

## ПОЛУЧЕНИЕ МИКРОКАПЕЛЬНЫХ ПЛАЗМЕННЫХ КРИСТАЛЛОВ

© 2023 г. Р. И. Пяскин<sup>a</sup>, \*, А. И. Щербина<sup>a</sup>, \*\*

<sup>a</sup> Петрозаводский государственный университет, Петрозаводск, Россия

\*e-mail: pri-tesla@mail.ru

\*\*e-mail: dusty@plasma.karelia.ru

Поступила в редакцию 10.08.2022 г.

После доработки 12.10.2022 г.

Принята к публикации 22.10.2022 г.

Исследованы плазменно-пылевые образования с жидкими частицами (микрокаплями). В ходе исследования были проанализированы способы получения микрокапель жидкости в вакууме, а также изготовлен лабораторный стенд для изучения жидкостных плазменно-пылевых образований. Приведено наблюдение и фотофиксация данного явления.

**Ключевые слова:** комплексная плазма, пылевая плазма, пылевой кристалл, тлеющий разряд, микрокапельное дозирование, распыление

**DOI:** 10.31857/S0367292122601448, **EDN:** ВИНЕИ

### ВВЕДЕНИЕ

Пылевая плазма – это плазма, содержащая взвешенные в ней частицы [1]. Практически во всех экспериментах, проводимых в тлеющем разряде при низком давлении газа, для формирования плазменно-пылевой структуры используются твердые частицы. Данная работа является продолжением исследований [2] по получению пылевидных плазменных структур с жидкими частицами. Эксперимент подразумевает дозирование микрокапель жидкости в разрядный промежуток и исследование их поведения.

Устройство для инъекции микрокапель в разряд должно функционировать при пониженном давлении (1–100 Па). Точное дозирование одиночных микрокапель жидкости при низком давлении газа является сложной задачей, требующей комплексного подхода. На рынке не представлено устройств, предназначенных для генерации микрокапель размерами 5–100 мкм в вакууме.

Все существующие подобные устройства созданы для дозирования исключительно при атмосферном давлении (дозаторы фирм Microdrop, Microfab). В настоящей работе были проведены эксперименты пьезоголовкой Microfab MJ-AB-01-40 (рис. 1), как оказалось, она способна сохранять работоспособность в вакууме.

При распылении жидкостей с высоким давлением насыщенных паров их капли будут очень быстро испаряться. Таким образом, для получения долгоживущих капель необходимо использование жидкостей с низким давлением насыщен-

ных паров ( $P_{lp}$ ). Известно, что микрокапли дибутилфталата ( $P_{lp} = 10^{-3}$  Па) размером 10–20 мкм испаряются в течение сотен минут (рис. 2). Таким образом, необходимым условием длительного наблюдения за плазменно-пылевой структурой, состоящей из микрокапель жидкости, является низкое давление ее насыщенных паров. Этому требованию удовлетворяет большая часть промышленных вакуумных масел и смазок [3].

### ОПИСАНИЕ ПЕРВОЙ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ УСТАНОВКИ

Первые эксперименты по дозированию микрокапель вязкой жидкости в вакууме производились с использованием пьезоэлектрической печа-



Рис. 1. Микрокапельный дозатор Microfab MJ-AB-01-40.

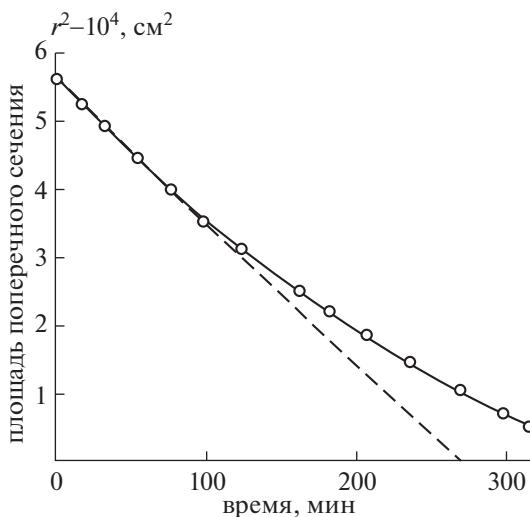


Рис. 2. Скорость испарения микрокапель дибутилфталата,  $P = 100$  Па.

тающей головки от струйного принтера марки Epson. Схема лабораторного стенда представлена на рис. 3.

Внутрь прозрачной герметизированной вакуумной камеры из оргстекла, откачиваемой пластинчато-роторным вакуумным насосом до давления 40–80 Па, помещалась пьезоголовка и система питания (емкость с расходуемой жидкостью, помещенная над печатающей головкой и подключенная к входу). Питание головки производилось от генератора импульсов Г5-15. Данный генератор позволяет подавать на пьезоэлементы импульсы микросекундной длительности, также можно устанавливать требуемую амплитуду (все эти параметры были измерены в штатном включении головки непосредственно к принтеру).

Наиболее устойчивая работа дозатора наблюдалась при амплитуде, близкой к максимальной для прибора (80–110 В), и при частоте следования импульсов 2–10 кГц [4, 5].

Следующим этапом работы стала попытка формирования ППС с дозированными каплями. Для этого стенд был дополнен газоразрядной трубкой с источником питания и лазерной подсветкой (рис. 4). Тлеющий разряд зажигался от высоковольтного блока питания ТВ-3, подключенного к электродам через балластное сопротивление. Электроды закреплены на вертикально расположенной трубочке из кварцевого стекла. Верхний электрод выполнен в виде полого цилиндра для возможности инжекции через него частиц сверху в разрядный промежуток. Положение сопла головки относительно центра верхнего электрода корректировалось с помощью вакуумного ввода вращения [4, 5].

В результате эксперимента капли зависли в стратах разряда и сформировали кристаллическую структуру. Визуализация кристалла производилась с помощью так называемого “лазерного ножа”: направленный на цилиндрическую линзу лазерный луч растягивается по вертикальной оси, и формируется тонкий плоский пучок света. При пронизывании пучком кристалла можно наблюдать ППС в разрезе, а также производить его фото- и видеосъемку, измерять размер частиц, наблюдать постепенное исчезновение жидких капель вследствие испарения и т.д. Фотоснимки получившихся ППС представлены на рис. 5 [4, 5].

### НАБЛЮДЕНИЯ В ХОДЕ ПЕРВОГО ЭКСПЕРИМЕНТА

В ходе работы подтвердилось достаточно большое время существования капель в плазменном

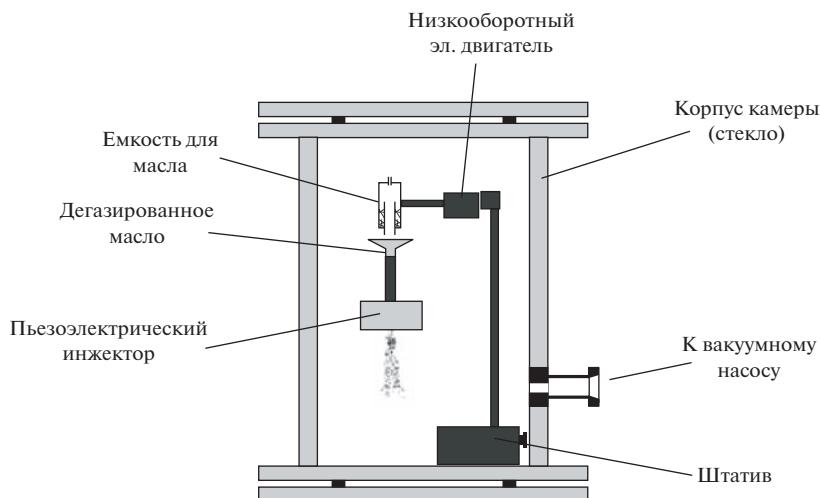


Рис. 3. Лабораторный стенд по дозированию микрокапель жидкости в вакууме при помощи пьезоголовки Epson.

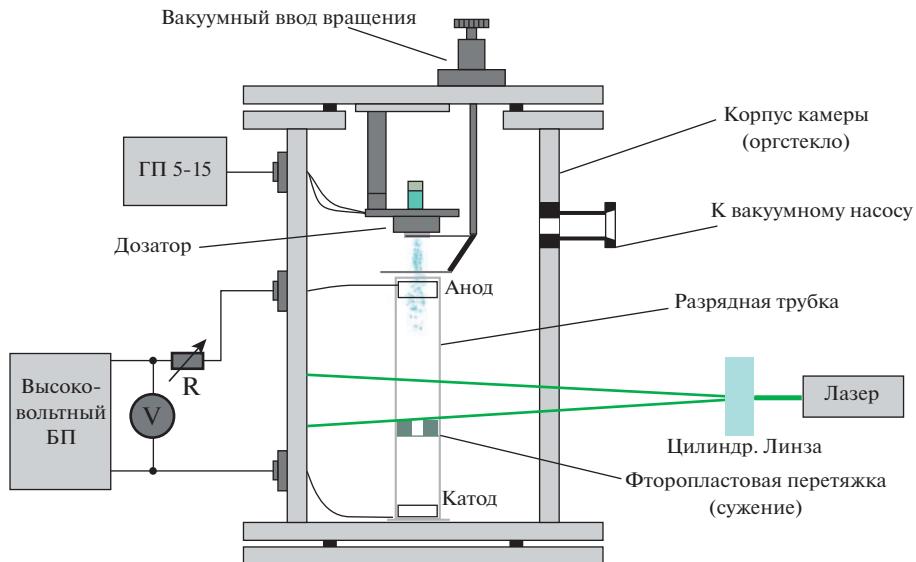


Рис. 4. Лабораторный стенд по получению ППС с жидкими частицами.

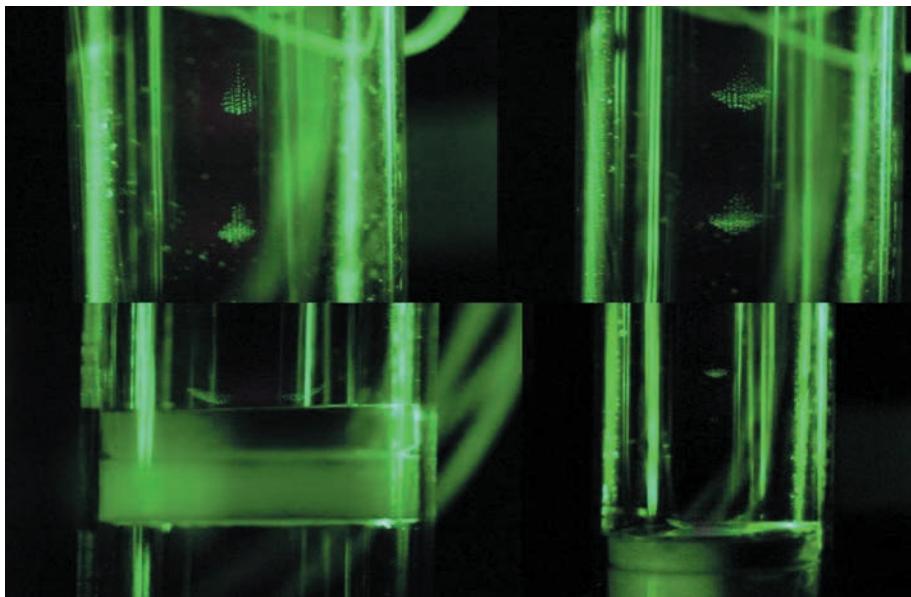


Рис. 5. Полученные в эксперименте ППС с жидкими частицами.

кристалле (более часа), а также было произведено наблюдение за флюктуациями форм и размеров кристаллов в зависимости от давления газа, тока разряда, попадания в структуру новых частиц. Речь идет, например, об упорядоченном переходе, “перетекании” частиц из одной страты в другую, вращении капелек по различным орбитам, циклических перемещениях отдельных цепочек, образовании и перемещении “войдов” (пустот) [4, 5].

Однако в такой системе не удалось достичь повторяемости эксперимента, а также полного кон-

троля над системой. Было невозможно предсказать, сколько капель подаст в разрядный промежуток дозатор за определенное число импульсов, и какого они будут размера. Также возникали достаточно серьезные проблемы с дегазацией жидкости: при откачке воздуха она может вскипать из-за выхода растворенных в ней газов. Если перед подачей в дозатор жидкость не была подвержена тщательной дегазации, то образующиеся пузырьки воздуха могут очень быстро забивать каналы и перекрывать поток жидкости. Удалить пузырьки оттуда чрезвычайно сложно. Однако за

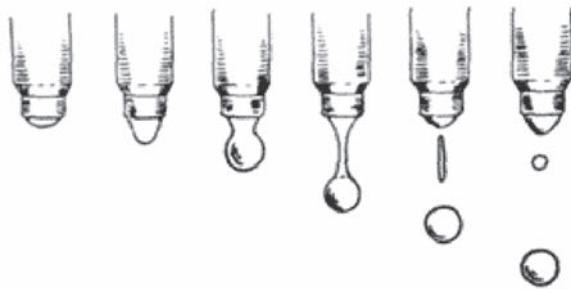


Рис. 6. Процесс отрыва капли от сопла.

то время, пока дозатор устойчиво работал, была осуществлена фото- и видеофиксация жидкостного кристалла. Впервые в мире было произведено наблюдение за формированием и существованием кристалла с жидкими частицами с течением времени.

### ОПИСАНИЕ НОВОГО ЛАБОРАТОРНОГО СТЕНДА

Следующим этапом в работе стала попытка применения для получения микрокапель вышеописанного дозатора Microfab MJ-AF-01-40. Дозаторы такого типа функционируют по тому же принципу, что и головки струйных принтеров с пьезоэлектрическим приводом. Жидкость к соплу подается через капиллярную трубку. Для испускания капли механический импульс передается столбу жидкости через пьезокерамический актуатор. На кончике сопла образуется тонкая капелька, отрывающаяся от сопла на некотором расстоянии [6]. Процесс формирования капли показан на рис. 6.

Однако неизбежным явлением отрыва основной капли является отрыв отдельно мелкой капли, собирающейся из жидкости в перемычке, соединяющей сопло с большой каплей. Поскольку необходимым требованием является получение моноразмерных капель жидкости с высокой повторяемостью эксперимента, приходится прибегнуть к техническим решениям, обеспечивающим генерацию только основной капли, чтобы вторая малая капелька не отрывалась от сопла. Опубликованные компанией Microdrop данные сообщают о том, что для управления пьезодозатором ими используется импульс специфической формы (рис. 7).

Использование электрических импульсов такой формы позволяет не только избавиться от паразитной капли из перетяжки, но и генерировать капли размера меньше выходного сопла (рис. 8).

Таким образом, изменением формы и амплитуды импульса можно изменять размер генерируемых капель с высокой степенью повторяемости.

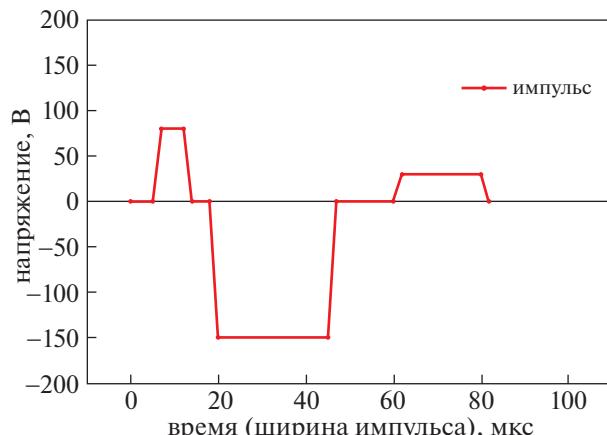


Рис. 7. Импульс управления дозатором.

Производители данных дозаторов поставляют полный комплект оборудования (непосредственно дозирующая головка, программируемый контроллер, система подачи жидкости, аппаратура для видеосъемки, а часто и координатный стол с ЧПУ для возможности автоматического дозирования жидкостей в большое количество пробирок). Стоимость этих систем в сборе составляет десятки и сотни тысяч долларов, а отдельные элементы приобрести у производителей не представляется возможным. Было принято решение о покупке дозирующей головки отдельно на вторичном рынке. Таким образом, возникла необходимость самостоятельной сборки генератора импульсов к дозатору.

От устройства требовалось получение сигнала специальной формы (рис. 7). Состоит сигнал из трех импульсов (первый и последний прямой полярности, средний – обратной полярности). Необходимо было предусмотреть регулировку длительности каждого импульса, времени между импульсами, а также обеспечить возможность независимого изменения амплитуды каждого импульса.

Изготовленный генератор (рис. 9) удовлетворяет всем этим требованиям. Он может работать как в режиме одиночных импульсов, так и выдавать пакет импульсов в заданном количестве. Это позволяет дозировать заранее заданное количество микрокапель. Осциллограмма возможной формы сигнала на выходе генератора изображена на рис. 9. Ось X – 40 мкс/дел, ось Y – 50 В/дел.

Пьезоэлемент микрокапельного дозатора фактически представляет собой конденсатор емкостью  $C = 2.08 \text{ нФ}$ . Осциллограмма на рис. 9 демонстрирует работу генератора при подключенной нагрузке. Крутизна фронтов и спадов сигнала соответствует значениям штатного генератора импульсов для данного дозатора (рис. 7).

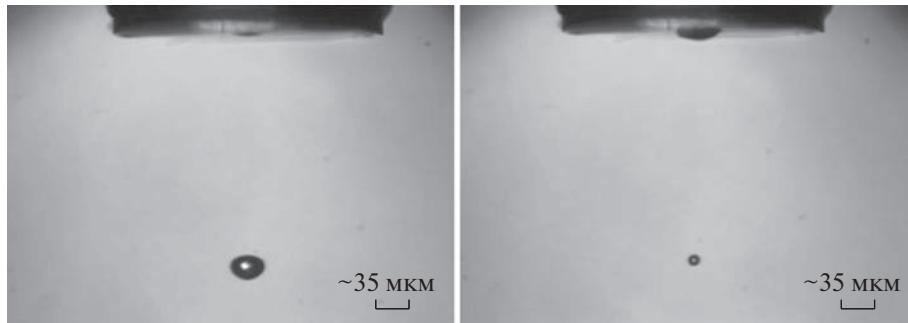


Рис. 8. Генерируемые пьезоголовкой капли жидкости.

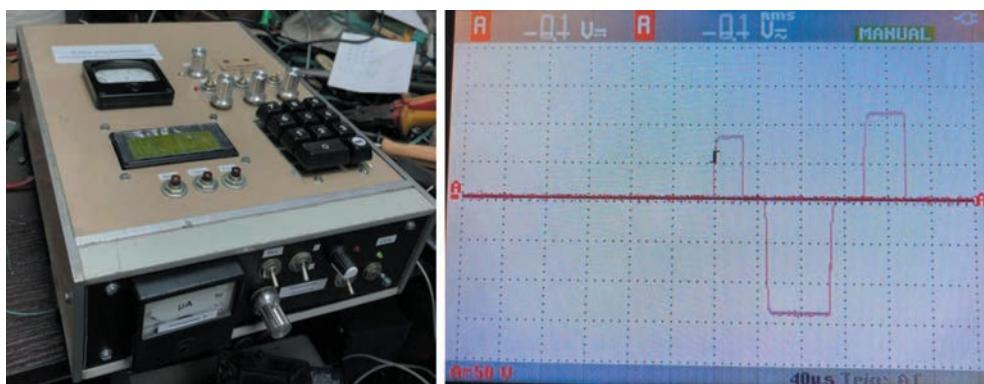


Рис. 9. Генератор импульсов и осциллограмма сигнала на его выходе.

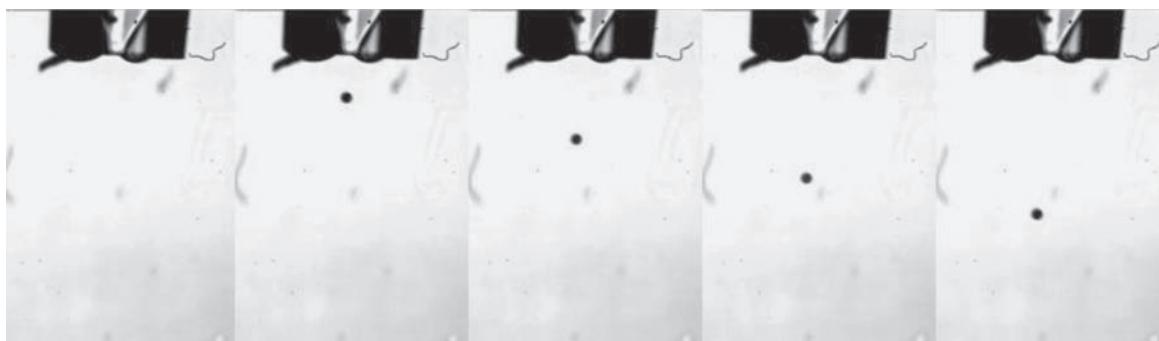


Рис. 10. Процесс формирования микрокапли воды.

По паспорту пьезодозатор Microfab способен работать с жидкостями вязкостью 1–20 мПа · с. Первый эксперимент для проверки работоспособности дозатора производился на дистиллированной воде (вязкость 1 мПа · с). Процесс формирования микрокапли дистиллированной воды показан на рис. 10.

Рабочая жидкость для работы в условиях вакуума должна иметь низкое давление насыщенных паров, при этом динамическая вязкость жидкости для устойчивой работы микродозатора не должна превышать 20 мПа · с. По совокупности

характеристик для эксперимента оказался пригоден диоктилсебацинат (вязкость 20 мПа · с). После перезаправки дозатора этой жидкостью он также сохранил свою работоспособность.

Для видеосъемки быстропротекающих процессов на протяжении экспериментов использовалась скоростная видеокамера HiSpec1 2G Mono. Для определения размеров микрокапель производилась теневая съемка на просвет: дозатор располагался между видеокамерой и источником света (галогенная лампа на 200 Вт). Капли создают контрастную тень на изображении, проециру-

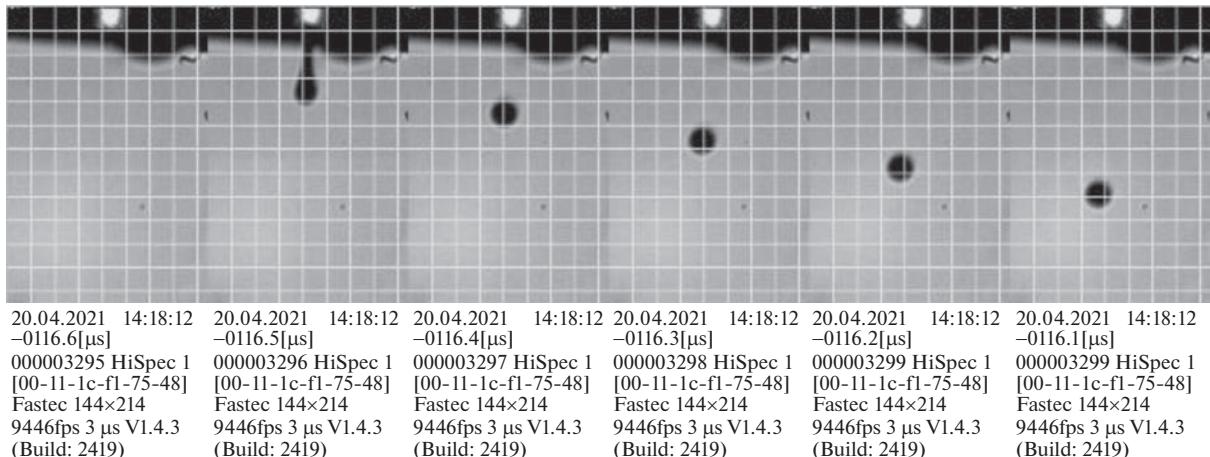


Рис. 11. Процесс дозирования масла в вакууме.

емом на матрицу видеокамеры. Размеры капель определяются с помощью пробного объекта (в нашем случае – микрометрическая линейка для микроскопа). Съемка объекта точно известного размера позволяет с высокой точностью произвести разметку съемочного поля в виде сетки с определенной ценой деления и устанавливать как размеры наблюдаемых тел, так и скорость их движения.

При подаче на пьезоголовку одиночных импульсов происходит дозирование капель размером 40–50 мкм. На рис. 11 изображен процесс ге-

нерации капли прямоугольным импульсом  $U_{amp} = 35$  В,  $\tau = 30$  мкс.

Поле съемки разбито сеткой, размер деления 40 мкм. Становится возможной оценка как размера капли (примерно 50 мкм), так и скорости падения. Для этого сравним 3 и 6 кадр на рис. 11:

$$v = \frac{l}{t} = \frac{3.5 \times 40 \times 10^{-6} \text{ м}}{0.3 \times 10^{-3} \text{ с}} = 0.47 \text{ м/с.} \quad (1)$$

Для получения плазменно-пылевой структуры была спроектирована и изготовлена установка, включающая в себя газоразрядную трубку, систему откачки и напуска газа, питание разряда, источник микрокапель совместно с блоком питания, систему подсветки пылевой структуры (рис. 12).

## НАБЛЮДЕНИЯ В ХОДЕ ЭКСПЕРИМЕНТА

Процесс выращивания ППС происходил следующим образом. Изначально производилась откачка всей системы до давления порядка  $10^{-2}$  мм рт. ст. и выдерживание трубы в таком состоянии в течение 40–60 мин для удаления адсорбированных на стенки молекул газа. Затем производился напуск газа из баллона (аргон) либо ожидание натекания воздуха в систему до рабочего давления. Напряженность электрического поля на границах страт при работе на разреженном воздухе оказалась выше. Исходя из этого, электростатическая сила, действующая на заряженные капли, оказывается более высокой, и капли с большей вероятностью зависают в разряде. Рабочее давление варьировалось в диапазоне 0.1–0.5 мм рт. ст., сила тока разряда 0.5–3 мА.

На первом этапе работы получалось увидеть только одиночные капли, случайно зависшие в разряде (рис. 13).



Рис. 12. Лабораторный стенд.

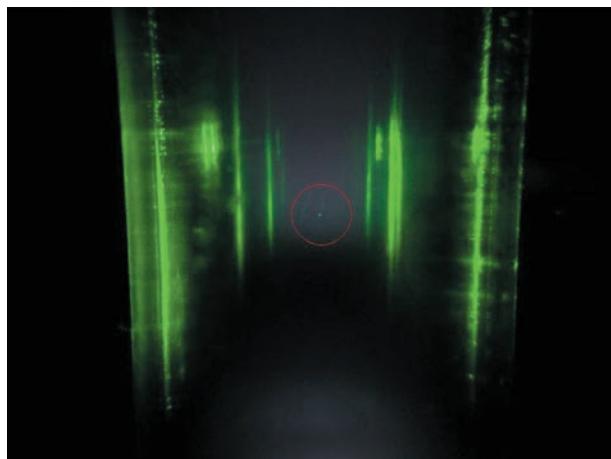


Рис. 13. Одиночная капля в разряде.

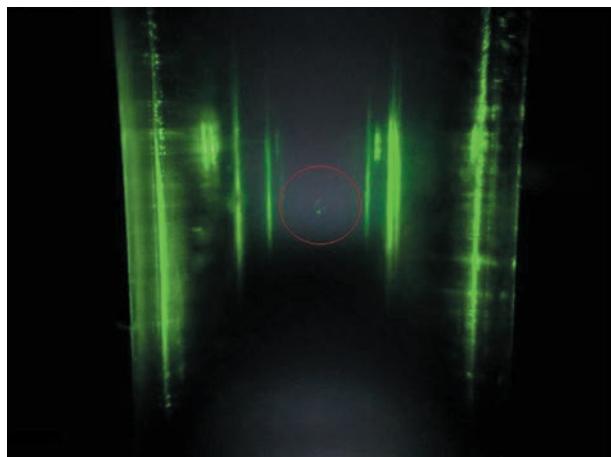


Рис. 14. Структура из нескольких десятков капель.

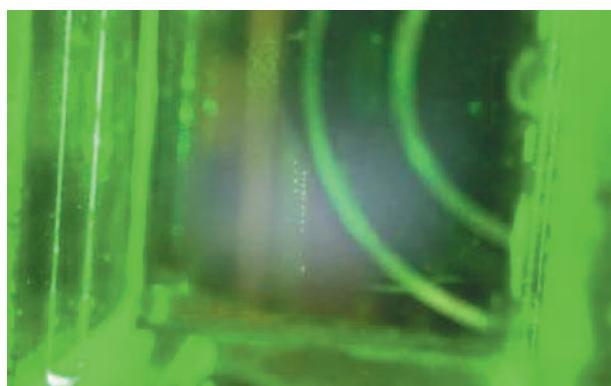


Рис. 15. Более крупная структура.

При подборе давления газа и регулировке протекающего тока границы страт получалось сделять гораздо более резкими и отчетливыми, и

продолжение инжекции капель в разряд позволило увидеть более крупные структуры (рис. 14, 15).

Следует отметить, что в ходе работы было подтверждено предположение о достаточно большом времени существования плазменно-пылевой структуры (наблюдения велись в течение часа и более), что говорит о невысокой скорости испарения диоктилсебацината.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В ходе выполнения данной работы впервые было проведено практическое исследование процесса получения и дозирования капель вязкой жидкости микроскопического размера в условиях вакуума. Анализ профильной литературы и соответствующих тематике публикаций показал, что данная работа на настоящий момент в мире не проводилась.

После составления списка задач исследовательской работы был произведен анализ существующих и представленных на рынке готовых промышленных решений по микрокапельному дозированию. На основании полученных данных был обоснован выбор типа дозатора и конкретной модели, использованной в эксперименте: пьезодозатор MicroFab MJ-AB-01-40. После изучения алгоритма работы, который используется в штатных системах управления данным типом дозаторов, был разработан контроллер на основе микропроцессорной системы. Данное устройство проектировалось универсальным, оно может быть использовано как для всех пьезодозаторов из линейки MicroFab (существуют варианты дозаторов с соплом диаметром от 5 до 100 мкм), так и для пьезодозаторов других изготовителей (например, MicroDrop).

На основе имеющихся данных о комплексной плазме было сделано предположение о возможности формирования из микрокапель плазменно-пылевой структуры. Для его проверки была проведена серия опытов с дозированием капель диоктилсебацината диаметром 40–50 мкм и плотностью 0.9 г/см<sup>3</sup>, который попадает в спектр размеров и плотностей твердых частиц, используемых при формировании типовых ППС (5–100 мкм, 0.8–5 г/см<sup>3</sup>). Параметры газового разряда в экспериментах также соответствовали значениям, используемым при формировании стандартных ППС ( $j = 0.1–1 \text{ mA/cm}^2$ ,  $P = 0.1–0.5 \text{ mm rt. st.}$ ). В результате проделанной работы сделанное предположение полностью подтвердилось: сформированы микрокапельные плазменно-пылевые структуры с возможностью их долговременного visualного наблюдения и диагностики.

В перспективе возможно дальнейшее расширение возможностей исследовательского стенда дополнением его дозаторами с другими соплами

для получения более сложных плазменно-пылевых структур с микрокаплями различных размеров. Это дает обширную базу для постановки экспериментов, проведения спектральных и зондовых измерений, поскольку жидкостные ППС на данный момент являются неисследованной областью в науке.

Также были оценены размеры микрокапель, вылетающих непосредственно из сопла при различных режимах работы дозатора. В перспективе также возможно проведение экспериментов по динамическому наблюдению за жидкостной ППС и оценке изменения размеров микрокапель в ней с течением времени.

Данная разработка может найти применение в других отраслях промышленности, где необходимо производить дозирование микрокапель жидкого вещества в вакууме.

Исследование выполнено в рамках государственного задания Министерства науки и высше-

го образования Российской Федерации (тема № 0752-2020-0007).

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Грановский В.Л. Электрический ток в газе. М.: 1971. 544 с.
2. Райзер Ю.П. Физика газового разряда. М.: 1987. 592 с.
3. Грин Х., Лейн В. Аэрозоли – пыли, дымы и туманы. М.: Химия, 1972. С. 43.
4. Тимофеев С.С. // Научно-исследовательская работа студентов: материалы 63-й научной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых. Петрозаводск: Изд-во ПетрГУ, 2011. С. 219.
5. Scherbina A.I., Timofeev S.S., Podanov E.V. // AIP Conf. Proc. 2011. V. 1397. P. 455.
6. Резнев А.А., Вернер В.Д. Тенденции развития МЭМС. М.: ООО “Амиант”, 2001. 273 с.