Univerza v Ljubljani Fakulteta za matematiko in fiziko Oddelek za fiziko Naravoslovna smer

Anton Potočnik

Eksperimenti z umetnimi migetalkami

Diplomsko delo

Mentor: doc. dr. Igor Poberaj Somentor: dr. Dušan Babič

Ljubljana, 2008

Za nastanek tega dela se zahvaljujem mentorju doc. dr. Igorju Poberaju in somentorju dr. Dušanu Babiču za ogromno dobrih nasvetov in odlično vodstvo. Zahvaljujem se tudi Natanu Ostermanu, ki me je naučil veliko laboratorijskih veščin in mi pomagal s spodbudnimi pogovori in dr. Andreju Vilfanu za pomoč pri teoriji. Zahvalil bi se še Blažu Kaučiču za pomoč pri fotolitografskem postopku ter Urošu Jorgačevskemu za izdelavo različnih mehanskih delov, ki sem jih potreboval pri eksperimentih.

Povzetek

V okviru diplomskega dela sem izdelal umetne migetalke in izmeril hitrost tekočine, ki jo migetalke z gibanjem ustvarjajo. Umetne migetalke sem sestavil s superparamagnetnimi koloidi velikosti 4,4 μ m. V zunanjem magnetnem polju so se koloidi uredili v verige, te pa sem z enim koncem pritrdil na podlago. Verige sem na podlago pritrdil na dva načina: s topografskimi strukturami in s tankoplastnimi nikljevimi otočki, ki sem jih naredil na objektnem stekelcu s postopkom fotolitografije. Poleg struktur za pritrjevanje sem s fotolitografskim postopkom izdelal še strukture, ki so koloide med sedimentacijo razporedile in oblikovale v enako dolge, enojne verige. Umetne migetalke sem poganjal z zunanjim magnetnim poljem. Z ustrezno modulacijo polja sem dosegel, da so migetalke črpale tekočino v izbrano smer. Hitrost tekočine, ki jo je ustvarjalo gibanje migetalk, sem meril s sledenjem gibanja 1 μ m velikih nemagnetnih koloidov pri različnih razdaljah od podlage. Meritve sem opravil pri različnih parametrih gibanja in iz njih določil hitrostne profile tekočine. Dobljene rezultate sem primerjal z rezultati simulacij ter ugotovil, da se kvalitativno dobro ujemajo.

Predmetne oznake: umetne migetalke, mikrofluidika, superparamagnetni koloidi, magneto-optična pinceta

Abstract

In this diploma thesis a procedure for construction of artificial cilia and measurements of the flow generated by the cilia are presented. An array of nickel islands or topological structure has been created with a photolithography, where artificial cilia can anchor. Additional structures have also been constructed in order to improve self-assembly of the cilia in the presence of magnetic field. Cilia consist of magnetic colloids and therefore align with the external magnetic field. By modulating the field, magnetic cilia can pump the fluid in a given direction. Over the field of cilia an effective fluid flow has been measured at different altitudes. These measurements have been done for various movement parameters and compared to simulations. Measurements and simulations are in qualitative good agreement.

Keywords: artificial cilia, microfluidics, superparamagnetic colloids, magento-optical tweezers

PACS: 85.70.Sq, 82.70.Dd, 42.62.-b

Kazalo

1	Uvod					
2	Umetne migetalke					
	2.1	Interakcija med koloidi v zunanjem magnetnem polju	8			
		2.1.1 Dipolno-dipolna interakcija	8			
		2.1.2 Koloidne strukture v zunanjem magnetnem polju	10			
	2.2	Hidrodinamika umetnih migetalk	11			
3	Izdelava migetalk					
	3.1	Orodja in materiali	14			
		3.1.1 Magnetni koloidi	14			
		3.1.2 Magnetna pinceta	15			
		3.1.3 Optična pinceta	15			
		3.1.4 Fotolitografske strukture	16			
	3.2	Metode in postopki	16			
		3.2.1 Izdelava celice	16			
		3.2.2 Sidranje migetalk z vdolbinami	16			
		3.2.3 Sidranje migetalk z nikljevimi otočki	17			
		3.2.4 Izdelava migetalk s kalupom	18			
		3.2.5 Kalup z nikljevimi otočki	19			
4	Meritve in rezultati 2					
	4.1	Prosta migetalka	22			
	4.2	Migetalke sidrane v kalupu migetalk	22			
	4.3	Migetalke sidrane na nikljevih otočkih	24			
	4.4	Kontrolne meritve	26			
5	Razprava		28			
6	Zaključek					
7	Dodatek 1: Osnove simulacije					
8	Dod	latek 2: Fotolitografski postopek	37			
	8.1	Čiščenje stekelc	37			
	8.2	Fotorezist	38			

8.3	Osvetl	jevanje	38
	8.3.1	Osvetljevanje skozi masko	39
	8.3.2	Direktno osvetljevanje	39
8.4	Razvij	anje	10
8.5	Jedkar	ije	10

1 Uvod

Migetalke so tanki izrastki na številnih evkariotskih celicah, z dolžinami med 2 μ m in 15 μ m in širino okoli 0,5 μ m. Zgrajene so iz proteinskih struktur - mikrotubulov, obdanih s celično membrano. V naravi jih pogosto najdemo pri enoceličnih organizmih, na primer pri parameciju in v sluznicah pri višjih organizmih.

Migetalke delimo na dva tipa: pasivne in aktivne. Prvi tip migetalk celice uporabljajo za zaznavanje okolja. Te so kot antene, s katerimi celice zaznavajo gibanje tekočine. Pri človeku najdemo celice s pasivnimi migetalkami, na primer v ušesu, kjer je zaznavanje gibanja ušesne tekočine pomembno pri zaznavanju zvoka.

Za razliko od pasivnih, aktivne migetalke v svoji okolici ustvarjajo tok tekočine. Enocelični organizmi se s takšnimi migetalkami odrivajo od okoliške tekočine in tako plavajo. Pri višje razvitih organizmih se nahajajo aktivne migetalke le na celicah določenih tkiv, kjer običajno skrbijo za pretok tekočine. Pri človeku takšne migetalke igrajo pomembno vlogo že v *embriu*, na začetku življenja. Tako imenovane *nodalne migetalke* s svojim gibanjem ustvarjajo tok embrionalne tekočine, ki naj bi prispeval k zlomu simetrije med levim in desnim delom telesa [1]. Zaradi nodalnih migetalk imamo srce na levi strani telesa, jetra pa na desni. Aktivne migetalke najdemo v človeškem telesu še v respiratornem traktu, kjer z usklajenim gibanjem potiskajo mikroorganizme in vdihane prašne delce navzgor po sapniku, od koder jih nato pogoltnemo ali izkašljamo, v ženskem reprodukcijskem traktu, v ledvicah, nosnih sinusih, itd. [2]. Njihova pomembna vloga v telesu se opazi šele, ko ne delujejo, kot bi morale. Poznamo namreč veliko bolezni, ki so posledica nepravilnega delovanja migetalk, npr: bronhitis, sinusitis, kronične infekcije respiratornih poti ter pojav *situs inversus*, kjer so notranji organi zamenjani glede na smer levo - desno [3, 4].

Zgradba aktivnih migetalk je bila predmet mnogih raziskav [5], dosti manj pa je raziskano gibanje migetalk, način, kako se med seboj usklajujejo in vpliv usklajenega gibanja na tok tekočine. Leta 2005 je bil narejen prvi večji korak k razumevanju delovanja migetalk - narejen je bil prvi *umetni mikroskopski plavalec* [6]. Sestavljen je bil iz 1 μ m velikih superparamagnetnih koloidov, ki so bili povezani v verigo z DNK molekulami, veriga pa je bila pritrjena na celico rdeče krvničke. Umetnega plavalca je poganjalo časovno spreminjajoče zunanje magnetno polje, ki mu je dovajalo energijo in povzročilo, da je plaval. V eksperimentu so prvič izmerili tok tekočine, ki ga ustvarja kontrolirano gibanje umetne migetalke. Sledila je teoretična razlaga [7], v literaturi pa najdemo tudi teoretične obravnave pritrjenih umetnih plavalcev - t.j. črpalk [8, 9].

Umetne migetalke niso uporabne le kot modelski sistem za preučevanje delovanja naravnih migetalk, temveč imajo potencialno vrsto aplikacij na hitro razvijajočem se področju *mikrofluidike*. Mikrofluidika se ukvarja z manipulacijo tekočin na mikroskopski ravni. Eden izmed ciljev mikrofluidike je izdelava laboratorija na čipu, t.i. *lab on a chip*, kjer bi v nekaj centimetrov velikem čipu sintetizirali kemikalije, analizirali vzorce in gojili celice [10]. Takšne naprave bi bile zaradi svoje majhnosti ekonomične, hitre in prenosljive. Danes obstaja še vrsta težav, ki jih je potrebno rešiti, da bo laboratorij na čipu deloval samostojno. Razvitih je npr. zelo malo senzorjev na mikro skali. Običajno potrebujemo mikroskop, s katerim nadziramo in analiziramo stanje v čipu. Zelo težko je narediti tudi mikro-črpalke, ki bi v čipu črpale tekočine. Še vedno se uporabljajo zunanje črpalke, ki velikost laboratorija na čipu povečajo. Ta problem bi lahko rešili ali pa vsaj zmanjšali z uporabo umetnih migetalk.

V diplomskem delu sem iz superparamagnetnih koloidov sestavil umetne migetalke. Migetalke sem poskusil sestaviti na različne načine, pri čemer sem precej časa posvetil samostojnemu sestavljanju migetalk v prisotnosti zunanjega magnetnega polja. Za različna usklajena gibanja migetalk sem nad migetalkami izmeril hitrosti tekočine in jih primerjal z rezultati numeričnih simulacij. Zaradi kompleksnosti sistema se črpanja tekočine ne da izračunati analitično, zato je potrebno narediti numerične simulacije. Te je naredil dr. Andrej Vilfan in presegajo okvire diplomske naloge.

Diplomsko delo je sestavljeno iz štirih delov ter dveh dodatkov. V prvem delu je predstavljena teorija interakcije med magnetnimi koloidi ter opisan problem črpanja na mikro skali. V drugem delu je opisanih več postopkov, s katerimi sem migetalke sestavil. V tretjem delu je opisana metoda merjenja hitrostnega polja tekočine, predstavljeni pa so tudi rezultati meritev. V četrtem delu je narejena primerjava med rezultati meritev in rezultati numeričnih simulacij. V dodatku 1 je podan kratek opis simulacij in potrebno teoretično ozadje, v dodatku 2 pa je opisan fotolitografski postopek, ki sem ga uporabljal pri izdelavi umetnih migetalk.

2 Umetne migetalke

Umetne migetalke, sestavljene iz magnetnih koloidov, so kompleksen sistem, kjer pomembno vlogo igrata magnetna interakcija med koloidi in hidrodinamika gibajočih se koloidov v tekočini, na katere deluje zunanja sila. V prvem delu si bomo ogledali, kaj se zgodi s suspenzijo magnetnih koloidov, če jih postavimo v zunanje magnetno polje in kakšen je njihov odziv na časovno spreminjajoče magnetno polje. V drugem delu bom na kratko podal osnove hidrodinamike pri nizkih Reynoldsovih številih ter opisal probleme in rešitve premikanja oz. črpanja pri takšnih pogojih.

2.1 Interakcija med koloidi v zunanjem magnetnem polju

Umetne migetalke sem sestavil iz superparamagnetnih koloidov. To so polimerne kroglice velikosti nekaj mikrometrov, v katerih so enakomerno razporejeni drobni delci ferimagnetne snovi $(\gamma - \text{Fe}_2\text{O}_3 \text{ in Fe}_3\text{O}_4)$, velikosti nekaj nanometrov. Pri tako majhnih velikostih je povprečna spontana magnetizacija enaka nič tudi pri nižjih temperaturah od Curie-jeve, saj je energija potrebna za spremembo smeri magnetnega momenta dovolj majhna, da je primerljiva termični energiji pri sobni temperaturi [11]. Ko izklopimo zunanje polje, spontana magnetizacija izgine, kar je značilno za paramagnetne snovi. Zaradi urejanja magnetnih momentov imajo delci v zunanjem polju v primerjavi s paramagnetnimi snovmi zelo veliko magnetizacijo (slika 2.1). Takšen pojav zato imenujemo superparamagnetizem, takšne koloide pa superparamagnetni koloidi.

Zaradi superparamagnetnih lastnosti se v zunanjem magnetnem polju v koloidih inducira magnetni moment, ki je usmerjen v smeri zunanjega polja. V približku lahko magnetni koloid obravnavamo kot točkast magnetni dipol z magnetnim momentom

$$\boldsymbol{\mu} = \chi_{sp} V \frac{\mathbf{B}_0}{\mu_0},\tag{2.1}$$

kjer je V volumen koloida, \mathbf{B}_0 gostota zunanjega magnetnega polja, μ_0 indukcijska konstanta in χ_{sp} superparamagnetna susceptibilnost. Magnetni dipolni moment je obdan z magnetnim poljem

$$\mathbf{B}(\mathbf{r}) = \frac{\mu_0}{4\pi} \frac{3\mathbf{r} \left(\mathbf{r} \cdot \boldsymbol{\mu}\right) - \boldsymbol{\mu} r^2}{r^5}.$$
(2.2)

2.1.1 Dipolno-dipolna interakcija

Interakcijska energija dveh kolo
idov z momentoma $\boldsymbol{\mu}_1$ in $\boldsymbol{\mu}_2$ se izračuna kot

$$E_{int} = -\boldsymbol{\mu}_2 \cdot \mathbf{B}_1,$$



Slika 2.1: Magnetizacija koloidov Dynabeads M-450 v odvisnosti od zunanjega polja. Na grafu se opazi, da ni spontane magnetizacije in da magnetizacija pri večjih poljih saturira, kar je značilno za superparamagnetne materiale [11].

kjer je \mathbf{B}_1 magnetno polje prvega dipolnega momenta na mestu drugega dipolnega momenta. V zgornji izraz vstavimo izraz 2.2 in dobimo

$$E_{int} = -\frac{\mu_0}{4\pi} \frac{3 \left(\mathbf{r} \cdot \boldsymbol{\mu}_2\right) \left(\mathbf{r} \cdot \boldsymbol{\mu}_1\right) - \left(\boldsymbol{\mu}_2 \cdot \boldsymbol{\mu}_1\right) r^2}{r^5}, \\ = \frac{\mu_0}{4\pi} \frac{\mu^2}{r^3} \left(1 - 3\cos^2\phi\right),$$
(2.3)

kjer je ϕ kot med zveznico koloidov in smerjo obeh magnetnih momentov, oz. zunanjega polja, r razdalja med koloidoma in $\mu = \mu_1 = \mu_2$ velikosti magnetnih momentov, ki sta v našem primeru enaka (slika 2.2a). V kolikor zunanje magnetno polje ne bi bilo homogeno, bi na magnetne koloide delovala sila $\mathbf{F} = -(\boldsymbol{\mu} \cdot \boldsymbol{\nabla}) \mathbf{B}$, ki v našem eksperimentu ni zaželena, zato smo ves čas uporabljali homogeno magnetno polje. Odvisnost energije od kota med dvema koloidoma na konstantni razdalji prikazuje slika 2.2b. Iz slike je razvidno, da se bosta prosta koloida postavila eden za drugim v smeri zunanjega magnetnega polja (enačba 2.3).



Slika 2.2: a) Shema dveh koloidov v magnetnem polju. b) Odvisnosti magnetne interakcijske energije od kota med koloidoma glede na smer magnetnih momentov pri konstantni razdalji r.

2.1.2 Koloidne strukture v zunanjem magnetnem polju

V suspenziji magnetnih koloidov se bodo v prisotnosti zunanjega magnetnega polja koloidi zaradi dipolne interakcije uredili v verige, orientirane v smeri zunanjega polja. Dalj časa kot bo magnetno polje vklopljeno, daljše verige bodo nastale. Poleg enojnih verig koloidov so v ma-



Slika 2.3: Dvodimenzionalne koloidne strukture v zunanjem magnetnem polju.

gnetnem polju energijsko ugodne tudi druge konfiguracije (slika 2.3). Izračunajmo interakcijsko energijo koloida, ki ga od strani približamo verigi dveh ali več koloidov (slika 2.4a). Magnetno energijo dodatnega koloida izračunamo tako, da seštejemo prispevke vseh koloidov v verigi

$$E_{int} = -\boldsymbol{\mu} \cdot \left(\mathbf{B}_1 + \mathbf{B}_2 + \ldots \right),$$

kjer je μ dipolni moment dodatnega koloida, \mathbf{B}_i pa magnetna polja koloidov v verigi na mestu dodatnega koloida. Interakcijsko energijo v odvisnosti od razdalje med verigo in dodatnim koloidom za različne dolžine verig prikazuje slika 2.4b.



Slika 2.4: a) Lega dveh ali več koloidov, ki se jim po sredini približa dodatni koloid. b) Graf odvisnosti magnetne interakcijske energije od razdalje dodatnega koloida k verigi z dvema, štirimi in šestimi koloidi.

Iz odvisnosti interakcijske energije od razdalje, vidimo, da na koloid od strani deluje privlačna sila le, ko je dovolj blizu, sicer ga veriga odbija. Odboj na majhnih razdaljah se zmanjšuje s številom koloidov v verigi. V primeru redke suspenzije koloidov, ko je povprečna razdalja med koloidi velika v primerjavi z njihovo velikostjo, deluje na dodaten koloid, ki se verigi približa od strani, odbojna sila. V primeru goste suspenzije so koloidi v povprečju bližje skupaj, zato tvorijo daljše verige, hkrati pa je večja verjetnost, da se bo dodaten koloid znašel v območju privlaka in tvorile se bodo široke verige. V gostejši suspenziji torej poleg enojnih nastanejo še dvojne verige oz. dvodimenzionalne strukture.

Umetne migetalke sem naredil z magnetnimi koloidi zato, ker se v zunanjem magnetnem polju sami uredijo v verige, verige pa sledijo spremembam polja. Če koloidne verige z enim koncem pritrdimo na podlago, se te v vrtečem magnetnem polju gibljejo podobno kot migetalke. Magnetno polje ima pri umetnih migetalkah tako dve vlogi: povzroči, da se koloidi držijo skupaj in oblikujejo iztegnjene verige ter s spreminjanjem smeri povzroči vrtenje migetalk, s čimer sistemu dovaja energijo.

2.2 Hidrodinamika umetnih migetalk

Gibanje migetalk ni določeno samo z magnetnim poljem, temveč je potrebno upoštevati še interakcijo med koloidi in tekočino. V nadaljevanju bom opisal hidrodinamsko interakcijo koloidov s tekočino in pojasnil, na kakšen način se morajo migetalke premikati, da bodo ustvarile usmerjen tok tekočine.

Obnašanje nestisljive tekočine opisuje Navier-Stokesova enačba

$$\rho\left(\frac{\partial \mathbf{u}}{\partial t} + (\mathbf{u} \cdot \boldsymbol{\nabla}) \,\mathbf{u}\right) = \mathbf{f} - \boldsymbol{\nabla}p + \eta \nabla^2 \mathbf{u},\tag{2.4}$$

kjer je $\mathbf{u}(\mathbf{r})$ hitrostno polje tekočine, ρ gostota tekočine, \mathbf{f} gostota zunanje sile, p tlak in η viskoznost tekočine. Za nestisljivo tekočino moramo dodati še pogoj $\nabla \cdot \mathbf{u} = 0$. Veljati mora tudi kontinuitetna enačba $\frac{\partial \rho}{\partial t} + \nabla \cdot \rho \mathbf{u} = 0$.

Zapišimo Navier-Stokesovo enačbi še z brez dimenzijskimi količinami

$$\frac{\partial \mathbf{u}'}{\partial t'} + \left(\mathbf{u}' \cdot \boldsymbol{\nabla}'\right) \mathbf{u}' = \mathbf{f}' - \boldsymbol{\nabla}' p' + \frac{1}{Re} \boldsymbol{\nabla}'^2 \mathbf{u}', \qquad (2.5)$$

kjer s tipično dolžino L in tipično velikostjo hitrosti U izračunamo brez dimenzijske količine: $\mathbf{u}' = \mathbf{u}/U, \ \nabla' = L \nabla, \ t' = t U/L, \ p' = p/\rho U^2, \ \mathbf{f}' = \mathbf{f} L/\rho U^2$ in $Re = \rho U L/\eta$. Re imenujemo Reynoldsovo število in opisuje razmerje med inercialno in viskozno silo. Pri dolžinah in hitrostih, ki nastopajo v naših eksperimentih, viskozne sile močno prevladajo nad inercialnimi

$$Re = \frac{\rho UL}{\eta} = \frac{1000 \text{ kg/m}^3 \cdot 10 \,\mu\text{m/s} \cdot 10 \,\mu\text{m}}{0.001 \text{ kg/(m s)}} = 0.0001,$$
$$\frac{\partial \mathbf{u}'}{\partial t'} + \left(\mathbf{u}' \cdot \boldsymbol{\nabla}'\right) \mathbf{u}' \ll \frac{1}{Re} \boldsymbol{\nabla}'^2 \mathbf{u}'.$$

Zato lahko advekcijski člen v Navier-Stokesovi enačbi zanemarimo in dobimo Stokesovo enačbo

$$-\boldsymbol{\nabla}p + \eta \nabla^2 \mathbf{u} = -\mathbf{f}.$$
(2.6)

Vidimo, da je Stokesova enačba linearna, kar nam omogoča, da lahko hitrostno polje pogosto izračunamo analitično. Analitično se da pokazati, da je hitrost koloida sorazmerna sili, ki deluje nanj, kar v podobni obliki poznamo kot linearni zakon upora

$$\mathbf{v} = (6\pi\eta a)^{-1}\mathbf{F},\tag{2.7}$$

kjer je a radij koloida, \mathbf{F} sila na koloid in \mathbf{v} hitrost gibanja koloida v tekočini.

Tok tekočine, ki ga opisuje Stokesova enačba, je laminaren, saj v enačbi ni členov, ki bi dali vrtinčne ali časovno odvisne rešitve. Zaradi laminarnega toka tekočin je plavanje in črpanje tekočin *pri zelo nizkih Reynoldsovih številih* drugačno kot v turbulentnem režimu, kar je v svojem delu prikazal E. M. Purcell [12]. Plavanje je ciklično gibanje, sestavljeno iz potisnega in povratnega giba. Če bi bila potisk in povratek prostorsko enaka, a različno hitro izvedena giba, kakor na primer plava školjka pokrovača, se plavalec pri majhnih Reynoldsovih številih ne bi premaknil. Gibanja tekočine pri potisku in povratku bi bilo nasprotno enako. Zato je v režimu nizkega Reynoldsovega števila plavanje mogoče le, če zlomimo simetrijo črpalnega cikla ali v prostoru tako, da se gibanje razlikuje z mestom opazovanja ali v času tako, da se gibanje razlikuje v času naprej in v času nazaj. Na primer, enocelični organizmi, ki se poganjajo z bičkom, ustvarjajo valovito gibanje bička, ki se razlikuje, če ga opazujemo v času naprej ali v času nazaj.

Črpanje je sorodno plavanju, zato pri njem veljajo enaka pravila kot za plavanje. V primeru umetnih migetalk dosežemo črpanje tako, da zlomimo simetrijo gibanja glede na podlago. Podlaga predstavlja robni pogoj, kjer je hitrost tekočine enaka nič. Gibanje migetalke mora biti ciklično in sestavljeno iz potiska (dlje od podlage) in vračanja (bližje podlagi), kar najenostavneje dosežemo s premikanjem migetalke po plašču narobe obrnjenega stožca, nagnjenega glede na navpično os. To gibanje bom podrobneje opisal v poglavju Meritve in rezultati.

3 Izdelava migetalk

Naravne migetalke so tanki, približno enako dolgi, upogljivi izrastki, ki so z ene strani pritrjeni na celico. Cilj izdelave umetnih migetalk je narediti strukture, ki bi čimbolj posnemale delovanje naravnih migetalk. Eden izmed načinov je, da koloidne verige pritrdimo na podlago in jih enakomerno razporedimo po površini.

Za izdelavo umetnih migetalk sem uporabljal magnetno pinceto, ki na vzorcu ustvari poljubno usmerjeno homogeno magnetno polje, v katerem se tvorijo koloidne verige, te pa se v moduliranem polju tudi vrtijo. Posamezne koloide sem premikal z optično pinceto. Na ta način sem naredil enako dolge verige in jih povlekel nad strukture na podlagi, narejene za sidranje koloidnih verig. Z magnetno pinceto in topografskimi strukturami sem želel doseči samostojno sestavljanje migetalk (self-assembly). Izdelava enakomerno razporejenih in enako oblikovanjih umetnih migetalk brez manipulacije individualnih koloidov bi bila zelo zaželena pri različnih mikrofluidičnih aplikacijah, na primer pri laboratoriju na čipu. V ta namen sem izdelal topografske strukture na površini, t.i. kalup migetalk in preizkusil njihovo delovanje.

V prvem delu poglavja bom predstavil orodja in materiale, ki sem jih uporabljal za sestavljanje umetnih migetalk, v drugem delu pa bom opisal metode in postopke sestavljanja ter prikazal način samostojnega sestavljanja umetnih migetalk.

3.1 Orodja in materiali

3.1.1 Magnetni koloidi

Za izdelavo umetnih migetalk sem uporabil superparamagnetne koloide Dynabeads M-450. To so polimerne kroglice s premerom 4,4 μ m, v katerih so razporejeni okoli 8 nm veliki delci železovega oksida, ki imajo superparamagnetne lastnosti. Gostota koloidov je 1600 kg/m³, susceptibilnost pri majhnih poljih pa je okoli 1,6 [11]. V magnetnem polju 1,8 mT se na posameznemu koloidu inducira magnetni moment okoli 10⁻¹³ A/m². Med dvema koloidoma, ki sta postavljena skupaj, eden za drugim v smeri zunanjega polja in se dotikata, deluje magnetna privlačna sila okoli 10 pN, magnetna energija v tej konfiguraciji pa je približno 4000 k_BT , kjer je k_BT termična energija pri sobni temperaturi.

Običajno se koloidi hitro zlepijo med seboj, zato jih je potrebno prekriti s plastjo SDS (Sodium Dodecyl Sulfat). Pri eksperimentu sem uporabljal raztopine z različnimi koncentracijami koloidov. Višje koncentracije, kjer je bila povprečna razdalja med sedimentiranimi koloidi okoli $10 \,\mu$ m, sem uporabljal pri samostojnem sestavljanju migetalk. Pri sestavljanju migetalke z optično pinceto pa sem uporabljal nižje koncentracije, s povprečno razdaljo med koloidi od 20 μ m do 30 μ m.

3.1.2 Magnetna pinceta

Magnetno polje, v katerem se koloidi uredijo, ustvarimo z magnetno pinceto (slika 3.1b). Le ta je sestavljena iz šestih tuljav, ki okoli vzorca tvorijo tri ortogonalne pare. Dve vodoravni tuljavi sta v Helmholtzevi konfiguraciji, razdalja znotraj stranskih parov pa je zaradi geometrijskih omejitev večja. Kljub temu lahko tako postavljene tuljave na mestu vzorca generirajo dovolj homogeno magnetno polje v poljubni smeri. Magnetna pinceta je opremljena s krmilnim sistemom, ki omogoča spreminjanje polja po v naprej nastavljenem programu. Maksimalna gostota homogenega magnetnega polja na mestu vzorca v obeh vodoravnih smereh je 10 mT, v vertikalni smeri pa 60 mT.



Slika 3.1: a) Mikroskop z optično in magnetno pinceto. b) Magnetna pinceta.

3.1.3 Optična pinceta

Posamezne koloide v raztopini lahko premikamo z *optično pinceto* (slika 3.1a), ki omogoča manipulacijo koloidov z močno fokusiranim laserskim žarkom. V okolici gorišča laserskega žarka je prisoten močan gradient električnega polja, ki dielektrične delce z lomnim količnikom, večjim od topila (vode), vleče v smeri gorišča žarka. Za spreminjanje lege ujetih delcev na vzorcu žarek odklanjamo z dvema akusto-optičnima deflektorjema (AOD), kjer z akustičnim valovanjem v kristalu TeO₂ moduliramo lomni količnik tako, da nastane uklonska mrežica. Laserski žarek se pri prehodu skozi kristal uklanja, kot uklona pa je odvisen od frekvence akustičnega valovanja, ki ga kontroliramo s pomočjo računalnika, kar omogoča natančno krmiljenje položaja gorišča v vzorcu. Za optično pinceto uporabljamo laser *Compass 1064-2500* proizvajalca Coherent, ki deluje zvezno z valovno dolžino 1064 nm in ima premer grla na vzorcu enak 1,5 μ m. Moč laserja na vzorcu je bila med delovanjem pincete okoli 2 mW.

Optična in magnetna pinceta sta del glavnega mikroskopa (Zeiss Axiovert 200M), ki je opremljen z digitalno kamero PixeLINK (PL-A741) z resolucijo 1280×960 slikovnih točk in vidnim poljem na vzorcu $136 \,\mu\text{m} \times 102 \,\mu\text{m}$.

3.1.4 Fotolitografske strukture

S postopkom fotolitografije, ki je opisan v dodatku 2, sem na podlago oz. objektno stekelce naredil dve vrsti struktur: tankoplastne kovinske strukture in polimerne topografske strukture. Prvi tip struktur sem naredil iz 500 nm debele plasti niklja z namenom, da se nanj v prisotnosti zunanjega magnetnega polja pritrdijo koloidne verige, s čimer sem dosegel sidranjem migetalk. Drugi tip struktur sem izdelal iz polimerne plasti debeline med 5 μ m in 6 μ m (fotorezist *SU-8*), v kateri sem s fotolitografskim postopkom naredil različne vdolbine. Debelina polimerne plasti je bila dovolj velika, da so bili koloidi v vdolbinah ujeti. Te strukture sem uporabljal za sidranje migetalk ter za samostojno sestavljanje migetalk.

3.2 Metode in postopki

V tem delu bom opisal različne metode in postopke, s katerimi sem naredil umetne migetalke. Začel bom s pripravo vzorca, v katerem sem migetalke sestavljal. Nato bom predstavil tri različne načine sidranja koloidnih verig in opisal metodo za samostojno sestavljanje migetalk.

3.2.1 Izdelava celice

Koloidi se na podlago zelo hitro prilepijo, zato je pred izdelavo celice potrebno površino objektnega stekelca, na katerem so izdelane strukture, prekriti s tankim slojem BSA (Bovine Serum Albumin). Celica za migetalke je izdelana tako, da sta z UV lepilom na vsaki strani struktur nalepljena dva vzporedna distančnika debeline 200 μ m, nad njima pa je prilepljeno krovno stekelce. Prostor med stekelcem je zapolnjen s koloidno suspenzijo in zatesnjen z UV lepilom. (slika 3.2). Pomembno je, da celica dobro tesni, saj v nasprotnem primeru pride do izhlapevanja tekočine, kar povzroči tokove, ki motijo meritve.



Slika 3.2: Prerez vzorca - celice. Krovno stekelce je nalepljeno na dveh distančnikih, ki skupaj s objektnim stekelcem, na katerem so mikro-strukture, omejujejo raztopino koloidov.

3.2.2 Sidranje migetalk z vdolbinami

Prvi poskus sidranja koloidov sem naredil s topografskimi strukturami, kjer sem v fotorezistu izdelal kvadratno mrežo krožnih vdolbin premera 5 μ m (slika 3.3). Celico sem napolnil z redko

suspenzijo koloidov in v njej sestavil migetalke. S horizontalnim magnetnim poljem sem koloide sestavil v verige, za tem pa sem polje počasi zasukal v navpično smer. Pokončne verige koloidov sem z optično pinceto postavil nad vdolbine, kamor so se le-te ujele zaradi gravitacijske sile. Nato sem vertikalni komponenti magnetnega polja dodal še vrtečo horizontalno komponento tako, da so se pripete umetne migetalke gibale po obodu narobe obrnjenega stožca. Izkazalo se je, da takšno sidranje migetalk ni dovolj dobro, saj je večina migetalk ušla iz vdolbin pri parametrih gibanja, s katerimi sem želel opravljati meritve toka tekočine¹.



Slika 3.3: Kvadratna mreža krožnih vdolbin v fotorezistu premera 5 $\mu{\rm m}$ in razmaknjenih za $25\,\mu{\rm m}.$

3.2.3 Sidranje migetalk z nikljevimi otočki

Naslednji poskus sidranja koloidnih verig sem naredil s tankoplastno strukturo, enakomerno razmaknjenih krožnih otočkov niklja, premera 5 μ m, višine 500 nm in razporejenih v kvadratno mrežo z razmakom 28 μ m. Nikelj je feromagnet, zato se v zunanjem magnetnem polju močno namagneti ter privlači magnetne koloidi. Celico s nikljevimi sidrišči sem napolnil z redko koloidno suspenzijo in v njej z optično in magnetno pinceto sestavil koloidne verige - migetalke. Pri vključenem horizontalnem magnetnem polju sem sestavil devet migetalk (3×3), vsako sestavljeno iz sedmih koloidov in enim koloidom, pritrjenim na nikljev otoček (slika 3.4a). Sidranje sem preveril podobno kot v prejšnjem eksperimentu. Ugotovil sem, da je ta metoda sidranja ustrezna, saj se migetalke pri nobenih testnih parametrih² niso odcepile. Za razliko od sidranja v vdolbinah v fotorezistu v tem primeru moč sidranja korigiramo z gostoto magnetnega polja.

Na teh strukturah sem preizkusil tudi nekaj postopkov, s katerimi bi se umetne migetalke na nikljevih otočkih sestavile same, brez uporabe optične pincete. V horizontalni smeri sem naredil večje magnetno polje ter počakal, da so se koloidne verige sestavile same, nato pa sem polje zavrtel v navpično smer. Verige so sledile polju in se postavile navpično nad nikljevimi strukturami. Ker je bila porazdelitev koloidov po površini neenakomerna, so nastale različno dolge koloidne verige, zato ta postopek ni primeren za samostojno sestavljanje. Enakomernejše verige sem poskusil narediti s povečanjem koncentracije koloidov v raztopini, a tudi to ni bilo uspešno.

¹Pri frekvencah okoli 1 Hz in kotu stožca (ϑ) blizu 30°.

²Migetalke so bile pritrjene tudi pri frekvenci 5 Hz in kotu stožca $\vartheta = 80^{\circ}$.

Nastale so široke in kratke verige (slika 3.4b), poleg njih pa so izven sidrišč, po daljšem času vrtenja magnetnega polja, nastali veliki skupki, sestavljeni iz več sto koloidov. Ti so v spreminjajočem se magnetnem polju "plavali", ter na svoji poti uničili vse pritrjene migetalke. Samo z uporabo magnetne pincete, koloidne raztopine in tankoplastnih kovinskih struktur, enakomerno razporejenih, samostojno sestavljenih migetalk nisem uspel narediti.



Slika 3.4: a) Devet umetnih migetalk sestavljenih z magnetno in optično pinceto, pripetih na nikljevih otočkih. b) Kratke in široke koloidne verige na nikljevih otočkih pri gosti koloidni suspenziji v magnetnem polju.

3.2.4 Izdelava migetalk s kalupom

Da bi se migetalke samostojno oblikovale iz enojnih verig, enakih dolžin, sem na podlagi naredil kanale, ki so služili kot kalup (slika 3.5a). To je struktura iz fotorezista, velikosti 160 μ m×160 μ m, debeline 5 μ m – 6 μ m, v katerem so narejene vdolbine v obliki kanalov širokih 5 μ m in dolgih okoli 35 μ m. Kanali so razporejeni v kvadratno mrežo s širino 28 μ m in postavljene pod kotom 40°, da se ne prekrivajo.

Samostojno urejanje poteka tako, da se koloidi med sedimentiranjem ujamejo v kanale, v katerih se oblikujejo v verige. Preostale koloide, ki se ne ulovijo v kanalih, zberemo s kotaljenjem, ki ga dosežemo z vrtečim magnetnim poljem. Zaradi neenakomerne porazdelitve koloidov se vsi kanalčki ne napolnijo v celoti. Kljub temu so tako narejene migetalke veliko bolj uniformne, kot pri prejšnji metodi. Napolnjenost je odvisna od gostote koloidne raztopine. Pri raztopini, kjer je povprečna razdalja med koloidi okoli 18 μ m, je bila napolnjenost okoli 40%, pri raztopini s povprečno razdaljo 2 μ m, je bila napolnjenost skoraj 100%.

Preveril sem tudi sidranje koloidnih verig v kanalih. Z optično pinceto sem sestavil devet migetalk, sestavljenih iz sedmih koloidov (slika 3.5b) in opazoval, pri katerih parametrih gibanja bodo ušle iz kanalov. Pri nižjih frekvencah in kotih naklona (0,5 Hz, $\vartheta = 60^{\circ}$) so bile migetalke v kanalih zasidrane, vendar je spodnji koloid v kanalu opletal z amplitudo okoli 5 μ m. Pri večjih frekvencah ali kotih naklona (0,5 Hz, $\vartheta = 80^{\circ}$ ali 1 Hz, $\vartheta = 60^{\circ}$) so migetalke iz kanalov ušle, zato tudi tak način sidranja ni ustrezen.



Slika 3.5: Migetalke v kanalčkih v fotorezistu. a) Koloidi, ki so se sami nabrali v kanalih. b) Vrtenje migetalk, ki so bile sestavljene z optično pinceto, okoli nagnjene osi.

3.2.5 Kalup z nikljevimi otočki

V naslednjem koraku sem izdelal kombinacijo nikljevih otočkov, ki dobro sidrajo verige in kalupa za migetalke, ki pomaga pri samostojnemu sestavljanju migetalk. Nikljeve otočke sem poravnal s kanali v fotorezistu tako, da so otočki postavljeni na levem spodnjem delu kanalov v fotorezistu (sliki 3.6a in 3.6b). Namen kombinacije je, da se med sedimentiranjem koloidi v kanalih uredijo v enako dolge, enojne verige, nato pa se v moduliranem magnetnem polju gibljejo, z enim koncem pritrjene na podlago.

Med eksperimentom so se v gosti koloidni suspenziji v kanalih uredile koloidne verige, ki so bile med vrtenjem magnetnega polja dobro pritrjene na nikljevih otočkih. V suspenziji s povprečno razdaljo med koloidi $15 \,\mu$ m, je bila povprečna napolnjenost mest v kalupih okoli 60%. S to metodo sem dosegel najboljšo izdelavo samostojno sestavljenih pritrjenih migetalk.



Slika 3.6: a) Sedimentirani koloidi v kanalih v fotorezistu. Pri gosti koloid
ni raztopini s povprečno razdaljo med njimi 15 μm se je zapolnilo
okoli 60% mest. b) Migetalke, sestavljene z optično pinceto, sidrane v kanalih v fotorezistu na nikljevih otočkih.

4 Meritve in rezultati

V prejšnjem poglavju sem opisal nekaj načinov izdelave migetalk sidranih v krožnih vdolbinah v fotorezistu in na nikljevih otočkih. Predstavil sem tudi metodo, ki omogoča samostojno sestavljanje migetalk. Eksperiment je pokazal, da tako sestavljene migetalke niso povsem enake in da v okolici dostikrat nastanejo veliki skupki, sestavljeni iz več 100 koloidov. To je razlog, da meritve toka tekočine pri teh migetalkah nisem mogel zadovoljivo opraviti. Zato sem z optično pinceto "na roko" sestavil enako dolge migetalke sidrane na nikljevih otočkih. Koncentracija koloidne raztopine pri tem je bila majhna, kar je zmanjšalo verjetnost za nastanek velikih skupkov v okolici.

Naravne migetalke se gibljejo na način, ki ga z umetnimi migetalkami ne moremo povsem posnemati. Pri narejenih eksperimentih sem zato izbral najenostavnejši način gibanja, ki ustvari efektivni tok tekočine. Magnetno polje sem spreminjal tako, da so se migetalke gibale po plašču stožca, nagnjenega glede na navpično os (slika 4.1). Takšno gibanje opišemo s tremi koti: kotom $\phi = \omega t$, ki opisuje vrtenje, kotom ϑ med osjo stožca in plaščem ter kotom ϑ' med normalo in osjo stožca. V skladu s Purcellovim pogojem bo tok tekočine različen od nič le, če zlomimo simetrijo gibanja migetalk glede na podlago. To dosežemo s pogojem $\vartheta' > 0$. V tem primeru se polovici obrata razlikujeta. Prva polovica je na višji povprečni višini in druga na nižji. Zaradi robnega pogoja ob spodnji površini pol obrat bližje podlagi manj potisne tekočino kot pol obrat, ki je dlje od nje. Skupen tok tekočine obeh obratov je po eni periodi pri kotu $\vartheta' > 0$ različen od nič ter usmerjen v smeri hitrosti migetalke v najvišjem položaju.

Hitrostno polje tekočine sem meril z "označevalci". To so bili nemagnetni polisterenski koloidi velikosti 1 μ m. Označevalci so sledili tekočini, zaradi majhne razlike gostot med polisterenom in vodo pa so tudi počasi sedimentirali. To je pomembno pri meritvah hitrosti tekočine na večjih višinah¹. Meritev hitrostnega polja je potekala tako, da sem na različnih višinah snemal gibanje označevalcev. Na vidnem področju kamere jih je bilo okoli 40, vendar vsi niso bili primerni za meritev hitrostnega polja. Precej označevalcev je v času meritve oddifundiralo iz optične ravnine. Pod mikroskopom so bili vidni le tisti, ki so se gibali v goriščni ravnini, kar pomeni, da sem meril samo vodoravno projekcijo hitrosti tekočine. Označevalci, ki so bili vidni pod mikroskopom, so se nahajali v pasu debeline približno 10 μ m okoli goriščne ravnine, zato med meritvijo nisem spreminjal višine z manjšimi koraki kot 10 μ m. Meritve sem opravljal na glavnem mikroskopu tako, da sem snemal gibanje označevalcev pri različnih višinah. Označevalci so se na posnetkih videli kot temne pike, velikosti okoli 15 slikovnih točk.

Iz izmerjenih trajektorij sem določil *hitrostni profil* tekočine, t.j. hitrost v smeri črpanja v odvisnosti od višine. Določil sem ga tako, da sem na vsakem posnetku (pri določeni višini) sledil

 $^{^1 \}mathrm{Razdaljah}$ od podlage (površine s strukturami) v navpični smeri.



Slika 4.1: Gibanje pritrjene migetalke. Migetalka se vrti po plašču narobe obrnjenega stožca s kotom ϑ , ki je nagnjen glede na navpično os pod kotom ϑ' . Kot zasuka je časovno odvisen $\phi = \omega t$.

vsaj štirim označevalcem (slika 4.2a). Trajektorije označevalcev so sestavljene iz treh prispevkov: Brownovega gibanja (zašumljenost trajektorij), kroženja (zaradi vrtenja migetalk) in premika v smeri črpanja. Povprečno efektivno hitrost tekočine in njeno napako na izbrani višini sem določil tako, da sem trajektorije projiciral na smer črpanja in s prilagajanjem linearne funkcije (slika 4.2b) določil efektivno hitrost posameznega označevalca. Nato sem efektivne hitrosti povprečil in izračunal napako.

Efektivna hitrost tekočine, ki jo ustvarjajo migetalke, je odvisna od mnogih parametrov. Med pomembnejšimi parametri je *kot naklona stožca* ϑ' . Ta zlomi simetrijo gibanja migetalk, kar je nujen pogoj za nastanek toka tekočine. Med pomembnejšimi parametri sta še *frekvenca* in *amplituda kroženja* (kot ϑ). Na hitrost črpanja vplivajo tudi *gostota magnetnega polja*, od katere je odvisna togost migetalk, število koloidov v migetalki, število migetalk, debelina celice, način sidranja, itd. Zaradi prevelikega števila možnih variacij sem vse meritve naredil v 220 μ m debelih celicah, kar je približno 7 dolžin migetalk, nad poljem devetih migetalk (3×3) in pri pogoju² $\vartheta = \vartheta'$. Hitrosti tekočine sem meril le nad poljem migetalk (od višine 30 μ m dalje), saj je bilo med migetalkami hitrostno polje močno nehomogeno in bi bile izmerjene vrednosti natančne.

Opravil sem tri serije meritev. V prvi seriji sem meril hitrost premikanja nepritrjene migetalke, s čimer sem pokazal na podobnost med črpanjem in plavanjem. Pri tem eksperimentu sem izmeril, kako število koloidov v migetalki vpliva na hitrost potovanja. V drugi seriji sem meril hitrost tekočine nad devetimi migetalkami, sidranimi v kalupu iz fotorezista. Te meritve sem opravil pri dveh različnih gostotah magnetnega polja, s čimer sem izmeril vpliv gostote magnetnega polja ter kvalitete sidranja na črpanje tekočine. Zadnjo serijo meritev sem naredil z devetimi migetalkami, sidranimi na nikljevih otočkih. Izmeril sem hitrosti tekočine pri različnih kotih naklona ϑ' in pri različnih frekvencah ter s kontrolnimi meritvami preveril vpliv velikih skupkov ter slabega tesnjenja celice na hitrost tekočine.

²Migetalke se pri pogoju $\vartheta=\vartheta'$ gibajo glede na normalo med kotoma 0 in $2\vartheta'.$



Slika 4.2: a) Trajektorije označevalcev na višini 50 μ m pri eksperimentu z devetimi migetalkami, pritrjenimi na nikljevih otočkih pri frekvenci 1 Hz in naklonu $\vartheta' = 30^{\circ}$. b) Trajektorije projicirane na smer črpanja s prilagojenimi linearnimi funkcijami: y = ax + b. Koeficient *a* predstavlja efektivno hitrost označevalca v smeri črpanja.

4.1 Prosta migetalka

Crpanje tekočine in plavanje sta sorodna pojava, kar sem preveril z eksperimentom. Opazoval sem gibanje nepritrjene, umetne migetalke v spreminjajočem se magnetnem polju, s katerim sidrane migetalke črpajo tekočino. Polje se je spreminjalo na prej opisan način pri kotih $\vartheta = \vartheta' = 40^{\circ}$, frekvenci 1 Hz in z gostoto polja 1,8 mT. Eksperiment je pokazal, da prosta migetalka ob podlagi potuje oz. plava. Izmeril sem hitrost plavanja nepritrjene migetalke in meritev ponovil za različno število koloidov v migetalki. Med meritvami ni bilo v bližini opazovane migetalke nobenih drugih koloidnih skupkov, ki bi na kakršen koli način motili meritve.

Rezultati meritev so prikazani na sliki 4.3. Hitrost plavanja proste migetalke ob podlagi je premo sorazmerna s številom koloidov v migetalki. Z ekstrapolacijo do dolžine enega koloida vidimo, da je hitrost enaka nič, kar se sklada tudi z opazovanjem. Zaradi sorodnosti pojavov se hitrost tekočine, ki jo črpajo pritrjene migetalke, tudi povečuje z dolžino migetalk.

4.2 Migetalke sidrane v kalupu migetalk

Pri tem eksperimentu sem izmeril hitrostno polje tekočine nad migetalkami, sidranimi v kalupu iz fotorezista. Migetalke so pritrjene na podlago tako, da je spodnji koloid ujet med topografskimi strukturami fotorezista, znotraj katerega se lahko premika. Tako pritrjene migetalke so zaradi gravitacijske sile sidrane, vendar ne trdno pripete. Preveriti sem želel tudi vpliv togosti migetalk na hitrost črpanja tekočine. Togost migetalk je odvisna od gostote magnetnega polja, zato sem meritve hitrosti tekočine opravil pri dveh različnih gostotah polja.

Migetalke sem sestavil tako, da sem z optično pinceto koloide povlekel v kanale v fotorezistu.



Slika 4.3: Izmerjene hitrosti potovanja nepritrjene migetalke z različnim številom koloidov in meritvam prilagojena linearna funkcija.

Na ta način sem sestavil kvadratno mrežo 3×3 migetalk s sedmimi koloidi³ z mrežno širino 29 μ m (slika 3.5b). Nato sem vklopil magnetno polje, ki se je spreminjalo na prej opisani način, pri kotu $\vartheta' = 30^{\circ}$ in frekvenci 0,5 Hz. Meritve sem izvedel pri dveh različnih gostotah magnetnega polja (0,9 mT in 1,8 mT).



Slika 4.4: Hitrostna profila tekočine nad devetimi migetalkami, sidranimi v kalupu iz fotorezista pri dveh gostotah magnetnega polja. Meritve so bile izvedene pri frekvenci 0,5 Hz in kotu naklona $\vartheta' = 30^{\circ}$. Bolj toge migetalke ustvarjajo večji tok tekočine.

Rezultati meritev so prikazani na sliki 4.4. Iz rezultatov je razvidno, da nepopolno sidrane migetalke črpajo tekočino. Hitrost tekočine pada z višino, kar pričakujemo, saj mora biti ne-

³Dolžina migetalke je $7 \times 4.4 \,\mu\text{m} = 30.8 \,\mu\text{m}.$

skončno daleč enaka nič. Primerjava hitrostnih profilov pokaže, da je pri gostoti magnetnega polja 1,8 mT hitrost tekočine približno dvakrat večja kot pri dvakrat manjši gostoti 0,9 mT. Za slabo sidrane migetalke torej velja, da *bolj toge migetalke bolje črpajo tekočino*. Bolj toge migetalke se pri gibanju manj zvijajo, zato podobno velja, da je črpanje tekočine odvisno tudi od zvijanja migetalk.

4.3 Migetalke sidrane na nikljevih otočkih

V naslednji seriji meritev sem pomeril hitrost tekočine nad dobro pritrjenimi migetalkami pri različnih naklonih in frekvencah vrtenja. Z optično pinceto sem sestavil devet migetalk s sedmimi koloidi, sidranimi na nikljevih otočkih, ki so bili razporejeni v kvadratno mrežo s širino 29 μ m. Raztopina koloidov je bila redka, tako da je bila verjetnost za nastanek velikih koloidnih skupkov v okolici majhna. Med sestavljanjem migetalk z optično pinceto je bilo vklopljeno horizontalno magnetno polje tako, da so se koloidi med sestavljanjem sproti urejali v verig, polje pa je bilo usmerjeno v diagonalni smeri glede na mrežo (slika 4.5), kar je omogočalo sestavljanje migetalk, daljših kot je bila razdalja med otočki.



Slika 4.5: Devet migetalk, pritrjenih na nikljevih otočkih, ki so bili razporejeni v kvadratno mrežo s širino 29μ m. Vsaka migetalka je bila sestavljena iz sedmih koloidov.

Opravil sem pet meritev pri različnih kombinacijah parametrov nagiba ter frekvence. Pri kotu nagiba $\vartheta' = 30^{\circ}$ sem pomeril hitrosti tekočine pri treh različnih frekvencah: 0,5 Hz, 0,75 Hz in 1 Hz, nato pa sem pri frekvenci 0,5 Hz opravil še dve meritvi pri naklonih 20° in 40°. Gostota magnetnega polja je bila pri vseh meritvah 1,8 mT, meritve pa so bile opravljene nad poljem migetalk od višin 30 μ m naprej.

Hitrostni profil tekočine pri parametrih $\vartheta' = 30^{\circ}$ in frekvenci 0,5 Hz prikazuje slika 4.6. Standardni odklon izmerjenih efektivnih hitrosti označevalcev je v povprečju 0,5 μ m/s. K napaki prispevajo: napaka pri merjenju pozicij označevalcev, Brownovo gibanje, nehomogenost hitrostnega polja, merjenje v širokem pasu okoli izbrane višine in drugi pojavi. Napaka zaradi merje-



Slika 4.6: Hitrostni profil nad devetimi migetalkami, sidranimi na nikljevih otočkih pri frekvenci 0.5 Hz in kotu $\vartheta' = 30^{\circ}$ ter gostoti magnetnega polja 1.8 mT.

nja pozicije označevalcev znaša⁴ okoli 1% pri višini 30 μ m in okoli 10% pri višini 100 μ m. Napako zaradi Brownovega gibanja lahko ocenimo iz *Einstein-Stokesove relacije* [13] in izraza za difuzijo

$$D_{ES} = \frac{k_B T}{6\pi \eta a},$$

$$\langle r^2 \rangle = 2D_{ES}t,$$

$$\delta v_B = \frac{\sqrt{\langle r^2 \rangle}}{t} = \sqrt{\frac{2D_{ES}}{t}},$$
(4.1)

kjer je D_{ES} difuzijska konstanta sfernega delca z radijem a, v tekočini z viskoznostjo η , temperaturo T, k_B je Boltzmannova konstanta, r je odmik sfernega delca od lege ob času t = 0s in δv_B prispevek k napaki meritve hitrosti delca v eni dimenziji kot posledica Brownovega gibanja. Pri vrednostih: $a = 0.5 \,\mu\text{m}$, $T = 298 \,\text{°K}$, $\eta = 0.001 \,\text{kg/(m s)}$, je difuzijska konstanta enaka $D_{ES} = 0.4 \,\mu\text{m}^2/\text{s}$, prispevek k napaki po $t = 8 \,\text{s}$ je $\delta v_B = 0.3 \,\mu\text{m/s}$.

Primerjava hitrostnih profilov pri različnih frekvencah kroženja migetalk je prikazana na sliki 4.7. Iz hitrostnih profilov se vidi, da je tok tekočine pri višjih frekvencah vrtenja migetalk večji.

⁴Napaki se razlikujeta zaradi različnih dolžin trajektorij, ki so posledica različnih hitrosti označevalcev na izbranih višinah. Na vsaki višini sem gibanje označevalcev meril 8 s.



Slika 4.7: Hitrostni profil pri različnih frekvencah, kotu $\vartheta' = 30^{\circ}$ in $B_0 = 1.8 \text{ mT}$. Pri višjih frekvencah je hitrost tekočine večja. (*) Med meritvijo je v bližino polja migetalk prišla večja, potujoča koloidna veriga.

Primerjava hitrostnih profilov v odvisnosti od kota ϑ' je prikazana na sliki 4.8. Iz grafa je razvidno, da se s kotom naklona ϑ' oz. z asimetrijo v črpalnem ciklu tok tekočine povečuje. Tok tekočine je pri kotu 30° približno dvakrat večji kot pri kotu 20°, tok pri naklonu migetalk 40° pa je okoli 1,6-krat večji od toka pri kotu 30°.



Slika 4.8: Hitrostni profili pri različnih kotih ϑ' , frekvenci 0,5 Hz in $B_0 = 1,8 \,\mathrm{mT.}$ Z večanjem kota naklona se hitrost toka tekočine povečuje.

4.4 Kontrolne meritve

Gibanje tekočine lahko poleg migetalk ustvarjajo tudi pojavi, kot so nastanek velikih motečih koloidnih skupkov in izhlapevanje tekočine. Moteči skupki spremenijo tok tekočine, če so dovolj blizu polja migetalk. Z manjšo koncentracijo koloidov v celici zmanjšamo verjetnost za nastanek

koloidnih skupkov, vendar jih ne moremo popolnoma odstraniti. Tok tekočine lahko povzroči tudi izhlapevanje tekočine pri slabo zatesnjeni celici.

Da bi preveril vpliv motečih skupkov in izhlapevanja na hitrostni profil, sem po opravljenih meritvah s pritrjenimi migetalkami na nikljevih otočkih v isti celici opravil še kontrolne meritve. Najprej sem izmeril hitrost tekočine nad poljem umetnih migetalk, ki so bile pri miru. Tako izmerjeni tok je posledica izhlapevanja tekočine (slika 4.9a). Nato sem z optično pinceto porušil sestavljene migetalke ter na istem mestu izmeril hitrost tekočine z vklopljenim magnetnim poljem pri frekvenci 1 Hz, kotu $\vartheta' = 30^{\circ}$ in gostoto 1,8 mT. Tok tekočine v tem primeru je posledica motečih skupkov, ki so med meritvami nastali v okolici (slika 4.9b).



Slika 4.9: a) Hitrostni profil tekočine pri mirujočih migetalkah (posledica izhlapevanja tekočine). b) Hitrostni profil tekočine brez migetalk pri frekvenci 1 Hz, $\vartheta' = 30^{\circ}$ in $B_0 = 1.8 \text{ mT}$ (posledica motečih skupkov). Tok tekočine je v obeh primerih precej manjši kot tok, ki so ga ustvarjale umetne migetalke.

Iz hitrostnih profilov tekočine kontrolnih meritev opazimo, da je tok tekočine zaradi izhlapevanja $(0.5 \,\mu\text{m/s} \pm 0.1 \,\mu\text{m/s})$ in tok tekočine zaradi motečih migetalk $(0.03 \,\mu\text{m/s} \pm 0.4 \,\mu\text{m/s})$ precej manjši od izmerjenega toka v bližini gibajočih se umetnih migetalk (sliki 4.7 in 4.8). Izmerjeni tok tekočine, predstavljen v prejšnjem razdelku, je potemtakem posledica gibanja umetnih migetalk in ne ostalih pojavov.

5 Razprava

V treh serijah meritev sem ocenil vpliv števila koloidov v migetalki na hitrost potovanja proste migetalke, vpliv gostote magnetnega polja na črpanje tekočine, vpliv načina sidranja na črpanje tekočine ter izmeril, kako se efektivni to tekočine spreminja s frekvenco in naklonom gibanja migetalk. V tem poglavju bom povzel rezultate meritev in jih primerjal med seboj. Preveril bom tudi ujemanje s teorijo oz. simulacijami.

S primerjavo hitrostnega profila pri migetalkah, sidranih na nikljevih otočkih in sidranih v kalupu migetalk, vidimo, da je hitrost tekočine pri dobro sidranih migetalkah za faktor ~1,3 večja kot pri slabo sidranih (slika 5.1). Pri obeh meritvah so bili ostali pogoji enaki. Razlika hitrostnih profilov izhaja iz različne efektivne ročice migetalk. Zaradi opletanja spodnjega koloida ($\pm 5 \mu$ m) pri migetalkah, sidranih v kalupu, se v primerjavi s dobro sidranimi zmanjša efektivna dolžina migetalke, kar zmanjša hitrost črpanja tekočine.



Slika 5.1: Primerjava hitrostnih profilov tekočine nad migetalkami, sidranimi na nikljevih otočkih in sidranimi v kalupu iz fotorezista pri parametrih: $\vartheta' = 30^{\circ}$, frekvenci 0,5 Hz in $B_0 = 1.8 \,\mathrm{mT}$.

Z meritvijo toka tekočine pri različnih frekvencah vrtenja migetalk smo ugotovili, da se hitrost efektivnega toka tekočine s frekvenco povečuje (slika 4.7). Do te ugotovitve pridemo tudi z naslednjim razmislekom. Tekočina se v bližini migetalk giblje enako hitro kot migetalke. Če povečamo frekvenco vrtenja migetalk, se bo povečala tudi hitrost tekočine ob migetalkah. Zaradi linearnosti Stokesove enačbe se bo povečala tudi hitrost ostale tekočine za enak delež. To pomeni, da se efektivni tok tekočine linearno spreminja s frekvenco vrtenja migetalk. Ali je odvisnost toka tekočine s frekvenco vrtenja linearna, sem preveril tako, da sem hitrostne profile pri različnih frekvencah normiral. Hitrostni profil pri frekvenci 0.5 Hz sem pomnožil s faktorjem 2, profil pri 0.75 Hz s faktorjem 4/3 in profil pri 1 Hz s faktorjem 1. Normirani hitrostni profili so prikazani na sliki 5.2.



Slika 5.2: Primerjava normiranih hitrostnih profilov pri različnih frekvencah, $\vartheta' = 30^{\circ}$ in $B_0 = 1.8 \text{ mT}$. Hitrostni profil pri 0.5 Hz je pomnožen s 2, profil pri 0.75 Hz pa s 4/3. V primeru, če bi hitrostni profili sovpadali, bi bil tok tekočine sorazmeren frekvenci.

Na grafu normiranih hitrostnih profilov vidimo, da profili ne sovpadajo, kar bi veljalo, če bi bil tok tekočine sorazmeren s frekvenco vrtenja. Opazimo lahko, da so normirane hitrosti tekočine pri frekvenci 1 Hz najmanjše, nekoliko večje so normirane hitrosti pri frekvenci 0,75 Hz ter največje pri frekvenci 0,5 Hz. Odstopanje od linearne odvisnosti toka tekočine od frekvence lahko razložimo z vplivom zvijanja migetalk na črpanje tekočine, kar smo ugotovili pri eksperimentu z migetalkami, sidranimi v kalupu iz fotorezista. Zvijanje gibajočih se migetalk je posledica viskozne sile, ki se spreminja s hitrostjo migetalke. Zato se pri frekvenci 1 Hz migetalke bolj zvijajo kot pri 0,75 Hz, pri tej frekvenci pa bolj kot pri 0,5 Hz¹. Opisano odstopanje od linearne odvisnosti lahko pojasnimo le, če zvijanje migetalk poslabša črpanje tekočine. Večje zvijanje migetalk pri frekvenci 1 Hz je opazno tudi na posnetkih.

Hitrostne profile devetih migetalk, pritrjenih na nikljevih otočkih, sem primerjal tudi s simuliranimi hitrostnimi profili. Teoretične osnove in opis poteka simulacij je podan v dodatku 1. Primerjal sem hitrostne profile pri naklonih $\vartheta' = 20^{\circ}$, 30° in 40° , pri frekvenci 0,5 Hz ter gostoto magnetnega polja 1,8 mT. Primerjava meritev in simulacij je prikazana na slikah 5.3 - 5.5.

Rezultati meritev in rezultati simulacij se kvalitativno ujemajo. Slabše ujemanje, npr. pri $\vartheta' = 20$ in 30°, je lahko posledica slabo znane susceptibilnosti superparamagnetnih koloidov, ki smo jo vzeli iz literature [11]. Napake rezultatov simulacij so posledica nehomogenosti hitrostnega polja nad poljem migetalk: povprečna napaka zaradi nehomogenosti polja je pri naklonu 20° enaka 0,1 µm/s, pri naklonu 30° je enaka 0,16 µm/s in pri naklonu 40° je enaka 0,2 µm/s. Iz

 $^{^1\}mathrm{Togost}$ migetalk oz. gostota magnetnega polja je bila pri vseh meritvah enaka.

simulacij lahko izračunamo tudi prispevek k napaki meritve, zaradi širokega pasu okoli optične ravnine, v kateri sem opazoval označevalce. Povprečna razlika med simuliranimi hitrostmi je pri kotu 40° enaka $0.5 \,\mu\text{m/s}$, pri kotu 30° je enaka $0.25 \,\mu\text{m/s}$ in pri kotu 20° je enaka $0.1 \,\mu\text{m/s}$. Skupni prispevek k eksperimentalni napaki zaradi Brownovega gibanja (~ $0.4 \,\mu\text{m/s}$), nehomogenosti polja (~ $0.1 \,\mu\text{m/s}$), nenatančne meritve trajektorij (~ $0.05 \,\mu\text{m/s}$) in širokega vidnega pasu (~ $0.25 \,\mu\text{m/s}$) je večji od izmerjene napake (~ $0.5 \,\mu\text{m/s}$), kar je posledica sledenja majhnega števila označevalcev².



Slika 5.3: Primerjava izmerjenih in simuliranih hitrostnih profilov pri kotu naklona 20°, frekvenci 0,5 Hz in $B_0 = 1.8 \,\mathrm{mT}$.

 $^{^2\}mathrm{Od}$ 4 do 7.



Slika 5.4: Primerjava izmerjenih in simuliranih hitrostnih profilov pri kotu naklona 30°, frekvenci $0.5\,{\rm Hz}$ in $B_0=1.8\,{\rm mT}.$



Slika 5.5: Primerjava izmerjenih in simuliranih hitrostnih profilov pri kotu naklona 40°, frekvenci $0.5\,{\rm Hz}$ in $B_0=1.8\,{\rm mT}.$

6 Zaključek

V okviru diplomskega dela sem izdelal prve umetne migetalke, sestavljene iz superparamagnetnih koloidov, dolge $30 \,\mu\text{m}$ in široke $4,4 \,\mu\text{m}$. Magnetni koloidi so se zaradi magnetne dipolne interakcije v zunanjem magnetnem polju držali skupaj in uredili v verige, ki so bile sidrane na podlago s tankoplastnimi nikljevimi strukturami - nikljevimi otočki, ki sem jih izdelal s postopkom fotolitografije. Zaradi dipolnega magnetnega momenta koloidov so bile umetne migetalke vselej poravnane s smerjo magnetnega polja, zato sem jih lahko z modulacijo polja poljubno vrtel.

Enako dolge migetalke sem nad nikljevimi otočki sestavil z optično pinceto v statičnem magnetnem polju. Razvil pa sem tudi postopek, s katerim so se umetne migetalke v magnetnem polju sestavile same (self-assembly). V ta namen sem na podlagi izdelal kombinacijo tankoplastnih nikljevih otočkov in topografskih struktur iz fotorezista. Slednje so služile kot kalup za migetalke, v katerem so se med sedimentacijo magnetni koloidi ulovili ter uredili v enako dolge koloidne verige. Z eksperimentom sem pokazal, da se koloidi med sedimentacijo naberejo in uredijo v kalupu in, da so samostojno sestavljene migetalke med vrtenjem dobro sidrane na nikljevih otočkih.

Opravil sem meritve hitrosti tekočine nad devetimi migetalkami, sidranimi z nikljevimi otočki. Črpanje tekočine v območju nizkega Reynoldsovega števila je mogoče le, če je zlomljena simetrija črpalnega cikla, zato sem umetne migetalke vrtel po obodu stožca, ki je bil nagnjen glede na navpično os. Ugotovil sem, da je črpanje učinkovitejše pri večjih kotih naklona stožca (pri večji asimetriji črpalnega cikla) in pri višjih frekvencah vrtenja. Meritve sem opravil tudi z migetalkami, sidranimi v kalupu iz fotorezista. Iz teh meritev sem ugotovil, da je črpanje tekočine boljše pri bolj togih migetalkah, oz. večji gostoti magnetnega polja ter, da je črpanje pri dobro sidranih migetalkah (Ni otočki) boljše kot sidranje pri slabo sidranih migetalkah (kalup).

Rezultate meritev efektivnega toka tekočine sem za različne kote naklona vrtečih migetalk primerjal tudi z rezultati numeričnih simulacij (Andrej Vilfan). Primerjava je pokazala, da se kvalitativno rezultati meritev in simulacij ujemajo, kar pomeni, da dobimo s približki, ki so bili uporabljeni pri simulacijah, dovolj dobre rezultate. V prihodnje bi bilo še zanimivo preizkusiti, kako umetne migetalke črpajo tekočino v zaprtem mikrofluidičnem kanalu in z eksperimentom preveriti, ali se lahko umetne migetalke uporabljajo tudi za mešanje tekočin, kar je zaradi laminarnega toka v mikrofluidiki pogosto problem.

Literatura

- Y. Okada, S. Takeda, Y. Tanaka, J. C. Belmonte, and N. Hirokawa. Mechanism of Nodal Flow: A Conserved Symmetry Breaking Event in Left-Right Axis Determination. Cell 121, 633-644 (2005).
- [2] S. I. Fox. Human Physiology. McGraw-Hill Science/Engineering/Math. 8 izdaja. (2006).
- [3] T. Yokoyama, et al. Reversal of left-right asymetry: a situs inversus mutation. Science 260, 5108, 679-682 (1993).
- M. B. Gardiner. The Importance of Being Cilia. HHMI Bulletin 18, sept. 2005. [Online].
 [Citirano 1. avgusta 2008; 1:27]. Dostopno na naslovu: http://www.hhmi.org/bulletin/sept2005/pdf/Cilia.pdf
- [5] P. Satir, S. T. Christensen. Structure and function of mammalian cilia. Histochemistry and Cell Biology 129 (6), 687-693 (2008).
- [6] R. Dreyfus, et al. *Microscopic articial swimmers*. Nature 437, 862-865 (2005).
- [7] E. Gauger in H. Stark. Numerical study of a microscopic artificial swimmer. Phys. Rev. E 74, 021907 (2006).
- [8] S. Gueron, K. Levit-Gurevich, N. Liron, J. J. Blum. Cilia internal mechanism and metachronal coordination as the result of hydrodynamical coupling. Proc. Natl. Acad. Sci. USA 94, 6001 (1997).
- [9] A. Vilfan in F. Jülicher. Hydrodynamic flow patterns and synchronization of beating cilia. Phys. Rev. Lett. 96, 058102 (2006).
- [10] G. M. Whitesides. The origins and the future of microuidics. Nature 422, 368-372 (2006).
- [11] G. Fonnum, et al. Characterisation of Dynabeads by magnetization measurements and Mössbauer spectroscopy. Journal of Magnetic Materials 293, 41-47 (2005).
- [12] E.M. Purcell. Life at Low Reynolds Number. American Journal of Physics, vol 45, 3-11 (1977).
- [13] J. K. G. Dhont: An Introduction to Dynamics of Colloids. Elsevier (1996). Str. 81.
- [14] J. Happel and H. Brenner. Low Reynolds Number Hydrodynamics. Kluwer (1983). Str. 79.

- [15] J. R. Blake. A note on the image system for a stokeslet in a no-slip boundary. Proc. Camb. Phil. Soc. 70, 303 (1971).
- [16] E. M. Gauger, M. Downton, H. Stark. Fluid transport at low Reynolds number with magnetically actuated artificial cilia. arXiv:0805.3114v1 [cond-mat.soft] (2008).
- [17] MicroChemicals. TI PRIME adhesion promoter. Tehnična dokumentacija. [Online]. [Citirano 18. julija 2008; 23:51]. Dostopno na internetu: http://cmi.epfl.ch/materials/TL_PRIME.pdf
- [18] MikroChem. NanoTM SU-8 2000 Negative Tone Photorezist. Tehnična dokumentacija. [Online]. [Citirano 18. julija 2008; 23:25]. Dostopno na naslovu: http://www.microchem.com/products/pdf/SU8_2002-2025.pdf

7 Dodatek 1: Osnove simulacije

Gibanje tekočine pri nizkih Reynoldsovih številih opisuje Stokesova enačba

$$-\nabla p + \eta \nabla^2 \mathbf{u} = -\mathbf{f}.\tag{7.1}$$

Pri opisu gibanja moramo upoštevati še nestisljivost tekočin, $\nabla \cdot \mathbf{u} = 0$ in kontinuitetno enačbo. Stokesova enačba je linearna, zato lahko hitrostno polje pogosto izračunamo analitično. Podobno kot pri elektrostatiki vse rešitve dobimo iz fundamentalne rešitve (Greenove funkcije). Fundamentalna rešitev Stokesove enačbe je [14]

$$U_{ij}^{S}(\mathbf{r}) = \frac{1}{8\pi\eta} \left(\frac{\delta_{ij}}{r} + \frac{x_{i}x_{j}}{r^{3}} \right), \qquad (7.2)$$
$$P_{i}^{S}(\mathbf{r}) = \frac{1}{4\pi} \left(\frac{x_{i}}{r^{3}} \right),$$

kjer je $U_{ij}^{S}(\mathbf{r})$ rešitev za hitrostno polje, $P_{i}^{S}(\mathbf{r})$ rešitev za tlačni potencial in δ_{ij} Kroneckerjeva delta. Fundamentalno rešitev imenujemo *stokeslet*. V nadaljevanju nas bo zanimal predvsem prvi izraz U_{ij}^{S} , ki ga imenujemo tudi *Oseenov tenzor*. Oseenov tenzor v tem primeru predstavlja hitrostno polje tekočine, na katero deluje točkasta sila

$$u_i(\mathbf{r}) = U_{ij}\left(\mathbf{r} - \mathbf{r}_0\right) F_j\left(\mathbf{r}_0\right),\tag{7.3}$$

kjer je u_i vektor hitrostnega polja, U_{ij} Oseenov tenzor in F_j velikost točkaste sile na mestu \mathbf{r}_0 . V splošnem primeru pri poljubni sili izračunamo hitrostno polje s superpozicijo polj točkastih sil

$$u_{i}(\mathbf{r}) = \oint_{\partial V} U_{ij} \left(\mathbf{r} - \mathbf{r}' \right) f_{j} \left(\mathbf{r}' \right) dS', \qquad (7.4)$$

kjer je f_i gostota sile, integracija pa poteka po robu zaključene površine ∂V , ki omejuje volumen tekočine.

V splošnem hitrostno polje tekočine zaradi gibanja migetalk izračunamo z enačbo (7.4), vendar je zaradi končno velikih koloidov, večjega števila koloidov ter prisotnega robnega pogoja na podlagi to zelo težko. Zato se poslužimo različnih približkov [9, 15, 16]. Praviloma naredimo multipolni razvoj fundamentalne rešitve in obdržimo le nekaj najpomembnejših členov, ki dovolj dobro zadostijo pogojem. Za posamezen koloid dodamo te člene Oseenovemu tenzorju in iz njih sestavimo *tenzor mobilnosti*, s katerim računamo hitrosti vseh koloidov hkrati, njihova medsebojna hidrodinamska interakcija pa je podana z izven diagonalnimi členi

$$v_i = \mu_{ij} F_j, \tag{7.5}$$

kjer je v_i vektor hitrosti koloidov s 3n elementi (n je število koloidov v sistemu), μ_{ij} tenzor mobilnosti s $3n \times 3n$ elementi in F_j vektor sile (3n elementov), ki je v splošnem sestavljena iz treh delov

$$F_j = F_j^{mag} + F_j^{grav} + F_j^{kont}, (7.6)$$

magnetne sile, ki je posledica dipolno-dipolne interakcije med koloidi, *gravitacijske sile* in *kon-taktne sile*, za katero se izkaže, da jo je precej težko izračunati.

Simulacija umetnih migetalk poteka takole: iz začetnih pozicij izračunamo vektor sile (7.6) in nato z izrazom za mobilnost (7.5) izračunamo vektor hitrosti koloidov. Nato pozicije koloidov spremenimo za izračunano hitrost, pomnoženo s kratkim časovnim intervalom, čemur ponovno sledi izračun sile. Na takšen način simuliramo gibanje migetalk v tekočini. Tok tekočine, ki ga migetalke z gibanjem ustvarjajo, izračunamo tako, da pri vsakem ciklu izračunan vektor sile (7.6) uporabimo v izrazu (7.3) za posamezen koloid, kjer so Oseenovem tenzorju dodani še višji multipolni členi omenjenih približkov in seštejemo prispevke hitrostnega polja posameznih koloidov. Pogled na simulacijo ene migetalke je prikazan na sliki 7.1.



Slika 7.1: Simulacija ene migetalke, sestavljene iz sedmih koloidov. Migetalka se giba po plašču narobe obrnjenega stožca. Zaradi hidrodinamske interakcije migetalka ni ravna, temveč je zaradi viskozne sile malo zvita.

Simulacije, katere rezultate sem primerjal z rezultati meritev so bile opravljene pri enakih parametrih kot meritve. Devet migetalk s sedmimi koloidi velikosti 4,4 μ m je bilo razporejenih v kvadratno mrežo 3×3, z mrežno širino 29 μ m in enako spreminjajočim se magnetnim poljem. Simulacije so bile izvedene tako, da je program izračunal premik naključnih točk v tekočini v enem obratu migetalk. Na osmih različnih višinah je bilo naključno izbranih sto točk (skupaj 800 točk). Simulacije so bile narejene pri treh različnih kotih nagiba $\vartheta' = 20^{\circ}$, 30° in 40°, frekvenci 0,5 Hz in gostoto magnetnega polja $B_0 = 1.8$ mT.

8 Dodatek 2: Fotolitografski postopek

V tem delu je opisan postopek fotolitografije, s katerim sem naredil strukture na objektnem stekelcu. Ta postopek omogoča izdelavo tankoplastnih kovinskih in topografskih polimernih struktur z mikrometrsko resolucijo.

Fotolitografski postopek je sestavljen iz petih korakov. Na očiščen sloj kovine, naparjene na stekelce, nanesemo plast svetlobno občutljive snovi - fotorezista (slika 8.1-1). Osvetlimo ga z UV svetlobo v obliki strukture, kar lahko naredimo z masko s prosojnimi deli (slika 8.1-2). Nato fotorezist postavimo v razvijalec, kjer se odstranijo neosvetljeni deli fotorezista, ostanejo pa osvetljene strukture (slika 8.1-3). Za tem damo stekelce v jedkalo za kovino, kjer se kovina, ki ni prekrita s fotorezistom, odstrani (slika 8.1-4). Na koncu iz kovinskih struktur odstranimo fotorezist (slika 8.1-5). Opisan postopek se uporablja za izdelavo tankoplastnih kovinskih struktur.



Slika 8.1: Fotolitografija. 1) Nanesemo fotorezist. 2) Preko maske osvetlimo. 3) V razvijalcu se osvetljeni del odstranijo (to je odvisno od tipa fotorezista, pri drugačnem tipu je ravno obratno, odstranijo se neosvetljeni deli). 4) Izjedkamo nezaščiteno kovino. 5) Odstranimo fotorezist.

Topografske strukture naredimo s podobnim postopkom, le da namesto na kovino fotorezist nanesemo direktno na objektno stekelce, ga osvetlimo in razvijemo. Topografske strukture so strukture fotorezista z debelino okoli $5 \,\mu$ m.

V nadaljevanju bom v petih korakih podrobneje opisal postopek fotolitografije.

8.1 Čiščenje stekelc

Pri mikro-strukturiranju je čistoča podlage zelo pomembna, saj nečistoče na površini (prašni delci, oljne kapljice, itd.) zmanjšajo adhezijo fotorezista na površino. Posledica tega so popačene, prestavljene strukture, pri zelo slabi adheziji pa strukture tudi odstopijo. Nečistoče so pogosto razlog, zakaj se med jedkanjem izjedka kovina pod fotorezistom.

Visoka čistoča stekelca je pomembna tudi pred naparevanjem kovine. Objektno stekelce je potrebno očistiti tako, da na površini ni prašnih delcev, nato pa ga za nekaj sekund postaviti v kisikovo plazmo, ki površino dodatno očisti in aktivira. Če tega ne storimo, se naparjena kovina rada odlušči.

Za čiščenje stekelc sem uporabljal dva postopka. Pri prvem postopku sem z detergentom najprej odstranil večje nečistoče. Za tem sem postavil na stekelce z izopropanolom omočen rižev papir in ga počasi povlekel po površini. Stekelce sem nato spral z deionizirano vodo ter ga posušil v pečici. Pri drugem postopku sem stekelce prav tako očistil z detergentom, nato pa potopljenega v alkalnem čistilu za laboratorijski pribor (*Čistek*) dvajset minut čistil v napravi za *ultrazvočno čiščenje*. Po dvajsetih minutah sem postavil stekelca še za dvajset minut pod tekočo vodovodno vodo, ga spral z deionizirano vodo ter posušil v pečici. Oba postopka očistita stekelca enako dobro, razlikujeta pa se v težavnosti in hitrosti priprave. S prvim postopkom očistim stekelca v nekaj minutah, vendar moram biti pri čiščenju zelo natančen, za drugega pa potrebujem okoli 40 min, vendar ga je enostavno izvesti.

Stekelca sušim v pečici pri 200 °C, dve uri. Dodatno izboljšanje adhezije fotorezista dosežem z nanosom kemikalije *TI prime* [17] na stekelce, ki ga moram nato 15 min segrevati v pečici pri 130 °C.

8.2 Fotorezist

Fotorezisti so svetlobno občutljive snovi, ki jih delimo na dve vrsti: pozitivni in negativni fotorezisti. Pri pozitivnih fotorezistih se med razvijanjem odstranijo osvetljeni deli rezista, pri negativnih pa se odstranijo neosvetljeni deli.

Uporabljal sem SU-8 (2025) [18], negativni fotorezist, sestavljen iz epoksiju podobnega polimera, ki ga aktivira UV svetloba v območju 350 nm - 400 nm. Razredčen v razmerju 1,67 g SU8 : 900 μ l redčila, omogoča izdelavo slojev z debelino med 3 μ m in 10 μ m. Fotorezist SU-8 se v primerjavi z drugimi fotorezisti dobro pritrdi tako na steklo kot na kovino, ima majhno površinsko napetost, da se enakomerno razporedi po površini in je kemijsko bolj odporen.

Fotorezist enakomerno nanesemo na substrat (stekelce) s posebno napravo, ki stekelce, na katerega kanemo fotorezist, zavrti. Zaradi centrifugalne sile se fotorezist enakomerno razleze po površini. Takšno napravo imenujemo *spincoater*. Debelina nanosa je odvisna od frekvence vrtenja stekelca. V našem primeru pri frekvenci 3500 rpm (obratov na minuto) dobimo debelino $5\,\mu\text{m} - 6\,\mu\text{m}$, pri frekvenci 1000 rpm pa okoli 10 $\,\mu\text{m}$. Pri nanosu fotorezista je potrebno stekelce vrteti dovolj časa, da se debelina nanosa ustali (1 min), sicer se fotorezist po površini razporedi neenakomerno.

8.3 Osvetljevanje

Po nanosu fotorezista na substrat počakamo, da se posuši, na kar je pripravljen za osvetljevanje. Uporabljal sem dva različna načina osvetljevanja: osvetljevanje skozi masko in direktno osvetljevanje.

8.3.1 Osvetljevanje skozi masko

Osvetljevanje skozi masko poteka tako, da na fotorezist postavimo masko z vzorcem in skozi njo posvetimo z UV svetlobo. Razdalja med fotorezistom in masko mora biti čim manjša, sicer se zaradi uklona svetlobe resolucija strukture na fotorezistu poslabša. V maski morajo biti prosojni vzorci enakih velikosti kot strukture, ki jih želimo narediti, zato za izdelavo maske uporabljamo obstoječ sistem optične pincete, s katerim lahko preko računalnika z izredno natančnostjo vodimo močno fokusiran laserski žarek po ravnini vzorca. Masko naredimo na naslednji način: v mikroskop z optično pinceto vstavimo stekelce z naparjenim tankim slojem kroma (20 nm) in nanj posvetimo s fokusiranim laserskim žarkom moči 1 W in širino 1,5 μ m. Na mestu žarka se krom tako segreje, da izpari, ostane pa prosojna pika velikosti 1,5 μ m - 2 μ m. Nato v programu naložim strukturo maske in sistem optične pincete vodi žarek tako, da izriše strukturo na kromovo stekelce (slika 8.2). Tako izdelana maska se po kvaliteti težko primerja s komercialnimi,



Slika 8.2: Testna kromova maska, narejena s sistemom za optično pinceto.

vendar je v našem primeru, ko ne potrebujemo pod-mikronske resolucije, zadostuje.

Pri osvetljevanju je pomembno, da fotorezist prejme ravno pravo količino energije. V nasprotnem primeru se nastale strukture fotorezista razlikujejo od vzorca na maski. Zato je potrebno čas izpostavljenosti UV svetlobe z eksperimentom natančno določiti. Pri osvetljevanju z masko sem uporabljal UV luč moči 300 W, ki je bila od vzorca oddaljena 12,5 cm. Čas osvetljevanja je odvisen od debeline fotorezista; pri debelini 5 μ m je pri takšni postavitvi optimalni čas osvetljevanja 6 s.

8.3.2 Direktno osvetljevanje

Drug način osvetljevanja je t.i. *direktno osvetljevanje*. Tu z ultravijoličnim laserjem direktno "rišemo" strukture na fotorezist. Princip je podoben kot pri risanju na kromovo masko, kar pomeni, da z računalnikom in ustrezno aparaturo (slika 8.3a) vodimo laserski žarek v goriščni ravnini, v katero postavimo stekelce s fotorezistom. Pri direktnim osvetljevanjem uporabljamo polprevodniški, zvezno delujoč, ultravijolični laser podjetja Omikron Laserage, serije Bluephoton z valovno dolžino 375 nm. Laserski žarek z dvema akusto-optičnima deflektorjema (AOD) uklanjamo v dveh smereh (slika 8.3b), kar povzroči premik žarka v goriščni ravnini. Območje,

v katerem lahko žarek premikamo, je v goriščni ravnini veliko $160 \,\mu\text{m} \times 160 \,\mu\text{m}$, velikost žarka je na vzorcu $1 \,\mu\text{m} \times 1.5 \,\mu\text{m}$, njegova moč pa je enaka $2 \,\text{mW}$.



Slika 8.3: a) Celoten sistem za direktno osvetljevanje. Stekelce s fotorezistom postavimo na mizico nad objektivom. b) Akusto-optična deflektorja, ki uklanjata laserski žarek v dveh smereh v sistemu za direktno osvetljevanje.

Podobno kot pri osvetljevanju skozi masko, moramo tudi pri direktnem osvetljevanju fotorezist ravno prav osvetliti. V računalniškem programu za direktno osvetljevanje naložimo strukturo v obliki točk, ki želimo, da jih žarek osvetli. Točke, ki sestavljajo strukturo so razmaknjene za $0.25 \,\mu$ m, število točk pa je odvisno od velikosti strukture. Čas osvetljevanja posamezne točke nastavimo s frekvenco preklapljanja med točkami. Optimalna frekvenca za fotorezist SU-8 debeline $5 \,\mu$ m - $6 \,\mu$ m je 70 kHz.

8.4 Razvijanje

Fotorezist je pred razvijanjem potrebno segreti, da se molekule osvetljenega dela fotorezista med seboj povežejo (cross-linking). Nato stekelce s fotorezistom potopimo v *razvijalec*. Razvijalec je topilo, ki raztopi neosvetljeni del negativnega fotorezista. Čas razvijanja je odvisen od več parametrov: debeline rezista, temperature, načina mešanja in drugih. SU-8 fotorezist debeline $5 \,\mu\text{m} - 6 \,\mu\text{m}$ je potrebno razvijati 6 min - 7 min.

V primeru, da želimo narediti topografske strukture na stekelcu, je postopek na tem mestu končan. Za boljšo trdnost in odpornost struktur na kemikalije fotorezist še dodatno segrevamo (eno uro pri 200 °C - hard bake), kar je tudi potrebno, če nadaljujemo z jedkanjem kovine, ki se nahaja pod fotorezistom.

8.5 Jedkanje

Tanek sloj niklja, na katerem so razvite strukture fotorezista, strukturiramo tako, da vzorec potopimo v jedkalo. Deli kovine, ki so izpostavljeni jedkalu, se izjedkajo, ostanejo pa deli kovine,

prekriti s fotorezistom. Za jedkanje niklja sem uporabljal kombinacijo dveh jedkal. Najprej sem za 10 s - 20 s vzorec potopil v mešanico kislin ($3 \times 37\%$ HCl : $1 \times 70\%$ HNO₃ : $2 \times H_2$ O), ki je odstranila oksidno plast na niklju, nato pa sem okoli 6 min jedkal v jedkalu za krom (Aldrich, Chromium etchant, standard), ki izjedka tudi nikelj.

Čas jedkanja je težko natančno določiti, ker je odvisen od mnogih parametrov (debeline kovine, temperature, mešanja, koncentracije jedkala, ostale tanke plasti fotorezista, itd.). Zato moramo vzorec v jedkalu za krom ves čas opazovati in ga v trenutku, ko postane prosojen, odstraniti iz jedkala. Na ta način preprečimo, da bi se kovina začela jedkati pod fotorezistom (slika 8.4).



Slika 8.4: Nikljevi otočki pod fotorezistom.

Zadnji korak pri izdelavi kovinskih struktur je odstranitev fotorezista nad strukturirano kovino. Dodatno segret fotorezist je zelo odporen na kemikalije. Odstranim ga tako, da stekelce s fotorezistom močno drgnemo s papirjem za čiščenje optike, omočenim z dietiletrom.

V kolikor želimo narediti kombinacijo tankoplastnih kovinskih struktur in topografskih struktur na stekelcu z izdelanimi tankoplastnimi strukturami, ponovimo fotolitografski postopek za topografske strukture. Topografske strukture moramo narediti s sistemom za direktno osvetljevanje, kajti le na ta način lahko natančno poravnam nove in stare strukture.

IZJAVA

Spodaj podpisani Anton Potočnik, rojen 17.6. 1984 v Celju, izjavljam, da sem avtor pričuj
očega dela.

V Ljubljani, 27.8.2008

Anton Potočnik