Universidad Autónoma de Baja California

Facultad de Ingeniería Arquitectura y Diseño





Maestría y Doctorado en Ciencias e Ingeniería

Construcción de un sistema optofluídico para la micromanipulación de cristales de zeolita ZSM-5 inmersos en un microcanal recto

TESIS

que para cubrir parcialmente los requisitos necesarios para obtener el grado de DOCTOR EN CIENCIAS

Presenta:

Dann Salvador De la Torre Rodríguez

Ensenada, Baja California, México. Octubre, 2023

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA

FACULTAD DE INGENIERÍA, ARQUITECTURA Y DISEÑO

MAESTRÍA Y DOCTORADO EN CIENCIAS E INGENIERÍA

Construcción de un sistema optofluídico para la micromanipulación de cristales de zeolita ZSM-5 inmersos en un microcanal recto

TESIS

Que para obtener el grado de DOCTOR EN CIENCIAS presenta:

Dann Salvador De la Torre Rodríguez

Aprobada por:

Iller

Dr. Juan de Dies Sánchez López Director de Tesis

Dr. Miguel Enrique Martínez Rosas Miembro del Comité

Dra. Veneranda Guadalupe Garcés Chávez Co-Director de Tesis

Dr. Humberto Cervantes de Ávila Miembro del Comité

Dr. Kevin A. O'Donnell Miembro del Comité

Ensenada, Baja California, México. Octubre, 2023

Resumen de la tesis de **Dann Salvador De la Torre Rodríguez**, presentada como requisito parcial para la obtención del grado de DOCTOR EN CIENCIAS del programa de Maestría y Doctorado en Ciencias e Ingeniería (MYDCI) de la Universidad Autónoma de Baja California (UABC). Ensenada, Baja California, México, Octubre, 2023.

Construcción de un sistema optofluídico para la micromanipulación de cristales de zeolita ZSM-5 inmersos en un microcanal recto

Resumen aprobado por:

Dr. Juan de Dios Sánchez López Director de Tesis

Dra. Veneranda Guadalupe Garcés Chávez Co-Director de Tesis

En este trabajo de tesis se presenta un nuevo sistema optofluídico para la micromanipulación de cristales de zeolita ZSM-5 inmersos en un medio líguido. Existen diversos métodos en microfluídica para lograr la micromanipulación de microobjetos inmersos en medios líguidos cuyas dimensiones van desde las 0.5 μ m hasta las 200 μ m. El diseño y construcción de sistemas en donde el medio liquido es "confinado" ha sido muy "ventajoso" para la micromanipulación con la avuda de la tecnología microfluídica. la cual ofrece un amplio rango de posibilidades para la micromanipulación de micropartículas usando fuerzas de diferente naturaleza como son métodos de maipulación pasiva por fuerzas hidrodinámicas y la manipulación activa por fuerzas externas al dispositivo microfluídico, basada en técnicas magnéticas, ópticas, eléctricas y acústicas. Para seleccionar la estrategia óptima de micromanipulación, no solamente es importante el diseño del microcanal, sino también el conocimiento de las características del medio donde las micropartículas se encuentran inmersas, así como también las propiedades físicas de las micropartículas a ser manipuladas tales como su densidad relativa al medio, el material y sus dimensiones. Existen diferentes tipos de cristales de zeolita, estos pueden ser tan grandes como 100 µm (ZSM-5) en forma de "ladrillo" o "ataúd". Zeolitas de tamaños de unas 4-10 micras han podido ser manipuladas usando la técnica de pinzas ópticas. En este trabajo utilizamos por primera vez un microcanal recto para micromanipular cristales de zeolita ZSM-5 de tamaños de $15 \times 15 \times 75 \mu m^3$. Se describen con detalle las fuerzas hidrodinámicas aplicadas a un cristal de zeolita dentro de un microcanal así como el diseño y construcción de un dispositivo microfluídico de canal rectangular recto. También se presenta la automatización de 2 bombas de microfluidos, una de las cuales se construyó en estre trabajo. Además se propone un método para estimar las fuerzas de fricción que impiden el movimiento libre de un cristal de zeolita mientras viaja por un microcanal de cuarzo mediante simulaciones en COMSOL y el analisis experimental de las velocidades observadas en video.

Palabras Clave: Microfluidos, fuerzas hidrodinámicas, cristales de zeolita, catalizadores

Abstract of the thesis presented by Dann Salvador De la Torre Rodríguez, as a partial requirement to obtain the degree of DOCTOR OF SCIENCE from the program of Master and Doctorate of Science and Engineering of the Autonomous University of Baja California. Ensenada, Baja California, Mexico, October, 2023.

Construction of an optofluidic system for the micromanipulation of ZSM-5 zeolite crystals immersed in a straight microchannel

Abstract approved by:

Dr. Juan de Dios Sánchez López Thesis Director

Dra. Veneranda Guadalupe Garcés Chávez Thesis Co-Director

In this thesis work, we introduce a novel optofluidic system for manipulation of ZSM-5 crystals immersed in a liquid medium. There are methods in microfluidics technology, capable of micromanipulation of microobjects immersed in liquid medium, with sizes ranging from 0.5 μ m to 200 μ m. Design and construction of systems where liquid medium is "confined" has been "advantageous" for micromanipulation aided by microfluidics technology, which offers a wide range of possibilities for microparticle micromanipulation by using forces of different nature, such as passive manipulation methods by hydrodynamic forces and active manipulation by external forces based on magnetic, optics, electric and acoustic approaches. In order to select the optimal micromanipulation approach, not only it is important the microchannel design but also the knowledge of medium features where microparticles are immersed in, as well as physical properties of microparticles to be manipulated, such as density compared to medium density, material and size. There are different zeolite crystal types, they can be as big as 100 μ m (ZSM-5) with "coffin" or "brick" shape. Zeolites with sizes of 4-10 microns have been manipulated by the optical tweezer technique. In this work we use, for the first time a straight microchannel for ZSM-5 zeolite crystal manipulation with $15 \times 15 \times 75 \mu m^3$ size. Hydrodynamic forces applied to a zeolite crystal in a microfluidic channel are described with detail as well as the design and construction of a straight microfluidic channel. We also introduce the automation of 2 microfluidic pumps, one of which was built as a part of this work. We also propose a method for estimation of the friction force, which restrains the free motion of a zeolite crystal as it is displaced inside a guartz microfluidic channel by means of COMSOL simulations and particle image velocimetry from experimental video.

Keywords: Microfluidics, hydrodynamic forces, zeolite crystals, catalizers

Dedicatoria

A todas aquellas personas que a lo largo de mi vida han contribuido a forjar mi carácter y personalidad. Quienes mediante sus conocimientos, habilidades y talentos, sembraron una buena semilla en mí.

A mis padres Salvador y Luciana y a mi hermana Jeidy, quienes me han apoyado siempre.

A mi pareja e hija adoptiva, quienes han compartido conmigo esta etapa de mi vida.

Agradecimientos

A la Universidad Autónoma de Baja California por permitirme estudiar y trabajar en sus instalaciones, en específico en el laboratorio de telemática.

A la Dra. Veneranda Guadalupe G. Ch.y al Dr. Kevin O. por permitirme trabajar en el laboratorio de biofotónica/óptica cuántica del CICESE y por alentarme a presentar los resultados preliminares en una conferencia internacional.

Al Dr. Miguel Enrique M. R. por apoyarme con las gestiones para la obtención de la beca CONAHCyT durante su gestión como coordinador del posgrado MyDCI.

Al Consejo Nacional de Humanidades Ciencia y Tecnología (CONAHCyT) por brindarme el apoyo económico para realizar mis estudios de doctorado.

Al Dr. Rosario Isidro Y. G. por donar los cristales de zeolita ZSM-5 con los que se trabajó durante los estudios doctorales.

Al Dr. Juan de Dios S. L., al Dr. Juan Iván N. H. y al Dr. Kevin O. por apoyarme con la lectura, correcciones y la confianza brindada para la publicación del manuscrito del artículo.

iv

Tabla de contenido

v

_			
Resur	nen er	n español	i
Resur	nen er	n inglés	ii
Dedic	atoria		iii
Agrad	lecimie	entos	iv
Liste	de fier		
LISIA	ae ngu	Iras	VII
Lista	de tab	as	viii
1.	Introd 1.1. 1.2. 1.3. 1.4. 1.5. 1.6.	ucción Antecedentes Motivación y preguntas de investigación Hipótesis Objetivos 1.4.1. Objetivo general 1.4.2. Objetivos específicos Alcance Estructura de la tesis	1 3 5 6 6 6 6 7
2.	Marco 2.1. 2.2. 2.3. 2.4. 2.5. 2.6.	teórico de micropartículas inmersas en microcanales rectosIntroducciónPerfil de velocidad dentro del microcanal rectoFuerzas de arrastre y torcas en microesferas y cápsulas2.3.1. Fuerzas de arrastre sobre una esfera2.3.2. TorcasModelo de balance de fuerzas de un cuboide rectangular simulandoun cristal de zeolita ZSM-5 cerca del fondoSimulaciones numéricas en COMSOL2.5.1. Estudio dependiente del tiempo2.5.2. Estudio estacionarioConclusiones	 9 10 13 13 17 22 23 24 26 28
3.	Const 3.1. 3.2. 3.3.	rucción de un sistema optofluídico Introducción	29 29 31 31 32 32 34 34 35

Página

Tabla de contenido (continuación)

	3.5.	Conclusiones	37
4.	Result 4.1. 4.2.	tados Introducción	38 38 39 39
	4.3. 4.4.	4.2.2. Simulación de un cristal estatico en un microcanal Construcción de dispositivos microfluídicos Muestra de cristales de zeolita ZSM-5 4.4.1. Preparación de la muestra 4.4.2. Inserción de la muestra de cristales en el microcanal	41 43 43 43 44
	4.5. 4.6.	Estimación de fuerza de oposición	45 47 47
5.	Concl	usiones	51
Lista	de con	tribuciones académicas	52
Lista	de refe	rencias bibliográficas	54

Lista de figuras

Figura	Pá	gina
1.	Perfil de velocidad parabólico (imagen tomada de [21])	10
2.	Longitudes de entrada en un microcanal con flujo en a) 2 entradas y b) 1 entrada	12
3.	Fuerzas de arrastre impartidas en esferas - COMSOL	15
4.	Fuerzas de arrastre impartidas en cápsulas ortogonales - COMSOL	16
5.	Torcas ejercidas en esferas y cápsulas por un perfil de velocidad parabólico	17
6.	Torcas ejercidas en esferas - COMSOL	22
7.	Torcas ejercidas en cápsulas ortogonales como función de la altura - COM- SOL	22
8.	Fuerzas y torcas que actúan en un cuboide rectangular en un perfil de velocidad parabólico (imagen tomada de [21])	23
9.	Desplazamiento del corte transversal de un cuboide rectangular cerca del piso del microcanal (imagen tomada de [21])	25
10.	Fuerza de arrastre en un perfil de velocidad completamente desarrollado visto desde arriba	27
11.	Partes del sistema optofluídico construido (imagen tomada de [21])	30
12.	Bomba NE-4002X comercial	31
13.	Bomba UniSlide diseñada, construida y caracterizada	33
14.	Diagrama de bloques de la bomba UniSlide	33
15.	Interfaz gráfica de usuario para controlar la inyección del flujo con 2 entra- das en el microcanal	35
16.	Geometría del canal y del cristal	39
17.	Dispositivo microfluídico construido (imagen tomada de [21])	42
18.	Imagen de un cristal de zeolita ZSM-5 en el microcanal	44
19.	Rotación/traslación experimental del cristal para Q=40ul/min (imagen to- mada de [21])	48
20.	Velocidades promedio de traslación de un cristal de zeolita ZSM-5 cerca del piso, al centro del canal (imagen tomada de [21])	50

Lista de tablas

Tabla	Pá	gina
1.	Comparación de fuerzas de arrastre ejercidas en esferas con sepa- raciones de 0.2 a 8 micras	15
2.	Comparación de fuerzas de arrastre ejercidas en esferas con sepa- raciones de 10 a 40 micras	15
3.	Comparación de fuerzas de arrastre ejercidas en cápsulas y cuboi- des con separaciones de 0.2 a 8 micras	16
4.	Comparación de fuerzas de arrastre ejercidas en cápsulas y cuboi- des con separaciones de 10 a 40 micras	16
5.	Factor de corrección de Goldman para torcas en esferas	19
6.	Comparación de torcas ejercidas en esferas con separaciones de 0.2 a 8 micras	20
7.	Comparación de torcas ejercidas en esferas con separaciones de 10 a 40 micras	21
8.	Comparación de torcas ejercidas en cápsulas y cuboides con sepa- raciones de 0.2 a 8 micras	21
9.	Comparación de torcas ejercidas en cápsulas y cuboides con sepa- raciones de 10 a 40 micras	21
10.	Resultados de la simulación del cristal en movimiento libre	40
11.	Resultados de la simulación del cristal fijo.	41
12.	Velocidades simuladas con las fuerzas de oposición propuestas com- paradas con datos experimentales.	46
13.	Resultados experimentales del transporte del cristal.	49

Capítulo 1. Introducción

En este trabajo se han seleccionado los cristales de zeolita ZSM-5 como partícula a manipular, los cuales fueron crecidos en los laboratorios del CNYN-UNAM y donados por el Dr. R. I. Yocupicio. Estos cristales, son partículas que tienen forma semejante a un ataud muy pequeño, con una longitud aproximada de 100 μ m. Los cristales de zeolita son materiales microporosos constituidos por una estructura en forma de red de tetraedros de silicio y aluminio. Estos son ampliamente utilizados como catalizadores, en la industria química, en procesos petroquímicos a gran escala y más recientemente en la conversión de biomasa [1]. Para poder observar estos cristales de zeolita, es necesario un instrumento que nos permita visualizarlos, ya que a simple vista esta tarea resulta imposible. Un microscopio óptico compuesto básico resulta ser una plataforma versátil para observar los cristales de zeolita, por su portabilidad, estructura robusta y modular. La estructura mecánica de microscopios ópticos ha sido modificada para una gran variedad de aplicaciones utilizando las técnicas de micromanipulación y atrapamiento. Por ejemplo, un microscopio óptico invertido se adecuó a las necesidades [2], utilizando la estructura mecánica como base para incorporar un láser y un detector de cuatro cuadrantes para atrapar y evaluar el movimiento de células de microalgas atrapadas en una trampa óptica.

La micromanipulación controlada de partículas sintéticas y biológicas es deseable en investigación básica y en aplicaciones como la investigación biomédica y bioquímica, diagnóstico de enfermedades, sistemas de entrega de fármacos y tecnologías de autolimpieza y anti-incrustante [3]. Varios métodos para la micromanipulación de partículas han sido propuestos, tales como hidrodinámicos, magnéticos, ópticos, mecánicos, eléctricos y acústicos, dependiendo de la fuerza de manipulación empleada. Los métodos de manipulación pueden ser clasificados de acuerdo a la naturaleza de la fuerza, en manipulación activa por fuerzas externas y manipulación pasiva por fuerzas hidrodinámicas. Los métodos basados en fuerzas externas, tienen la desventaja de que requieren de elementos adicionales tales como electrodos o actuadores. En el caso de muestras biológicas, las fuerzas o campos externos pueden generar efectos indeseados en la muestra. Los enfoques basados en fuerzas hidrodinámicas no presentan estas desventajas [4]. En un sistema microfluídico, dentro de un microcanal –gracias al flujo laminar– es posible aplicar

1

fuerzas hidrodinámicas de manera precisa y controlada.

La microfluídica, originalmente desarrollada para la impresión mediante inyección de tinta [5], es un campo de estudio multidisciplinario que integra tecnologías y principios de dinámica de fluidos, física, biología, microtecnología, ciencia de materiales y química. Es también una tecnología utilizada en dispositivos biomédicos y bioquímicos para el diagnóstico y la terapéutica, debido a sus ventajas sobre las tecnologías convencionales, incluyendo (1) consumo de reactivos reducido y por lo tanto bajo costo, (2) alta precisión y capacidad de procesamiento y (3) control espacial y temporal flexible sobre el flujo del fluido. Dicho control en el flujo dentro de microcanales, hace posible la manipulación de partículas sintéticas cerca de las paredes del microcanal, aplicando fuerzas hidrodinámicas tales como fuerzas de arrastre y torcas.

En un sistema basado en microscopio óptico, el cual integra elementos de tecnología microfluídica, también es posible colocar instrumentos de captura de imagen y espectro óptico en sus dos puertos de vista estereoscópica. Además de tener un precio accesible y un espacio amplio para colocar mangueras y dispositivos microfluídicos.

Por otro lado, la catálisis en zeolitas ha sido estudiada en fase líquida y gaseosa, utilizando una cámara de regulación de temperatura [6]. Otras técnicas de estudio como la microscopía de sonda de barrido (Scanning Probe Microscopy, SPM), solo pueden analizar la superficie de un cristal en condiciones de ultra alto vacío (Ultrahigh-vaccum, UHV). En constraste, la microscopía de fluorescencia es capaz de monitorear la transformación de moléculas orgánicas in-situ a temperatura y presión ambiente en fase liquida, en la superficie y dentro de cristales de zeolita [7]. Esta herramienta de monitoreo provee de mediciones adecuadas de la actividad catalítica para un diseño de catalizadores racional y eficiente [8] y nos brinda la oportunidad de utilizar un módulo de fluorescencia incorporado en un microscopio óptico. Sin embargo, dicho método de diseño de catalizadores no posee control sobre la orientación de las partículas, por lo que se requieren 2 cristales colocados en diferentes orientaciones para una evaluación completa de la actividad catalítica en su estructura tridimensional. La necesidad de 2 cristales se debe a que la muestra de polvo de cristales junto con el medio, se colocan dentro de una cavidad sellada, en la que los cristales se sedimentan en el fondo, quedando una distribución de

2

cristales en 2 orientaciones fijas. Imaginando el cristal como un ataúd (caja de zapatos), la primera orientación (cristal 1) sería con el ataúd colocado sobre una de sus 2 caras mayores (tapa o base) y la segunda orientación (cristal 2), con el ataúd asentado sobre una de sus paredes laterales. De manera coloquial nos hemos referido a la forma de los cristales de zeolita ZSM-5 como "ataúdes" para que el lector se dé una idea de su aspecto comparándolo con un objeto familiar, sin embargo en adelante nos referiremos a ellos como cuboides rectangulares.

Gran parte del trabajo realizado en esta tesis consiste en la micromanipulación de partículas mediante fuerzas hidrodinámicas, con el propósito de cambiar su orientación. En la siguiente sección se describirán brevemente los trabajos realizados por diversos autores en esa dirección.

1.1. Antecedentes

Un método de micromanipulación basado en fuerzas hidrodinámicas desarrolladas dentro de un microcanal para la obtención de imágenes tridimensionales de células por medio de la rotación de las mismas, fue propuesto por Torino et al. en 2016 [9]. Su trabajo se basa en el hecho de que el perfil de velocidad parabólico formado en un microcanal recto donde el número de Reynolds es pequeño ($\text{Re} \ll 1$), incidirá en dos lados opuestos de una célula cerca de una pared del canal, con dos velocidades diferentes. Una velocidad de flujo pequeña circulará alrededor de la región de la célula que está cerca de la pared, mientras que una velocidad mayor pasará por la región cerca del centro del canal. En consecuencia una torca será aplicada en la célula y una rotación será inducida. Un análisis de rotación y traslación de partículas cerca de superficies, utilizando dinámica de fluidos computacional (Computational Fluid Dynamics, CFD por sus siglas en inglés), fue llevado a cabo por Suo et al. en 2016 [10]. En su trabajo, utilizaron la solución numérica de las ecuaciones de Navier-Stokes en tres dimensiones, calculada mediante CFD para estimar la fuerza de arrastre hidrodinámico y la torca ejercidos en una microesfera, las cuales inducen la traslación y rotación del cuerpo. Un estudio del movimiento y desprendimiento de una microesfera en un microcanal cilíndrico de PDMS fue realizado por Shukla et al. en 2009 [11]. Los autores utilizaron un surfactante no-iónico (Tween 80) para minimizar las fuerzas de adhesión, ya que el movimiento de las partículas no fue posible sin el uso del surfactante, debido a las intensas fuerzas de interacción entre el canal y las partículas. Una fuerza de micromanipulación que se consideró en este trabajo, es la debida a campos acústicos o acustoforesis. La torca producida en campos acústicos producidos por dos ondas estacionarias ortogonales, ha sido utilizada para atrapar y rotar microparticulas esféricas y elongadas por Hahn et al. en 2016 [12]. El enfoque mencionado, hace posible rotar partículas suspendidas alrededor de su eje vertical, las cuales se ubican en un nodo de presión, es decir en la intersección de dos ondas senoidales de presión que cruzan por cero. Sin embargo, en nuestro trabajo se han utilizado cristales de zeolita ZSM-5 que son mas densos que el medio, los cuales se sedimentan y quedan muy cerca del piso. Haciendo que el enfoque de la acustoforesis no sea aplicable a la rotación de nuestros cristales.

Para la selección de la mejor topologia de microcanal se tomaron en cuenta las siguientes consideraciones. Las topologias principales de microcanales sin obstáculos, son: rectos, en espiral o curvos y de contracción-expansión. En los canales curvos las fuerzas de arrastre debidas al flujo de Dean [3], que apuntan al interior de la curva (cerca de la pared del fondo) empujarían la partícula hacia la pared interna de la curva del canal, donde puede quedar atascada, por lo que se descartó esta geometría. En un canal rectangular recto las fuerzas hidrodinámicas de arrastre y las torcas desarrolladas permanecen constantes a lo largo del canal, en contraste con una geometría de canal de contracción-expansión en la que las fuerzas de arrastre cambian a lo largo del canal. Una característica importante que buscamos, es la micromanipulación bidireccional. Por otro lado, se desea que la partícula pueda ser arrastrada a lo largo del canal sin acercarse a las paredes laterales del mismo, donde puede quedar atascada. Por lo anteriormente expuesto, se eligió la geometría de microcanal rectangular recto para llevar a cabo la micromanipulación de cristales de zeolita ZSM-5 completos y fragmentados.

La micromanipulación de estos cristales ha requerido la construcción de un sistema optofluídico con el cual es posible llevar a cabo la visualización de los cristales utilizando ventanas ópticas. El sistema construido es de carácter multidisciplinario ya que incluye elementos de diversas áreas de estudio, como lo son la óptica, la microfluídica y la química. La conjunción de estas tres disciplinas nos ha permitido proponer y desarrollar un

4

sistema optofluídico capaz de manipular la orientación de cristales de zeolita ZSM-5 dentro de un microcanal rectangular recto con la posibilidad de cambiar el medio líquido y así observar in-situ y en tiempo real posibles reacciones químicas. En esta tesis se explicará como en dicho sistema, se logra utilizar un solo cristal para su completa evaluación. Esto es posible cambiando la orientación del cristal en proceso de evaluación. El campo de investigación de la optofluídica involucra la integración de la microfluídica y la óptica en la misma plataforma, en donde los fluidos y la luz se controlan para lograr una interacción. La fluorescencia molecular es un ejemplo de un sistema optofluídico. El sistema optofluídico desarrollado se puede describir mediante los módulos que lo integran. Siendo estos módulos el de iluminación, el de control de la muestra y el de detección, los cuales se describirán a detalle en las sección 3.2.

1.2. Motivación y preguntas de investigación

Los cristales de zeolita ZSM-5 no son todos iguales. Algunos de ellos presentan fracturas internas, otros son de diferente tamaño, algunos están rotos. Aunque las técnicas de evaluación de dichos cristales han avanzado lo suficiente, de manera que es posible detectar moléculas individuales dentro de la red de poros internos, aun se necesita de 2 cristales para obtener una evaluación completa de los mismos. Por otro lado, el medio colocado en la muestra, una vez sellada, no es posible modificarlo. De manera natural, surge la curiosidad de estudiar cristales individuales y las posibles reacciones químicas que pueden ocurrir en un medio controlado. Más aún, la tecnología de la manipulación de partículas mediante fuerzas hidrodinámicas ha madurado en los últimos años, de manera que muchos autores [13; 14; 15; 16; 17] han estudiado las reacciones de partículas y células individuales en condiciones de medio controlado. La pregunta de investigación que se pretende responder en esta tesis, es la siguiente:

¿Es posible micromanipular un cristal de zeolita ZSM-5 mas denso que el medio y de longitud semejante a la altura del microcanal dentro de un dispositivo microfluídico?

1.3. Hipótesis

 Las fuerzas hidrodinámicas producidas cerca de la superficie del fondo de un microcanal rectangular recto (de 100µm de altura) pueden micromanipular un cristal de zeolita ZSM-5 mas denso que el medio.

1.4. Objetivos

1.4.1. Objetivo general

 Construir un sistema optofluídico capaz de micromanipular cristales de zeolita ZSM-5 dentro de un microcanal recto, inmersos en medios líquidos.

1.4.2. Objetivos específicos

- Estudiar las fuerzas de arrastre y las torcas experimentadas por un cristal de zeolita ZSM-5 en un microcanal recto.
- Diseño, construcción, calibración y automatización de bombas de microfluidos que permitan controlar el flujo en el microcanal para lograr trasladar/rotar o mover cristales de zeolita ZSM-5.
- Incorporar en el sistema de detección una cámara digital y un espectrómetro óptico para la visualización y registro de la micromanipulación de los cristales.
- Construir dispositivos microfluídicos con 2 entradas que permitan controlar el medio en el microcanal principal.
- Trasladar y rotar un cristal de zeolita ZSM-5 inmerso en un microcanal recto.

1.5. Alcance

Con la incorporación de una cámara digital y un espectrómetro, el sistema optofluídico desarrollado tiene la capacidad de captar imágenes y espectro óptico de fluorescencia de las muestras estudiadas.

Las partículas o microobjetos considerados en este trabajo, son cristales de zeolita ZSM-5, los cuales son grandes, pesados y al ser colocados en un microcanal (debido a que su densidad $\rho_c = 1934 \text{ kg/m}^3$ es mayor que la del medio $\rho_m = 1000 \text{ kg/m}^3$) quedan muy cerca del fondo del mismo. De manera que las fuerzas hidrodinámicas a las que se exponen los microobjetos ocurren cerca del piso del microcanal.

Debido a las características mencionadas anteriormente se propone construir microcanales rectangulares y rectos. Los dispositivos microfluídicos son "hechos en casa", formados con 2 laminillas de microscopio de cuarzo en el "techo" y el "piso" del canal y las paredes son de parafilm. Aunque se construyeron microcanales hechos con laminillas de microscopio de vidrio, los resultados presentados en ese trabajo, corresponden a microcanales de cuarzo.

En este trabajo de tesis se describe la micromanipulación de la orientación de cristales mediante fuerzas hidrodinámicas y el control del medio en el microcanal. Con este gran logro será posible caracterizar o utilizar las propiedades de diferentes tipos de cristales sintetizados de diferentes formas, de manera que en un futuro, sea posible determinar el mejor método de síntesis con la mayor eficiencia catalítica.

1.6. Estructura de la tesis

La distribución del contenido de ese documento se realizó de la siguiente manera, en el capítulo 2 se presenta el marco teórico que nos ayudó a comprender las fuerzas que actúan en un cristal de zeolita ZSM-5 dentro de un microcanal recto, así como el movimiento causado por dichas fuerzas. También se propone la validación del método de estimación de las fuerzas de arrastre y torcas mediante simulaciones en COMSOL, lo que se logró simulando microobjetos en forma de esferas, para los cuales se dispone de expresiones analíticas que estiman dichas fuerzas y torcas. En el capítulo 3 se describe la construcción del sistema optofluídico mediante la integración de elementos adicionales a la estructura mecánica de un microscopio óptico, la automatización y calibración de 2 bombas de microfluidos y el diseño del microcanal recto de dos entradas. Después, en el capítulo 4 se realizan simulaciones en COMSOL que describen el movimiento del cristal con un estudio dependiente del tiempo y las fuerzas de arrastre y torcas impartidas cuan-

7

do el cristal está fijo mediante un estudio estacionario, así como también la construcción de el dispositivo microfluídico y la preparación e inserción de la muestra en el microcanal. Con la ayuda los estudios dependiente del tiempo y estacionario, se logró estimar una fuerza de oposición que disminuye la velocidad del cristal simulado. Enseguida se describen los resultados experimentales mediante el análisis de la velocidad de un cristal registrado en video para tres tasas de flujo, encontrandose que la velocidad del cristal en el video es menor que la simulada, por lo que se propone una fuerza de oposición que logra frenar el cristal simulado hasta una velocidad muy cercana a la velocidad obtenida en los videos. Luego, en el capítulo 5 se presentan las conclusiones del trabajo de tesis y finalmente se listan los trabajos divulgados durante los estudios doctorales.

Capítulo 2. Marco teórico de micropartículas inmersas en microcanales rectos

2.1. Introducción

Para micromanipular un cristal de zeolita ZSM-5, se propone el uso de fuerzas hidrodinámicas, tales como fuerzas de arrastre y torcas, las cuales pueden ser desarrolladas dentro de un microcanal rectangular recto. Para entender estas fuerzas, es necesario conocer el perfil de velocidad de flujo que se desarrolla dentro de un microcanal con las características mencionadas. Ya que este perfil de velocidad, que resulta ser un paraboloide, es el responsable de impartir las mencionadas torcas y fuerzas de arrastre. Gran parte del trabajo realizado en esta tesis, consistió en la ejecución de simulaciones de dinámica de fluidos computacional (Computational Fluid Dynamics, CFD por sus siglas en inglés). Esto se lleva a cabo, obteniendo la solución numérica en tres dimensiones de las ecuaciones de Navier-Stokes. Estas simulaciones, nos permiten visualizar de manera gráfica y numérica el perfil de velocidad, además de estimar las fuerzas aplicadas a microobjetos del tamaño de zeolitas ZSM-5 a diferentes alturas respecto al piso del canal. Un trabajo similar al nuestro, en el que se transportan fibras alargadas (el largo de la fibra es aprox. 10 veces su ancho) con sección transversal rectangular dentro de un microcanal rectangular recto mediante fuerzas hidrodinámicas, fue realizado por Berthet et al. [18]. En su trabajo estudian la velocidad de desplazamiento de las fibras en función del la orientación de la fibra respecto al flujo y el confinamiento, es decir la relación entre el ancho de la fibra respecto a la altura del canal. La diferencia respecto a nuestro trabajo, es que ellos estudian fibras suspendidas a la mitad de la altura del canal las cuales se mueven libremente y son construidas en el interior del canal en la posición y orientación deseadas. En contraste, los cristales de zeolita ZSM-5, son pesados, no están suspendidos y se encuentran muy cerca del fondo del canal. Es importante señalar que los cristales de zeolita tienen forma de cuboide rectangular. Sin embargo, para cuestiones de validación de los resultados de simulaciones de CFD, aunado a que las fuerzas hidrodinámicas impartidas a microobjetos en forma de esfera se han estudiado desde los años 60's, hemos optado por estudiar estos últimos en este capítulo. Subrayando que la motivación del estudio de esferas obedece exclusivamente a la validación y confiabilidad

9

de los resultados de las simulaciones de CFD. A lo largo de este capítulo, se describirán las ecuaciones analíticas que describen el perfil de velocidad del flujo laminar dentro de un microcanal sin obstáculos, el modelo de balance de fuerzas, las fuerzas hidrodinámicas impartidas a microesferas, cápsulas, cuboides rectangulares y la teoría utilizada para realizar las simulaciones de CFD en COMSOL Multiphysics.

2.2. Perfil de velocidad dentro del microcanal recto

Se conoce que el perfil de velocidad en un microcacanal recto [19; 20], con sección transversal rectangular tiene la forma de un paraboloide. Si consideramos un plano de corte vertical que atraviesa la dimensión mas pequeña de la sección transversal rectangular, cerca del centro del canal, observaremos que el perfil de velocidad es una parábola. Mientras que si realizamos un corte horizontal por el centro del espesor del canal, observaremos un perfil de velocidad plano cerca del centro y una mitad de parábola en cada una de las orillas. Esto se puede observar en la figura 1. Esta forma del perfil de velocidad, se alcanza cuando el perfil de velocidad está completamente desarrollado, en otras palabras, el perfil de velocidad permanece constante como función de la distancia, en la dirección del flujo.



Figura 1: Perfil de velocidad parabólico (imagen tomada de [21])

La función analítica en términos de una serie de Fourier que describe la velocidad axial en la sección transversal del plano *XY* de un perfil de velocidad completamente desarrollado, dentro de un microcanal rectangular está dada por la ecuación:

$$u(x,y) = \frac{\Delta_p}{2\mu L} \left\{ \left[\left(\frac{H}{2}\right)^2 - y^2 \right] - \sum_{n=0}^{\infty} a_n \cos\left(\frac{\lambda_n y}{h/2}\right) \cosh\left(\frac{\lambda_n x}{h/2}\right) \right\}$$
(2.1)

donde $\lambda_n = \frac{(2n+1)\pi}{2}$, $a_n = \frac{H^2(-1)^n}{(\lambda_n)^3 \cosh\left(\frac{\lambda_n W}{H}\right)}$, $\Delta_p \approx \frac{12\mu LQ}{WH^3(1-6(2)^5 H/[W\pi^5])}$,

W es el ancho del canal (horizontal), H es la altura del canal (vertical), x, y son las coordenadas sobre los ejes horizontal y vertical, con el origen en el centro de la sección transversal, L es la longitud del canal que se extiende a lo largo del eje z, Δ_p la caída de presión, Q es la tasa de flujo y μ la viscosidad dinámica del fluido.

Cerca de la entrada de un canal (en el que hay un cambio en el ancho del canal), el perfil de velocidad cambia en función de la distancia a lo largo del eje longitudinal del canal. La distancia que abarca este fenómeno es llamada la longitud de entrada l_e (entrance length) [22]. Después de la longitud de entrada (hacia la salida), se tiene un perfil de velocidad completamente desarrollado (PVCD) como el mostrado en la figura 1. Se realizaron simulaciones en COMSOL, para determinar la longitud de entrada. Como se verá mas adelante, el dispositivo microfluídico construido tiene 2 puertos de entrada. En el caso de tener 2 canales de entrada con el mismo flujo entrando, el perfil de velocidad completamente desarrollado se obtiene después de la longitud de entrada l_{e1} como se muestra en la figura 2a. Si se va disminuyendo el flujo de entrada en la entrada de abajo (ver figura 2a), hasta llegar al extremo de tener una tasa de flujo de cero Q = 0, se obtiene también un PVCD pero a una distancia mayor l_{e2} , como se observa en la figura 2b.



Figura 2: Longitudes de entrada en un microcanal con flujo en a) 2 entradas y b) 1 entrada

La figura 2 es una vista desde arriba del plano XZ de una simulación tridimensional de un canal con dos entradas, en donde las líneas de colores representan la trayectoria de partículas liberadas en la(s) entrada(s) del canal, las cuales están distribuidas a lo ancho y alto (a diferentes alturas del canal).

La información de la longitud de entrada es de utilidad para identificar la sección del canal donde el perfil de velocidad es completamente desarrollado (PVCD en figura 2). En los experimentos que se muestran en este trabajo de tesis se utiliza solo un puerto de entrada, por lo que la información de la longitud de entrada de la simulación es utilizada para colocar los cristales de zeolita ZSM-5 que se desean manipular fuera de esta región (l_e) y dentro de la región del perfil de velocidad completamente desarrollado (PVCD en figura 2). La información del perfil de velocidad es utilizada para estimar las fuerzas de arrastre aplicadas a los microobjetos en diferentes regiones del microcanal, como se verá en la sección 2.3. También se comparó la simulación del perfil de velocidad completamente desarrollado completamente desarrollado en COMSOL con la función analítica, encontrando estrecha concordancia entre los resultados.

2.3. Fuerzas de arrastre y torcas en microesferas y cápsulas

La forma del perfil de velocidad determina las fuerzas hidrodinámicas que se ejercen sobre el microobjeto. Por ejemplo en un perfil de velocidad plano, solo aparecen fuerzas de arrastre mientras que las torcas no están presentes. Para impartir una torca a un microobjeto, es necesario que el perfil de velocidad tenga un gradiente. Este gradiente aplicará fuerzas asimétricas debidas a la fricción viscosa en la superficie del microobjeto, lo cual inducirá una torca en el mismo. Recordando que la torca esta dada por $T = R \times F$, donde R es la distancia del eje de giro al punto de aplicación de la fuerza F. Se puede deducir que si la suma de las fuerzas aplicadas en la superficie hemiesfera superior y la inferior son iguales, la torca será cero, mientras que si son diferentes, la torca tendrá un valor diferente de cero. En las siguientes subsecciónes se abundará sobre estas ideas, las cuales se pueden visualizar en la figura 5.

2.3.1. Fuerzas de arrastre sobre una esfera

La ley de Stokes, es quizás la fuerza de arrastre hidrodinámico mas conocida, cuando el microobjeto considerado es una esfera. Esta fuerza es producida al someter una esfera a la velocidad de flujo de un fluido viscoso con número de Reynolds pequeño (lejos de una pared) y está descrita por la ecuación:

$$F = 6\pi\mu U_c R \tag{2.2}$$

donde μ es la viscosidad dinámica del fluido (Pa·s), U_c es la velocidad de flujo no perturbada en la línea central de la esfera (m/s) y R es el radio de la esfera (m).

Si la esfera está cerca de una pared, la formula debe ser ajustada por un factor de corrección que depende de la distancia del microobjeto a la pared. Una generalización de ecuación de Stokes [23], la cual incluye el factor de corrección por la distancia a la pared y un radio equivalente para microobjetos no esféricos (e.g. cubos o cilindros), es la siguiente:

$$F = f\left(\frac{H_c}{R_e}\right) 6\pi\mu U_c R_e,$$
(2.3)

en donde $f\left(\frac{H_c}{R_e}\right)$ es el factor de corrección de pared de Goldman, y esta dado por:

$$f\left(\frac{H_c}{R_e}\right) = 0.7 \left(\frac{H_c}{R_e}\right)^{-1.082} + 1.001$$

donde R_e es el radio de la esfera equivalente (m), H_c es la distancia de la superficie al centro de la esfera equivalente (m). U_c igual que en la ecuación anterior (m/s). Se llevaron a cabo simulaciones en COMSOL con esferas de 10μ m y 20μ m ya que estos tamaños son similares a las dimensiones ortogonales y transversales de los cristales de zeolita ZSM-5. Se utilizaron tasas de flujo de 40μ lpm y 80μ lpm debido a que con estos flujos las zeolitas ZSM-5 se pudieron mover y separaciones entre la esfera y el piso del canal desde 0.2μ m hasta 30μ m, encontrando una diferencia menor al 5% respecto a las fuerzas de arrastre calculadas con la ecuación 2.3. La estrecha concordancia entre las fuerzas de arrastre estimadas en esferas y las simulaciones sobre cuboides rectangulares que representan los cristales de zeolita ZSM-5.

K. Wiklund et al. [23] proporcionan expresiones para las fuerzas de arrastre ejercidas en microobjetos en forma de cápsula (parecidas a un cuboide rectangular), mismas que nos sirvieron como referencia para comparar contra las fuerzas de arrastre estimadas en cuboides rectangulares. Estos autores describen la dirección del flujo con respecto a la orientación de la cápsula, la cual puede ser paralela, transversal o en diagonal. Con la orientación paralela al flujo se obtiene la fuerza de arrastre más pequeña, mientras que con la orientación diagonal los valores van aumentando, hasta alcanzar una fuerza de arrastre máxima cuando la orientación es ortogonal al flujo.

En las tablas 1 - 4 se muestran en los tres primeros renglones de furerzas, las estimaciones analíticas (K. Wiklund et al. [23]) y en lo que resta de las tablas, simulaciones de COMSOL de fuerzas de arrastre en esferas (tablas 1 y 2), cápsulas y cuboides ortogonales a la dirección del flujo (tablas 3 y 4). En las figuras 3 y 4 se muestran las fuerzas de arrastre impartidas a esferas y capsulas, las cuales se obtienen de los datos de las simulaciones en COMSOL de las tablas mencionadas. En dichas tablas y figuras se puede observar que las fuerzas de arrastre para los diferentes microobjetos cerca del fondo del

14

canal (separación de 0.2μ m), donde el perfil de velocidad presenta los valores más pequeños por la condición de antideslizamiento (non-slip), tienen el valor mínimo, mientras que cerca del centro del canal (separación de 40μ m), donde se presenta el pico del perfil de velocidad parabólico, las fuerzas de arrastre tienen el valor máximo.

			Separación entre el piso y la esfera									
D	Q	0.2µm	0.5µm	1µm	$4\mu m$	6µm	8µm					
(µm)	(µlpm)		Fuerzas de	arrastre en e	sferas - Wiklu	nd 2018 (N)						
10	40	152.3E-12	159.9E-12	167.5E-12	211.7E-12	239.7E-12	266.4E-12					
20	40	577.1E-12	589.8E-12	602.4E-12	675.1E-12	720.4E-12	763.2E-12					
20	80	1.15E-9	1.18E-9	1.20E-9	1.35E-9	1.44E-9	1.53E-9					
			Fuerzas c	le arrastre en	esferas - CO	MSOL (N)						
10	40	154.3E-12	156.0E-12	163.1E-12	207.6E-12	235.0E-12	261.4E-12					
20	40	571.6E-12	579.5E-12	592.8E-12	669.6E-12	717.9E-12	762.7E-12					
20	80	1.14E-9	1.15E-9	1.18E-9	1.33E-9	1.43E-9	1.52E-9					

Tabla 1: Comparación de fuerzas de arrastre ejercidas en esferas con separaciones de 0.2 a 8 micras

Tabla 2: Comparación de fuerzas de arrastre ejercidas en esferas con separaciones de 10 a 40 micras

		Separación entre el piso y la esfera										
D	Q	10µm	15µm	20µm	25µm	30µm	35µm	40µm				
(µm)	(µlpm)		Fuerz	zas de arrastr	e en esferas	- Wiklund 201	8 (N)					
10	40	291.8E-12	349.0E-12	397.1E-12	436.1E-12	465.8E-12	486.2E-12	497.3E-12				
20	40	803.2E-12	891.6E-12	961.2E-12	1.01E-9	1.05E-9	1.06E-9	1.06E-9				
20	80	1.61E-9	1.78E-9	1.92E-9	2.03E-09	2.09E-09	2.12E-09	2.12E-09				
			Fue	erzas de arras	stre en esfera	s - COMSOL	(N)					
10	40	287.4E-12	345.1E-12	394.8E-12	436.7E-12	469.3E-12	493.2E-12	507.1E-12				
20	40	805.4E-12	903.6E-12	988.2E-12	1.04E-9	1.09E-9	1.12E-9	1.13E-9				
20	80	1.61E-9	1.80E-9	1.97E-9	2.10E-9	2.19E-9	2.25E-9	2.27E-9				



Figura 3: Fuerzas de arrastre impartidas en esferas - COMSOL

Tabla 3: Comparación de fuerzas de arrastre ejercidas en cápsulas y cuboides con separaciones de 0.2 a 8 micras

			Separación entre el piso y el objeto								
D	Q	0.2µm	0.5µm	1µm	$4\mu m$	6μ m	8µm				
(µm)	(μ lpm)	Fuerz	as de arrastre	e en cápsulas	ortogonales	- Wiklund 20	18 (N)				
10	40	642.3E-12	655.2E-12	676.4E-12	795.4E-12	867.9E-12	935.5E-12				
20	40	2.4E-9	2.4E-9	2.5E-9	2.7E-9	2.8E-9	2.9E-9				
20	80	4.8E-9	4.9E-9	4.9E-12	5.3E-9	5.5E-9	5.7E-9				
		Fue	Fuerzas de arrastre en cápsulas ortogonales - COMSOL (N)								
10	40	634.6E-12	647.8E-12	668.0E-12	807.1E-12	884.4E-12	958.0E-12				
20	40	2.5E-9	2.6E-9	2.6E-9	2.9E-9	3.0E-9	3.2E-9				
20	80	5.1E-9	5.1E-9	5.2E-9	5.8E-9	6.1E-9	6.4E-9				
L	Q	Fue	rzas de arras	tre en cuboid	es ortogonale	s - COMSOL	. (N)				
10	40	715.9E-12	731.5E-12	753.9E-12	871.0E-12	949.3E-12	1.00E-9				
20	40	2.90E-9	2.93E-9	2.97E-9	3.20E-9	3.36E-9	3.52E-9				
20	80	5.81E-9	5.86E-9	5.94E-9	6.40E-9	6.73E-9	7.04E-9				

Tabla 4: Comparación de fuerzas de arrastre ejercidas en cápsulas y cuboides con separaciones de 10 a 40 micras

		Separación entre el piso y el objeto							
D	Q	10µm	15µm	20µm	25µm	30µm	35µm	40µm	
(µm)	(μ lpm)	Fue	rzas de arr	astre en cáp	sulas ortog	jonales - Wi	klund 2018	(N)	
10	40	998.7E-12	1.1E-9	1.3E-9	1.3E-9	1.4E-9	1.4E-12	1.5E-12	
20	40	3.0E-9	3.2E-9	3.3E-9	3.4E-9	3.4E-9	3.4E-9	3.3E-9	
20	80	5.9E-9	6.3E-9	6.6E-9	6.8E-9	6.8E-9	6.8E-9	6.7E-9	
		Fu	Fuerzas de arrastre en cápsulas ortogonales - COMSOL (N)						
10	40	1.0E-9	1.2E-9	1.3E-9	1.4E-9	1.5E-9	1.6E-9	1.6E-9	
20	40	3.3E-9	3.7E-9	3.9E-9	4.2E-9	4.3E-9	4.4E-9	4.4E-9	
20	80	6.7E-9	7.3E-9	7.9E-9	8.3E-9	8.6E-9	8.8E-9	8.9E-9	
L	Q	Fu	ierzas de a	irrastre en c	uboides or	togonales - (COMSOL (N	i)	
10	40	1.08E-9	1.23E-9	1.37E-09	1.47E-9	1.56E-09	1.62E-09	1.66E-09	
20	40	3.64E-09	3.98E-9	4.27E-09	4.52E-9	4.67E-09	4.78E-09	4.81E-09	
20	80	7.29E-09	7.97E-9	8.55E-9	9.04E-9	9.34E-09	9.56E-09	9.62E-09	



Figura 4: Fuerzas de arrastre impartidas en cápsulas ortogonales - COMSOL

Donde L (tablas 3 y 4) es el lado más corto del cuboide y D es el diámetro de la esfera y de la cápsula. La longitud de las cápsulas es de 5 veces la el diámetro D y la del cuboide de 5 veces el lado corto L.

2.3.2. Torcas

Los cristales de zeolita ZSM-5 tienen una forma que se aproxima a la de un cuboide rectangular, sin embargo, debido a que existen funciones analíticas que estiman las torcas en esferas y con el propósito de validar los resultados de las torcas estimadas mediante las simulaciones en COMSOL, dedicamos la mayor parte de esta subsección al estudio de micropartículas en forma de esferas.

En un perfil de velocidad parabólico, una micropartícula esférica experimenta los valores máximos de torca, cerca de las paredes superior e inferior (lejos de la paredes laterales), ya que en estas posiciones el gradiente de la parábola es mayor. Mientras que si la esfera se coloca en el centro de la altura del canal, la torca será cero, debido a que hay una simetría entre las fuerzas de fricción viscosa experimentadas por la hemiesfera superior y por la inferior. Enseguida se presenta una figura y 2 ecuaciones que nos ayudan a entender lo anteriormente expuesto. En la figura 5 se puede observar un perfil de velocidad parabólico (equivalente a la vista lateral de un perfil de velocidad en un canal tridimensional) bidimensional entre dos placas paralelas con esferas colocadas a diferentes alturas, cuya expresión analítica está dada por la ecuación 2.4 [24].



Figura 5: Torcas ejercidas en esferas y cápsulas por un perfil de velocidad parabólico

$$u(y) = \frac{3U}{2} \left[1 - \left(\frac{y}{h}\right)^2 \right]$$
(2.4)

donde *U* es la velocidad de flujo promedio (m/s), *y* es la coordenada vertical (m) cuyo origen es el centro de la distancia entre placas y h = H/2 es la mitad de la separación entre placas (m).

La ecuación de Goldman [25] utilizada para calcular las torcas impartidas por un flujo de Couette (el cual es un flujo que incrementa su velocidad de manera lineal en función de la altura respecto a la pared inferior y no de manera parabólica como ocurre en el perfil de velocidad dentro de un microcanal) a esferas a diferentes distancias de una pared, es la siguiente:

$$T = T^* 4\pi \mu R^3 S \tag{2.5}$$

donde

$$S = \frac{du(y)}{dy} = -\frac{3Uy}{h^2} \tag{2.6}$$

y *T* (Newton·metro) es la torca aplicada a la esfera, T^* es el factor de corrección por la cercanía a la pared, *R* es el radio de la esfera (m), *h* es la mitad de la altura del canal y *S* es la derivada del perfil de velocidad u(y) con respecto a la altura *y*.

El origen de la coordenada vertical y es el centro del canal, por lo que si y = 0 es decir la esfera se coloca en el centro del canal, la torca ejercida por un perfil de velocidad parabólico sería cero, ya que $S = 0 \implies T = 0$. El gradiente máximo se alcanza cuando y = -h, quedando $S = \frac{3U}{h}$, es decir en la frontera de la placa inferior o piso del canal.

El factor de corrección de Goldman para esferas que se encuentran a diferentes distancias de la pared (pegadas a la pared $H_c/R=$ 1.0, muy lejos de la pared $H_c/R=\infty$) T^* viene dado en la tabla 5.

T^*
1.0000
0.99981
0.99711
0.99010
0.97419
0.95374
0.94769
0.94442
0.94427
0.94399

Tabla 5: Factor de corrección de Goldman para torcas en esferas

donde H_c es la distancia entre la pared y el centro de la esfera y R es el radio de la esfera.

Otra expresión analítica (obtenida en 1983, mientras que la de Goldman es de 1967) de torcas ejercidas sobre esferas entre placas paralelas (la ecuación de Goldman es para esferas separadas de "una" sola pared) que se encuentran separadas de una pared a un cuarto de la altura del canal (separación entre placas paralelas) se puede encontrar en la referencia [26]. Esta expresión analítica puede ser útil en casos donde se requiera calcular la torca en una esfera entre placas paralelas en un perfil de velocidad parabólico, lo cual resulta muy restrictivo cuando se desea validar un método de estimación de torcas (mediante simulaciones en COMSOL) en el rango de separaciones de la esfera desde que se encuentran muy cerca de la pared (como el caso de los cristales de zeolita estudiados en esta tesis) hasta el centro del canal, por lo cual está fuera del contenido realizado en este trabajo.

Un microobjeto simétrico como una esfera que se encuentra rotando, ofrece siempre el mismo perfil en oposición al flujo que pasa a su alrededor, mientras que en un cuboide rectangular, el perfil cambia a medida que éste gira, causando que las torcas cambien en función del ángulo del cuboide. Considerando que no tenemos una función analítica para calcular la torca impartida a un cuboide rectangular, se ha propuesto validar los datos obtenidos de las simulaciones de COMSOL comparando con las expresiones analíticas que describen las torcas impartidas a esferas mediante la ecuación 2.5 para esferas de diferentes diámetros colocadas a diferentes alturas.

Al efectuar la comparación entre la torca calculada con simulaciones de COMSOL y la ecuación 2.5, se encontró que hay una diferencia menor al 5 % para diámetros de esferas de 10 μ m y 20 μ m, con tasas de flujo de 40 μ lpm y 80 μ lpm y separaciones de la superficie desde 0.2 μ m hasta 30 μ m. La estrecha concordancia entre ambos métodos de estimación de torcas en esferas, validaron las tocas estimadas mediante las simulaciones de COMSOL. Es importante recordar que la ecuación y la tabla de Goldman para calcular la torca en esferas son para un perfil de velocidad lineal y no parabólico como el que se desarrolla en un microcanal rectangular. Dicho esto, las torcas estimadas por el método de Goldman en esferas, son una aproximación a los resultados obtenidos en las simulaciones de COMSOL en donde el perfil de velocidad es parabólico. Sin embargo, las torcas calculadas han resultado bastante cercanas a los valores simulados.

En las tablas 6 - 9 se muestran estimaciones analíticas y simulaciones de COMSOL de torcas ejercidas en esferas, cápsulas y cuboides. En las figuras 6 y 7 se muestran torcas impartidas a esferas y capsulas, las cuales se obtienen de los datos de las simulaciones en COMSOL de las tablas mencionadas. En las tablas y figuras se espera que las torcas cerca de la pared del canal tengan una valor máximo (como se puede ver en las primeras columnas de las tablas 6 y 8) y que cuando la micropartícula esté en el centro del canal las torcas tiendan a cero (como se aprecia en la última columna de las tablas 7 y 9). El eje de giro de los microobjetos, alrededor del cual se ejerce la torca, se ha considerado el eje horizontal ortogonal a la dirección del flujo. Las tablas y las gráficas lo muestran de esa manera.

			Separacion entre el piso y la estera						
D	Q	0.2 μ m	0.5µm	1 μ m	$4\mu m$	$6\mu m$	8µm		
(µm)	(μ lpm)		Torc	as en esferas	- COMSOL (Nm)			
10	40	253.6E-18	254.8E-18	253.0E-18	244.1E-18	230.9E-18	222.2E-18		
20	40	1.8E-15	1.8E-15	1.8E-15	1.7E-15	1.6E-15	1.5E-15		
20	80	3.6E-15	3.6E-15	3.6E-15	3.4E-15	3.3E-15	3.1E-15		
			Torcas	en esferas -	Goldman 196	7 (Nm)			
10	40	266.8E-18	265.0E-18	263.7E-18	251.0E-18	242.6E-18	230.2E-18		
20	40	1.9E-15	1.9E-15	1.9E-15	1.8E-15	1.7E-15	1.6E-15		
20	80	3.8E-15	3.8E-15	3.7E-15	3.5E-15	3.3E-15	3.1E-15		

Tabla 6: Comparación de torcas ejercidas en esferas con separaciones de 0.2 a 8 micras

Tabla 7: Comparación de torcas ejercidas en esferas con separaciones de 10 a 40 micras

		Separación entre el piso y la esfera								
D	Q	10 μ m	15µm	20 μ m	25 μ m	$30 \mu m$	$35 \mu { m m}$	40µm		
(µm)	(μ lpm)			Torcas en e	sferas - CON	ISOL (Nm)				
10	40	209.4E-18	180.3E-18	150.5E-18	121.4E-18	92.6E-18	65.0E-18	27.7E-18		
20	40	1.5E-15	1.3E-15	996.6E-18	755.0E-18	500.4E-18	253.2E-18	6.7E-18		
20	80	2.9E-15	2.5E-15	2.0E-15	1.5E-15	989.2E-18	492.3E-18	14.0E-18		
			-	Torcas en esfe	eras - Goldma	an 1967 (Nm)				
10	40	217.7E-18	188.0E-18	156.6E-18	125.3E-18	94.2E-18	62.8E-18	31.4E-18		
20	40	1.5E-15	1.2E-15	995.4E-18	751.8E-18	501.2E-18	250.6E-18	000.0E+0		
20	80	3.0E-15	2.5E-15	2.0E-15	1.5E-15	1.0E-15	501.2E-18	000.0E+0		

Tabla 8: Comparación de torcas ejercidas en cápsulas y cuboides con separaciones de 0.2 a 8 micras

		Separación entre el piso y el objeto								
D	Q	0.2µm	0.5µm	1µm	$4\mu m$	$6\mu m$	8µm			
(µm)	(μ lpm)		Torcas en c	apsulas ortog	gonales - COI	MSOL (Nm)				
10	40	1.33E-15	1.32E-15	1.32E-15	1.28E-15	1.23E-15	1.17E-15			
20	40	9.99E-15	9.95E-15	9.82E-15	9.66E-15	9.18E-15	8.74E-15			
20	80	19.97E-15	19.90E-15	19.63E-15	19.32E-15	18.37E-15	17.49E-15			
				•						
L	Q		Torcas en c	uboides orto	gonales - COI	MSOL (Nm)				
10	40	1.78E-15	1.74E-15	1.74E-15	1.64E-15	1.58E-15	1.45E-15			
20	40	13.12E-15	13.15E-15	12.89E-15	12.31E-15	11.81E-15	11.29E-15			
20	80	26.18E-15	26.30E-15	25.77E-15	24.62E-15	23.63E-15	22.58E-15			

Tabla	9:	Comparación	de	torcas	ejercidas	en	cápsulas y	y	cuboides	con	separaciones	de	10	а	40
micras	5														

		Separación entre el piso y el objeto								
D	Q	10μm 15μm		20µm	25µm	30µm	35µm	40µm		
(µm)	(µlpm)		Torcas en cápsulas ortogonales - COMSOL (Nm)							
10	40	1.1E-15 975.3E-18		821.4E-18	668.0E-18	501.3E-18	340.8E-18	169.5E-18		
20	40	8.3E-15 7.1E-15		5.8E-15	4.4E-15	3.0E-15	1.5E-15	-32.6E-18		
20	80	16.6E-15 14.2E-15		11.6E-15	8.9E-15	6.0E-15	3.0E-15	65.1E-18		
L	Q	Torcas en cuboides ortogonales - COMSOL (Nm)								
10	40	1.4E-15	1.3E-15	1.1E-15	851.2E-18	635.5E-18	383.1E-18	265.2E-18		
20	40	10.5E-15	10.5E-15 9.1E-15 7.6E-1		5.7E-15	3.8E-15	2.2E-15	80.7E-18		
20	80	21.0E-15 18.2E-15		15.1E-15	11.3E-15	7.5E-15	4.5E-15	161.3E-18		

Donde L (en las tablas 8 y 9) es el lado más corto del cuboide y D es el diámetro de la esfera y de la cápsula. La longitud de las cápsulas es de 5 veces el diámetro D y la del cuboide de 5 veces el lado corto L.



Figura 6: Torcas ejercidas en esferas - COMSOL



Figura 7: Torcas ejercidas en cápsulas ortogonales como función de la altura - COMSOL

2.4. Modelo de balance de fuerzas de un cuboide rectangular simulando un cristal de zeolita ZSM-5 cerca del fondo

Considerando la forma del perfil de velocidad de flujo no perturbado dentro del canal establecida en la sección 2.2, procederemos a describir las fuerzas y torcas que intervienen en el movimiento de un microobjeto cerca del fondo de un microcanal en un flujo con perfil de velocidad completamente desarrollado. El modelo de balance de fuerzas mostrado en la figura 8 fue inspirado por los modelos propuestos por Suo y Burdick [10; 27]. Las fuerzas y torcas más significativas incluyen la fuerza de flotación F_b , la debida a la gravedad F_g , la de adhesión F_A , la de levantamiento F_L , la de arrastre F_D y la torca Tdebida al esfuerzo viscoso y a la presión. La fuerza de levantamiento se desprecia, de-

bido a que su valor es despreciable para cuando se quiere mover un cristal de zeolita (\approx 1/100 F_q y \approx 1/50 F_b) para valores del número de Reynolds Re < 1 (para un canal de 100 micras de altura y 2mm de ancho, para Q =40, 60 y 80µlpm, R_e = 0.33, 0.5 y 0.66 respectivamente) comparado con las otras fuerzas verticales. Dentro del microcanal, los cristales de zeolita pueden tener una orientación arbitraria, pero con la ayuda del perfil completamente desarrollado es posible obtener cristales ortogonales al flujo, es por esta razón que estudiamos la orientación ortogonal del cristal de zeolita relativo a la dirección del flujo, de manera que se describe la orientación observada en los experimentos que favorece su desplazamiento. En el caso contrario cuando el cristal tiene una orientación paralela al flujo, las fuerzas para desplazarlo o rotarlo son muy débiles, ya que la sección transversal que presenta en oposición al flujo es significativamente menor que cuando se encuentra en la orientación estudiada. Berthet et al. [18] describen como una fibra alargada con sección transversal cuadrada, con un alto grado de confinamiento (el ancho/alto de la fibra tiene un valor cercano al espesor del canal) y paralela al flujo se mueve mas despacio que una fibra perpendicular al flujo. En la figura 8 se muestra el diagrama de las fuerzas y torcas que influyen en el movimiento de un cuboide rectangular simulando un cristal de zeolita ZSM-5 dentro de un fluido con un perfil de velocidad parabólico.



Figura 8: Fuerzas y torcas que actúan en un cuboide rectangular en un perfil de velocidad parabólico (imagen tomada de [21])

2.5. Simulaciones numéricas en COMSOL

Las simulaciones realizadas en COMSOL se dividieron en 2 partes, siendo la primera parte simulaciones *dependientes del tiempo* en dos dimensiones, en donde el fluido y el microobjeto interactúan, logrando estimar la traslación y rotación de este último. La segunda parte consiste en simulaciones *estacionarias* donde el microobjeto se encuentra fijo al canal, el cual está representado en dos dimensiones al igual que el microobjeto. En las simulaciones dependientes del tiempo, se obtienen las velocidades de traslación y rotación del microobjeto, mientras que en las simulaciones estacionarias es posible obtener las fuerzas de arrastre y las torcas aplicadas al microobjeto cuando éste permanece inmóvil. Considerando que el cuboide rectangular simula un cristal de zeolita ZSM-5, las simulaciones estacionarias y dependientes del tiempo describen 2 condiciones importantes del comportamiento de dicho cristal dentro de un microcanal, el cual inicialmente se encuentra estático mientras se incrementa la tasa de flujo desde cero hasta un valor de umbral, dicho comportamiento se representa mediante la simulación estacionaria, mientras que al cruzar el umbral el cristal empieza a moverse, lo cual se representa mediante la simulación dependiente del tiempo.

2.5.1. Estudio dependiente del tiempo

Las simulaciones dependientes del tiempo (Time-Dependent Study), nos ayudan a entender los fenómenos físicos que suceden en el microcanal al mover libremente un microobjeto (por ejemplo el perfil de velocidad, el movimiento del microobjeto y las fuerzas impartidas al microobjeto). Dada la geometría del microobjeto de interés, un cristal de zeolita ZSM-5 ortogonal a la dirección del flujo, representado por un cuboide rectangular de 15μ m× 15μ m× 75μ m, es posible realizar las simulaciones en un espacio de dos dimensiones. El cristal de zeolita representado en el espacio bidimensional por un cuadrado con libertad de movimiento de traslación y rotación, con dimensiones de 15μ m× 15μ m, se muestra en la figura 9. Éste representa una rebanada transversal central del cuboide rectangular de 1μ m de espesor. Dado que el cuboide rectangular mide 75μ m de longitud y la simulación bidimensional considera un microobjeto de 1μ m de espesor, los valores de torcas y fuerzas de arrastre se multiplican por 75 para obtener los valores que corresponden al cuboide rectangular en tres dimensiones.



Figura 9: Desplazamiento del corte transversal de un cuboide rectangular cerca del piso del microcanal (imagen tomada de [21])

El movimiento del cristal representado en la figura 9, fue simulado mediante el estudio dependiente del tiempo en el paquete COMSOL Multiphysics en el espacio bidimensional. En la descripción de las ecuaciones que gobiernan este movimiento, hay dos sistemas coordenados de interés especial, estos son el sistema coordenado del material (referencia, inicial) y el sistema coordenado espacial (presente). Dichos sistemas coordenados son utilizados para describir la geometría inicial y la deformada, respectivamente. Debido a que el tensor de tensiones de Cauchy σ_s en la ecuación 2.9 está definido como fuerza/área deformada, se utiliza el sistema coordenado espacial, el cual describe la geometría deformada. Cuando el material se deforma, el sistema coordenado espacial que describe el material, se convierte en un sistema coordenado curvilíneo no ortogonal. El movimiento sin restricciones del cuboide rectangular, el cual también llamaremos como un cristal de zeolita en el microcanal, puede ser estudiado mediante la simulación de CFD acoplada con la mecánica de sólidos [28].

El flujo en el canal, si se supone incompresible (densidad del fluido ρ_f constante), para número de Reynolds pequeño ($Re \ll 1$, el término inercial se desprecia) se describe en el sistema coordenado espacial mediante las ecuaciones simplificadas de Navier-Stokes [19; 28]:

$$\rho_f \frac{\partial u_f}{\partial t} = \nabla \cdot \left[-p_f I + \mu_f \left(\nabla u_f + (\nabla u_f)^T \right) \right] + F,$$
(2.7)

$$\rho_f \nabla \cdot u_f = 0, \tag{2.8}$$

donde ρ_f es la densidad del fluido (kg/m³), u_f es el campo de velocidad del fluido (m/s, m/s) en el sistema coordenado espacial (deformado), p_f es la presión (Pa), $\nabla \cdot$ () es el operador divergencia, ∇ () es el operador gradiente, μ_f es la viscosidad dinámica del fluido (Pa·s) y *F* es la fuerza volumétrica (N/m³). La fuerza volumétrica no es una cantidad

física conocida. Una manera de interpretar la fuerza volumétrica es por la compatibilidad de unidades, ya que al lado izquierdo de la igualdad tenemos una aceleración multiplicada por una densidad $\rho_f \frac{\partial u_f}{\partial t}$ con unidades de $\left(\frac{\text{kg m}}{\text{s}^2\text{m}^3}\right)$ o bien $\left(\frac{\text{N}}{\text{m}^3}\right)$ y al lado derecho la fuerza *F*, entonces para que las unidades sean compatibles, la fuerza *F* debe estar dividida por un volumen, en nuestro caso si aplicamos una fuerza externa, se divide por el volumen del cristal y a esto le llamamos fuerza volumétrica.

La ecuación que gobierna el comportamiento de los sólidos:

$$\rho_s \frac{\partial^2 u_s}{\partial t^2} = \nabla \cdot \sigma_s + F_s, \tag{2.9}$$

donde ρ_s denota la densidad del solido (kg/m³), u_s es el campo de desplazamiento del solido (m, m), σ_s es el tensor de tensiones de Cauchy definido en el sistema coordenado espacial y F_s es la fuerza volumétrica (N/m³).

La fuerza generada por el fluido sobre el sólido y el desplazamiento del solido que afecta la velocidad del fluido están dadas por:

$$F_s = -n \cdot \left[-p_f I + \mu_f \left(\nabla u_f + (\nabla u_f)^T \right) \right],$$
(2.10)

$$u_f = \frac{\partial u_s}{\partial t},\tag{2.11}$$

donde *n* es la normal que apunta hacia afuera de la frontera y F_s es la fuerza volumetrica en la frontera del sólido, en el sistema coordenado espacial (deformado). La deformación se refiere al sólido, en nuestro caso las fuerzas hidrodinámicas aplicadas son muy pequeñas comparadas con la rigidez del sólido.

2.5.2. Estudio estacionario

El estudio estacionario se utilizó para calcular las fuerzas de arrastre y las torcas aplicadas por las fuerzas hidrodinámicas a un cristal estático. En este estudio, solamente se utilizan las ecuaciones de Navier-Stokes simplificadas. Como se mencionó anteriormente, este estudio se llevó a cabo en tres dimensiones. Como parte de la verificación de la compatibilidad de los resultados del estudio estacionario con los del estudio dependiente del tiempo, se aplicó una fuerza volumétrica en el estudio dependiente del tiempo, cuyo propósito fue detener el cristal. Como resultado se obtuvo que el valor resultante de la fuerza de arrastre calculado a partir de la simulación estacionaria logró detener el cuadrado (que representa al cristal) de la simulación dependiente del tiempo. Lo cual era de esperarse, ya que en la simulación estacionaria el cuadrado se obliga a permanecer en el mismo lugar lo cual da lugar a la fuerza de arrastre estimada, mientras que en la simulación dependiente del tiempo el cuadrado es libre de trasladarse y mientras mayor es la fuerza volumétrica de oposición, la velocidad disminuye proporcionalmente, hasta que finalmente se detiene al aplicar la fuerza de arrastre en sentido opuesto. En la sección de resultados, se verá como la fuerza de arrastre calculada mediante el estudio estacionario se utiliza para estimar una fuerza de oposición al movimiento libre del cristal, la cual disminuye la velocidad de traslación del cristal hasta emparejar dicha velocidad con la velocidad de traslación observada en el video de los experimentos.

En la figura 10 se puede observar un cristal de zeolita alejado de las entradas, dentro de un microcanal en el cual el perfil de velocidad está completamente desarrollado. El cristal tiene una orientación ortogonal respecto a la dirección del flujo, por lo que al ser arrastrado hacia la derecha, conserva su orientación vertical. Esto se debe a que las lineas de flujo alrededor del cristal, son simétricas a lo largo del eje vertical con respecto a su centroide, lo cual produce una fuerza de arrastre F en dirección horizontal. En esta figura se han omitido las torcas ejercidas sobre el cristal alrededor de su eje longitudinal.



Figura 10: Fuerza de arrastre en un perfil de velocidad completamente desarrollado visto desde arriba

2.6. Conclusiones

Se han presentado las bases teóricas que se utilizarán en la sección de resultados. Estas bases se utilizarán para estudiar el movimiento de cristales de zeolita –los cuales se han representado como cuboides rectangulares– observado en videos experimentales. Hemos validado los resultados de las fuerzas hidrodinámicas de arrastre y torcas estimadas mediante las simulaciones en COMSOL al tomar como referencia las funciones analíticas disponibles para calcular fuerzas de arrastre y torcas impartidas a esferas de diferentes diámetros en una variedad de condiciones que incluyen dos tasas de flujo y varias distancias de separación del piso del canal. Si bien es cierto que en los experimentos realizados, los cristales de zeolita permanecen muy cerca del piso, el proceso de validación requirió de estimar fuerzas hidrodinámicas en microobjetos separados distancias desde fracciones de micras hasta decenas de micras del piso del canal, lo cual fue posible observar muy seguido.

Capítulo 3. Construcción de un sistema optofluídico

3.1. Introducción

Nuestro trabajo se ha enfocado en el estudio de la micromanipulación de cirstales de zeolita ZSM-5 mediante fuerzas hidrodinámicas, para lograrlo hemos propuesto la construcción de un sistema optofluídico capaz de llevar a cabo esta tarea. Para conseguir la micromanipulación mediante fuerzas hidrodinámicas, fue necesario controlar el flujo dentro de un microcanal. Los métodos mas utilizados para controlar el flujo en microcanales, son las bombas de presión y las bombas basadas en jeringas, en las primeras como su nombre lo indica, se controla la presión de bombeo de un fluido hacia un microcanal, sin considerar la tasa de flujo. En contraste, una bomba de jeringas controla la tasa de flujo sin tomar en cuenta la presión. Considerando que las fuerzas de arrastre y las torcas aplicadas a un microobjeto se basan en un perfil de velocidad completamente desarrollado, donde la tasa de flujo es constante, decidimos utilizar 2 bombas de microfluidos de jeringas. Las 2 bombas permiten utilizar un dispositivo microfluídico de 2 entradas en el cual es posible controlar la tasa de flujo en una o dos de sus entradas. Adicionalmente se puede controlar el medio colocando diferentes medios en cada una de las bombas. La base del sistema optofluídico construido es un microscopio óptico personalizado, el cual nos permite observar los microobjetos de dimensiones del orden de micras. A continuación se describirán los elementos del sistema optofluídico, luego los módulos que componen dicho sistema, la automatización de las bombas, los dispositivos microfluídicos construidos y opciones adicionales que permiten estudiar posibles reacciones químicas en los cristales indicadas con señales de luz de fluorescente.

3.2. Elementos del sistema optofluídico

El sistema optofluídico desarrollado se muestra en la figura 11. La base del sistema es un microscopio compuesto (vertical de campo brillante) Nikon Labophot con un módulo de fluorescencia instalado, el cual se ha adecuado a las necesidades, agregando o quitando elementos a su estructura mecánica. Objetivos de microscopio de $10 \times$ ó de $20 \times$ se utilizaron para capturar la imagen de campo brillante en transmisión y la imagen de fluorescencia en reflexión de los cristales de zeolita ZSM-5 o partículas colocadas en el

microcanal. Las imágenes y video digitales fueron capturadas por una cámara Thorlabs DCC1545M con sensor CMOS, ubicada en el lugar del ocular izquierdo del microscopio. El espectro de fluorescencia de la luz reflejada se midió con un espectrómetro óptico Ocean Optics USB4000 colocado sobre el ocular derecho, mismo que se montó en una plataforma lineal XYZ de Newport. Dos bombas de jeringa controladas por computadora utilizando jeringas de vidrio de borosilicato se utilizaron para bombear el fluido hacia el dispositivo microfluídico a través de mangueras de PTFE de 1/16" OD y 1/32" ID (OD - Outer Diameter, ID - Inner Diameter). Se utilizó una bomba de jeringa comercial NE-4002X del fabricante New Era Pump Systems Inc. Esta bomba se conecta a la computadora a través del puerto serie RS-232 mediante un adaptador USB-Puerto serie. La segunda bomba fue construida "en casa", a partir de una plataforma lineal UniSlide Series A2500 del fabricante Velmex Inc.



Figura 11: Partes del sistema optofluídico construido (imagen tomada de [21])

El sistema optofluídico construido se puede describir mediante los módulos que lo integran, los cuales son el módulo de iluminación, el módulo de control de la muestra y el módulo de detección. En el módulo de iluminación tenemos 2 fuentes de luz, una lámpara de vapor de mercurio para observar la fluorescencia de la muestra y una lámpara de halógeno para la iluminación de la imagen de campo brillante. En el módulo de control de la muestra tenemos la plataforma XY del microscopio, dos bombas para microfluidos controladas por computadora, las cuales permiten controlar el flujo y cambiar el medio

en un dispositivo microfluídico con dos entradas, colocando diferentes medios en cada una de las bombas. El módulo de detección está formado por una cámara digital USB y un espectrómetro óptico. Estos módulos son controlados por la computadora del sistema, excepto el módulo de iluminación en el cual las lámparas se activan de forma manual.

3.3. Automatización de bombas de microfluidos

Con el propósito de tener control independiente sobre 2 flujos de entrada al dispositivo microfluídico que será descrito en la sección 4.3, se utilizaron 2 bombas de jeringa independientes. Las 2 bombas se automatizaron mediante la conexión con la computadora y el desarrollo de una interfaz gráfica de usuario (Graphical User Interface, GUI) para controlar el encendido, apagado, volumen y tasa de flujo. En las siguientes subsecciones se describen las bombas y la GUI.

3.3.1. Puesta en operación de la bomba NE-4002X

La bomba de jeringa comercial, modelo NE-4002X del fabricante New Era Pump Systems Inc mostrada en la figura 12 fue la que se utilizó para controlar la velocidad de flujo en los experimentos que serán descritos en la sección 4.6.



Figura 12: Bomba NE-4002X comercial

La interfaz gráfica de usuario que se describirá en la subsección 3.3.5 se utilizó para controlar el volumen y la tasa de flujo mediante la computadora. Para poder conectar esta bomba con la computadora mediante un puerto serie, fue necesario construir (se pudo comprar hecho pero se optó por construirlo) un cable con conectores RJ11 (que se conecta a la bomba) y DB9 hembra. El diagrama de conexiones para construir el cable se encontró en la WEB. También se utilizó un cable adaptador de puerto USB con conector tipo A (que se conecta a la computadora) a puerto serie RS232 con conector DB9 macho (que se conecta al cable RJ11 a DB9). Con estos 2 cables fue posible establecer comunicación entre la bomba NE-4002X y la computadora.

3.3.2. Calibración de la bomba NE-4002X

Como parte del proceso de calibración de la bomba, se midió el desplazamiento y velocidad del carro deslizante que impulsa el embolo de las jeringas utilizando un vernier o pie de rey, luego se calculó el volumen y tasa de flujo del fluido desplazados por la jeringa, encontrándose que el volumen y tasa de flujo programados en la computadora y los valores calculados fueron los mismos. Se instalaron 2 jeringas de vidrio de borosilicato con émbolos metálicos en esta bomba (una con el medio a bombear y la otra vacía) con el propósito de mejorar el control sobre la tasa de flujo en contraste con jeringas de plástico desechables, además de balancear las fuerzas ejercidas por el carro deslizante. Este balance se consigue debido a que la bomba tiene capacidad para 2 jeringas, y si solamente se instala una jeringa, el carro deslizante se inclina, ya que el tornillo que lo impulsa está colocado en el centro del carro y este último tiene problemas para moverse libremente.

3.3.3. Diseño, construcción y puesta en operación de la bomba UniSlide

Recientemente se han propuesto alternativas de bajo costo de código abierto de bombas de microfluidos basadas en impresiones 3D de la estructura mecánica y motores de pasos controlados a través de microcontroladores [29; 30]. De manera similar, nosotros construimos la bomba UniSlide con una plataforma lineal comercial (en lugar de la impresión 3D de la estructura), un motor de pasos con su etapa de potencia y fuente de alimentación y un microcontrolador Arduino conectado a la computadora. Enseguida se presenta una descripción detallada de dicha bomba.

La bomba UniSlide fue construida a partir de una plataforma lineal UniSlide Series A2500 del fabricante Velmex Inc. Esta bomba, mostrada en la figura 13, es impulsada por un motor de pasos EM-483 de 200 pasos por revolución, el cual por medio de una banda dentada hace girar una perilla en forma de disco de 1.75" de diámetro, conectada al mecanismo "tornillo-tuerca" de la plataforma UniSlide.



Figura 13: Bomba UniSlide diseñada, construida y caracterizada

El motor de pasos es controlado por la computadora a través de un microcontrolador Arduino ATmega328P conectado a un puente H L298. Se implementó la técnica de micropasos en el microcontrolador para suavizar la velocidad de rotación a bajas tasas de flujo. También en esta bomba se instaló una jeringa de vidrio de borosilicato con émbolo metálico. El diagrama de bloques se muestra en la figura 14. En la computadora, mediante la GUI es posible controlar el volumen y tasa de flujo de esta bomba.



Figura 14: Diagrama de bloques de la bomba UniSlide

3.3.4. Calibración de la bomba UniSlide

El proceso de calibración de bomba UniSlide consistió primeramente en estimar el numero de pasos necesario para alcanzar un determinado desplazamiento del carro deslizante, luego se midió con un vernier el desplazamiento real, ajustando el factor de conversión de la distancia recorrida a número de pasos del motor hasta obtener el desplazamiento deseado. Después se bombeó fluido hacia una manguera transparente muy delgada, de manera que fuera visible a simple vista el desplazamiento del fluido para unos cuantos microlitros de volumen (10, 20 y 30μ l). Este volumen fue comparado con el volumen desplazado por la bomba NE-4002X, encontrando que los volúmenes desplazados eran iguales en las 2 bombas. Sin embargo al observar el desplazamiento del fluido dentro del microcanal (mediante microesferas suspendidas) se observó que en la bomba UniSlide, al iniciar el bombeo existe un transitorio en el que la tasa de flujo es menor que la deseada. Por esta razón se eligió la bomba NE-4002X para realizar los experimentos, misma que no presenta el mencionado transitorio.

3.3.5. Interfaz gráfica de usuario GUI

Para automatizar las 2 bombas de microfluidos, hemos desarrollado una interfaz gráfica de usuario programada en Python. En esta interfaz, mostrada en la figura 15, podemos controlar las 2 bombas de manera independiente, secuencial o concurrente.

Para cada bomba, el usuario proporciona una tasa de flujo y un volumen deseado o bien solamente la tasa de flujo si se desea que la bomba funcione hasta que el usuario la detenga. Además se debe especificar el diámetro interno de la jeringa utilizada y la dirección del flujo que puede ser inyección o extracción. En nuestro caso, se utilizaron jeringas de vidrio de borosilicato de 2.25ml de capacidad con un diámetro interno de 8.55mm. Una vez ingresados los datos y parámetros en cada una de las bombas, se procede a establecer la comunicación entre las bombas y la computadora a través del puerto serie virtual. En el modo secuencial, se activa la bomba NE-4002X y después la bomba UniSlide. Finalmente en el modo concurrente, las 2 bombas se activan al mismo tiempo. Es importante señalar que cada bomba se puede configurar de manera independiente, es decir pueden tener diferente volumen y tasa de flujo. Esta interfaz de usuario se ejecutó en el sistema

34

operativo Linux. Es importante notar que la programación realizada en Python no incluye ningún módulo de tiempo real, por lo que puede haber retardos en la ejecución del código. Esto es particularmente importante en el modo secuencial y paralelo. Sin embargo se encontró que en el sistema operativo Linux, dichos retardos fueron prácticamente inexistentes. Siendo Python un lenguaje de libre distribución y multiplataforma, la interfaz se puede utilizar tanto en Linux como en Windows.



Figura 15: Interfaz gráfica de usuario para controlar la inyección del flujo con 2 entradas en el microcanal

3.4. Diseño de dispositivos microfluídicos

El diseño de los dispositivos microfluídicos depende del tipo de partículas a ser micromanipuladas. Por ejemplo si se desea clasificar partículas de diferentes tamaños, se puede utilizar un canal en espiral con una expansión gradual en la salida conectada a múltiples salidas. En el caso de células, que se desea exponer a diferentes medios para estudiar su reacción, se pueden agregar las entradas correspondientes al canal, que lleven hasta la célula atrapada los distintos medios.

Sistemas microfluídicos con 4 puertos de acceso al canal, en donde 2 de ellos funcionan como entradas y 2 como salidas, conectados a bombas de presión, se utilizan para controlar la posición y orientación de una partícula alargada en una intersección de dos canales en forma de cruz [15], en la cual se forma un punto de estancamiento. Un arreglo de trampas en forma de embudo distribuidas en un canal recto con 2 entradas, se utilizan para atrapar células por contacto y controlar el medio [17], regulando la tasa de flujo en cada una de las entradas. Utilizando un arreglo de 8 orificios verticales de 100 micras de diámetro, distribuidos de manera simétrica sobre una circunferencia de 500 micras que pueden ser entradas o salidas [31], se manipula la posición de un huevo de polilla en una celda abierta en forma de disco. Se reporta el uso de seis salidas en una geometría de canal en espiral con una expansión gradual en la salida para la clasificación de células por su tamaño [32], las cuales se dirigen a las diferentes salidas, por la acción de fuerzas de levantamiento inercial y fuerzas de Dean desarrolladas a lo largo del canal en espiral. Una simulación en COMSOL de un micromezclador [33], utiliza 3 entradas en un canal recto para la distribución de la concentración por difusión antes de la entrada al canal. Canales rectos con 2 y 3 entradas se han utilizado para enfocar o dirigir células a las paredes del canal mediante flujo envolvente [9]. En el caso de 2 entradas, una entrada lateral en diagonal se usa para insertar la muestra, mientras que el la entrada principal lleva el flujo envolvente, logrando confinar la muestra cerca de la pared del canal por la que entra la muestra. Para el canal de 3 entradas en un primer paso, dos entradas laterales inclinadas llevan el flujo envolvente mientras que la entrada central lleva la muestra, confinando la muestra al centro del canal respecto a las paredes laterales. Una entrada adicional en la parte superior del canal confina la muestra al fondo del canal.

En nuestro caso, debido a que los cristales de zeolita ZSM-5 son alargados y más densos que el medio, los canales curvados no permitirían llevar los cristales a lo largo del canal, alejados de las paredes en donde podrían quedar atascados. En un canal con una sola entrada, se perdería el control sobre la posición del cristal a lo ancho del canal, en

36

contraste con un canal de dos entradas en forma de "Y" en el que se puede manipular la posición lateral en la intersección de la entrada.

Considerando las diferentes posibilidades que ofrecen las diferentes geometrías de canal y el número de entradas y salidas, el diseño de canal recto con 2 entradas y 2 salidas con intersección en "Y" fue el mas adecuado por su capacidad de micromanipulación bidireccional de cristales de zeolita ZSM-5 a lo largo de todo el canal en donde se logran impartir fuerzas de arrastre y torcas gracias al perfil de velocidad parabólico, así como también la posibilidad de colocar el cristal centrado respecto a las paredes laterales en la región de la intersección de las entradas. La descripción detallada del dispositivo se presentará en la sección 4.3.

3.5. Conclusiones

En este capítulo se ha descrito la construcción del sistema optofluídico que nos ha permitido mover los cristales de zeolita dentro de un microcanal rectangular recto. La base del sistema es la estructura mecánica o chasis de un microscopio óptico vertical, en la cual se han agregado los distintos elementos que permiten iluminar, micromanipular y observar la muestra dentro del dispositivo microfluídico. Como parte del sistema optofluídico, se han incorporado 2 bombas de microfluidos, una de las cuales es una bomba comercial, mientras que la otra se construyó utilizando una plataforma lineal y un motor de pasos con su etapa de potencia. Ambas bombas han sido calibradas y automatizadas utilizando una interfaz gráfica de usuario programada en el lenguaje de libre distribución Python y desarrollada a la medida de las necesidades. Además se diseñaron los dispositivos microfluídicos, en los cuales se seleccionó el tipo de canal rectangular recto así como los 2 puertos de entrada, de manera que fuera posible micromanipular los cristales de zeolita ZSM-5 insertados en el microcanal. El sistema construido ha requerido de diversas disciplinas, tales como la óptica, electrónica, computación, mecánica y dinámica de fluidos, resultando en un sistema multidisciplinario apto para micromanipular y estudiar posibles reacciones químicas en cristales de zeolita ZSM-5.

Capítulo 4. Resultados

4.1. Introducción

El primer resultado presentado es la descripción del movimiento de los cristales dentro del microcanal, el cual es modelado mediante simulaciones en COMSOL. Dicho movimiento, dado que el cristal se encuentra cerca de la superficie inferior del microcanal, consiste de una combinación de traslación y rotación simultaneas. La teoría presentada en el capítulo 2 se utiliza en este capítulo mediante el software de simulación COMSOL, para describir las fuerzas y torcas que producen este movimiento. De manera que se omite la parte teórica (anteriormente descrita) y se presentan solamente los resultados de las simulaciones. Se realiza un estudio dependiente del tiempo para describir el movimiento del cristal y un estudio estacionario para estimar la fuerza de arrastre y la torca que experimenta un cristal de zeolita ZSM-5 estático al hacer pasar un flujo por el microcanal. Otro resultado del trabajo de tesis es la construcción del dispositivo microfluídico utilizado en los videos de los resultados experimentales. Ya que estos dispositivos no fueron adquiridos sino que se diseñaron y construyeron por completo en el laboratorio a la medida de nuestras necesidades. Después se presenta la preparación de la muestra de cristales de zeolita en agua desionizada así como también la colocación de dicha muestra dentro del microcanal. Luego, se describe la teoría utilizada para calcular una fuerza de opsoción, debido a que la velocidad de traslación del cristal simulada y la observada en video resultan diferentes. Al aplicar la estimación de la fuerza de oposición a la simulación del al cristal en movimiento libre simulado en COMSOL, causa que su velocidad disminuya y se aproxime a la velocidad de traslación del cristal observada en el video. Dicha estimación de la fuerza de oposición utiliza los resultados de los estudios dependiente del tiempo y estacionario. Para finalizar se analizan tres videos de un mismo cristal de zeolita ZSM-5 dentro del microcanal de cuarzo, en el cual se utilizaron 3 tasas de flujo distintas, donde se estiman velocidades de traslación del cristal en alrededor de 10 eventos para cada tasa de flujo. Como un resumen del resultado del análisis de los videos, se presenta una tabla y una gráfica en las que se presentan los resultados de las velocidades promedio estimadas para cada tasa de flujo así como el resultado de la fuerza de oposición obtenida (para la velocidad promedio), la cual sirve para estimar fuerzas de fricción que impiden

38

el movimiento libre del cristal en el canal mientras éste se desplaza.

4.2. Simulaciones en COMSOL

En las siguientes subsecciones, se analiza el movimiento de un cristal de zeolita ZSM-5 cerca del fondo de un microcanal recto. Primero se estudia el movimiento libre, mediante un estudio dependiente del tiempo en el espacio bidimensional. Después se analiza el caso de un cristal estático mediante un estudio estacionario en el espacio bidimensional (para ser consistentes con los resultados del estudio dependiente del tiempo, los cuales se combinan con los resultados de este estudio mas adelante) para estimar las fuerzas de arrastre y torcas ejercidas sobre el mismo.

4.2.1. Simulación del movimiento libre de un cristal dentro de un microcanal

El estudio dependiente del tiempo, el cual nos permite visualizar en una simulación el movimiento causado por la interacción de la mecánica de fluidos con la mecánica de sólidos (FSI - Fluid Structure Interaction) en un objeto libre, fue llevado a cabo lo mas cerca posible del piso del canal. Esto se logró a una separación de *d*=6 micras entre el piso del canal y una cara del cuadrado paralela al piso mostrada en la figura 16. En estas condiciones, el cuadrado de 15 micras de lado, que representa la sección transversal de un cristal de zeolita ZSM-5, puede desplazarse y rotar libremente sin tener contacto mecánico con el piso del canal. La distancia mínima entre el cuadrado y el piso del canal ocurre cuando una esquina del cuadrado apunta hacia abajo, quedando una separación de 1.8 micras. La distancia entre el centroide del cuadrado y el piso del canal en la dirección del eje *y* de 13.5 micras, permanece casi constante a medida que el cuadrado se desplaza a la largo del eje *z* y rota alrededor de su centroide, con una variación $|\delta| < 1$ micra.



Figura 16: Geometría del canal y del cristal

La geometría del microcanal y del cristal simulado mostrada en la figura 16, consiste en un segmento de un plano de corte vertical del microcanal de 500 micras de largo \times 100 micras de alto, localizado en el centro del ancho de 2mm del canal. La entrada se localiza en el lado izquierdo y la salida al lado derecho, de manera que las fuerzas hidrodinámicas mueven el cuadrado horizontalmente hacia la derecha (en la dirección positiva del eje *z*).

El análisis de los datos de esta simulación dependiente del tiempo, nos permitió calcular las velocidades traslacionales y rotacionales del cuadrado así como también la fuerza de arrastre hidrodinámica y la torca como función del tiempo. Una vez que la simulación se termina de ejecutar y como una operación sobre los resultados de la misma, se utilizó integración de linea de las cuatro líneas del cuadrado que representa la sección transversal del cristal para estimar la fuerza de arrastre, multiplicando el negativo de la tensión total (total stress) en la dirección del flujo multiplicada por la longitud del cristal de 75 micras. La torca *T* se calculó con la integral de linea del producto cruz $T = -(r \times F) \cdot 75\mu$ m, donde *r* es el vector del centro del cuadrado a el *i*-ésimo elemento sobre la linea de contorno, la fuerza *F* es el vector de tensión total (total stress vector) y las 75 micras es la longitud del cristal. El signo negativo produce una torca positiva en la dirección de las manecillas del reloj. Los resultados del estudio dependiente del tiempo se muestran en la tabla 10.

Tasa de flujo Q (µl/min)	Velocidad traslacional (µm/s)	Fuerza de arrastre (N)	Velocidad angular (°/s)	Torca (N·m)
40	1717.7	457.6×10^{-15}	3400	177.1×10^{-18}
60	2591.1	64.9×10^{-12}	5045	530.5×10^{-18}
80	3428.9	4.2×10^{-12}	6624	-156.6×10 ⁻¹⁸

Los resultados mostrados en la tabla 10 representan el promedio de los valores calculados de las velocidades, fuerzas y torcas que se aplican al cristal por al menos 90 grados de rotación. Los datos simulados se guardan en disco cada milisegundo (el primer valor resulto ser un pico y fue descartado). Encontramos que el cristal simulado se mueve mas rápido (velocidades traslacionales y rotacionales) que el cristal registrado en video. Una posible explicación para este comportamiento es una fuerza de oposición no modelada debida a fuerzas de contacto entre el cristal y el fondo del canal mientras se traslada y rota a lo largo del canal. Para lograr una concordancia con los las velocidades de los cristales del experimento, se incluyó una fuerza de oposición en la simulación como una fuerza volumétrica en la dirección negativa del eje *z*. La fuerza volumétrica se calcula de la fuerza de arrastre (N) dividida por el volumen del cristal. Dicha fuerza de oposición se estudia mas adelante en la sección 4.5. Se intentó disminuir también la velocidad de rotación del cristal, pero causó errores en la simulación y se omitió en este estudio.

4.2.2. Simulación de un cristal estático en un microcanal

El estudio estacionario se utiliza para calcular la fuerza de arrastre y la torca impartidas por las fuerzas hidrodinámicas en un cristal estático. Como parámetro que describe el flujo de entrada, se seleccionó un flujo normal a la entrada. La velocidad promedio (m/s), se calcula a partir de la tasa de flujo (m³/s) dividida por la sección transversal del canal (m²) y se utiliza como la velocidad de flujo de entrada. La geometría que representa el canal y el cristal fijo es la misma de la figura 16. En la tabla 11 se presenta el resumen de los resultados de este estudio.

Tasa de flujo Q (µl/min)	Velociddad de flujo (m/s)	Fuerza de arrastre (N)	Torca (N⋅m)
40	3.33×10^{-3}	2.13 ×10 ⁻⁹	6.49×10^{-15}
60	5×10^{-3}	3.2×10^{-9}	9.75×10^{-15}
80	6.67×10^{-3}	4.27×10^{-9}	13.01×10^{-15}

Tabla 11: Resultados de la simulación del cristal fijo.

Se verificó que la velocidad traslacional del cristal simulada en el estudio dependiente del tiempo disminuyó hasta cero cuando se aplicó la fuerza volumétrica calculada a partir de este estudio, donde el cuadrado está fijo en la misma posición.

4.3. Construcción de dispositivos microfluídicos

Una vez que se entendieron el movimiento y las fuerzas involucradas en un canal rectangular recto mediante las simulaciones dependientes del tiempo y estacionarias, se procedió a construir un canal con estas características, con 2 puertos de entrada y 2 de salida. La justificación de la geometría del canal y de los puertos de entrada/salida se encuentra en la sección 3.4. Varios dispositivos microfluídicos se construyeron en el laboratorio, algunos con laminillas de microscopio de vidrio y otros de cuarzo. La descripción que se presenta a continuación, corresponde al dispositivo utilizado en los resultados experimentales descritos en la sección 4.6. Un canal de sección transversal rectangular recto se construyó utilizando 2 laminillas de microscopio de cuarzo de 50mm × 25mm de 1mm de espesor, con parafilm entre ellos como espaciador de 100 μ m. Se taladraron 2 puertos de entrada y 2 de salida en la laminilla de cuarzo superior. Los bordes y la conexión tubo-orificio se sellaron con resina epóxica. El dispositivo microfluídico se muestra en la figura 17. Las dimensiones del microcanal interno son (largo × ancho × alto): 20mm × 2mm × 100 μ m.



Figura 17: Dispositivo microfluídico construido (imagen tomada de [21])

Debido a que inicialmente se presentaron dificultades en el ingreso de los cristales de zeolita al microcanal, se mejoraron los dispositivos microfluídicos construidos. La mejora consistió en lo siguiente: los orificios taladrados en la laminilla de cuarzo superior de los primeros dispositivos, tenían un diámetro menor que el diámetro interno del tubo colocado sobre dicho orificio. Lo que causaba que al intentar ingresar los cristales al canal, algunos de ellos o todos, se quedaran estancados en la superficie externa de la laminilla de cuarzo. En la versión mejorada, el orificio taladrado en las laminillas de cuarzo se hizo del diámetro externo del tubo, de manera que el tubo atravesara la laminilla y llegara directamente a la entrada (salida) corrrespondiente del canal. El excedente del tubo se cortó al ras de la superficie interna del microcanal, previa colocación y curado

de la resina epóxica que fija el tubo en el orificio. Con esta mejora se logró remover un lugar de estancamiento de cristales de zeolita en el camino hacia el microcanal. Aun así, se tuvieron dificultades para ingresar los cristales al microcanal, sin embargo se lograron colocar los cristales exitosamente en el microcanal mediante el procedimiento descrito en la subsección 4.4.2.

La geometría recta del canal construido, permite ingresar y viajar a lo largo del canal al cristal de zeolita ZSM-5 sin acercarse a las paredes laterales en donde podría quedar atascado. Además, la bifurcación en la entrada del canal, permite colocar los cristales al centro del microcanal al inicio del experimento, lo cual es deseable para mantener al cristal alejado de las paredes laterales.

4.4. Muestra de cristales de zeolita ZSM-5

Los cristales de zeolita ZSM-5 fueron crecidos en los laboratorios del CNYN-UNAM y donados por el Dr. Rosario Isidro Yocupicio Gaxiola.

4.4.1. Preparación de la muestra

Una muestra de polvo de cristales de zeolita ZSM-5, Si/Al =95 (aprox. 1mm³) con una densidad de 1934 kg/m³ se mezcló con 400 μ l de agua desionizada en un tubo de microcentrifuga de 1.5ml. El agua desionizada utilizada fue hervida durante 1 minuto antes de la preparación de la muestra para eliminar microalgas que se observaron nadando en experimentos previos. Una muestra de esta mezcla se observó en el microscopio y se encontraron muchos fragmentos y partículas inusuales. La mezcla se agitó a mano y el material sobrenadante se removió tres veces para mantener los cristales enteros que se sedimentan rápidamente y remover las partículas pequeñas que se sedimentan mas despacio. La muestra se rellenó con agua desionizada cada vez que el material sobrenadante se removió. Se encontró que en la muestra resultante era rica en cristales de zeolita enteros. Un cristal de zeolita ZSM-5 visto desde sus dos orientaciones principales se puede observar en la figura 18, las cuales se han denominado [1], orientación "gable" y orientación"roof". El cristal de la figura, es el mismo que se utilizó en los videos experimentales que se describirán más adelante en la sección 4.6.



Figura 18: Imagen de un cristal de zeolita ZSM-5 en el microcanal

4.4.2. Inserción de la muestra de cristales en el microcanal

La inserción de los cristales de zeolita en el microcanal fue dificil, sin embargo encontramos que el siguiente procedimiento tuvo un excelente resultado:

- El microcanal se llena con agua desionizada utilizando una jeringa y se remueven las posibles burbujas del canal, dejando lugar para la muestra de cristales de zeolita en el tubo de entrada seleccionado.
- 2. La muestra de cristales de zeolita con agua desionizada en el tubo de microcentrífuga se agita a mano.
- 3. Utilizando una jeringa de 3ml con aguja 21Gx32mm (0.8mm)(1-1/4"), se extraen 100μ l del tubo de microcentrífuga, llevando la punta de la aguja a una altura aproximada de 1/4 de la altura del fluido en el tubo.
- La aguja de la jeringa con los 100μl de la muestra preparada, se inserta en el tubo de entrada seleccionado hasta que se alcanza la pared inferior del microcanal y el tubo de entrada se llena con el contenido de la jeringa.
- 5. El microcanal que originalmente se encontraba descansando sobre su base plana, se rota a una posición vertical con el tubo de entrada recién llenado con la muestra hacia arriba, de manera que la gravedad y las fuerzas de arrastre lleven los cristales hacia el canal.

- Inmediatamente después del paso anterior, todavía en orientación vertical, el dispositivo microfluídico se golpea suavemente sobre una superficie blanda y se regresa a su orientación original, descansando sobre su base plana.
- 7. El microcanal se observa con la ayuda del microscopio para buscar cristales, si no se encuentran, el paso anterior se repite.
- 8. Una vez que los cristales se encuentran en el microcanal, los 2 tubos de entrada se llenan lentamente (para evitar arrastrar hacia afuera del canal a los cristales) con agua desionizada como preparación para conectar el dispositivo microfluídico las mangueras de las bombas de microfluidos, porcurando no dejar burbujas de aire atrapadas en el camino hacia el microcanal.

4.5. Estimación de fuerza de oposición

Gracias al comportamiento lineal de la velocidad traslacional del cristal simulado como función de la fuerza volumétrica [10], fue posible estimar mediante una regresión lineal, una buena aproximación de la fuerza volumétrica requerida para obtener las velocidades traslacionales de los cristales de zeolita observadas en el video del experimento. Para calcular la ecuación de la línea recta y = mx + b se utilizaron dos puntos. El primero de ellos se obtiene del estudio estacionario, donde se obtiene la fuerza de arrastre para un cuerpo estático (con velocidad cero). El segundo punto se toma del estudio dependiente del tiempo, en donde la fuerza de arrastre es mínima y la velocidad es máxima. La variable dependiente es la fuerza de arrastre F_D y la variable independiente es la velocidad del cuerpo v. De esta manera podemos calcular la fuerza de arrastre a partir de una velocidad determinada (p. ej. la velocidad estimada del video). Para una tasa de flujo de $Q = 40\mu$ l/min, el primer punto es $(v_1, F_{D1})=(0\mu$ m/s, 2.13×10^{-9} N) y el segundo punto es $(v_2, F_{D2})=(1717.7\mu$ m/s, 457.6×10^{-15} N). La ecuación de la línea recta resulta:

$$F_D = -1.24 \times 10^{-12} \left(\frac{\text{Ns}}{\mu \text{m}}\right) v + 2.13 \times 10^{-9} (\text{N})$$
(4.12)

donde F_D es la fuerza de arrastre y v es la velocidad del cristal estimada del video experimental.

A partir del video del experimento (que se describirá en la sección 4.6), se tomó uno de los nueve eventos y se estimó una velocidad traslacional v de 324.8 μ m/s. Sustituyendo esta velocidad en la ecuación 4.12 resultó en una fuerza de oposición F_D de 1.73×10^{-9} N, o bien una fuerza volumétrica de 102359.98 N/m³= $\frac{1.73 \times 10^{-9} \text{N}}{15 \times 15 \times 75 \times 10^{-18} \text{m}^3}$. Cuando esta fuerza volumétrica se aplica en el estudio dependiente del tiempo, la velocidad del cuerpo debería disminuir desde 1717.7 μ m/s hasta 324.8 μ m/s. Utilizando dicha estimación de fuerza volumétrica en la simulación dependiente del tiempo resultó en una velocidad ligeramente menor de 287.9 μ m/s. Después de algunos intentos con valores menores a la fuerza de oposición calculada resultó un valor de velocidad de traslación mas cercano al de la velocidad experimental. Se encontró que una fuerza volumétrica de 100,500 N/m³ redujo la velocidad del objeto a 318 μ m/s. Los resultados obtenidos para las diferentes tasas de flujo se resumen en la tabla 12

Tabla 12: Velocidades simuladas con las fuerzas de oposición propuestas comparadas con datos experimentales.

		Simu	lación	1 evento del experimento			
Tasa de flujo Q (µl/min)	Velocidad (µm/s)	Fuerza de oposi- ción ¹ (N)	Est. de fuerza de oposi- ción ² (N)	Error de fuerza ³ (%)	Velocidad (µm/s)	Error de velocidad ⁴ (%)	Velocidad angular (°/s)
40 60 80	318 411.9 589.7	$ \begin{vmatrix} 1.69 \times 10^{-9} \\ 2.62 \times 10^{-9} \\ 3.37 \times 10^{-9} \end{vmatrix} $	$\begin{array}{c c} \textbf{1.73}{\times}10^{-9} \\ \textbf{2.70}{\times}10^{-9} \\ \textbf{3.52}{\times}10^{-9} \end{array}$	-2.16 -2.85 -4.38	324.8 415 599.4	-2.9 -1.15 -1.61	900 1351 1621

¹ La fuerza que causó que la velocidad simulada mostrada en la segunda columna de la tabla 12.

² La fuerza estimada mediante las ecuaciones 4.12, 4.13 y 4.14.

³ Porcentaje de error entre (1) y (2).

⁴ Porcentaje de error entre las velocidades experimentales y simuladas.

Las fuerzas de arrastre para las tasas de flujo de 60μ l/min y 80μ l/min se pueden estimar con las ecuaciones 4.13 y 4.14 respectivamente.

$$F_D = -1.2 \times 10^{-12} \left(\frac{\text{Ns}}{\mu \text{m}}\right) v + 3.2 \times 10^{-9} (\text{N})$$
(4.13)

$$F_D = -1.24 \times 10^{-12} \left(\frac{\text{Ns}}{\mu \text{m}}\right) v + 4.27 \times 10^{-9} (\text{N})$$
(4.14)

4.6. Experimentos de manipulación de cristales

El sistema optofluídico construido es capaz de transportar cristales de zeolita ZSM-5 en el microcanal. Se logró trasladar y rotar un cristal de dimensiones de 15 μ m \times 15 μ m \times 75 µm. La orientación ortogonal al flujo dentro del microcanal, favoreció la traslación de los cristales, suponiendo que los cristales están lejos de las paredes laterales del canal (200 μ m para nuestro canal de 2mm de ancho). Cerca de las paredes laterales (a menos de 200 μ m), causado la condición de "non-slip" (antideslizamiento) y la forma parabólica del perfil de velocidad, la orientación de los cristales tiende a ser paralela a las paredes laterales, lo que causa que eventualmente el cristal quede atascado. De acuerdo a las simulaciones en tres dimensiones, hemos encontrado que la presencia de un cristal perturba el perfil de velocidad en las direcciones de los ejes longitudinal y transversal del canal (también en el eje vertical, pero todos los cristales observados se encontraron cerca del plano de la superficie inferior). En la dirección transversal del microcanal, se observó en las simulaciones una perturbación del perfil de velocidad que abarca 0.5mm a ambos lados del cristal y 1mm antes y después del la posición del cristal en la dirección longitudinal. Esto es importante en para tener en cuenta que los cristales deben estar separados lo suficiente entre unos de otros para que los resultados experimentales (en donde hay múltiples cristales) y las simulaciones (donde solo se estudia un cristal) puedan coincidir. En este sentido, si los cristales están muy cerca, el perfil de velocidad se perturbará y en consecuencia las fuerzas hidrodinámicas se alterarán. Por otro lado, la longitud de entrada cuando solo se tiene una entrada activa, se encontró que es de 3mm, lo que significa que el perfil de velocidad completamente desarrollado se alcanza 3mm después de la entrada y 3mm antes de la salida del canal. Cuando se utilizan 2 entradas con la misma tasa de flujo, esta distancia se reduce, como se mostró en la figura 2. Sin embargo, en los resultados experimentales reportados en este trabajo, solo se utilizó una entrada.

4.6.1. Descripción del experimento

La velocidad y la distancia que viaja un cristal dentro del canal se estimaron a partir de un video grabado a 30 cuadros por segundo, con una resolución de 640×512 pixeles. La distancia se estimó extrayendo del video los cuadros inicial y final, con un factor de conversión de pixeles a micras de 0.856μ m/pixel utilizando un objetivo de microscopio de $10 \times$. Originalmente, el sistema se calibró con una resolución de 1280×1024 pixeles, con un objetivo de microscopio de 20× resultando en un factor de 0.214 μ m/pixel, al reducir la resolución a la mitad (640×512 pixeles) y al cambiar el objetivo de microscopio por uno de 10× se multiplica por 4 dicho factor. La posición del cristal en los cuadros inicial y final se estimó a partir de su centroide. La referencia de tiempo utilizada para estimar el tiempo entre cuadros del video se obtuvo de la velocidad de imagen del video de 30 cuadros por segundo. Las tasas de flujo (Q) utilizadas para impartir las fuerzas hidrodinámicas suficientes para iniciar el movimiento de los cristales y evitar daño al microcanal, fueron de 40, 60 y 80μ l/min. Una vez que se preparó la muestra, el primer experimento se llevo a cabo con una tasa de flujo $Q = 40 \mu$ l/min con fecha del 15 de abril del 2021 a las 19:55 horas, se grabaron nueve eventos. En el segundo experimento, con $Q = 60 \mu$ l/min el 16 de abril de 2021 a las 13:52 horas, se grabaron 10 eventos. En el último experimento se grabaron 10 eventos el día 16 de abril de 2021 a las 14:48 horas con una tasa de flujo de $Q = 80 \mu$ l/min. En la figura 19 se muestra un extracto del video con la tasa de flujo de $Q = 40 \mu$ l/min en la que se puede apreciar la traslación y rotación del cristal. Las distancias horizontales no están a escala debido al traslape de cuadros entre cambios de orientación consecutivos. Sin embargo se han puesto etiquetas de tiempo, distancia y velocidad.



Figura 19: Rotación/traslación experimental del cristal para Q=40ul/min (imagen tomada de [21])

Vale la pena mencionar que para cada tasa de flujo, algunos eventos reportados iniciaron con un cristal atascado, para lograr moverlo mediante el flujo de la bomba de microfluidos, antes de activar la bomba, se golpeó gentilmente una de las mangueras de entrada con la punta del dedo, lo que causó un flujo súbito con un volumen muy pequeño por lo que no provocó daños al microcanal. El mencionado flujo súbito de una alta tasa de flujo momentanea logró desatascar al cristal. Después del pequeño golpe con el dedo, el cristal se asentó y la bomba de jeringa NE-4002X se activó con el flujo programado. Para la tasa de flujo de $Q = 40 \mu$ l/min, en cinco de nueve eventos el cristal fue despegado con un flujo súbito antes de la activación de la bomba. Para las tasas de flujo $Q = 60 \mu l/min$ y $Q = 80 \mu$ l/min, en seis de diez eventos el cristal se desatascó con el flujo súbito. El cristal atascado con el que se inician algunos de los eventos, no afecta a los resultados obtenidos sobre las fuerzas de oposición que se presentarán en la sección 4.5, ya que la descripción del movimiento del cristal no incluye el comportamiento del cristal antes de empezar a moverse. El comportamiento del cristal atascado está mas allá del alcance de este trabajo. En esta tesis se propone un método para estimar la fuerza de oposición experimentada por un cristal de zeolita cerca del fondo de un microcanal de cuarzo, analizando los datos de los estudios estacionarios y dependientes del tiempo así como la velocimetría de imagen Reemplazando la velocidad traslacional experimental de los cristales en las ecuaciones 4.12 - 4.14, calculamos las fuerzas de oposición para las tres tasas de flujo propuestas. Dicha fuerza de oposición está relacionada a las fuerzas de interacción entre el cristal y la laminilla de cuarzo, y es un parámetro clave en el diseño de sistemas de control de lazo cerrado para el posicionamiento de un cristal en el sistema de coordenadas de imagen. Un resumen de las velocidades de traslación y de las fuerzas de oposición calculadas se muestra en la tabla 13. Una gráfica de las primeras tres columnas de la tabla 13 se muestra en la figura 20. Las barras de error en la figura representan la desviación estandar en la media, la línea punteada es la recta que mejor aproxima a los tres puntos de la gráfica, cuya ecuación se muestra en la figura.

Tasa de flujo (µl/min)	Velocidad promedio (µm/s)	Desviación estándar en la media σ_m (μ m/s)	Fuerza de oposición estimada (nN)
40	276.7	14.8	1.79
60	504.9	21.37	2.59
80	607.1	21.98	3.51

Tabla 13: Resultados experimentales del transporte del cristal.



Figura 20: Velocidades promedio de traslación de un cristal de zeolita ZSM-5 cerca del piso, al centro del canal (imagen tomada de [21])

Capítulo 5. Conclusiones

En esta tesis hemos descrito la construcción de un sistema optofluídico para la manipulación de cristales de zeolita ZSM-5 dentro de un microcanal recto. Por medio de simulaciones numéricas en COMSOL, ha sido posible describir el movimiento de los cristales en un microcanal recto. La motivación de este trabajo, de utilizar un solo cristal para observar las diferentes orientaciones del mismo, nos llevó a estudiar y entender las torcas que actúan en el cristal causadas por el perfil de velocidad parabólico que se desarrolla dentro de un microcanal recto. Concluyendo que la naturaleza del movimiento desarrollado en el transporte de un cristal dentro de un microcanal tiene la combinación de componentes traslacionales y rotacionales, causados por las fuerzas de arrastre y las torcas impartidas al cristal. Siendo el movimiento rotacional el que nos permite observar las diferentes caras del cristal. Este trabajo multidisciplinario ha conjuntado en un sistema, elementos de distintas áreas del conocimiento, como la óptica, microfluídica, electrónica, computación e hidrodinámica. Se han cumplido satisfactoriamente los objetivos planteados en este trabajo y se ha demostrado que la hipótesis resultó ser adecuada para la solución de la pregunta de investigación planteada. Una aplicación directa de los resultados de este trabajo, es la posible observación de reacciones químicas dentro y en la superficie del cristal por medio de la imagen y el espectro de fluorescencia. Un fenómeno que todavía no se ha comprendido, son las fuerzas de interacción entre el cristal y el piso del microcanal, las cuales impiden en ocasiones que el cristal se mueva al activar las bombas de microfluidos. Para resolver este inconveniente, como trabajo futuro, se propone instalar un motor vibratorio colocado sobre una de las mangueras de las entradas del dispositivo microfluídico, el cual induciría un flujo oscilatorio que se cree liberará un cristal atascado. Otra característica deseable en nuestro sistema que no se ha logrado todavía, es la rotación de una sola cara del cristal, lo que creemos que requeriría de una retroalimentación visual de la imagen de la cámara. Hemos quedado satisfechos con los resultados de este trabajo y esperamos continuar con la línea de investigación de micromanipulación de cristales de zeolita en microcanales rectos, en la que aun hay trabajo por hacer.

Lista de contribuciones académicas

Publicación internacional

En febrero de 2023, en la revista Applied Sciences:

"Method and Experimental Study of Zeolite Crystal Manipulation Based in Hydrodynamic Forces for Single Crystal Assessment", **De la Torre Dann**, Garcés-Chávez Veneranda, Sanchez-Lopez Juan De Dios, O'Donnell Kevin A., Nieto-Hipólito Juan I., Yocupicio-Gaxiola Rosario I., Applied Sciences. 2023, 13 (4). https://doi.org/10.3390/app13042699.

Conferencias internacionales

En octubre de 2022, en Ensenada, B.C., en CNyN - UNAM:

"Design and fabrication of a microfluidic device for manipulating single ZSM-5 zeolite crystals", Veneranda G. Garces, **Dann De La Torre**, Juan de Dios Sanchez-Lopez, Rosario I. Yocupicio-Gaxiola, Sergio Fuentes-Moyado, Vitalii Petranovskii, Kevin A. O'Donnell, Symposium "50 years of zeolites in México". Ponencia, 2022.

En septiembre de 2022, en Ensenada, B.C., en UABC:

"Design and Implementation on an Optofluidic System for Manipulation and Study of Micro-Objects Near the Bottom of A Microchannel Based on Hydrodynamic Forces", **Dann De la Torre**, Veneranda Garcés, Juan de Dios Sanchez, Kevin O'Donnell, Juan I. Nieto-Hipolito, Cartel, EDIESCA 2022.

En agosto del 2019, en el centro de convenciones de San Diego, California: "Motility assessment of green biflagellated microalgae in an optical trap using back focal plane interferometry", Beatriz A. Juarez-Alvarez, **Dann De la Torre**, Veneranda G. Garces, Beatriz Cordero-Esquivel, Juan de Dios Sanchez, Gabriel C. Spalding, Kevin A. O'Donnell, Proc. SPIE 11083, Optical Trapping and Optical Micromanipulation XVI, 1108338 (2019), https://doi.org/10.1117/12.2529506

Conferencia nacional

En septiembre de 2019, en Ensenada, B.C. en CICESE: "Behavior of a Dunaliella microalgae in an optical trap", Beatriz A. Juarez-Alvarez, **Dann** **De la Torre**, Veneranda G. Garces, Beatriz Cordero-Esquivel, Abelardo Campos, Juan de Dios Sanchez, Kevin A. O'Donnell, VIII Congreso Regional de Óptica CReO, Cartel, 2019

Lista de referencias bibliográficas

- F. C. Hendriks, J. E. Schmidt, J. A. Rombouts, K. Lammertsma, P. C. Bruijnincx, and B. M. Weckhuysen, "Probing Zeolite Crystal Architecture and Structural Imperfections using Differently Sized Fluorescent Organic Probe Molecules," *Chemistry - A European Journal*, vol. 23, no. 26, pp. 6305–6314, 2017.
- [2] B. A. Juarez-Alvarez, De la Torre, Dann, V. G. Garces, B. Cordero-Esquivel, J. D. Sanchez-Lopez, G. C. Spalding, and K. A. O'Donnell, "Motility assessment of green biflagellated microalgae in an optical trap using back focal plane interferometry," in *Optical Trapping and Optical Micromanipulation XVI* (K. Dholakia and G. C. Spalding, eds.), SPIE, Sept. 2019.
- [3] S. Zhang, Y. Wang, P. Onck, and J. den Toonder, "A concise review of microfluidic particle manipulation methods," *Microfluidics and Nanofluidics*, vol. 24, no. 4, pp. 1– 20, 2020.
- [4] S. Torino, M. Iodice, I. Rendina, and G. Coppola, "Microfluidic technology for cell hydrodynamic manipulation," *AIMS Biophysics*, vol. 4, no. 2, pp. 178–191, 2017.
- [5] C. Monat, P. Domachuk, C. Grillet, M. Collins, B. J. Eggleton, M. Cronin-Golomb, S. Mutzenich, T. Mahmud, G. Rosengarten, and A. Mitchell, "Optofluidics: A novel generation of reconfigurable and adaptive compact architectures," *Microfluidics and Nanofluidics*, vol. 4, no. 1-2, pp. 81–95, 2008.
- [6] E. Stavitski, M. H. Kox, and B. M. Weckhuysen, "Revealing shape selectivity and catalytic activity trends within the pores of H-ZSM-5 crystals by time- and spaceresolved optical and fluorescence microspectroscopy," *Chemistry - A European Journal*, vol. 13, no. 25, pp. 7057–7065, 2007.
- [7] M. B. Roeffaers, B. F. Sels, H. Uji-i, F. C. De Schryver, P. A. Jacobs, D. E. De Vos, and J. Hofkens, "Spatially resolved observation of crystal-face-dependent catalysis by single turnover counting," *Nature*, vol. 439, no. 7076, pp. 572–575, 2006.
- [8] M. B. Roeffaers, J. Hofkens, G. De Cremer, F. C. De Schryver, P. A. Jacobs, D. E. De Vos, and B. F. Sels, "Fluorescence microscopy: Bridging the phase gap in catalysis," *Catalysis Today*, vol. 126, no. 1-2, pp. 44–53, 2007.
- [9] S. Torino, M. Iodice, I. Rendina, G. Coppola, and E. Schonbrun, "A microfluidic approach for inducing cell rotation by means of hydrodynamic forces," *Sensors (Switzerland)*, vol. 16, no. 8, 2016.
- [10] J. Suo, E. E. Edwards, A. Anilkumar, T. Sulchek, D. P. Giddens, and S. N. Thomas, "Force and torque on spherical particles in micro-channel flows using computational fluid dynamics," *Royal Society Open Science*, vol. 3, no. 7, 2016.
- [11] N. Shukla and K. H. Henthorn, "Effect of relative particle size on large particle detachment from a microchannel," *Microfluidics and Nanofluidics*, vol. 6, no. 4, pp. 521–527, 2009.
- [12] P. Hahn, A. Lamprecht, and J. Dual, "Numerical simulation of micro-particle rotation by the acoustic viscous torque," *Lab on a Chip*, vol. 16, no. 23, pp. 4581–4594, 2016.

- [13] M. Tanyeri and C. M. Schroeder, "Manipulation and confinement of single particles using fluid flow," *Nano Letters*, vol. 13, no. 6, pp. 2357–2364, 2013.
- [14] A. Shenoy, D. Kumar, S. Hilgenfeldt, and C. M. Schroeder, "Flow Topology during Multiplexed Particle Manipulation Using a Stokes Trap," *Physical Review Applied*, vol. 12, no. 5, p. 1, 2019.
- [15] D. Kumar, A. Shenoy, S. Li, and C. M. Schroeder, "Orientation control and nonlinear trajectory tracking of colloidal particles using microfluidics," *Physical Review Fluids*, vol. 4, no. 11, pp. 1–24, 2019.
- [16] A. A. Khalili, M. R. Ahmad, M. Takeuchi, M. Nakajima, Y. Hasegawa, and R. M. Zulkifli, "A microfluidic device for hydrodynamic trapping and manipulation platform of a single Biological cell," *Applied Sciences (Switzerland)*, vol. 6, no. 2, pp. 12–14, 2016.
- [17] A. Benavente-Babace, D. Gallego-Pérez, D. J. Hansford, S. Arana, E. Pérez-Lorenzo, and M. Mujika, "Single-cell trapping and selective treatment via co-flow within a microfluidic platform," *Biosensors and Bioelectronics*, vol. 61, pp. 298–305, 2014.
- [18] H. Berthet, M. Fermigier, and A. Lindner, "Single fiber transport in a confined channel: Microfluidic experiments and numerical study," *Physics of Fluids*, vol. 25, no. 10, 2013.
- [19] H. Bruus, *Theoretical Microfluidics*. Oxford Master Series in Physics, London, England: Oxford University Press, Nov. 2007.
- [20] H. A. Stone, *Introduction to Fluid Dynamics for Microfluidic Flows*, pp. 5–30. Boston, MA: Springer US, 2007.
- [21] De la Torre, Dann, V. Garcés-Chávez, J. D. D. Sanchez-Lopez, K. A. O'Donnell, J. I. Nieto-Hipólito, and R. I. Yocupicio-Gaxiola, "Method and Experimental Study of Zeolite Crystal Manipulation Based in Hydrodynamic Forces for Single Crystal Assessment," *Applied Sciences (Switzerland)*, vol. 13, no. 4, 2023.
- [22] T. Ahmad and I. Hassan, "Experimental analysis of microchannel entrance length characteristics using microparticle image velocimetry," *Journal of Fluids Engineering, Transactions of the ASME*, vol. 132, no. 4, pp. 0411021–04110213, 2010.
- [23] K. Wiklund, H. Zhang, T. Stangner, B. Singh, E. Bullitt, and M. Andersson, "A drag force interpolation model for capsule-shaped cells in fluid flows near a surface," *Microbiology*, vol. 164, no. 4, pp. 483–494, 2018.
- [24] B. R. Munson, D. F. Young, T. H. Okiishi, and W. W. Huebsch, *Fundamentals of fluid mechanics*. Hoboken, NJ: Wiley-Blackwell, 6 ed., Jan. 2009.
- [25] A. J. Goldman, R. G. Cox, and H. Brenner, "Slow viscous motion of a sphere parallel to a plane wall-II Couette flow," *Chemical Engineering Science*, vol. 22, no. 4, pp. 653–660, 1967.
- [26] J. Happel and H. Brenner, Low Reynolds number hydrodynamics. Mechanics of Fluids and Transport Processes, Dordrecht, Netherlands: Kluwer Academic, Sept. 1983.

- [27] G. M. Burdick, N. S. Berman, and S. P. Beaudoin, "Describing hydrodynamic particle removal from surfaces using the particle Reynolds number," *Journal of Nanoparticle Research*, vol. 3, no. 5-6, pp. 455–467, 2001.
- [28] X. Xu, Z. Li, and A. Nehorai, "Finite element simulations of hydrodynamic trapping in microfluidic particle-trap array systems," *Biomicrofluidics*, vol. 7, no. 5, 2013.
- [29] A. S. Booeshaghi, E. d. V. Beltrame, D. Bannon, J. Gehring, and L. Pachter, "Principles of open source bioinstrumentation applied to the poseidon syringe pump system," *Scientific Reports*, vol. 9, no. 1, pp. 1–8, 2019.
- [30] F. Akkoyun and A. Ozcelik, "A Simple Approach for Controlling an Open-Source Syringe Pump," *European Mechanical Science*, vol. 4, no. 4, pp. 166–170, 2020.
- [31] Y. Yalikun, Y. Akiyama, T. Hoshino, and K. Morishima, "A bio-manipulation method based on the hydrodynamic force of multiple microfluidic streams," *Journal of Robotics and Mechatronics*, vol. 25, no. 4, pp. 611–618, 2013.
- [32] M. A. Md Ali, K. K. Ostrikov, F. A. Khalid, B. Y. Majlis, and A. A. Kayani, "Active bioparticle manipulation in microfluidic systems," *RSC Advances*, vol. 6, no. 114, pp. 113066–113094, 2016.
- [33] S. A. Ariffin, U. Hashim, and T. Adam, "Numerical simulation of microfluidic separators," *Advanced Materials Research*, vol. 795, pp. 459–463, 2013.