунок 3. – Измерение параметров капли

Измерение углов смачивания данным методом имеет достаточно большую инструментальную погрешность, связанную, проведением измерений по одной проекции капли и наличием загрязнений на поверхности. Поэтому производят несколько измерений и берут средние значения. Это повышает точность измерения.

Рассчитать краевой угол смачивания сферической капли можно по формуле:

$$\cos\theta = \frac{\left(\frac{D}{2}\right)^2 - h^2}{\left(\frac{D}{2}\right)^2 + h^2}. \quad (5)$$

Ход работы:

- 1) Получите у преподавателя предметное стекло с покрытием.
- 2) Ровно установите стекло на поверхность перед цифровым микроскопом.
- 3) Наберите в шприц с иглой подкрашенную воду.
- 4) Нанесите каплю на исследуемую поверхность.
- 5) Отрегулируйте приближение и резкость изображения, чтобы картинка была четкой.
- 6) Сделайте несколько снимков одной и той же капли с разных ракурсов для точности измерения.
- 7) На компьютере запустите программу *Digimizer* и загрузите в нее полученное изображение.
- 8) С помощью инструмента «Lenght»  измерьте значения высоты h и диаметра D капли как показано на Рис. 3. Результаты запишите в таблицу. Фото измерения параметров капли вклеить в отчет.
- 9) С помощью формулы (5) найдите значение краевого угла $\cos\theta$ для исследуемой поверхности.
- 10) Повторите пункты 7 – 9 для остальных изображений и найдите среднее значение краевого угла капли $\cos\theta$.
- 11) Определите краевой угол смачивания θ .

12) Найдите работу адгезии W_a используя формулу (3). Значения для $\sigma_{жсг}$ возьмите из справочника.

13) Полученные результаты запишите в таблицу и сделайте вывод.

Таблица 1. – Результаты измерений

№	Высота капли, h , мм	Диаметр капли, D , мм	$\cos\theta$	Среднее значение $\cos\theta$	Краевой угол смачивания, θ	Работа адгезии, W_a , Дж/м ²
1						
2						
3						

Контрольные вопросы:

1. Что такое явление смачивания?
2. Чем определяется характер смачивания?
3. Зависимость краевого угла от природы соприкасающихся веществ. Формула.

4. Какой угол характерен для гидрофобной поверхности?

5. Работа адгезии и когезии.

6. Какие методы измерения краевого угла смачивания вы знаете?

Опишите их.

7. Расчет краевого угла смачивания методом лежащей капли.

Рекомендуемая литература

1. Олишевец Л. И. Поверхностные явления: учебное пособие / Л. И. Олишевец, Е. Н. Тверякова, О. Г. Кузнецова, Л. П. Тимофеева. – Томск: СибГМУ, 2014. – 83 с.

2. Колмаков, К. М. Химия поверхностных явлений (коллоидная химия): учеб.-метод. пособие / К. М. Колмаков. – Пенза : Изд-во ПГУ, 2017. – 322 с.

3. Кухтин, Б. А. Поверхностные явления и дисперсные системы [Электронный ресурс] : учеб. пособие / Б. А. Кухтин, О. Б. Чернова ; Владим. гос. ун-т им. А. Г. и Н. Г. Столетовых. – Владимир : Изд-во ВлГУ, 2021. – 153 с.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №3

ГЕНЕРАЦИЯ ЭМУЛЬСИЙ 1-ГО И 2-ГО РОДА В МИКРОФЛЮИДНЫХ ТЕХНОЛОГИЯХ

Цель: получить эмульсии типа «масло в воде» и «вода в масле» в микрофлюидных устройствах, изготовленных из различных материалов.

Оборудование и материалы: микрофлюидные чипы, шприцевой насос, шприцы объемом 2 мл, персональный компьютер, цифровой USB микроскоп Микмед 5.0, программное обеспечение MicroCapture Plus, калибровочная линейка, программное обеспечение PronterFace файл G-кода, минеральное масло, вода, подкрашенная синим красителем E133, поверхностно-активные вещества Tween 80 и Span 80, сосуд для сбора эмульсии.

Теоретические сведения.

В различных промышленных процессах широко используются эмульсии. Их качественное производство зависит от приготовления эмульсий, механизмах стабильности и реологических исследованиях [1].

Эмульсии представляют собой дисперсную систему двух несмешивающихся жидких фаз, в которой одна фаза диспергирована в другой. В основном эмульсия состоит из сплошной фазы, известной как дисперсионная среда, в которой диспергированы капли другой жидкости, и дисперсной фазы [2].

В состав эмульсий могут входить не только вода или масло, но и твердые частицы или газ. По своей сути эмульсия представляет собой нестабильную систему из-за неблагоприятного контакта масляной и водной фаз. Однако некоторые эмульсии устойчивы из-за малых размеров капель и наличия межфазной пленки, окружающей капли [3]. Для образования эмульсии требуется механическая сила для диспергирования одной фазы в другой.

Процесс образования эмульсии называется эмульгированием, которое представляет собой динамический и самопроизвольный процесс, для

образования капель которого необходима энергия. Поэтому процесс требует значительного количества механической энергии, чтобы диспергировать одну из жидкостей в виде мелких капель в сплошной фазе. Существует несколько методов эмульгирования:

- механическое встряхивание;
- перемешивание с помощью систем ротор-статор;
- введение жидкости через пористые мембраны или гомогенизаторы высокого давления и ультразвуковые генераторы.

Для дробления капли на более мелкие размеры необходимо изменить форму капли, и эта деформация происходит при сдвиге или перемешивании эмульсии [4]. Процесс деформации и разрушения капли показан на рисунке 1.

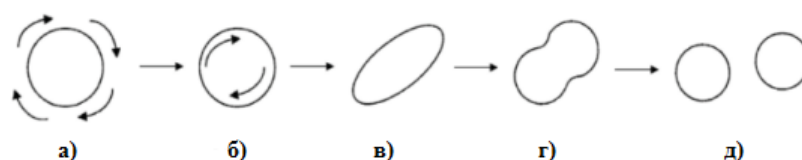


Рисунок 1. – Деформация капель в процессе эмульгирования

По сути, существует два типа эмульсий: масло в воде (М/В) или прямая эмульсия и вода в масле (В/М) – обратная. А также ряд множественных или многократных эмульсий [5]. На рисунке 2 показаны основные виды эмульсий.

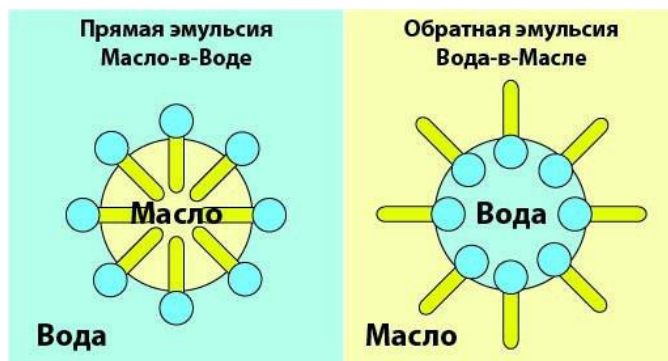


Рисунок 2. – Классификация эмульсий

Существуют также двойные эмульсии, которые имеют конфигурацию «капля в капле», когда внутренняя и внешняя фазы не смешиваются благодаря средней фазе. Внутренняя фаза может содержать дополнительные несмешивающиеся капли, образуя тройную эмульсию и т.д.

Характеристики эмульсий от начала образования до их полного разрушения могут изменяться и зависят от различных факторов, таких как температура, скорость перемешивания, время и давление.

Для образования и устойчивости эмульсий применяются вещества, которые могут стабилизировать систему – эмульгатор, в качестве которых используются различные вещества, снижающие поверхностное натяжение между двумя жидкостями путем формирования на границе раздела фаз ориентированной пленки. Такой материал называется поверхностно-активное вещество, которое состоит из гидрофобного хвоста и полярной гидрофильной головы. ПАВ могут быть как ионными, так и не ионными.

Выбор стабилизатора зависит от его растворимости в жидкости, которая является дисперсионной средой. Природа эмульгатора может определять тип эмульсии. Системы М/В формируются при добавлении ПАВ, которые лучше растворимы в воде, чем в масле, и наоборот [6].

Чтобы адсорбционный слой предотвращал сближение дисперсной фазы на расстояние, где преобладают Ван-дер-Ваальсовы силы притяжения, молекулы ПАВ должны иметь достаточную длину.

Физические характеристики межфазных пленок масло/вода могут изменяться в зависимости от температуры. На стабильность таких эмульсий может влиять растворимость ПАВ в масляной и водной фазах. При повышении температуры наблюдается снижение вязкости эмульсии, особенно в масляной фазе [2]. Эмульсии такого типа термодинамически неустойчивы и свойства эмульсий изменчивы в течение определенного промежутка времени.

Термодинамически эмульсия представляет собой нестабильную систему, и из-за нежелательного контакта между молекулами масла и воды

они имеют тенденцию разрушаться с течением времени. Для получения кинетически стабилизированных эмульсий необходимо добавление стабилизаторов.

Существует четыре механизма стабилизации эмульсий:

– электростатическое отталкивание, которое возникает в результате взаимодействия между двойными электрическими слоями вокруг заряженных капель, стремящихся предотвратить их контакт;

– стерическое отталкивание, при котором диспергированные капли воды покрыты молекулами ПАВ, хвост, которого адсорбирован на поверхности частиц и препятствует тесному контакту капель;

– эффект Марангони-Гиббса возникает из-за деформации площади поверхности капель при их сближении. При этом они образуют параллельную поверхность, и слой пленки пытается стекать [7];

– тонкопленочная стабилизация способствует образованию жесткой и вязкоупругой пленки, которая окружает капли воды и предотвращает их слияние [8].

Развитие капельной микрофлюидики открывает новые возможности для получения, а также изучения свойств и поведения эмульсий. Большинство обычных методов производства эмульсий включают дробление капель с использованием сдвигающих или ударных напряжений, создаваемых ручным или механическим перемешиванием. Однако такие напряжения неравномерны по всей системе и не контролируются точно.

Микрофлюидные устройства предлагают альтернативный и универсальный способ получения эмульсий. В отличие от методов объемного эмульгирования, эмульсия в микрофлюидном устройстве создается путем точного изготовления одной капли за раз. Полученные с помощью микрофлюидки эмульсии полезны для различных применений. К ним относятся изготовление монодисперсных везикул, жидкокристаллических оболочек и частиц с различной внутренней структурой [9].

Экспериментальная установка

Для исследования эмульсий в микрофлюидных чипах разработана экспериментальная установка, внешний вид и блок-схема которой представлена на рисунке 3, а и рисунке 3, б соответственно.

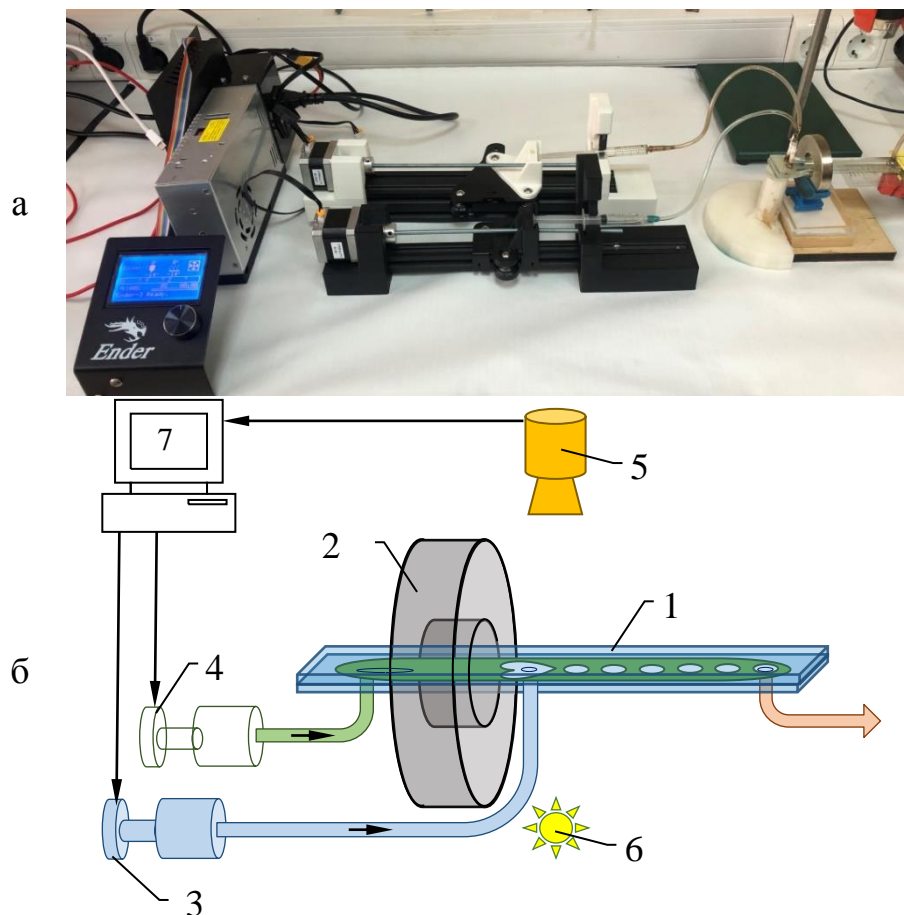


Рисунок 3. – Экспериментальная установка: (а) внешний вид; (б) блок-схема

Микрофлюидный чип 1 помещается соосно кольцевому постоянному магниту 2. Двухканальный шприцевой насос 3 и 4 осуществляет подачу в устройство непрерывной и дисперсной фазы. Управление системой подачи жидкости/газа, а также съемка на цифровой микроскоп (Микмед 5.0) 5 в проходящем свете осветителя 6 происходит при помощи компьютера 7.

Функционирование шприцевого насоса основано на работе стандартного 3D-принтера [9].

Управление шприцевым насосом осуществляется с помощью материнской платы 3D-принтера, которая уже прошита программным обеспечением Marlin и поэтому работает с G-кодом. Существует два способа управления насосами:

– с помощью компьютера, подключенного к плате через USB, и с помощью программного обеспечения для прямого управления, такого как PronterFace (рис. 4), в который загружается файл G-кода;

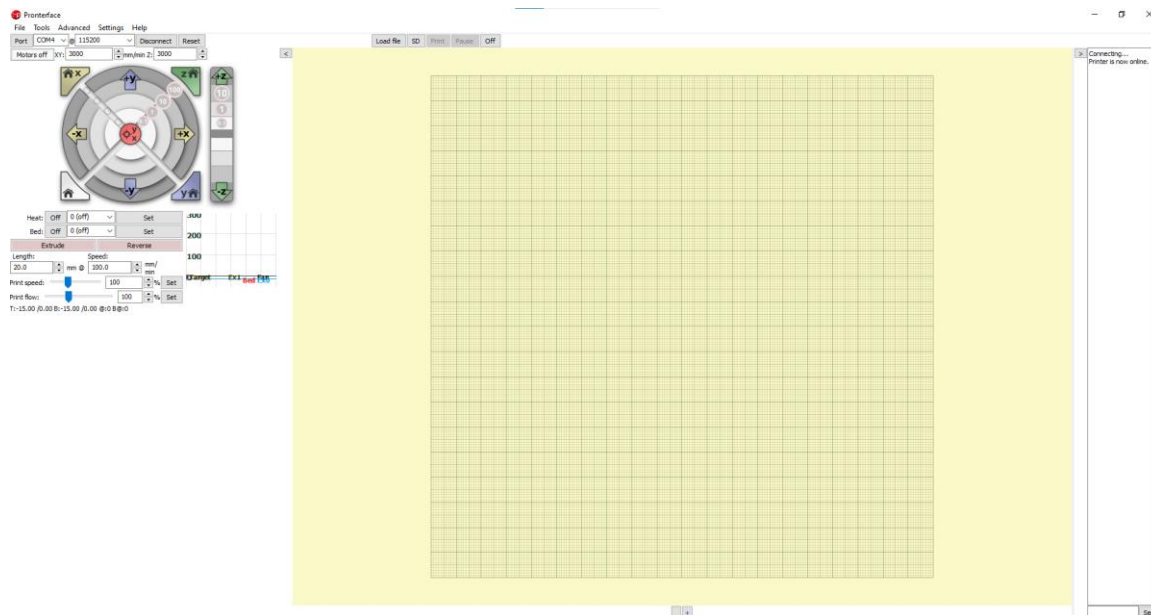


Рисунок 4. – Интерфейс ПО PronterFace

– запись файла G-кода, загрузка его на карту microSD и использование интерфейса принтера для печати файла без необходимости подключения к компьютеру.

Файл G-кода представляет собой набор команд, которые Marlin интерпретирует построчно и передает операции двигателям насоса. Файл представляет собой простой текстовый файл, сохраненный как .gcode (рис. 5).

```

opit1.gcode – Блокнот
Файл Правка Формат Вид Справка
; Эксперимент 01 01/04/2022
; Шприцы 10 мл на трех насосах
M92 X-50 Y-500 Z250 ; установите правильные ступени/мл для шприца объемом 10 мл
M302 S0 ; печать без проверки температуры
M211 S0 ; печать без проверки конечных упоров
G91 ; относительное позиционирование
; доставлять 1 мл при 2 мл/мин последовательно
G1 X15 Y15 Z15 F1
; завершающий код
M104 S0 16:06 12.12.2022
M140 S0
M84
M107
;|

```

Рисунок 5. – Файл G-кода для управления шприцевым насосом

Для управления насосами необходимо несколько команд G-кода:

M92 X <Шагов на мм> Y <Шагов на мм> Z <Шагов на мм> – команда устанавливает количество шагов, необходимых для перемещения одной оси на один миллиметр, что в случае двигателей/драйверов 3D-принтера и резьбового стержня $M5 \times 0,8$ мм составляет 4000 шагов за 1 мм. В 3D-принтере Ender 3 используются шаговые двигатели с углом шага $1,8^\circ$ или 200 шагов на оборот. Шаговые драйверы TSMC2208 по умолчанию настроены на 1/16 микрошага. Шаг ходового винта составляет 0,8 мм. Это дает значение 4000 шагов на мм. Вместо шагов на 1 мм в этой команде удобнее использовать шаги на 1 мл, рассчитав при этом расстояние, необходимое для введения объема 1 мл в зависимости от диаметра используемого шприца.

В нормальной конфигурации принтера двигатели **X** и **Y** инвертированы, поэтому это в коде в команде **M92** установлены отрицательные значения шага/мм.

Команда **M302 S0** заставляет принтер перемещать двигатели без проверки температуры сопла.

Команда **M211 S0** отключает конечные упоры, которые могут вызвать проблемы, поскольку они не подключены.

Для относительного позиционирования используется команда **G91**, которая необходима при использовании нескольких перемещений, иначе моторы могут запуститься из положения 0.0.0 и будут использовать его в качестве точки отсчета.

Приостанавливает выполнение программы на заданное время команда **G4 S <время в секундах>** или **G4 P <время в секундах>**.

Команда **G1 X <мл> Y <мл> Z <мл> F <мл/мин>** служит для перемещения шприцевых насосов с определенной скоростью потока. Это может быть положительное число или отрицательное число, положительное для толкания поршня и отрицательное для его втягивания.


Одновременно можно использовать несколько шприцев с одинаковыми и разными скоростями потока для разных насосов общее количество жидкости рассчитываются с учетом того, что насосы закончат работу одновременно.

Количество подаваемой жидкости, зависит от количества шагов на мл, что настраивается с помощью аналитических весов и изменения значений в команде **M92**. Погрешность подаваемой шприцевым насосом жидкости составляет $\pm 0,3$ мг. Важной характеристикой устройства является не только количество подаваемой жидкости, но и стабильность потока. Разработанный шприцевой насос показывает положительные результаты при работе с потоками при низких скоростях, что особенно важно для микрофлюидных исследований, где поток жидкости должен быть максимально стабильным.

Ход работы:

- 1) Соберите экспериментальную установку согласно Рис. 3.
- 2) Получите у преподавателя микрофлюидные чипы, изготовленные на прошлых лабораторных работах по технологиям сэндвич-структур «стекло–полимер–стекло» и на основе двухкомпонентных силиконовых компаундов.
- 3) Наберите в шприцы исследуемые жидкости: в один шприц – минеральное масло, в другой – подкрашенную воду. Закрепите их на осях

шприцевого насоса и присоедините шприцы к микрофлюидному чипу с помощью соединительных трубок.

- 4) Подключите шприцевой насос к компьютеру.
- 5) Установите цифровой микроскоп над микрофлюидным чипом и запустите программу MicroCapture Plus. Сфокусируйте микроскоп для получения четкого изображения.
- 6) Приложите к микрофлюидному устройству калибровочную линейку, которая необходима для расчета параметров эмульсии.
- 7) Откройте файл G-кода и установите необходимое количество шагов и сохраните файл.
- 8) Откройте программу PronterFace, нажмите кнопку «Load file» и загрузите сохраненный файл G-кода. Запустите работу шприцевого насоса нажав кнопку «Print».
- 9) Включите видеозапись на цифровом микроскопе нажав клавишу «Video»  .
- 10) Снимите на видео генерацию капель в микрофлюидных чипах.
- 11) Остановите видеофиксацию и шприцевой насос. Сохраните файл.
- 12) Повторите пункты 6 – 10 с различными расходами дисперсионной и дисперсной фаз.
- 13) Поменяйте местами фазы и повторите эксперименты.
- 14) Если капельного течения добиться не удалось добавьте в дисперсионную среду поверхностно-активное вещество.
- 15) Получите фотографии экспериментов и оцените размер формирующихся капель.

Контрольные вопросы:

1. Что такое эмульсия?
2. Отличие дисперсионной среды от дисперсной фазы.
3. Перечислите методы эмульгирования.
4. Типы эмульсий.

5. Каким образом можно стабилизировать эмульсию?
6. Как ПАВ влияет на стабильность эмульсии?
7. Преимущества микрофлюидных технологий перед обычными методами производства эмульсий.

Рекомендуемая литература:

1. Nour A. H. Emulsion types, stability mechanisms and rheology: A review / A. H. Nour // *International Journal of Innovative Research and Scientific Studies (IJIRSS)*. – 2018. – V. 1, № 1. – P. 14–21.
2. Crude oil emulsion-composition stability and characterization / E. Chrisman, V. Lima, P. Menechini // *InTech Janeza Trdine*. – 2012. – V. 9, № 51000. – С. 1–240.
3. Zhu H. Understanding the separations of oil/water mixtures from immiscible to emulsions on super-wettable surfaces / H. Zhu, Z. Guo // *Journal of Bionic Engineering*. – 2016. – V. 13, № 1. – P. 1–29.
4. Crude oil emulsion properties and their application to heavy oil transportation / D. Langevin, S. Poteau, I. Hénaut, J. F. Argillier // *Oil & gas science and technology*. – 2004. – V. 59, № 5. – P. 511–521.
5. . Microfluidic production of multiple emulsions / G. T. Vladislavljević, R. Al. Nuamani, S. A. Nabavi // *Micromachines*. – 2017. – V. 8, № 3. – P. 75.
6. Принципы, технологии и устройства «капельной» микрофлюидики. Ч. 2 (обзор) / И. В. Кухтевич, Я. С. Посмитная, К. И. Белоусов, А. С. Букатин, А. А. Евстапов // *Научное приборостроение*. – 2015. – Т. 25, № 3. – С. 94–109.
7. Mosayebi A. Using demulsifiers for phase breaking of water/oil emulsion / A. Mosayebi, R. Abedini // *Petroleum & Coal*. – 2019. – V. 55, № 1. – P. 26–30.
8. Ekott E. J. A review of water-in-crude oil emulsion stability, destabilization and interfacial rheology / E. J. Ekott, E. J. Akpabio // *Journal of Engineering and Applied Sciences*. – 2017. – V. 5, № 6. – P. 447–452.
9. Baas S. Ender 3 3D printer kit transformed into open, programmable syringe pump set / S. Baas, V. Saggiomo // *HardwareX*. – 2021. – V. 10. – P. e00219.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №4

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ГИДРОДИНАМИЧЕСКИХ СИЛ НА КАПЛЕОБРАЗОВАНИЕ В МИКРОЖИДКОСТНЫХ ЧИПАХ

Цель: определить зависимости размеров генерируемых капель эмульсии от скорости расхода фаз в микрофлюидном устройстве.

Оборудование и материалы: видеофайлы, персональный компьютер, программное обеспечение NI LabView и Microsoft Excel.

Теоретические сведения.

Манипулирование каплями в микро- или наномасштабном уровне является одним из важнейших разделов микрофлюидики. Малый размер капль что обеспечивает быстрое перемешивание и реакцию. Капельная микрофлюидика обеспечивает высокопроизводительную платформу для приложений в химии и биологии. Каплю в микрофлюидных системах можно рассматривать как изолированный реактор с низким расходом образцов и реагентов, минимальным диспергированием и гибким управлением [1].

Многофазный микрожидкостный поток является более сложным по сравнению с однофазным даже в простой конфигурации. Основные характеристики обусловлены уменьшением размеров, а также сосуществованием и удержанием нескольких фаз в одной системе.

Когда разные фазы вводятся в виде смежных потоков в канал, одна фаза часто предпочтительно смачивает границы и инкапсулирует вторую жидкость в виде отдельных капель из-за высоких межфазных сил в микромасштабах [2]. Однако стабильная граница раздела также может быть создана между двумя фазами путем изменения сил, действующих на каналы и жидкости. В зависимости от свойств смачивания, скоростей потока, вязкости жидкости и геометрических особенностей многофазные микрожидкостные потоки различаются между потоками на основе капель и стратифицированными потоками [3]. Динамический отклик многофазных потоков в микрожидкостях обычно можно успешно охарактеризовать в терминах некоторых безразмерных чисел [4].

На динамику многофазного потока в микроканалах могут влиять межфазные силы (σ), вязкость жидкости (η), скорость потока (v) и геометрические особенности (g_c) [5].

Первым методом изменения структуры потока является модулирование межфазных сил между жидкостями и стенками канала или между несмешивающимися жидкостями. Изменения межфазных сил можно добиться добавлением поверхностно-активных веществ [6]. Модифицированием или обработкой поверхности стенок чипа [7].

Динамику потока можно изменить с помощью контроля вязкости жидкости путем выбора жидкостей с подходящей вязкостью, добавления полимеров или изменения температуры.

Также на динамику капель в микрофлюидных чипах можно повлиять изменением скорости потока жидкостей. Размер дисперсий в многофазном потоке является функцией скорости потока и соотношений скоростей двух жидкостей. Когда разница скоростей потока между двумя фазами увеличивается, отношение сил сдвига к нормальным силам увеличивается, и поток на основе капель постепенно переходит в стратифицированный поток. Переход между капанием и струйным течением также может быть вызван изменением скорости потока непрерывной фазы.

Геометрия микроканалов является еще одним способом, который может повлиять на характер течения жидкостей. Важным значением для получения стабильных двухфазных потоков является соотношение сторон микроканалов.

Программа для обработки видеоизображений в микрофлюидных чипах

Программная среда NI LabVIEW позволяет осуществлять измерительные функции различных ВП и анализаторов [8].

Для анализа результатов видеофиксации, полученных в микрофлюидных устройствах, в NI LabVIEW разработан виртуальный прибор, предназначенный для управления и обработки данных машинного

зрения и определения физических параметров капель эмульсий: площади, объема, изменения формы поверхности и скорости их движения. Фронтальная панель и блок-схема прибора представлены на рисунке 1, а и рисунке 1, б соответственно.

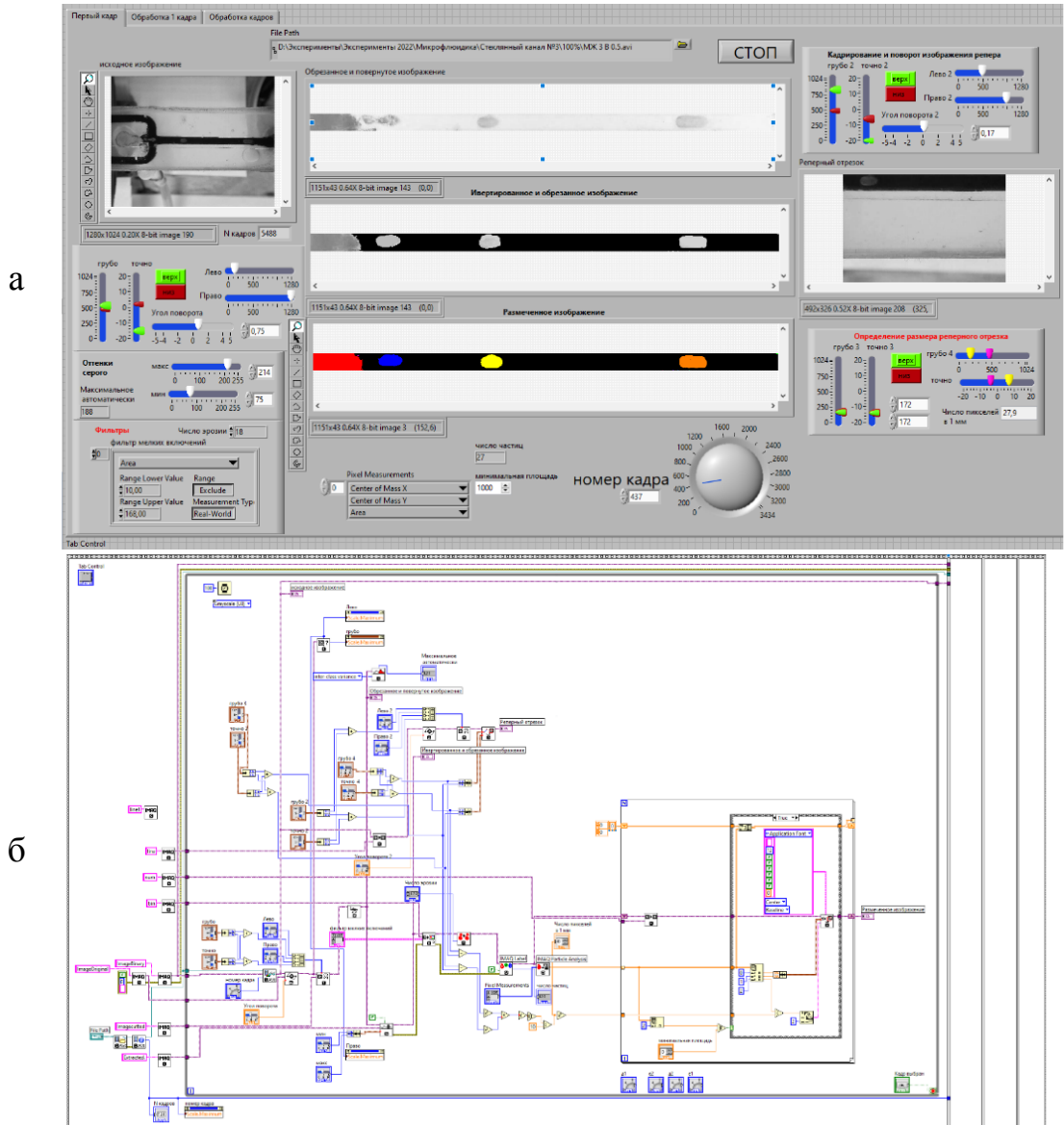



Рисунок 1. – Программа для обработки видеозображений NI LabView: (а) фронтальная панель; (б) блок-схема

В процессе анализа видеозображений осуществляется инверсия и бинаризация полученных данных. Проводится определение границ цветowych включений в кадре соответствующих капель, вычисление площади включений в пикселях и пересчет полученных значений в миллиметрах

квадратных с помощью коэффициента масштаба, который определялся в программе с помощью расположенной в кадре калибровочной линейки.

Ход работы:

1) Запустите на компьютере программу для обработки видеоизображений в NI LabView.

2) Загрузите в программу видео, содержащее формирование эмульсий в микроканале, полученное на прошлой лабораторной работе, путем нажатия кнопки .

3) Запустите программу кнопкой «Run» .

4) Определите коэффициент пропорциональности с помощью калибровочной линейки, расположенной в кадре (рис. 2). Программа преобразует количество пикселей в миллиметры.

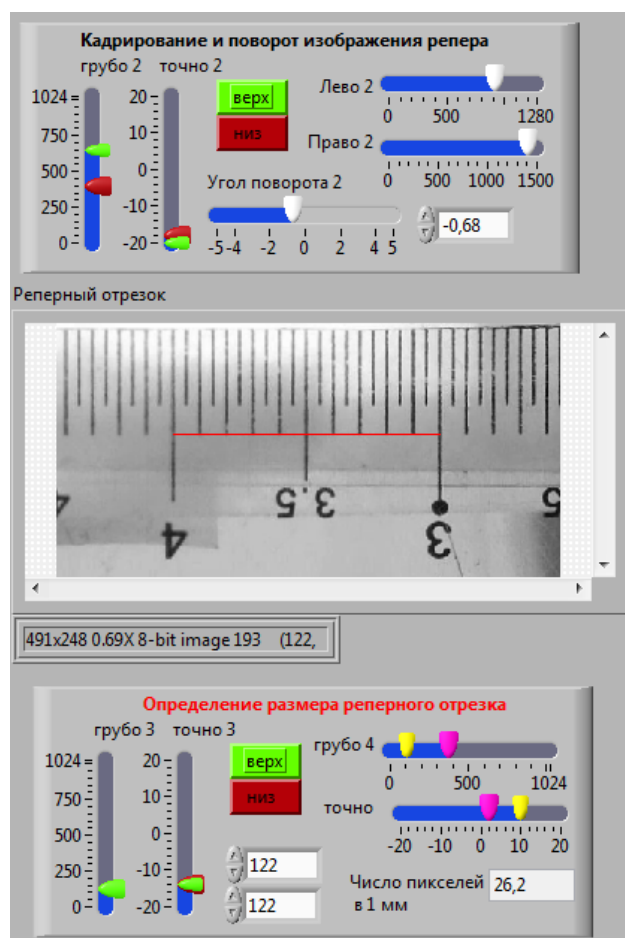


Рисунок 2. – Определение коэффициента пропорциональности

5) Отрегулируйте расположение микроканала в кадре с помощью контроллеров, представленных на рисунке 3.

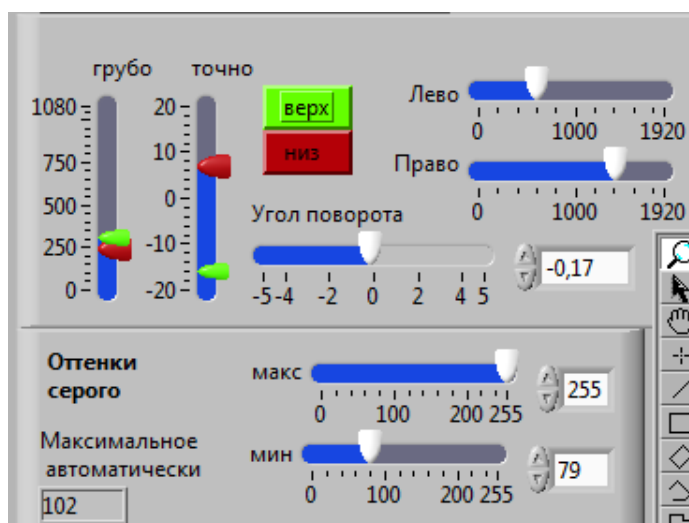


Рисунок 3. – Панель для регулировки расположения микроканала

6) С помощью круговой шкалы перелистывайте кадры видео до тех пор, пока на экране не появится капля с указанным на ней размером в мм^2 (рис. 4).

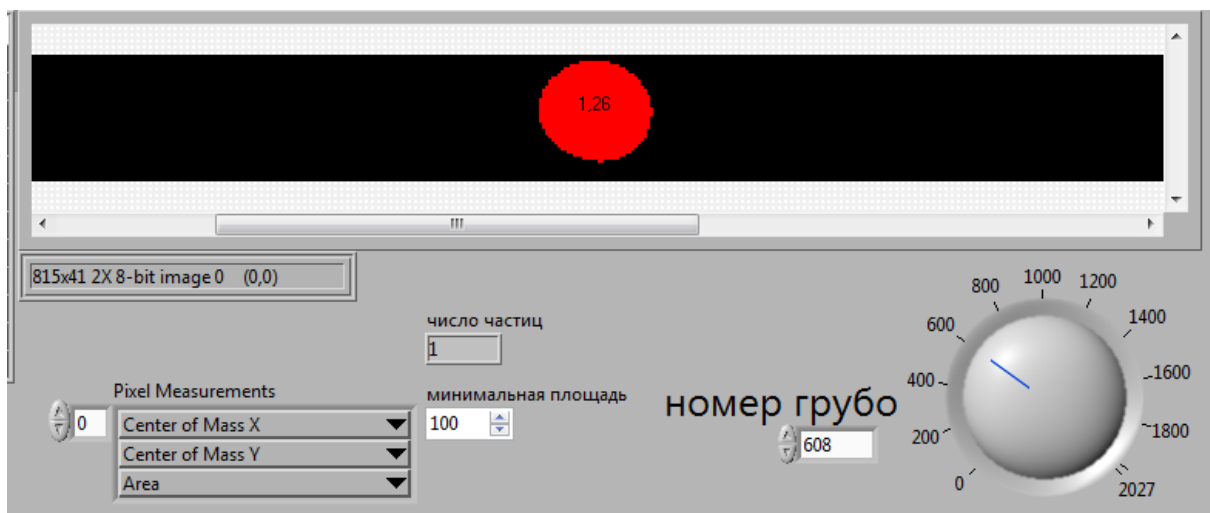


Рисунок 4. – Определение площади капли в мм^2

7) Если капля разбита на несколько областей, то с помощью панели, показанной на Рис. 3 (визу), осуществите цветокоррекцию и добейтесь однородности капли в кадре.

- 8) Продолжайте крутить круговую шкалу и записывайте результаты измерений размера капель в таблицу 1 до окончания кадров видеофайла.
- 9) Повторите пункты 2 – 8 для других видеофайлов.

Таблица 1. – Результаты измерений

№	Расход непрерывной фазы, q_1 , мкл/с	Расход дисперсной фазы, q_2 , мкл/с	Площадь капли, s , мм ²	Объем капли, v , мм ³	Среднее значение объема капли, v , мм ³	Толщина микроканала, d , мм
1						
2						
3						
...						

- 10) Постройте графики зависимости объема капель от расхода непрерывной и дисперсной фаз. Сделайте выводы.

Контрольные вопросы:

1. Какие виды потоков вы знаете? От каких характеристик они зависят?
2. Каким образом влияет на микрофлюидный потоки межфазные силы, вязкость жидкости, скорость потока и геометрия каналов?
3. Как можно изменить поверхность стенок микрофлюидного устройства, чтобы его исходная гидрофильная поверхность стала гидрофобной?
4. Чем отличается струйный режим от капания?
5. Для чего разработано программное обеспечение NI LabVIEW?
6. Объясните необходимость использования калибровочной линейки в экспериментах?
7. Как зависит размер формирующихся в микроканале капель от расхода непрерывной фазы?

Рекомендуемая литература:

1. Shui L., Eijkel J. C. T., Van den Berg A. Multiphase flow in microfluidic systems—Control and applications of droplets and interfaces // *Advances in colloid and interface science.* – 2007. – V. 133. – №. 1. – P. 35–49.
2. Joanicot M., Ajdari A. Droplet control for microfluidics // *Science.* – 2005. – V. 309. – №. 5736. – P. 887–888.
3. Baroud C. N., Willaime H. Multiphase flows in microfluidics // *Comptes Rendus Physique.* – 2004. – V. 5. – №. 5. – P. 547–555.
4. Принципы, технологии и устройства «капельной» микрофлюидики. Ч. 1 (обзор) / И. В. Кухтевич, Я. С. Посмитная, К. И. Белоусов, А. С. Букатин, А. А. Евстрапов // *Научное приборостроение.* – 2015. – Т. 25, № 3. – С. 65-85.
5. Desir P. et al. Experiments and computations of microfluidic liquid–liquid flow patterns // *Reaction Chemistry & Engineering.* – 2020. – V. 5. – №. 1. – P. 39–50.
6. Xu J. H. et al. The dynamic effects of surfactants on droplet formation in coaxial microfluidic devices // *Langmuir.* – 2012. – V. 28. – №. 25. – P. 9250–9258.
7. Wang S. et al. Inner surface design of functional microchannels for microscale flow control // *Small.* – 2020. – V. 16. – №. 9. – P. 1905318.
8. Тревис Дж. LabVIEW для всех / Джеффри Тревис: Пер. с англ. Клушин Н. А. – М.: ДМК Пресс; ПриборКомплект, 2005. – 544 с.