

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **3 025 840**

51 Int. Cl.:

B01F 23/232 (2012.01)
B01F 23/41 (2012.01)
B01F 33/3011 (2012.01)
B01F 35/10 (2012.01)
B01F 35/21 (2012.01)
B01F 35/22 (2012.01)
B01F 35/71 (2012.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **03.07.2018 PCT/EP2018/067960**
 87 Fecha y número de publicación internacional: **10.01.2019 WO19007965**
 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **03.07.2018 E 18733911 (4)**
 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.02.2025 EP 3648878**

54 Título: **Generador de gotas y/o burbujas**

30 Prioridad:

04.07.2017 EP 17179585

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
09.06.2025

73 Titular/es:

**UNIVERSITÉ LIBRE DE BRUXELLES (100.00%)
Avenue Franklin Roosevelt, 50 CP 161
1050 Bruxelles, BE**

72 Inventor/es:

**SCHEID, BENOIT;
DEWANDRE, ADRIEN y
VITRY, YOUEN**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 3 025 840 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Generador de gotas y/o burbujas

5 Campo de la invención

El dispositivo de la invención es un dispositivo de microfluidos para la generación a alto caudal de gotas de tamaño micrométrico, y gotas y/o burbujas microdispersadas según la reivindicación 1.

10 Antecedentes

El dispositivo de la invención fue desarrollado inicialmente para diversas aplicaciones de microfluidos que requerían la emulsificación de alto rendimiento, que los sistemas actuales no consiguen por completo. Permite la producción de largo plazo de gotas de una manera muy robusta y reproducible debido a sus especificaciones técnicas, por una parte, y por la otra, debido a los mecanismos físicos en los que se basa. Por lo tanto, el dispositivo de la invención es un muy buen punto de partida para el desarrollo de un sistema de producción integrada de gotas para la industria química y farmacéutica, en las que las soluciones actuales no han conseguido llegar a la etapa de producción.

Las burbujas y gotas son componentes elementales bien establecidos en los dispositivos de microfluidos para la mezcla, disolución, reacción, cristalización o transporte de especies de una manera bien controlada, tal como se describe en la obra "Droplets and Bubbles in Microfluidic Devices, Annual Review of Fluid Mechanics, 48(1):285-309, enero de 2016", por Shelley Lynn Anna. Las configuraciones más habituales para producir burbujas y gotas son la unión en T, el enfoque de flujo y el coflujo, en donde este último presenta la ventaja única de que la fase que va a dispersarse nunca entra en contacto con las paredes de los microcanales, evitando tratamientos laboriosos y con frecuencia efímeros de humectabilidad de estas paredes. La formación de gotas en un coflujo se basa en la inestabilidad de Rayleigh-Plateau, que de esta manera requiere tensión interfacial entre la fase dispersada y la fase continua.

El análisis de estabilidad local del estado base cofluente conduce a determinar la transición entre una inestabilidad absoluta (para una perturbación que presenta una velocidad de grupo nula, por lo que crecerá localmente en el espacio) y una inestabilidad convectiva (para una perturbación que presenta una velocidad de grupo positiva, que por lo tanto resultará transportado con el flujo). Está generalmente aceptado que la transición de goteo a chorro, tal como se ilustra en la Figura 1, coincide aproximadamente con la transición de inestabilidad absoluta/conectiva, tal como se ha mostrado para la configuración de flujo confinado en el marco de la aproximación de lubricación por Pierre Guillot, Annie Colin, Andrew S. Utada y Armand Ajdari, en: Stability of a Jet in Confined Pressure-Driven Biphasic Flows at Low Reynolds Numbers, Physical Review Letters, 99(10):104502, septiembre de 2007.

Con el objetivo de incrementar el rendimiento de emulsificación, Weitz et al. han introducido un tubo de extracción adicional en la configuración de coflujo confinado con el fin de estrechar el flujo (ver la fig. 1 c-d) y desplazar la transición de goteo/chorro a caudales más altos, tal como se describe en la obra "Monodisperse Double Emulsions Generated from a Microcapillary Device, Science, 308(5721):537-541, abril de 2005". Un modelo que describe el tamaño de las gotas generadas en esta configuración ha sido desarrollado por Erb et al., tal como se describe en "Predicting sizes of droplets made by microfluidic flow-induced dripping", Soft Matter, 7, 8757-8761, 2011. En efecto, el régimen de goteo resulta preferente en la práctica respecto al régimen de chorro, ya que se asocia a una inestabilidad absoluta con un modo Eigen fijo, una situación favorable a la generación de gotas monodispersas. Por el contrario, el régimen de chorro está asociado a una inestabilidad convectiva que presenta una amplia banda de modos inestables y se comporta como un amplificador de ruido, que generalmente lleva a cierta dispersión en los tamaños de gota.

Los regímenes de chorro y goteo en configuraciones confinadas están influidos por las tensiones de cizalla ejercidas sobre la fase dispersada por la fase continua, y de esta manera, limitados por la caída de presión máxima que el sistema puede soportar (ver Andrew S. Utada, Alberto Fernandez-Nieves, Jose M. Gordillo y David A. Weitz, Absolute Instability of a Liquid Jet in a Coflowing Stream. Physical Review Letters, 100(1):014502, enero de 2008).

En el documento n.º WO 2016/085739, Weitz et al. dan a conocer un dispositivo según el preámbulo de la reivindicación 1 y describen otra configuración confinada en la que tubos concéntricos producen gotas complejas dentro de gotas. En dicho documento, unos tubos externos confinan el dispositivo entero. Este confinamiento se vuelve necesario mediante la inyección de dos fases en direcciones opuestas en dichos tubos externos, en donde se inyecta un tercer líquido por un tubo de entrada concéntrico interno, y en donde las gotas ternarias producidas son extraídas por un tubo de salida concéntrico interno.

Recientemente, una nueva configuración, propuesta por el grupo de Gordillo, ha revelado una alternativa prometedora mediante la colocación de un tubo de extracción sin ningún confinamiento circundante delante del tubo de inyección (A. Evangelio, F. Campo-Cortés y J. M. Gordillo, Simple and double microemulsions via the capillary breakup of highly stretched liquid jets, Journal of Fluid Mechanics, 804:550-577, octubre de 2016), tal como se muestra en la fig. 1e. Por lo tanto, se acelera la fase continua en el tubo de extracción, creando de esta manera una caída de presión, exactamente como en un tubo de Venturi. Gordillo y colaboradores han aprovechado esta caída de presión para crear un chorro de aire estirado de la fase dispersa, que se desestabiliza adicionalmente en microburbujas, un mecanismo que se denomina "tip streaming". A números de Reynolds grandes de la fase continua, la caída de presión está controlada por la inercia, mientras que a números de Reynolds bajos, está controlada por el contrario por fuerzas viscosas. Esta última condición también ha sido aprovechada por los mismos autores para producir emulsiones simples y dobles.

En comparación con las configuraciones confinadas (Figuras 1a-d), la no confinada que se ilustra en la Fig. 1e permite una producción más alta ya que la caída de presión está localizada únicamente en el tubo de extracción. Sin embargo, funciona exclusivamente en el régimen de chorro, lo que no favorece la monodispersidad.

5 Descripción resumida de la invención

La presente invención se define mediante el dispositivo según la reivindicación 1.

El capilar externo es un capilar de microfluidos que presenta un diámetro hidráulico inferior a 500 μm y la cavidad es una cavidad macroscópica la totalidad de las dimensiones de la cual son mayores de 3 mm.

10 El diámetro hidráulico (DH) es un término utilizado habitualmente al manipular el flujo en tubos y canales no circulares. Se define como:

$$D_H = \frac{4A}{P}$$

15 A es la superficie de la sección transversal del flujo,
P es el perímetro humectado de la sección transversal.

En el caso de un canal cilíndrico, el diámetro hidráulico es igual al diámetro geométrico.

La cavidad puede ser esférica, paralelepípedica u ovoide, en la medida en que lo permita en el uso un campo de velocidad cuasi-estático.

20 Los diferentes capilares pueden presentar cualquier forma de sección transversal, aunque preferentemente son cilíndricos.

Preferentemente, la distancia "d" entre la punta del capilar de entrada y el extremo colector del capilar de salida está comprendida entre más dos y menos dos veces el diámetro interior de la punta del capilar de entrada.

25 Ventajosamente, la cavidad es alimentada por un tubo de entrada de una primera fase conectada a un depósito de primera fase, en donde la presión en dicho depósito está regulada por un primer regulador de presión. Preferentemente, dicho tubo de entrada de primera fase comprende medios para medir el caudal y eventualmente, medios para modificar la resistencia de dicho tubo al flujo.

30 Correspondientemente, la segunda fase es preferentemente alimentada a un tubo de entrada de segunda fase conectado a un depósito de la segunda fase, en donde la presión en dicho depósito está regulada por un segundo regulador de presión y, preferentemente, dicho tubo de entrada de segunda fase comprende medios para medir el caudal, y eventualmente, medios para modificar la resistencia de dicho tubo al flujo.

35 Ventajosamente, el dispositivo de la invención comprende medios, tal como una cámara conectada a un microscopio, para observar las gotas producidas, durante el uso, por el dispositivo en el capilar de salida. En ese caso, la cavidad comprende preferentemente una o más ventanas transparentes, eventualmente realizadas en material transparente a la radiación IR o UV, tal como cuarzo. En el último caso, la UV puede utilizarse, por ejemplo, con fines de curado de polímeros, o con fines de observación de la fluorescencia.

40 Preferentemente, el dispositivo de la invención comprende una unidad de control conectada a los medios para observar las gotas, en donde dicha unidad de control determina el diámetro de las gotas en tiempo real, y para controlar la presión de la primera y segunda fases para regular el diámetro de las gotas según un valor predeterminado. Este valor es, por ejemplo, un valor diana introducido en la unidad de control por un usuario.

Ventajosamente, la cavidad comprende medios de termorregulación. Ello resulta particularmente útil en el caso de que el sistema se utilice con fines de química, en los que la temperatura es un parámetro clave.

45 Preferentemente, la punta del capilar de entrada comprende una boquilla obtenida mediante micromecanizado o microimpresión 3D, siendo preferente este último procedimiento.

Ventajosamente, el capilar de entrada comprende dos o más capilares coaxiales para producir una emulsión compleja del tipo ABC, ABCD, ABA, etc., con independencia de las condiciones de humectación o el grado de miscibilidad de cada fase.

50 En el método de la invención, el caudal del capilar de entrada, Q_d, y el caudal de la fase continua, Q_c, se seleccionan ventajosamente de manera que el sistema opere en el régimen de goteo, también denominado "régimen de compresión".

El método de la invención comprende las etapas siguientes:

- proporcionar un dispositivo según la invención,
- alimentar la cavidad con la primera fase (fase continua) a un caudal Q_c,
- alimentar el capilar de entrada con la segunda fase (fase dispersada o de gotas) a un caudal Q_d,
- 55 - recolectar la emulsión producida de gotas de la segunda fase dispersada en la primera fase, en donde los caudales Q_c y Q_d se seleccionan para obtener un diámetro de las gotas por lo menos dos veces mayor que el diámetro de salida de la punta del capilar de entrada.

Ventajosamente, el método de la invención comprende la etapa inicial de determinación de Q_c y Q_d para obtener un diámetro diana de las gotas.

60 Preferentemente, el método de la invención comprende la etapa de regular en continuo Q_c y Q_d mediante una regulación de bucle cerrado basada en la medición en tiempo real del diámetro de las gotas a fin de mantener dicho diámetro tan próximo como resulte posible del valor diana.

Ventajosamente, los caudales se regulan mediante el control de la presión aplicada en el sistema de alimentación de la primera y segunda fases.

Breve descripción de los dibujos

- 5 La Fig. 1 representa la configuración de la técnica anterior.
 La Fig. 2 representa una imagen de microscopía de un experimento según la invención.
 La Fig. 3 representa una vista esquemática del dispositivo de la invención.
 La Fig. 4 representa una geometría de boquilla típica según la invención.
 10 La Fig. 5 representa una fotografía de un ejemplo de dispositivo de la invención que muestra el cuerpo metálico del sistema con entrada y salida diferentes.
 La Fig. 6 muestra una fotografía ampliada de los capilares de entrada y salida a través de la ventana del dispositivo de la Figura 5.
 La Fig. 7 representa los diferentes parámetros del modelo desarrollado en la invención.
 15 La Fig. 8 representa un diagrama de datos experimentales (*) y líneas correspondientes a varias $\alpha=50 \text{ mNm}^{-1}$, $\mu_c=5 \text{ mPa}\cdot\text{s}$. Fase dispersada: agua. Fase continua: aceite mineral sin surfactante.
 La Fig. 9 representa el diámetro de gota, $2R$, como función del caudal de fase continua Q_c , $\gamma=50 \text{ mNm}^{-1}$ y $\mu_c=5 \text{ mPa}\cdot\text{s}$. Agua dispersada: agua. Fase continua: aceite mineral sin surfactante.
 La Fig. 10 representa una analogía eléctrica para el circuito de microfluidos de un ejemplo de la invención.
 20 La Fig. 11 representa un bucle de retroalimentación para el control y ajuste continuos del diámetro de gota.
 La Fig. 12 representa una vista esquemática del sistema entero para la emulsión de dos fases.
 La Fig. 13 muestra los diámetros de gota como una función de los caudales de las fases.

Lista de símbolos de referencia

- 25 1. Capilar de salida o colector.
 2. Gotas de la segunda fase (es decir, la fase dispersada).
 3. Flujo de la primera fase continua (es decir, la fase continua).
 4. Boquilla en la punta del capilar de entrada.
 30 5. Pared de la cavidad.
 6. Capilar de entrada.
 7. Cavidad.
 9. Unidad de control.
 10. Conector de salida capilar.
 35 11. Acceso adicional a cavidad (generalmente conector cerrado).
 12. Conector de capilar de entrada de fase dispersada.
 13. Medios de resistencia a flujo de entrada de fase dispersada.
 14. Caudalímetro de entrada de fase dispersada.
 15. Tubos de entrada de fase dispersada.
 40 16. Recipiente sellado de fase dispersada.
 17. Tubos de entrada de presión.
 18. Unidad reguladora de presión para la fase dispersada.
 19. Conector para entrada de fase continua.
 20. Tubo de entrada de fase continua.
 45 21. Medios de resistencia a flujo de fase continua.
 22. Caudalímetro de fase continua.
 23. Recipiente de fase continua.
 24. Tubo presurizador para la fase continua.
 25. Unidad reguladora de presión para la fase continua.
 50 26. Tubo de salida.
 27. Emulsión.
 28. Ventana.
 29. Cámara.

55 Descripción detallada de la invención

La configuración general de la invención se ilustra en las Figuras 2 y 3. El sistema de la invención es capaz de generar gotas o burbujas monodispersadas a un rendimiento elevado. En esta configuración, el sistema está optimizado para funcionar en modo de goteo (o de compresión). Cabe destacar que, en este régimen de goteo, el tamaño de la boquilla 4 de inyección es aproximadamente dos veces más pequeño que el tamaño deseado de las gotas/burbujas 2; un requisito que no es necesario en el régimen de chorro explorado por el grupo de Gordillo. Por ejemplo, para producir gotas de $100 \mu\text{m}$, se diseñó una boquilla 4 de diámetro interior de $40 \mu\text{m}$ y se colocó frente al tubo 1 de extracción, tal como se ilustra en la Fig. 2

Según los estándares del National Institute of Standards and Technology (NIST), una distribución de partículas (en este caso gotas o burbujas) puede considerarse monodispersa si por lo menos el 90 % de la distribución se encuentra dentro del 5 % circundante a la mediana de tamaño (Particle Size Characterization, Special Publication 960-961, enero

de 2001). Lo anterior es equivalente, para una distribución normal, a un cociente de desviación estándar a diámetro medio inferior a 2 %.

En dicha configuración, el sistema funciona en el denominado flujo de compresión no confinado, la cavidad 7 que contiene la fase continua presenta una sección transversal mucho mayor que el capilar de salida 1, por lo que el campo de velocidad en la cavidad es próximo a cero a distancias grandes del extremo colector del capilar de salida 1. La diferencia de velocidad de la fase continua entre la cavidad y el capilar de salida que induce una caída grande de presión según la ecuación de Bernoulli, tal como la que produciría un tubo de Venturi en el caso de la generación de burbujas sin surfactante, o de acuerdo con la ecuación de Stokes en el caso de la generación de gotas dominada por fuerzas de cizalla en la interfaz.

Ejemplo

Boquilla impresa en 3D

La boquilla 4 mostrada en la Figura 2 ha sido imprimida utilizando una impresora 3D. El material polimerizado con UV es una resina fotosensible similar a SU-8 ampliamente utilizada en electrónica, que garantiza una muy buena resistencia a la mayoría de aceites y solventes. La geometría interior de la boquilla ha sido diseñada con el fin de garantizar una fácil introducción y posterior encolado de un tubo capilar, sin fugas ni obturaciones durante el funcionamiento. Con este propósito se utiliza una geometría escalonada. La sección transversal interna se reduce en escalones desde la entrada de la boquilla hasta la base de la parte cónica. De esta manera, el capilar puede introducirse fácilmente en el extremo de la parte cilíndrica de la boquilla con un hueco mínimo entre ambas partes en la base del cono. Lo anterior garantiza que, por un lado, nada de cola alcance el interior del capilar durante el procedimiento de encolado y, por otro lado, que el capilar esté perfectamente alineado con el eje de la boquilla. En la Figura 4 se muestra el tamaño y geometría típicos de una boquilla de emulsión única imprimida en 3D.

En la punta de la boquilla, deben cumplirse dos condiciones para fomentar la formación de gotas pequeñas. En primer lugar, la anchura del borde debe ser tan pequeña como sea posible, de manera que al salir el líquido humedezca una superficie mínima de la resina, y en segundo lugar, el ángulo de la punta del cono debe ser suficientemente estrecho para que el líquido que humedezca el borde no se extienda sobre la superficie lateral del cono (Figura 5b).

Tubo capilar

Tal como se ha mencionado anteriormente, dos capilares 1, 6 son partes del dispositivo de la invención, uno soporta una boquilla 4 en su extremo y lleva la fase dispersada y la otra 1 sirve para la recolección de gotas, tal como se muestra en la Figura 3. Preferentemente se realizan en sílice fundida recubierta con una película transparente de 20 μm de poliimida que hace que la gota sea visible para la observación a simple vista o con cámara.

Posiblemente pueden utilizarse otros materiales, tales como acero inoxidable o carburo de tungsteno, para los capilares de entrada y salida 1, 6, en el caso de que no se requiera transparencia.

Cuerpo de acero inoxidable

La Fig. 5 muestra una vista general de las partes mecánicas del dispositivo del ejemplo.

Un depósito de acero inoxidable lleno con la fase continua y que contiene los dos capilares alineados permite la configuración de goteo no confinado de la invención. Comprende un cuerpo principal en el que se han montado dos ventanas 28 y un sistema de dos conexiones 10, 12 para la introducción de capilares. En las demás caras laterales, están previstas dos conexiones 11, 19 para la conexión del suministro de fase continua y la purga.

Las ventanas 28 preferentemente están constituidas por un disco de vidrio de 1 mm de grosor presionado sobre un sello de junta tórica insertado en una ranura. También se encuentran disponibles ventanas de cuarzo para aplicaciones en las que se requiere transmisión de luz UV o IR. Este sistema permite un acceso muy fácil a la cavidad 7 con fines de limpieza. El grosor de las ventanas 28 puede adaptarse a un tamaño o presión operativa específico.

Modelo predictivo del tamaño de gota

Dicho modelo tiene como objetivo establecer una relación entre los caudales en el sistema y el diámetro de las gotas.

Se utiliza como una herramienta predictiva para determinar los parámetros de trabajo iniciales para la generación de gotas (o burbujas) calibradas en el dispositivo. Este modelo se utiliza ventajosamente para regular el tamaño de gota, mediante la utilización de un sistema de regulación de bucle cerrado en el que una unidad controladora 9 conectada a una cámara 29 determina el diámetro de gota y modifica las presiones aplicadas en las fases por los controladores 18, 25 de presión conectados a dicha unidad controladora 9.

El modelo se basa sobre la premisa de que la gota se desprenderá de la punta de boquilla cuando la fuerza viscosa F_{μ} aplicada en la gota supere la fuerza de tensión superficial F_{γ} que mantiene la gota unida a la punta de boquilla. Esta fuerza viscosa se aproxima mediante la utilización de una ley de Stokes modificada para una partícula esférica en una solución fluvente, como:

$$F_{\mu} = 6\pi\mu_c (R - \alpha)(v_c - v_d) \quad (1)$$

en la que R es el radio de gota, α es el radio en la punta de boquilla, μ_c es la viscosidad de la fase continua, v_c es la velocidad de la fase continua y v_d es la velocidad de la fase dispersada (ver la Fig. 7). El término $R - \alpha$ refleja el hecho de que la sección transversal de la punta de boquilla funciona protegiendo parte de la gota en crecimiento frente a la fuerza viscosa. Las velocidades v_c y v_d se estiman a partir de los caudales y sus superficies en sección transversal asociadas en el sistema. Cabe destacar que las superficies de sección transversal para ambas fases son variables debido al radio de gota R creciente. Considerando este hecho, se expresan las velocidades como

$$v_c = \frac{Q_c}{\pi(R_2^2 - R^2)} \quad \text{y} \quad v_d = \frac{Q_d}{\pi R^2}$$

, en las que R_2 es el radio interior en la punta del capilar de salida.

5 En el caso de fuerzas inerciales dominantes ($\frac{\mu_c}{\mu_d} \ll 1$), el término dominante que actúa contra la tensión superficial es la fuerza de Bernoulli, F_p , debida a la diferencia de presión entre la cavidad (sección Σ_1) y el capilar de salida (sección Σ_2).

$$F_p = \frac{\rho_c}{2} (v_{c,\Sigma_2}^2 - v_{c,\Sigma_1}^2) \pi (R_2^2 - R^2) \quad (1')$$

10 en la que ρ_c es la densidad de la fase continua y Σ_1 y Σ_2 son las secciones transversales muy en el interior de la cavidad y en la entrada del capilar de salida, respectivamente. La generación de gotas funciona mejor con $\Sigma_1 \gg \Sigma_2$, de manera que la velocidad en la cavidad v_{c,Σ_1} es insignificante en comparación con la velocidad en el capilar de salida v_{c,Σ_2} . El término $R_2 - R$ refleja el hecho de que la sección transversal de la gota actúa protegiendo parte de la sección transversal del capilar de salida.

15 La fuerza de tensión superficial es:

$$F_\gamma = 2\pi\alpha\gamma \quad (2)$$

20 en la que γ es la tensión interfacial entre las fases continua y dispersada que se supone se aplican en la dirección longitudinal siempre que la gota unida presenta una forma alargada. Debido a que dichas expresiones para las dos fuerzas resultan de aproximaciones, se añade un factor corrector α a la ecuación para el equilibrio de la fuerza, del modo siguiente:

$$25 \quad F_\mu + F_p = F_\gamma\alpha$$

En el caso de fuerzas viscosas dominantes ($\frac{\mu_c}{\mu_d} \gg 1$), F_p puede despreciarse, y mediante la introducción de las expresiones 1 y 2 para las fuerzas, la ecuación 3 se convierte en:

$$30 \quad 3Ca \frac{R-a}{\alpha a} \left(\frac{R_2^2}{R_2^2 - R^2} - \frac{Q_d R_2^2}{Q_c R^2} \right) = 1 \quad (4)$$

en la que

$$35 \quad Ca = \frac{Q_c \mu_c}{\pi R_2^2 \gamma}$$

es un número capilar que representa el efecto relativo de fuerza viscosa frente a tensión superficial. Suponiendo que $Q_d \ll Q_c$, la última ecuación se simplifica en:

$$3 \frac{Ca}{\alpha} \left(\frac{R}{a} - 1 \right) \left(\frac{1}{1 - \left(\frac{R}{R_2} \right)^2} \right) = 1 \quad (5)$$

40 El diámetro de gota en el momento de la ruptura se vuelve la solución de una ecuación algebraica de segundo orden cuya única solución físicamente significativa es:

$$R = -\frac{3R_2^2 Ca}{2a} + R_2 \sqrt{1 + \frac{3Ca}{\alpha} + \frac{9R_2^2 Ca^2}{2a^2 \alpha^2}} \quad (6)$$

45 Con el fin de determinar α , la ecuación 5 se escribe como:

$$\alpha = \frac{3}{\alpha} \frac{R-a}{1-\left(\frac{R}{R_2}\right)^2} Ca = ACa \quad (7)$$

en la que el término A contiene parámetros geométricos. A continuación, se representa gráficamente $\log(A)$ frente a $\log(Ca)$ utilizando datos procedentes de experimentos. Tal como se muestra en la Figura 8, los datos experimentales se localizan entre ambas líneas, correspondientes a $\alpha = 0,08$ y $\alpha = 0,2$. Suponiendo un valor medio para el número capilar crítico, $\alpha = 0,12$, seguidamente se representa gráficamente el diámetro de gota, $2R$, en función del caudal de fase continua, Q_c (Figura 9).

En el caso de que dominen las fuerzas inerciales

$$\left(\frac{\mu_c}{\mu_d} \gg 1\right)$$

, puede despreciarse F_μ , y mediante la introducción de la expresión (1') y 2 para las fuerzas, y utilizando $v_{c,\Sigma 2} = v_c$, la ecuación 3 proporciona:

$$\frac{R}{R_2} = \sqrt{1 - \frac{Ca}{4\alpha} \text{Re} \frac{R_2}{a}}$$

con

$$\text{Re} = \frac{\rho_c Q_c}{\pi R_2 \mu_c}$$

, que es el número de Reynolds basado en la fase continua.

Modelo predictivo para la presión

En la presente sección, se propone una analogía con un circuito eléctrico (o modelo agrupado) para predecir la presión aplica en la fase continua con el fin de obtener el caudal de fase continua deseado. El modelo puede proporcionar, además, valores de resistencia al flujo para la utilización en el circuito a fin de evitar que la presión modificada en un canal impacte en el caudal de otro. En otras palabras, utilizando las resistencias al flujo correctas resulta en caudales independientes en los dos canales.

La analogía de circuito eléctrico se basa en el esquema de la Figura 10. P_c y P_d son las presiones aplicadas en la fase continua y dispersada, respectivamente, R_c y R_d son las resistencias de flujo de los canales para la fase continua y dispersada, respectivamente, corriente arriba de la boquilla. Q es la suma de ambos caudales y R_s es la resistencia al flujo del canal corriente abajo de la boquilla. Siguiendo la analogía eléctrica, la relación entre P , Q y R es similar a la ley de Ohm, es decir:

$$P = QR \quad (8)$$

A continuación, se aplica dicha "ley de Kirchoff para circuito de fluidos" al circuito entero y Q se expresa como:

$$Q = \frac{P_c R_d + P_d R_c}{R_s R_d + R_s R_c + R_c R_d} \quad (9)$$

Los valores de resistencia se evalúan utilizando la ecuación de Hagen-Poiseuille:

$$\Delta P_i = \frac{128 \mu_i L_i Q_i}{\pi d_i^4} = Q_i R_i, i = (d, c, s) \quad (10)$$

en la que L_i es la longitud del tubo, d_i es el diámetro del tubo, ΔP_i es la caída de presión a lo largo de L_i y se define seguidamente como (en este modelo no se tienen en cuenta los ΔP en los conectores):

$$R_i = \frac{128 \mu_i L_i}{\pi d_i^4} \quad (11)$$

La evaluación de R_s en (9) supone que la viscosidad de la corriente de salida es igual a la viscosidad de la fase continua. Esto generalmente es una buena aproximación en el caso de que el caudal de la fase continua sea superior al caudal de gotas.

5 Junto con los resultados obtenidos para predecir el tamaño de las gotas en función del caudal de fase continua, el modelo presentado permite al usuario del dispositivo de la invención utilizar los valores operativos de presión inicial para generar el tamaño y caudal deseados de las gotas. El ajuste fino de la presión seguidamente puede operarse continuamente durante el procedimiento de generación de las gotas utilizando un bucle de retroalimentación, tal como se muestra en la Figura 11. El diámetro medido de las gotas se compara con el valor diana con el fin, en primer lugar, de encontrar el mejor coeficiente de α correspondiente a la configuración de trabajo experimental y seguidamente
10 adaptar continuamente la presión para cumplir el requisito de tamaño.

Resultados experimentales

La configuración para la generación de gotas del ejemplo se muestra en la Figura 12.

15 Normalmente se utiliza una cámara 29 de alta velocidad y un sistema de microscopía para observar la formación de las gotas. Se graban vídeos y posteriormente se analizan para estimar el tamaño de las gotas y las tasas de producción de las mismas. El flujo de cada fluido está controlado por controladores 18, 25 de presión que utilizan aire comprimido inyectado mediante tubos 17, 24 para impulsar cada fluido. Junto con caudalímetros 14, 22, los controladores 18, 25 de presión permiten el ajuste fino de ambos caudales con un tiempo de respuesta muy bajo y un flujo de líquido sin pulsos, lo que resulta ventajoso para conseguir la monodispersidad. En cada canal, el caudal es proporcional a la presión e inversamente proporcional a la resistencia al flujo. Estas resistencias se diseñan utilizando el modelo predictivo desarrollado anteriormente y se añaden a la configuración para equalizar las presiones en la punta de la boquilla, evitando el flujo inverso y garantizando que no se producirá ninguna interferencia entre ambos canales. En otras palabras, aunque los caudales de ambas fases son drásticamente diferentes, normalmente en una proporción 10:1, las presiones operativas deben ser similares. Este requisito se cumple mediante la elección de las resistencias.
20 Finalmente, las resistencias también proporcionan un intervalo operativo más amplio de manera que las proporciones de flujo pueden ajustarse con un mayor control.

En el diseño sometido a ensayo, el diámetro de salida de la boquilla 4 era de 40 μm , la distancia "d" entre la boquilla 4 y el capilar colector 1: 40 μm , y finalmente, el diámetro interior del capilar interior era de 180 μm .

30 Para garantizar que se introduce una cantidad mínima de polvo en el sistema, el fluido bombeado al sistema ha sido filtrado previamente a través de un filtro de 0,2 μm de tamaño de poro y se utiliza una férula con filtro integrado a modo de filtro en línea en el tubo que conduce a la boquilla 4.

Se generaron gotas de agua y etanol en solución acuosa en silicona o aceite mineral. Por ejemplo, se produjeron gotas de agua de 125 μm de diámetro a una tasa de producción de 1707 Hz, a un caudal de 100 $\mu\text{l}/\text{min}$. Este valor ciertamente podría incrementarse mediante la utilización de resistencias al flujo más bajas o una bomba más potente.

35 Se informa de uno de dichos ensayos en la Figura 13, en la que puede observarse que a un caudal elevado de la fase continua, el tamaño de gota se vuelve independiente de los caudales dispersados.

Cabe destacar que el máximo de 50 $\mu\text{l}/\text{min}$ para el caudal de gotas alcanzado en el presente experimento es superior al goteo-chorro de transición obtenido utilizando un chip de vidrio bajo las mismas condiciones. Además, no se informó de ningún problema de humectación en el funcionamiento a largo plazo, al contrario que el chip de vidrio con recubrimiento hidrofóbico, en el que se observa generalmente un grave problema de humectación al utilizarlo para la
40 producción a largo plazo de gotas de productos químicos agresivos de recubrimiento.

REIVINDICACIONES

1. Dispositivo para generar burbujas o gotas, que comprende:
- 5 - una cavidad (7) que comprende una primera fase presurizada,
 - por lo menos un capilar (6) de entrada de una segunda fase,
 - un capilar (1) de salida alineado coaxialmente con por lo menos un capilar (1) de entrada, en donde la
 abertura de la punta (4) del capilar o capilares (6) de entrada presentan un diámetro interior de menos de la mitad del
 10 diámetro interior del capilar (1) de salida, en donde el capilar (1) de salida presenta un diámetro hidráulico inferior a
 500 μm , y en donde la sección transversal de la cavidad (7) se selecciona de manera que, durante la utilización, el
 campo de velocidad medio en dicha cavidad es cuasi-estático, caracterizado porque todas las dimensiones de la
 cavidad (7) son mayores de 3 mm.
2. Dispositivo según la reivindicación 1, que comprende un tubo (20) de entrada de una primera fase conectado a un
 15 depósito (23) de primera fase, en donde la presión en dicho depósito (23) es regulada por un primer regulador (25) de
 presión.
3. Dispositivo según la reivindicación 2, en el que dicho tubo (20) de entrada de la primera fase comprende medios
 20 para medir el flujo (22).
4. Dispositivo según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende un tubo (15) de entrada de una
 segunda fase conectado a un depósito (16) de segunda fase, en donde la presión en dicho depósito (16) es regulada
 por un segundo regulador (18) de presión.
5. Dispositivo según la reivindicación 4, en el que dicho tubo (15) de entrada de la segunda fase comprende medios
 25 para medir el flujo (14).
6. Dispositivo según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la cavidad (7) comprende medios de
 termorregulación.
- 30 7. Dispositivo según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la punta del capilar (6) de entrada
 comprende una boquilla obtenida mediante micromecanizado o microimpresión 3D.
8. Dispositivo según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el capilar de entrada comprende por lo
 35 menos dos capilares coaxiales para producir una emulsión compleja de tipo ABC.
9. Método para producir gotas, que comprende las etapas de:
- 40 - proporcionar un dispositivo según cualquiera de las reivindicaciones anteriores,
 - alimentar la cavidad con una primera fase a un caudal Q_c ,
 - alimentar el capilar de entrada con una segunda fase a un caudal Q_d ,
 - recolectar una emulsión producida de gotas de la segunda fase dispersadas en la primera fase, en donde
 los caudales Q_c y Q_d se seleccionan a fin de obtener un diámetro de las gotas por lo menos dos veces mayor que el
 45 diámetro de salida de la punta del capilar (6) de entrada.
10. Método según la reivindicación 10, que comprende la etapa inicial de determinar Q_c y Q_d con el fin de obtener un
 diámetro diana de las gotas.
- 50 11. Método según la reivindicación 10 u 11, que comprende la etapa de regular continuamente Q_c y Q_d mediante una
 regulación de bucle cerrado basándose en la medición en tiempo real del diámetro de las gotas para mantener dicho
 diámetro tan próximo como sea posible del valor diana.
12. Método según la reivindicación 9, 10 u 11, en el que el caudal del capilar de entrada, Q_d , y el caudal de la primera
 fase continua, Q_c , se seleccionan de manera que el sistema funcione en el régimen de goteo.
- 55

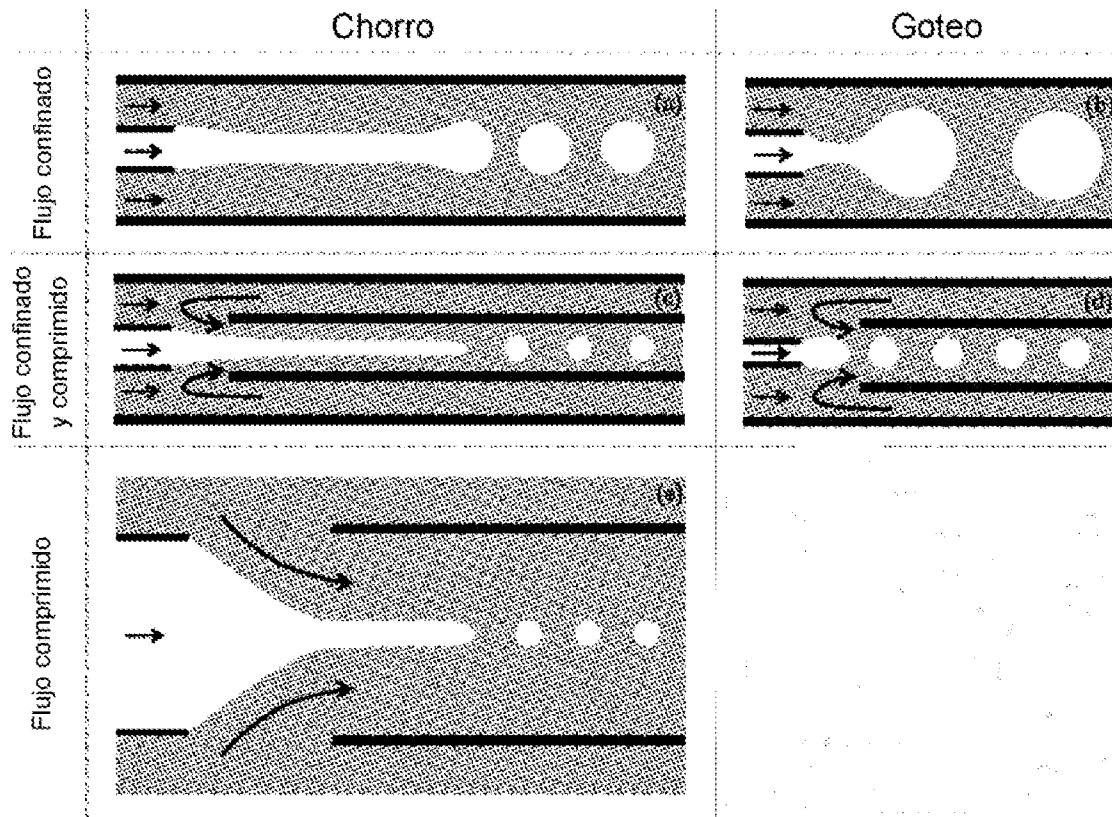


Figura 1

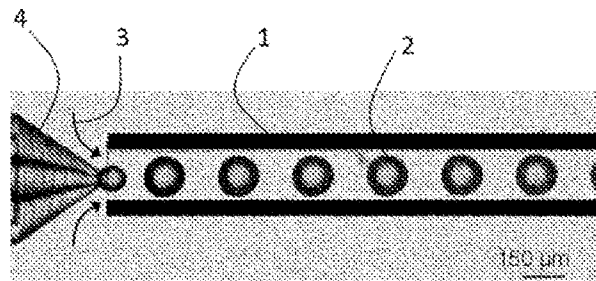


Figura 2

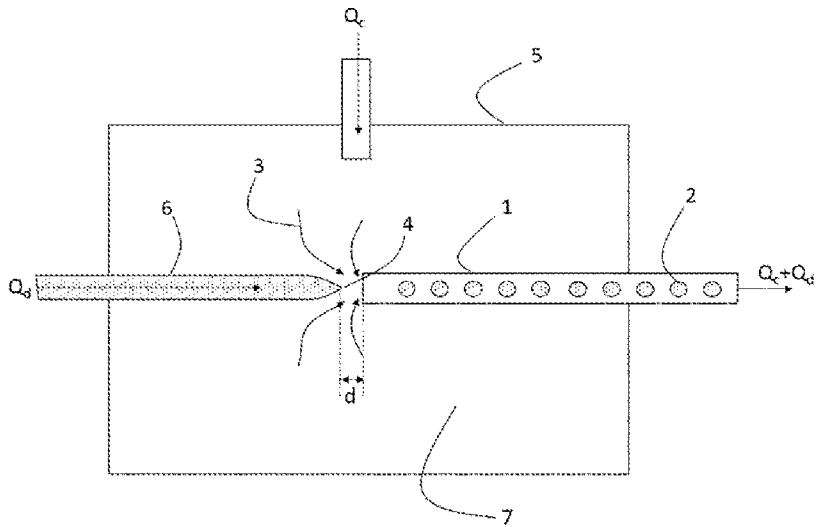


Figura 3

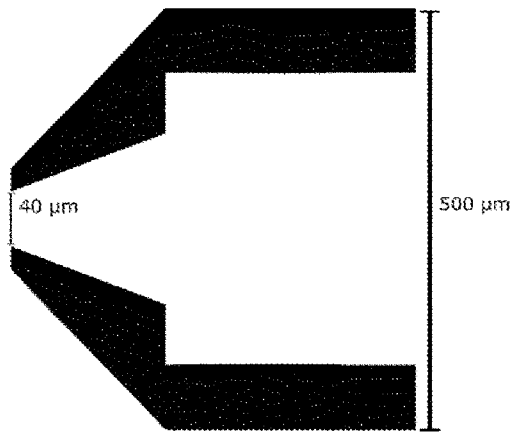


Figura 4

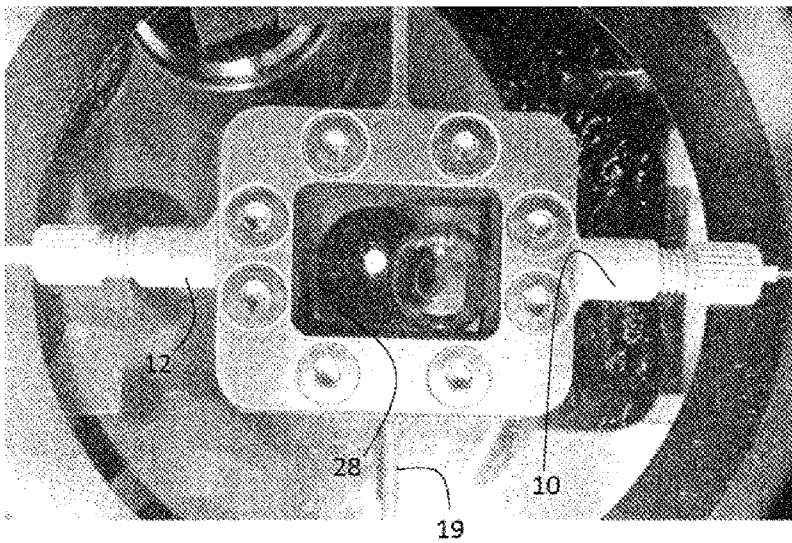


Figura 5

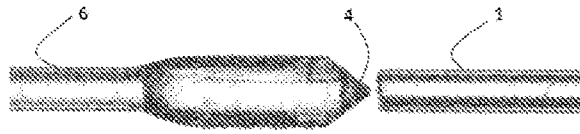


Figura 6

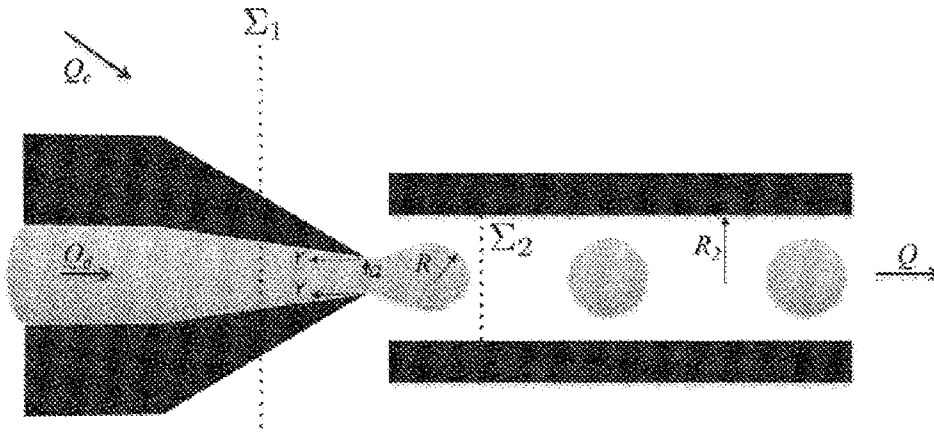


Figura 7

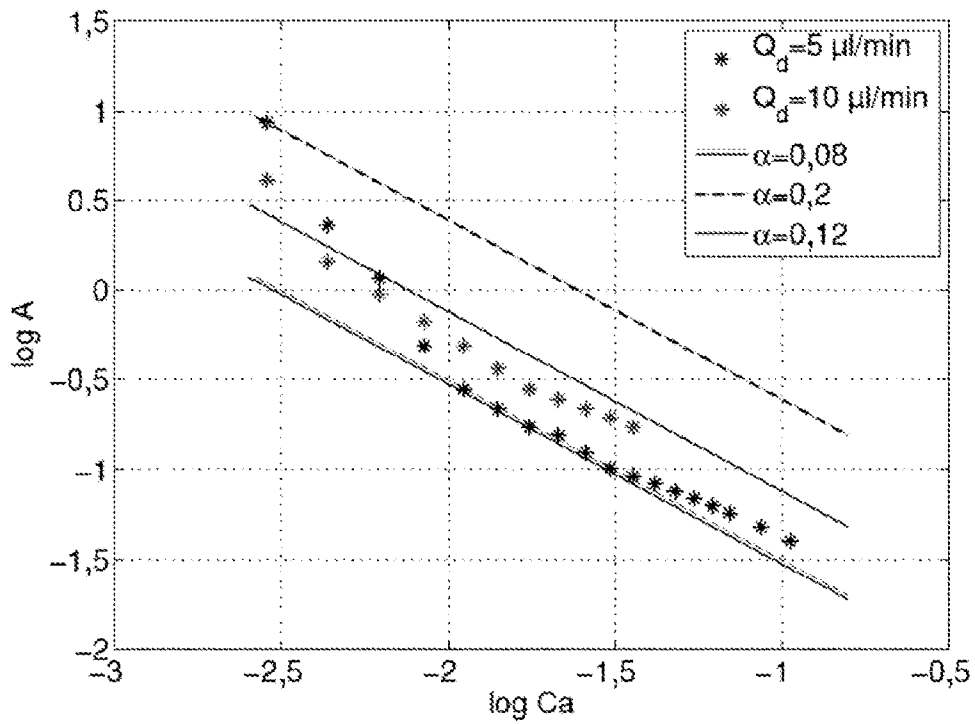


Figura 8

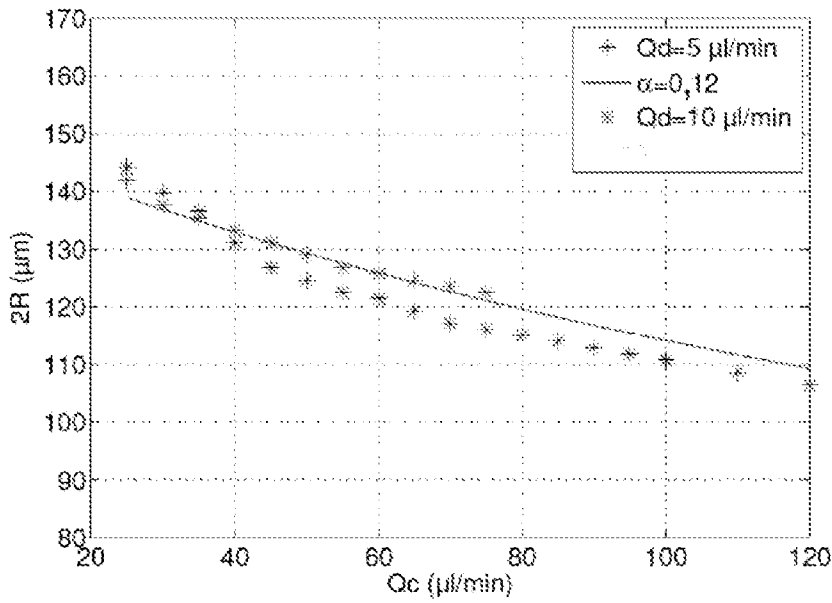


Figura 9

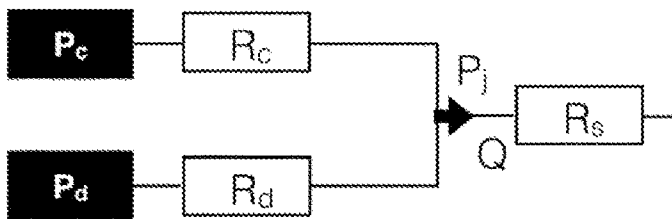


Figura 10

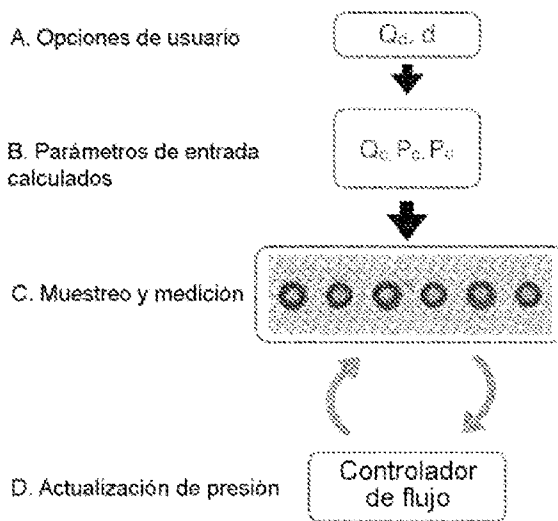


Figura 11

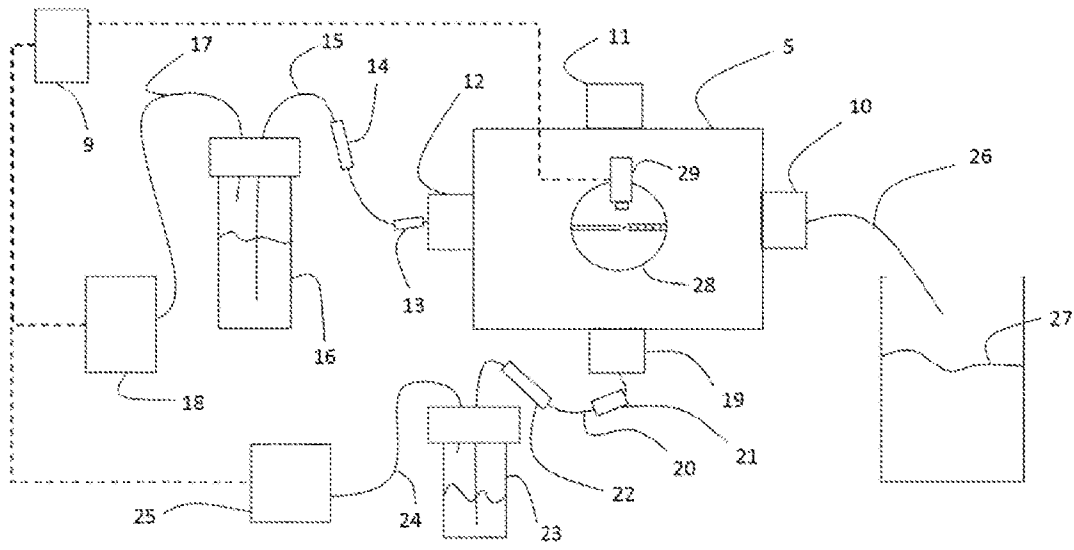


Figura 12

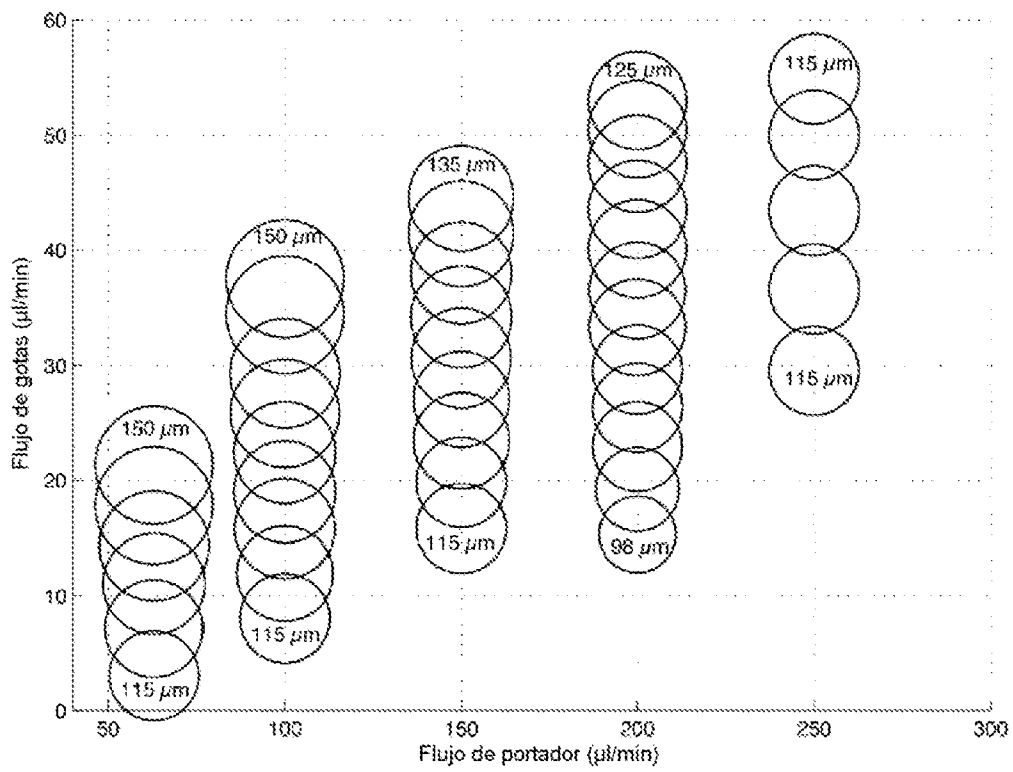


Figura 13