

Всероссийский конкурс исследовательских и проектных работ

«Высший пилотаж»

Измерение вязкости микродоз жидкости с помощью кварцевого резонатора

Исследовательская работа

Направление: «Физика»

Автор:

Шагалова Анна Андреевна,

ученица 11 класса

МБОУ Лицея № 40,

г. Нижний Новгород

Научный руководитель:

Санин Анатолий Геннадьевич,

Научный сотрудник ФИЦ ИПФ РАН

2022 г.

Аннотация

Измерение вязкости небольших объемов жидкости (микролитров) актуально для практических исследований в области фармацевтики, биологии и других направлений. На данный момент измерительные средства и методы, позволяющие удобно, быстро и точно измерять вязкость микродоз - отсутствуют. Результаты наших исследований могут послужить основой для разработки простого, точного и компактного прибора для измерения вязкости микродоз жидкости. Цель настоящей работы – исследовать возможность измерения вязкости микродоз жидкости по изменению электрического импеданса кварцевого резонатора.

В ходе работы теоретически и экспериментально исследована возможность измерения вязкости микродоз (20 мкл) жидкости с помощью измерения электрической проводимости кварцевого резонатора. Рассмотрены и опробованы три новых варианта обработки результатов измерений. Оценена точность каждого метода. Обсуждены выявленные недостатки конструкции, которая была использована в экспериментах, и предложены способы их устранения.

Ключевые слова: кварцевый резонатор, вязкость микродоз, вискозиметр, электрический импеданс, адмиттанс, механический импеданс.

Введение

Измерение вязкости небольших объемов жидкости (микролитров), актуально для практических исследований в области фармацевтики, косметологии, биологии и других направлений. Так, например, дендрологам и ботаникам необходимо определить вязкость соков растений в микродозах. Анализ сока дает возможность контролировать условия питания растений и ориентировочно устанавливать необходимость подкормки теми или иными удобрениями. Однако, на данный момент измерительные средства и методы, позволяющие определять вязкость микродоз (порядка 10 микролитров) быстро, удобно и точно - отсутствуют.

Цель нашей работы состояла в том, чтобы исследовать возможность измерения вязкости микродоз жидкости по изменению электрического импеданса кварцевого резонатора.

Непосредственным прямым прототипом прибора, используемого в нашей работе, был вискозиметр, описанный в итоговом отчете по НИР ИПФ АН СССР 1991 года [1].

В данной работе использовался кварцевый резонатор такого же типа (и почти такой же конструкции) как у нас. Резонатор, нагруженный каплей, подключался к схеме автогенератора, схема автоматически настраивала частоту генерации на резонансную частоту нагруженного резонатора (сама резонансная частота при этом не измерялась). При этих условиях измерялся модуль электрического импеданса резонатора. По величине этого импеданса определялась

вязкость жидкости. Для определения вязкости нужно было предварительно построить калибровочный график зависимости модуля измеряемого импеданса от вязкости жидкости. Для измерений необходимо было обеспечивать постоянную площадь капли на поверхности кварцевого резонатора.

Также известно, что резонаторы такого типа применялись в работах [2] и [3] для измерения вязкоупругих параметров жидкостей. Измеряемыми первичными параметрами в этих работах были сдвиг резонансной частоты и ширина резонансной кривой при нагрузке резонатора жидкостью. В данных работах применялся резонатор с жёсткими ножевыми креплениями, зажимающими резонатор по нодальной линии, что обеспечивало стабильность резонатора

В последние годы широкое распространение получил метод Quartz Crystal Microbalance [4-7]. Однако, в данном методе определения вязкости, существенная неоднородность распределения амплитуды колебаний по диаметру кварцевой пластины приводит к необходимости использования всей площади пластины и, как следствие, использованию значительного объема жидкости.

В упомянутых исследованиях вязкость определялась косвенным методом, первичными измеряемыми параметрами была частотная характеристика резонатора, его масса, сдвиг частоты его резонанса, изменение его добротности. Точное значение площади капли, находящейся на кварце, было обязательным условием для определения вязкости.

Задача нашей работы состояла в том, чтобы опробовать и применить другие способы вычисления вязкости микродозы жидкости, используя резонатор такого же типа, какой был в работах предшественников.

Основываясь на опыт предыдущих исследований, мы составили следующий план работы:

- 1) Изготовить установку, в которой закрепляется кварцевый резонатор, и микролифт для «расплющивания» капли на фиксированную площадь.
- 2) Измерить частотную характеристику резонатора без жидкости и с каплями различной вязкости.
- 3) На основании полученных результатов описать модель резонатора в виде колебательного контура.
- 4) Определить пределы измеряемых вязкостей, уточнить влияние конструктивных параметров установки на результаты измерений.

Согласно нашей гипотезе, по результатам работы можно будет построить простой, точный, компактный прибор для измерения вязкости микродоз жидкости и передать его для

использования, например, дендрологам. Кроме того, опробовав на приборе различные методы определения вязкости жидкости, можно будет установить самый практичный вариант.

Вязкость и вискозиметры

Вязкость – свойство текучих тел оказывать сопротивление перемещению одной их части относительно другой. Известные методы определения вязкости – при помощи ротационного вискозиметра (рис.1) и вибрационных вискозиметров (рис.2) – требуют большого объема пробы (десятки мл).

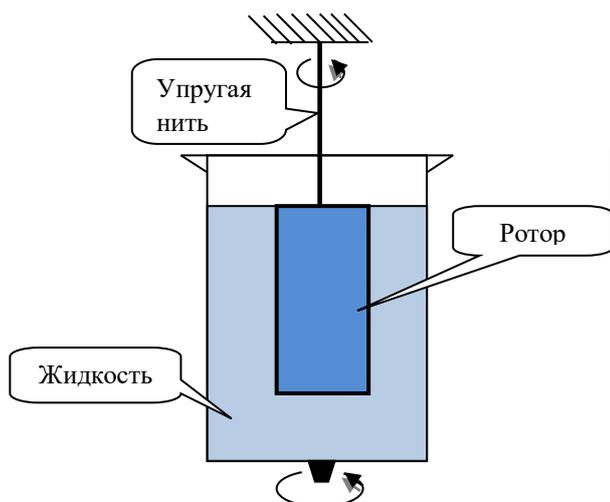


Рисунок.1. Ротационный вискозиметр

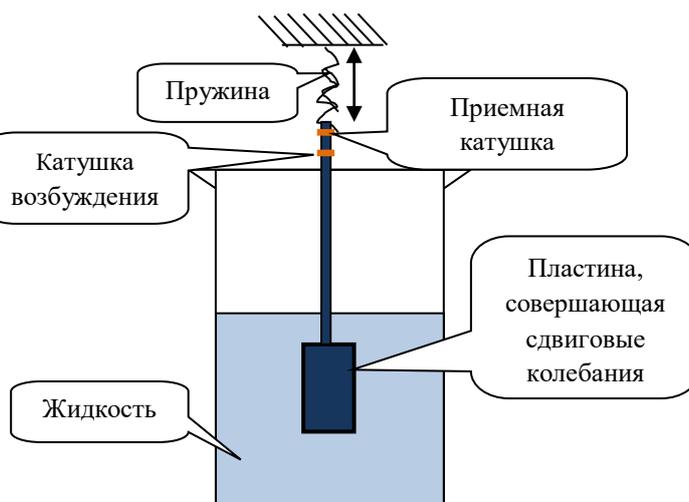


Рисунок.2. «Классический» вибрационный вискозиметр

Экспериментальная установка кварцевого вибрационного вискозиметра

В наших экспериментах использовался резонатор в виде прямоугольной пластины из кварца $XYS/1^\circ30'$ среза размером $48 \times 4,8 \times 1,3$ мм. Конструкция резонатора показана на рис.3.

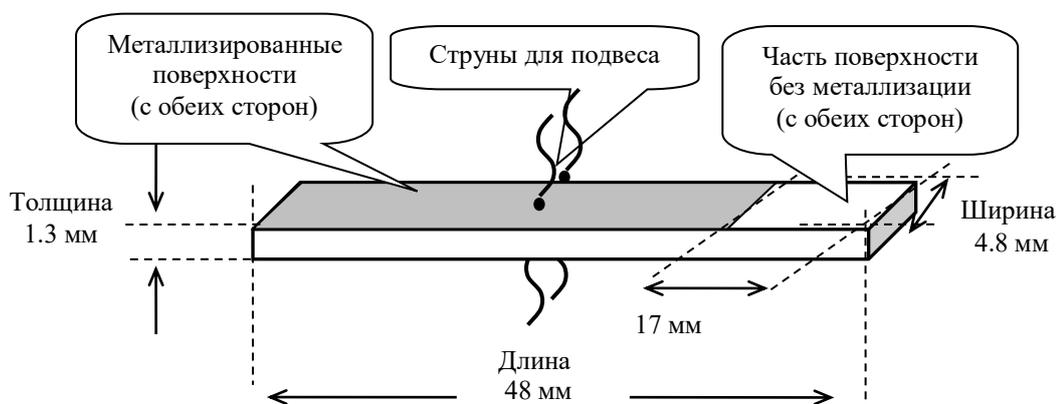


Рисунок.3. Конструкция кварцевого резонатора

На металлизированные поверхности через подвесы подается синусоидальное напряжение для возбуждения механических колебаний. В рабочем режиме пластина совершает колебания

сжатия-растяжения по длине. При частоте резонанса на длине пластины укладывается половина длины продольной звуковой волны, и распределение амплитуды колебательной скорости по длине пластины имеет синусоидальную форму с нулевым значением в середине пластины.

Капля исследуемой жидкости (порядка 10 мкл) помещается на рабочий конец пластины, свободный от металлизации. Поверхность кварца под каплей совершает колебания сдвига.

Измеряемыми электрическими параметрами резонатора были действительная и мнимая часть проводимости (адмиттанса).

Приближения

Известно (1), что при сдвиговых колебаниях плоской поверхности, соприкасающейся с жидкостью, механический импеданс z жидкости описывается выражением: $z = S \cdot (1 + j) \cdot \sqrt{0,5\omega\rho\eta}$ (1)

где: η – вязкость жидкости, ρ – плотность жидкости, S – площадь соприкосновения жидкости с поверхностью, ω – круговая частота.

Величина z вычисляется по измеряемым электрическим параметрам резонатора.

Недостатки установки

Как видно из (1), для вычисления искомой вязкости нужно обязательно знать площадь S .

В ходе выполнения работы необходимо было обеспечить контроль площади капли и получить расчётное выражение для вычисления искомой вязкости по измеряемым электрическим параметрам. Проблему определения площади в нашей конструкции резонатора можно решать двумя способами. Первый – измерять всякий раз площадь капли. Второй – обеспечивать при измерениях постоянство площади капли.

В условиях нашей задачи наилучшим способом измерения площади является применение цифрового микроскопа. Настоящая работа выполнялась без использования микроскопа. Были экспериментально опробованы варианты с микролифтом, который позволял расплющивать каплю до заранее predetermined площади. Однако оказалось, что все эти варианты не обеспечивают повторяемости результатов измерений, поэтому был опробован еще один способ фиксации площади капли. На рабочую поверхность кварца была наклеена узкая (порядка 1 мм) полоска скотча. Эта полоска, расположенная поперёк ширины кварца, служила «естественной» границей, препятствующей растеканию капли по кварцу. Такая модификация значительно улучшила повторяемость результатов измерений.

Эквивалентная схема резонатора. Определение вязкости методом определения всех элементов эквивалентной схемы

Одна из задач нашей работы состояла в том, чтобы описать имеющийся конкретный резонатор с помощью эквивалентной схемы, позволяющей определять зависимость измеряемой входной проводимости от импеданса его акустической нагрузки в диапазоне частот.

Известно [8], что эквивалентная схема нашего резонатора сводится к схеме колебательного контура, показанной на рис.4.

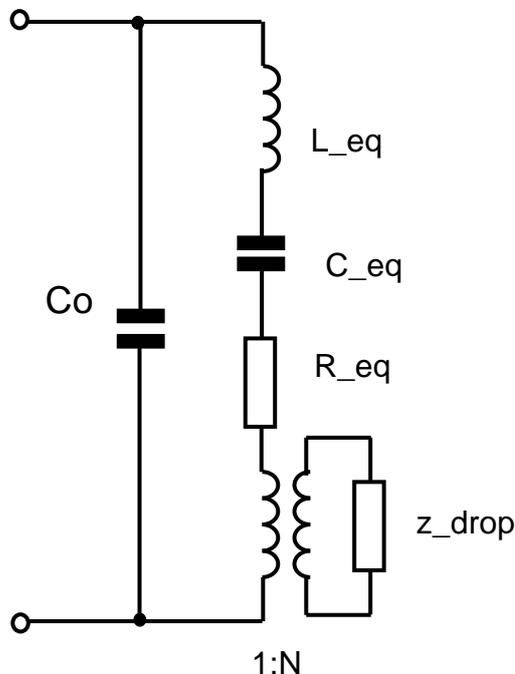


Рисунок.4. Эквивалентная схема резонатора

Конденсатор C_0 соответствует реальной статической межэлектродной емкости. Элементы L_{eq} , C_{eq} , R_{eq} и Z_{ins} образуют так называемую динамическую ветвь схемы. Вносимый электрический импеданс Z_{ins} зависит от величины механической нагрузки. Электрический импеданс Z_{ins} связан с импедансом механической нагрузки z_{drop} через трансформатор с размерным коэффициентом трансформации N .

Эквивалентная схема описывает модель резонатора в виде радиотехнической цепочки, все элементы которой можно экспериментально определить с помощью радиотехнических выражений ()

Вычисление неизвестной вязкости сводится к тому, что величина измеренного электрического адмиттанса подставляется в формулу (2), в которую входят значения все перечисленных элементов.

$$\sqrt{\frac{h_{x_s}}{h_{water}}} := \frac{1}{\Delta X_{water} \cdot (1 + j)} \cdot \left[\frac{1}{Y_{Y_{x_s}}} - \left[R_{eq} + (1j \cdot \omega_s \cdot L_{eq}) + \frac{1}{1j \cdot \omega_s \cdot C_{eq}} \right] \right] \quad (2)$$

Где ΔX_{water} – мнимая часть импеданса динамической ветви при нагрузке водой.

Метод определения вязкости при помощи частичного использования эквивалентной схемы

В ходе выполнения работы была опробована другая методика расчета искомой вязкости при помощи частичного использования эквивалентной схемы. Для расчетов элементов используются экспериментальные результаты измерений мнимой $\text{Im}(Y)$ и действительной $\text{Re}(Y)$ части проводимости Y резонатора при нагрузке каплями с разной вязкостью. Для вычисления неизвестной вязкости нужно знать диаметр годографа ненагруженного резонатора Diam_Air и диаметр окружности при нагрузке с известной вязкостью (в данном случае вода Diam_Water). Годографы строятся на комплексной плоскости $\text{Re}(Y)$ и $\text{Im}(Y)$ точками, измеренными на каждой частоте.

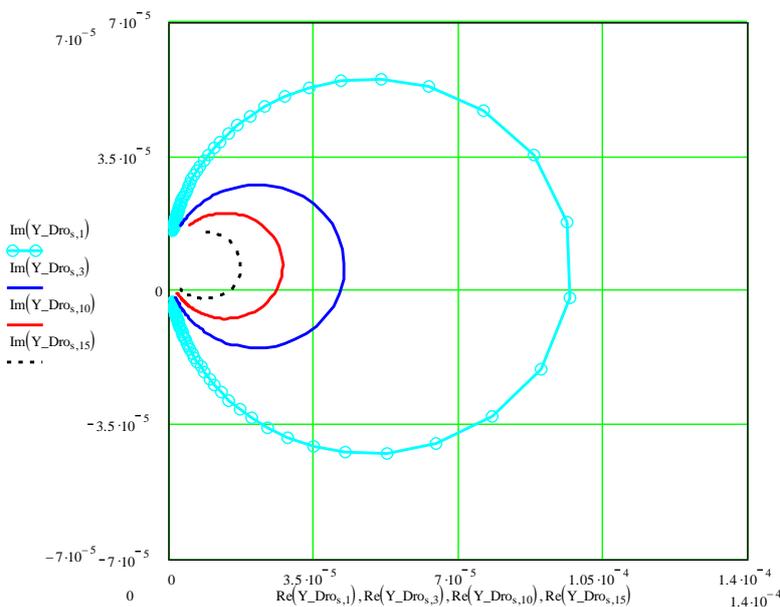


Рисунок.5. Годографы проводимостей при разных нагрузках резонатора

На рис.5: Воздух (голубая окружность), вода (синяя окружность), жидкость №1 (красная окружность), жидкость №2 (черный пунктир).

Диаметр экспериментально снятого годографа равен разности между максимальной и минимальной ординатами окружности.

Можно показать, что неизвестная вязкость η_x вычисляется следующим образом:

$$\sqrt{\frac{h_x}{h_{\text{water}}}} := \frac{\frac{1}{\text{Diam}_x} - \frac{1}{\text{Diam_Air}}}{\frac{1}{\text{Diam_water}} - \frac{1}{\text{Diam_Air}}} \quad (3)$$

Необходимо отметить, что выражение (3) справедливо только при постоянной площади капли на поверхности кварца. Если площадь не постоянна, но известна, то в значения диаметров войдут поправочные множители.

Метод определения вязкости при помощи дробно-линейной функции

И наконец, была опробована третья методика расчета вязкости, не требующая никакой эквивалентной схемы.

Резонатор представляется в виде линейного электромеханического четырехполюсника, механической стороной которого является поверхность резонатора под каплей (рис. 6).

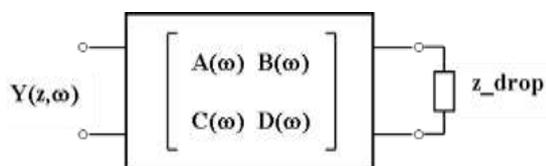


Рисунок.6. Кварцевый резонатор как электромеханический четырехполюсник

Расчет неизвестной вязкости h_x основан на свойствах двойного ангармонического отношения (ДАО) комплексной дробно-линейной функции, связывающей импеданс нагрузки z_drop и входной электрический импеданс (адмиттанс) $Y(z, \omega)$. Искомая вязкость вычисляется по (4).

$$\sqrt{\frac{h_x}{h_{water}}} := \operatorname{Re} \left(\frac{Y(z_x, \omega) - Y(z_1, \omega)}{Y(z_x, \omega) - Y(z_2, \omega)} \cdot \frac{Y(z_3, \omega) - Y(z_2, \omega)}{Y(z_3, \omega) - Y(z_1, \omega)} \right) \quad (4), \text{ где } z_1, z_2, z_3 - \text{импедансы известных нагрузок}$$

Результаты

В ходе выполнения работы были опробованы все три метода обработки результатов измерений, которые проводились троекратно для каждой жидкости. Вычислялась вязкость (спз) двух жидкостей №1 и №2 с тем, чтобы проверить, получаются ли сходные результаты при разных методах обработки. Точные значения вязкостей жидкостей №1 и №2 в этом случае не нужны.

Таблица 1. Вычисление вязкости двух неизвестных жидкостей №1 и №2:

	Вычисление по эквивалентной схеме	Вычисление по диаметрам годографов	Вычисление с помощью ДАО
Жидкость №1	3,74 – 3,824	3,61 – 3,83	3,75 – 3,88
Жидкость №2	12,45 – 12,793	11,73 – 12,64	11,35 – 11,88

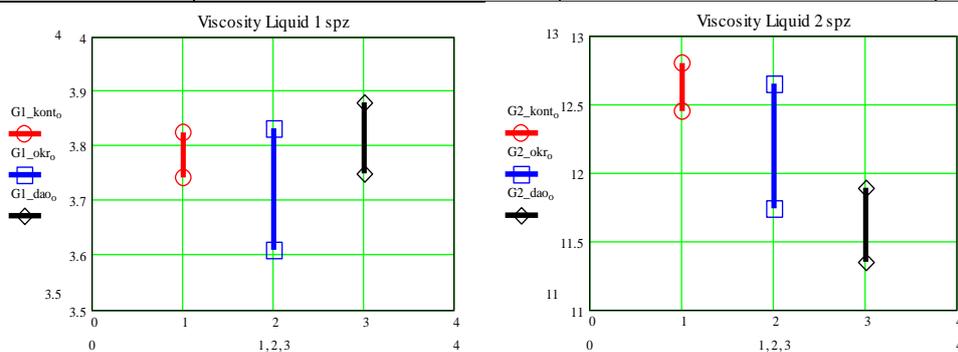


Рисунок.7. Разброс результатов измерений вязкости жидкости №1 тремя разными способами

Рисунок.8.Разброс результатов измерений вязкости жидкости №2 тремя разными способами
На графиках: красная прямая – расчет вязкости по эквивалентной схеме, синяя – по диаметрам годографов, черная – с помощью ДЛФ.

Видно, что наибольший разброс результатов вычислений получается при использовании диаметров годографов. Наименьший разброс получается при вычислениях с помощью эквивалентной схемы.

Теоретические погрешности вычисления вязкости по эквивалентной схеме и с помощью ДЛФ получились менее 2 %. Однако теоретические погрешностей оценивались при условии постоянства площади капель, тогда как на практике это, по-видимому, не выполняется, что видно по разбросу результатов. На данном этапе работы мы пока не можем количественно учесть отклонения площади.

Заключение

- Экспериментально опробована возможность использования кварцевого резонатора для измерения вязкости микродоз жидкости (капля объемом около 10 микролитров);
- Освоена методика работы с импедансометром LCR-78110G, с помощью которого измеряются параметры резонатора для последующих вычислений;
- Экспериментально выявлены недостатки конструкции применяемого резонатора, препятствующие решению поставленной задачи (нестабильность собственных параметров резонатора и отсутствие контроля площади капли);
- Один из недостатков частично устранен подручными средствами;
- Получены (измерены) параметры резонатора, пригодные для обработки;
- Экспериментально опробованы (с помощью Mathcad) три различных метода обработки измеряемых параметров;
- Показано, что все методы дали близкие результаты даже в имевшихся условиях «плохой стабильности резонатора»
- Предложены конкретные меры для полного устранения выявленных недостатков конструкции резонатора.

Вывод: нам удалось определить вязкость жидкостей различными методами, не пользуясь информацией о первичных измеряемых параметрах, как это делали в исследованиях, предшествующих нашей работе. Методика измерения вязкости микродоз жидкости с помощью кварцевого резонатора вполне работоспособна. Возможно дальнейшее исследование нового

метода расчета вязкости жидкости по диаметрам годографов, а также усовершенствование экспериментальной установки.

Список литературы

1. Разработка ультразвуковых методов и аппаратуры для диагностики сердечно-сосудистых заболеваний: отчет о НИР / Институт Прикладной Физики Академии Наук СССР; рук: Мансфельд А.Д.; исполн.: Санин А.Г. [и др.] – М., 1991. – 122с. – инв.№04850071312
2. Бадмаев Б.Б. Низкочастотные сдвиговые параметры жидких вязкоупругих материалов / Б.Б. Бадмаев, Б.Б. Дамдинов, Д.С. Сандитов // Акустический журнал. -2004. - Т.50, №2. -С.156-160
3. Низкочастотная сдвиговая упругость жидкостей / Б.Б. Бадмаев [и др.] // Акустический журнал.-2010. – Т.56, №5. – С.602-605
4. Mecea V.M. // Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, 2006, V. 86, N 1, P. 9–16.
5. Mecea V.M. // Sensors and Actuators A: Physical, 2006, V.128, N 2, P. 270–277.
6. Handbook of Thermal Analysis and Calorimetry: Recent Advances, Techniques and Calorimetry. V.5 / Ed. M.E.Brown, P.K. Gallagher, Chapt 5. Advances in applications. The Quartz Crystal Microbalance. Elsevier, 2008, P.133-170.
7. Latif U., Can S., Hayden O., Grillberger P., Dickert F.L. // Sensors and Actuators B: Chemical, 2013, V.176, P. 825– 830.
8. Мэзон.У. Физическая акустика Том 1. Методы и приборы ультразвуковых исследований. – М.:Мир,1966. – 588 с.
9. Qingsong B., Xianhe H. // Quartz Cristal Microbalance for Field Measurement of Liquid Viscosities: Hindawi Publishing Corporation Journal of Sensors, Volume, 2016, P.8.