

# Trabajo de Fin de Grado

## Grado en Ingeniería Aeroespacial

Determinación experimental de la carga eléctrica transportada por las primeras gotas emitidas en la formación de un cono de Taylor

Autor: Gabriela Morales Gonzales

Tutor: Alfonso Miguel Gañán Calvo

Dep. Ingeniería Aeroespacial y Mecánica de  
Fluidos

Escuela Técnica Superior de Ingeniería

Sevilla, 2017





Trabajo Fin de Grado  
Grado en Ingeniería Aeroespacial

# **Determinación experimental de la carga eléctrica transportada por las primeras gotas emitidas en la formación de un cono de Taylor**

Autor:

Gabriela Morales Gonzales

Tutor:

Alfonso Miguel Gañán Calvo

Catedrático de Universidad

Dep. de Ingeniería Aeroespacial y Mecánica de Fluidos

Escuela Técnica Superior de Ingeniería

Universidad de Sevilla

Sevilla, 2017



Trabajo Fin de Grado: Determinación experimental de la carga eléctrica transportada por las primeras gotas emitidas en la formación de un cono de Taylor

Autor: Gabriela Morales Gonzales

Tutor: Alfonso Miguel Gañán Calvo

El tribunal nombrado para juzgar el Trabajo arriba indicado, compuesto por los siguientes miembros:

Presidente:

Vocales:

Secretario:

Acuerdan otorgarle la calificación de:

Sevilla, 2017

El Secretario del Tribunal



*A mis padres y mi hermana*



# Agradecimientos

---

Por encima de todo tengo que agradecer a mis padres por el esfuerzo que han puesto estos años para que pueda estudiar lejos de casa, espero poder devolverles pronto todo lo que me han dado. También a mi hermana por ayudarme a mantenerme cuerda mientras tanto. Y a Emilio por su confianza plena y sus palabras tranquilizadoras. A mis amigos por hacer estos años más valiosos.

Respecto a este trabajo tengo que agradecer enormemente la ayuda que me ha prestado tanto en el laboratorio como en la distancia Francisco Cruz Mazo. En el laboratorio, donde he pasado todos estos meses, también he recibido la ayuda desinteresada de Irene de Arcos y el maestro de taller, Manuel. Por último, también agradecer a mi tutor, Alfonso, por guiarme y brindarme la oportunidad de realizar un trabajo experimental del que me llevo muchísima experiencia que seguro me servirá en mi futuro laboral.

*Gabriela Morales Gonzales*

*Sevilla, 2017*



# Resumen

---

El cono-chorro de Taylor es un modo o configuración geométrica de electrospray, en el que la interfase de la gota generadora con el fluido en que está inmersa presenta una forma cónica desde cuyo vértice se produce la emisión del chorro. La técnica de electrospray consiste en el aprovechamiento de fenómenos electrohidrodinámicos para producir un spray de gotas muy pequeñas a partir de una gota situada en el extremo de un capilar.

Este trabajo trata de explorar una metodología experimental para la obtención de la carga eléctrica transportada por la primera gota que se forma mediante la técnica de electrospray cuando se produce en régimen no estacionario y en modo cono-chorro de Taylor.

A lo largo del mismo se detallarán el montaje experimental y los componentes empleados para realizar los experimentos. Se describirán los pasos seguidos para analizar las imágenes obtenidas y se determinará indirectamente la carga eléctrica transportada por la primera gota a través de la trayectoria seguida por la misma. El campo eléctrico creado por el montaje experimental se calculará numéricamente con un software comercial. Finalmente se compararán los resultados obtenidos con ciertas leyes de escala.



# Abstract

---

The Taylor cone-jet is a mode or geometric configuration of electrospray, in which the interphase of the generating drop with the fluid in which it is immersed presents a conical form from whose vertex the emission of the jet takes place. The electrospray technique consists in the use of electrohydrodynamic phenomena to produce a spray of very small drops from a drop located at the end of a capillary.

This work tries to explore an experimental methodology to obtain the electric charge carried by the first drop that is formed by the electrospray technique when it is produced in non-stationary mode and in Taylor-cone-jet mode.

Along the same will detail the experimental setup and the components used to perform the experiments. The steps taken to analyze the images obtained will be described and the electric charge carried by the first drop through the path followed by it will be determined indirectly. The electric field created by the experimental setup will be calculated numerically with commercial software. Finally, we will compare the results obtained with certain laws of scale.



<b>Agradecimientos</b>	<b>ix</b>
<b>Resumen</b>	<b>xi</b>
<b>Abstract</b>	<b>xiii</b>
<b>Índice</b>	<b>xv</b>
<b>Índice de Tablas</b>	<b>xvii</b>
<b>Índice de Figuras</b>	<b>xviii</b>
<b>Notación</b>	<b>xx</b>
<b>1 Antecedentes de Electropray</b>	<b>1</b>
1.1 <i>Principales Modos de Electropray</i>	3
1.1.1 Dripping mode	3
1.1.2 Modo cono-chorro de Taylor	3
1.1.3 Microdripping mode	5
1.1.4 Chorro simple y ramificado	5
1.1.5 Spindle mode	6
1.2 <i>Aplicaciones del Electropray</i>	7
1.3 <i>Modo Cono-Chorro de Taylor y Leyes de Escala</i>	8
<b>2 Metodología</b>	<b>11</b>
2.1 <i>Planteamiento experimental</i>	11
2.1.1 Disposición de los electrodos	11
2.1.2 Cálculo del campo eléctrico	13
2.1.3 Determinación indirecta de la carga a través de la trayectoria	14
2.1.4 Determinación de tamaño de la primera gota	18
2.1.5 Relación entre la tensión aplicada y el volumen de la gota en la aguja	19
2.1.6 Determinación de la conductividad	21
2.2 <i>Montaje Experimental</i>	22
2.2.1 Esquema general del montaje	22
2.2.2 Mesa de trabajo	23
2.2.3 Cámara de alta velocidad de adquisición de imágenes	23
2.2.4 Cámara auxiliar	24
2.2.5 Elementos de iluminación	24
2.2.6 Bomba de jeringa	25
2.2.7 Fuente de tensión	26
2.2.8 Amplificador de tensión	26
2.2.9 Osciloscopio	27
2.2.10 Goniómetros	27
<b>3 Resultados Experimentales y Numéricos</b>	<b>29</b>
3.1 <i>Relación Volumen de la Gota y la Tensión Aplicada</i>	29
3.2 <i>Proceso de formación del chorro y desintegración final</i>	30
3.3 <i>Tamaño de la Primera Gota</i>	31

3.4	<i>Campo eléctrico</i>	32
3.5	<i>Diferentes Trayectorias Obtenidas</i>	37
3.6	<i>Comparación con las Leyes de Escala para la Carga de la Primera Gota</i>	42
<b>4</b>	<b>Posibles Líneas de Mejora y Desarrollo Futuro</b>	<b>47</b>
4.1	<i>Mejora de la Configuración Geométrica</i>	47
4.2	<i>Puntos de la Trayectoria</i>	47
4.3	<i>Automatización de la Adquisición de Imágenes</i>	47
4.4	<i>No Linealidades</i>	48
	<b>Referencias</b>	<b>49</b>

# ÍNDICE DE TABLAS

---

Tabla 1. Propiedades del líquido	22
Tabla 2. Resultados para la carga	46

# ÍNDICE DE FIGURAS

---

Figura 1-1. Rotura en forma de abanico observada por Zeleny [1]	1
Figura 1-2. Ángulos de Taylor en una película de jabón en el instante de emisión del chorro [2].	2
Figura 1-3. Cono de Taylor previo al colapso captado en el laboratorio	3
Figura 1-4. Cono de Taylor, instante de eyección	4
Figura 1-5. Modo cono chorro desarrollado	4
Figura 1-6. Tres chorros coexistiendo simultáneamente	5
Figura 1-7. Modo ramificado	5
Figura 1-8. Modo chorro ramificado	6
Figura 1-9. Spindle mode	6
Figura 1-10. Microcápsulas (Loscertales et al. (2002)) [8]. El diámetro externo en A es de 10 $\mu\text{m}$ y en B es de 8 $\mu\text{m}$	7
Figura 2-1. Modelo en Catia de los electrodos	11
Figura 2-2. Detalle de los electrodos	12
Figura 2-3. Disposición de los electrodos en COMSOL, plano medio.	12
Figura 2-4. Sistema de referencia global	13
Figura 2-5. Toma para posicionar los elementos entre sí	13
Figura 2-6. Herramienta de tratamiento de imágenes ImageJ	14
Figura 2-7. Calibre de 500 micras	14
Figura 2-8. Ejemplo de seguimiento de la trayectoria	15
Figura 2-9. Datos de posición y fotograma	16
Figura 2-10. Primeras gotas con un zoom menor	18
Figura 2-11. Detalle de los píxeles de información	18
Figura 2-12. Primeras gotas con el zoom máximo	19
Figura 2-13. Detalle de los píxeles de información	19
Figura 2-14. Instante de eyección desde el cono de Taylor	20
Figura 2-15. Detalle del cálculo del volumen del menisco	20
Figura 2-16. Montaje para medir la conductividad	21
Figura 2-17. Vista general del montaje experimental	22
Figura 2-18. Mesa de trabajo	23
Figura 2-19. Cámara de alta velocidad HPV-2	23
Figura 2-20. Cámara MotionProX4 Plus	24
Figura 2-21. Flash	24
Figura 2-22. Fuente de luz blanca	25

Figura 2-23. Bomba de jeringa	25
Figura 2-24. Fuente de tensión continua	26
Figura 2-25. Amplificador de tensión	26
Figura 2-26. Osciloscopio	27
Figura 2-27. Posicionador de la cámara de alta velocidad	27
Figura 2-28. Posicionador de la aguja	28
Figura 3-1. Eyección del chorro	30
Figura 3-2. Evolución del chorro aguas abajo	31
Figura 3-3. Mallado de las superficies	32
Figura 3-4. Mallado del entorno (volumen de aire)	32
Figura 3-5. Potencial eléctrico en el plano medio	33
Figura 3-6. Potencial eléctrico en el entorno de la aguja	33
Figura 3-7. Componente $E_x$ en el plano medio	34
Figura 3-8. Componente $E_z$ en el plano medio	34
Figura 3-9. Componente $E_y$ en el plano transversal al movimiento	35
Figura 3-10. Componente $E_y$ en el plano medio	35
Figura 3-11. Puntos de la trayectoria en COMSOL	37
Figura 3-12. Vídeo 1. Ajuste con polinomio de grado 2	38
Figura 3-13. Vídeo 1. Ajuste con polinomios de grado 3 y 4	38
Figura 3-14. Vídeo 2. Ajuste con polinomio de grado 2	39
Figura 3-15. Vídeo 2. Ajuste con polinomio de grado 3 y 4	39
Figura 3-16. Vídeo 3. Ajuste con polinomio de grado 2	40
Figura 3-17. Vídeo 3. Ajuste con polinomio de grado 3 y 4	40
Figura 3-18. Vídeo 4. Trayectoria hacia la derecha	41
Figura 3-19. Vídeo 4. Trayectoria hacia la derecha 2	41

# Notación

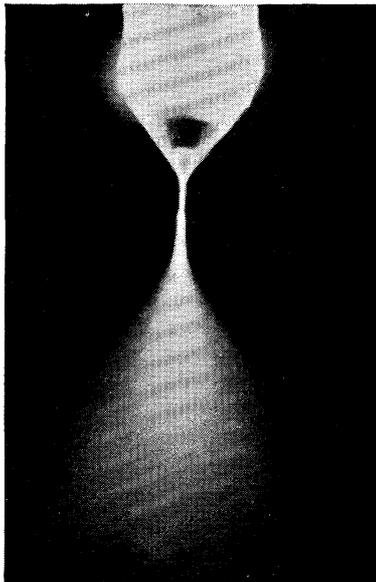
---

$\rho$	Densidad
$\rho_{\text{air}}$	Densidad del aire
$\mu$	Viscosidad dinámica
$\mu_{\text{air}}$	Viscosidad dinámica del aire
$K$	Conductividad eléctrica
$\sigma$	Tensión superficial
$\epsilon_0$	Permitividad absoluta del aire
$\epsilon_i$	Permitividad absoluta
$\beta$	Constante dieléctrica
$q$	Carga eléctrica
$\bar{q}$	Carga eléctrica media
$q_{\text{min}}$	Carga eléctrica mínima
$q_R$	Carga límite de Rayleigh
$q_l$	Carga eléctrica con ley de escala
$v$	Vector velocidad
$a$	Vector aceleración
$E$	Vector del campo eléctrico
$D$	Diámetro de la gota
$d$	Diámetro del tubo
$L$	Longitud del tubo
$d_0$	Distancia característica
$t_0$	Tiempo característico
$v_0$	Velocidad característica
$E_0$	Intensidad de campo eléctrico característico
$q_0$	Carga característica
$\delta_\mu$	Número adimensional
$t$	Tiempo
frame	Fotograma
$\Delta$	Incremento
$N$	Número de puntos
$F$	Vector fuerza
$Re$	Número de Reynolds
$D$	Vector resistencia
$V$	Tensión o potencial eléctrico
$R$	Resistencia óhmica

# 1 ANTECEDENTES DE ELECTROSPRAY

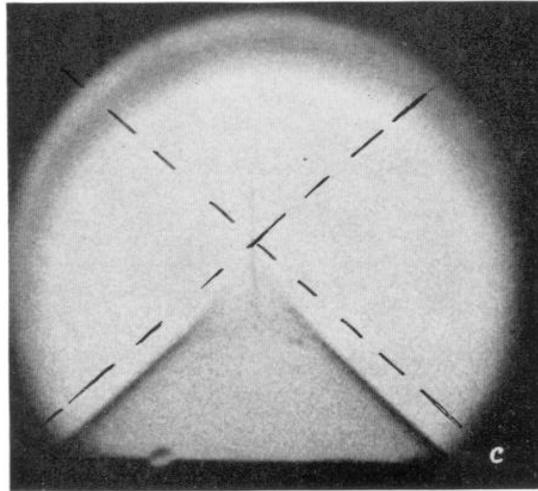
---

Desde principios del siglo XX viene analizándose la desintegración de la superficie de un líquido debido a la presencia de un campo eléctrico. Hasta 1915 dichas observaciones se realizaron mediante microscopios y la precisión del ojo humano, fue entonces cuando Zeleny [1], como pionero, introdujo el uso de la fotografía para capturar este fenómeno. Su montaje experimental consistía en un tubo de cristal de un diámetro inferior al milímetro conectado por el extremo superior a un depósito del líquido mientras del extremo inferior pendía la gota de líquido objeto de la observación. Situó un par de centímetros por debajo de este extremo inferior una placa con un orificio conectada a tierra y cargó el líquido a varios miles de voltios. Ya en su estudio se descartó el agua como líquido de experimentación debido a que presenta una tensión superficial demasiado alta, en su lugar empleó alcohol etílico y glicerina. Zeleny pudo observar que bajo ciertas condiciones de potencial eléctrico y presión hidrostática era posible que la gota al final del tubo tomara la forma de un cono con un hilo muy fino de líquido partiendo de su vértice.



*Figura 1-1. Rotura en forma de abanico observada por Zeleny [1]*

El problema físico empezó a estudiarse en profundidad en la segunda mitad del siglo XX a raíz de los estudios de Taylor [2] sobre la estabilidad de la interfase cónica. Mientras que Zeleny explica que la desintegración de la gota comienza debido a una inestabilidad hidrodinámica y asume que dicha inestabilidad ocurre cuando las presiones por dentro y por fuera de la gota se igualan, Taylor corrige esta asunción y propone que la inestabilidad no ocurre si no existe tal diferencia de presión. En sus estudios determina que la inestabilidad de una gota alargada por un campo eléctrico empieza cuando la longitud de la misma es de 1-9 veces su diámetro ecuatorial. A partir de esta idea estudió la forma que adopta la interfase del extremo de la gota, observó que se forma un cono desde el que finalmente se eyecta un chorro muy fino. Por último, dedujo que podía existir una interfase cónica de equilibrio entre dos fluidos solo si el ángulo semivertical del mismo era de  $49.3^\circ$ .



*Figura 1-2. Ángulos de Taylor en una película de jabón en el instante de emisión del chorro [2].*

Más recientemente, Cloupeau y Prunet-Foch [3] establecieron una nomenclatura para los diferentes modos de electrospray y estudiaron cualitativamente y paramétricamente varios de estos regímenes. Durante la realización de los experimentos llevados a cabo en el presente trabajo se pudo grabar muchos de los modos descritos por estos autores.

Más adelante describiremos brevemente los modos principales: cone-jet, multijet, microdripping, simple jet, ramified jet (que incluye la configuración en abanico que observó Zeleny) y el modo spindle.

Debido al interés de ciertas aplicaciones que solo necesitan un flujo estacionario, el modo cono-chorro estacionario ha sido de especial interés y se ha explorado ampliamente su física, en términos de experimentos, simulaciones numéricas y leyes de escala, tanto en lo que respecta al tamaño de gota resultante como a la intensidad de corriente transportada por el flujo.

No obstante, en los últimos años, el electrospray transitorio ha generado interés por las posibilidades que ofrece para otro tipo de aplicaciones como impresión 3D. Particularmente su estudio comienza con el trabajo pionero de Collins et al. [4] sobre la simulación numérica del proceso de fisión de gotas electrificadas donde se establecen las leyes de escala para la carga crítica de fisión. Las publicaciones más recientes sobre este tema, Pillai et al. (2016) [5] y Gañán-Calvo et al. (2016) [6], ofrecen una descripción más completa del fenómeno, porque rigidizan las asunciones asumidas por Collins et al. además de explorar regímenes más amplios. El trabajo de Pillai et al. es teórico-numérico, pero la publicación de Gañán-Calvo et al. incorpora algunos experimentos para validar los desarrollos en término de leyes de escala que se exponen, particularmente para el tamaño de la primera gota eyectada, dejando el desarrollo acerca de la carga crítica a validar experimentalmente.

Específicamente, este trabajo de fin de grado pretende humildemente explorar una metodología para estudiar la carga eléctrica que transporta la primera gota eyectada, a fin de comparar los resultados obtenidos con las teorías propuestas por los tres grupos anteriores.

## 1.1 Principales Modos de Electroctrospray

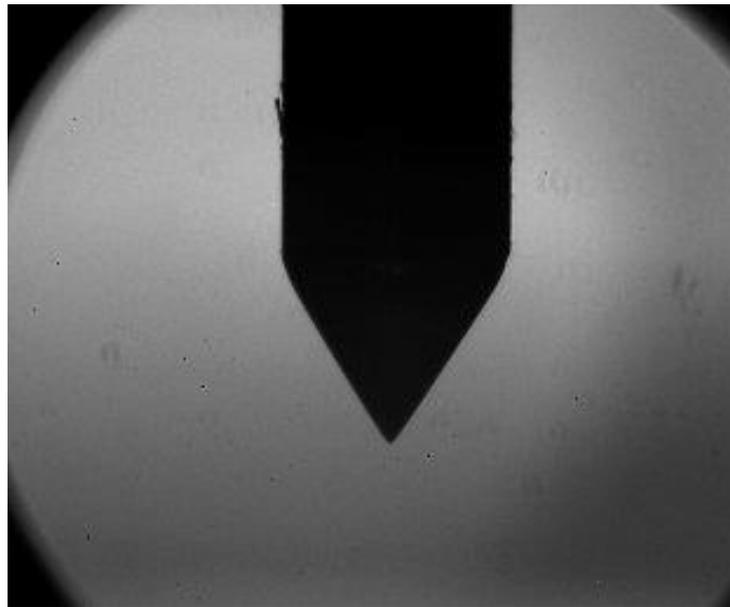
A lo largo de la realización de este trabajo se han ido observando diversos fenómenos o configuraciones que, en su mayoría, han sido recogidas y descritas por Cloupeau y Prunet-Foch en [3]. A continuación, describiremos cualitativamente los modos de electroctrospray y cuando sea posible ejemplificaremos el modo con imágenes obtenidas durante nuestros experimentos.

### 1.1.1 Dripping mode

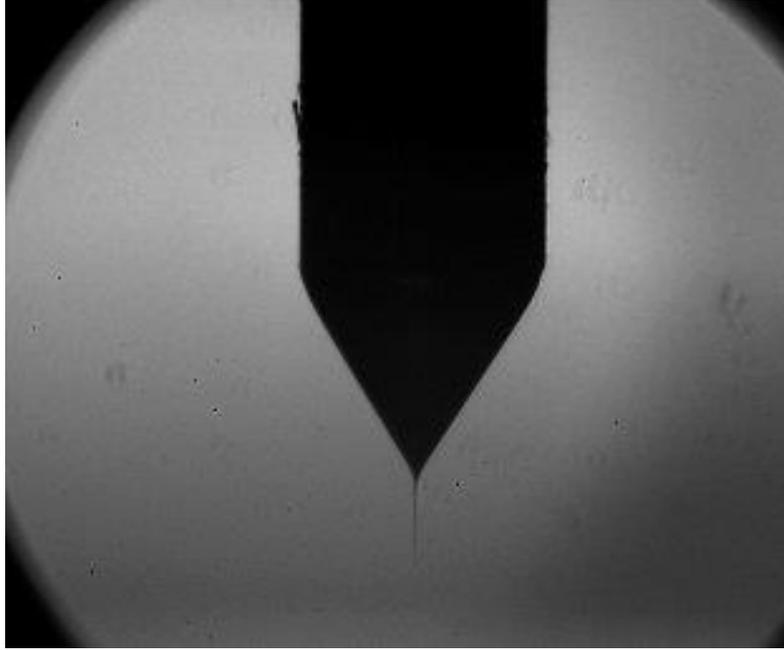
Este modo se obtiene permitiendo el flujo libre de líquido a través del capilar. Por lo general el diámetro de las gotas que se forman en este régimen es mayor que el del capilar del que surgen, lo que lleva a la producción de gotas grandes con baja frecuencia de emisión. A medida se aumenta la intensidad del campo eléctrico la frecuencia de emisión crece, este efecto también puede lograrse reduciendo el diámetro del capilar emisor, lo cual también reduce el diámetro de las gotas producidas.

### 1.1.2 Modo cono-chorro de Taylor

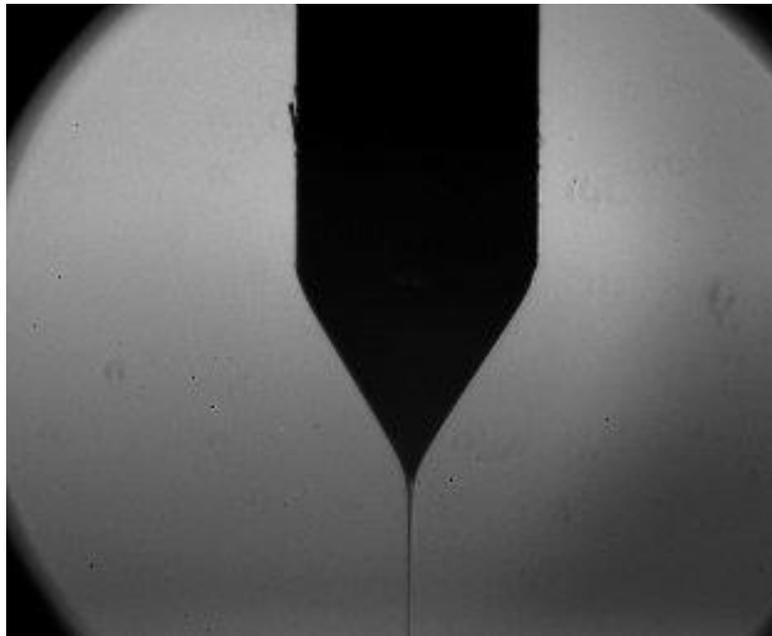
Este supone el modo de funcionamiento más interesante, con más aplicaciones y sobre el que se han realizado más trabajos teóricos y experimentales. Además, es el modo que se estudia en el presente trabajo, aunque en su régimen transitorio. Fue observado por primera vez por Zeleny, pero el estudio y nombre de la entrefase cónica se debe a Taylor. Puede obtenerse con líquidos de conductividades muy diferentes lo que lo hace muy atractivo para diversos desarrollos tecnológicos; por ejemplo, permite la producción de aerosoles con tamaño de gota variados, incluso a escala submicrométrica.



*Figura 1-3. Cono de Taylor previo al colapso captado en el laboratorio*

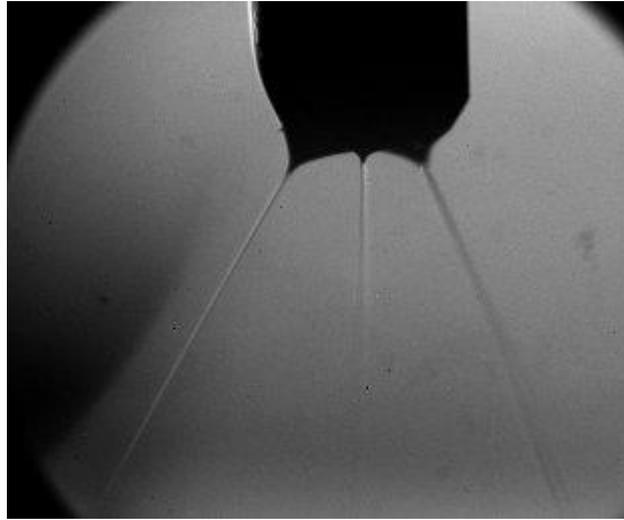


*Figura 1-4. Cono de Taylor, instante de eyección*



*Figura 1-5. Modo cono chorro desarrollado*

Dentro de este modo se han observado variantes como el modo intermitente o por pulsos, modo multi-jet o multicone-jet y el modo cono ramificado.



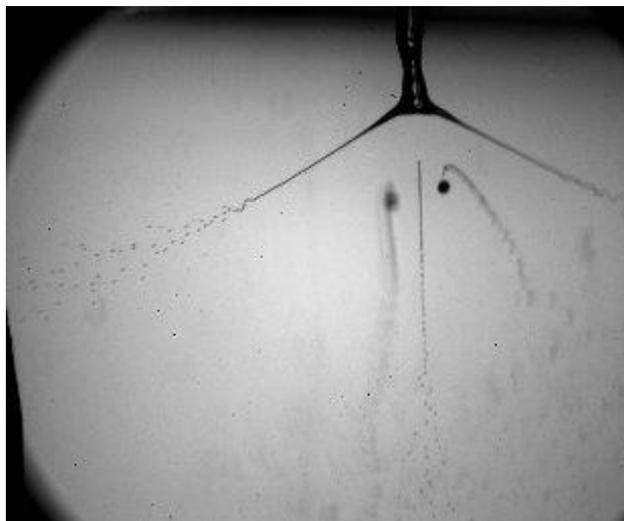
*Figura 1-6. Tres chorros coexistiendo simultáneamente*

### 1.1.3 Microdripping mode

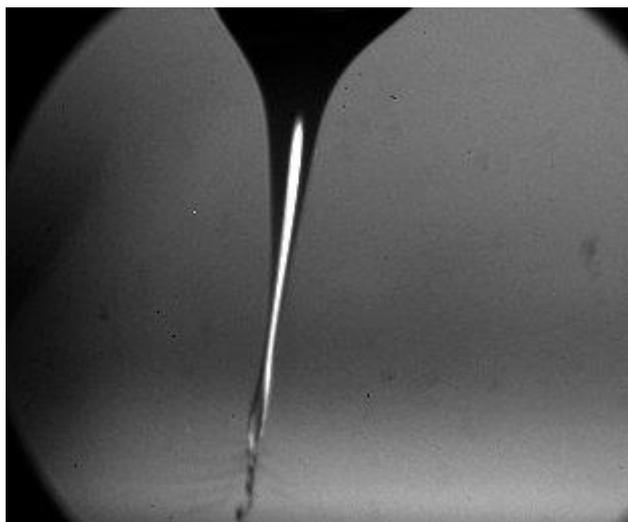
En este modo se emiten gotas aisladas una a una directamente desde el vértice de la gota inicial y no mediante la desintegración de un hilo de líquido. Con este modo se han obtenido aerosoles de partículas monodispersas y con la característica de que las gotas poseen un diámetro mucho menor que las producidas en el modo dripping puro.

### 1.1.4 Chorro simple y ramificado

En ausencia de un campo eléctrico aplicado, el líquido forma un chorro permanente que se mantiene gracias al caudal impuesto. Cuando se aumenta la diferencia de potencial aparece el modo cono-chorro descrito antes hasta que la diferencia de potencial es tan alta que el chorro empieza a ramificarse, pudiendo generarse multitud de ramificaciones.



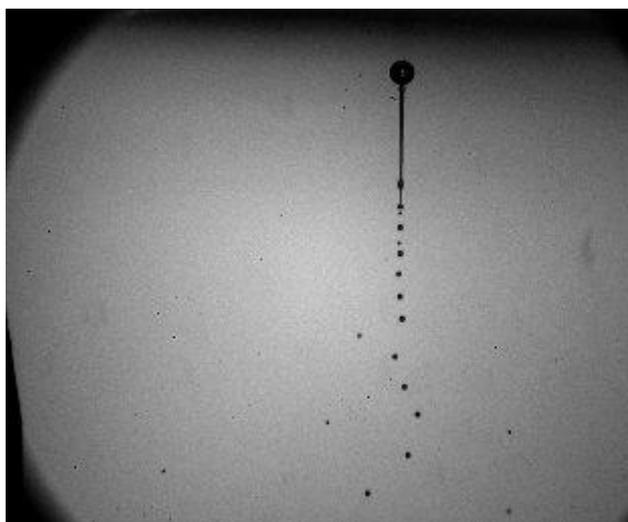
*Figura 1-7. Modo ramificado*



*Figura 1-8. Modo chorro ramificado*

### 1.1.5 Spindle mode

En este modo coexisten la formación de gotas por rotura de un filamento de líquido y la formación directamente a partir de la rotura del menisco inicial. El proceso de formación comienza con el estrechamiento del menisco originario que da lugar a la emisión del chorro desde el vértice, aguas abajo el chorro se rompe en gotas, esta parte del proceso es la misma que el modo cono-chorro. En cierto instante el menisco sufre un estiramiento pronunciado y acaba desprendiéndose un filamento grueso con forma de eje (spindle) que posteriormente se contrae formando una gota más grande que las anteriores. Finalmente, el resto del filamento se divide en gotas más pequeñas y se reanuda el ciclo de formación.



*Figura 1-9. Spindle mode*

## 1.2 Aplicaciones del Electropray

La técnica de electropray se puede encontrar en la actualidad en muchas aplicaciones que van desde la microencapsulación de sustancias hasta la producción de fibras compuestas. Entre las más destacadas encontramos la ionización mediante electropray, que se emplea en la espectrometría de masas; esta técnica fue descrita por primera vez por Fenn et al. [7] en 1989 para el análisis de macromoléculas polares. La espectrometría de masas es un proceso de análisis de la composición molecular de una sustancia, las moléculas se desintegran en iones en el vacío y se analiza su trayectoria bajo la aplicación de un campo eléctrico, magnético o ambos. A partir de dichas trayectorias se obtiene una relación carga/masa. Esta publicación le valió a John B. Fenn el Premio Nobel de Química en el año 2002.

Otra aplicación destacada es la micro/nano encapsulación descrita por Loscertales en 2002 [8]. Se trata de un método con el que se generan chorros estacionarios coaxiales de dos líquidos no miscibles, el chorro compuesto luego se rompe resultando un aerosol de gotas compuestas monodispersas en las que el líquido exterior rodea y encierra al líquido interior. Este proceso resulta de especial interés para la encapsulación de aditivos alimentarios, la liberación controlada de fármacos en el organismo y el procesamiento de materiales especiales.



Figura 1-10. Microcápsulas (Loscertales et al. (2002)) [8]. El diámetro externo en A es de  $10\ \mu\text{m}$  y en B es de  $8\ \mu\text{m}$

Puede mencionarse también la producción de microfibras (Doshi y Reneker, 1995) [9] mediante un método denominado electrospinning. Se emplea líquidos que solidifican antes de la rotura del capilar, por ejemplo, con polímeros de alto peso molecular disueltos en disolventes volátiles.

También puede encontrarse aplicaciones en la creación de nuevos recubrimientos de materiales, la sinterización de nuevos fármacos o nuevos productos alimenticios. Respecto a este último se ha llevado a cabo estudios sobre la curcumina, un colorante alimenticio, el cual presenta una baja solubilidad en agua lo cual limita su dispersión dentro del alimento. Gómez-Estaca (2015) [10], propone una solución a este problema mediante la microencapsulación de la curcumina dentro de microesferas de gelatina producidas mediante el método de electropray con lo que se observa una mejora sustancial tanto en la solubilidad en agua y la bioaccesibilidad del ingrediente.

### 1.3 Modo Cono-Chorro de Taylor y Leyes de Escala

La física del régimen estacionario del electro spray en modo cono-chorro ha sido ampliamente estudiado por varios autores. Se han establecido leyes de escala para el caudal mínimo y el tamaño de la gota producido, así como para la corriente transportada por el chorro. En este modo se emite mediante efectos electrohidrodinámicos un caudal  $Q$  a través de un chorro proveniente del vértice de un menisco cónico de un líquido de densidad  $\rho$  y viscosidad  $\mu$ . El menisco existe por la tensión superficial  $\sigma$  entre el líquido y el ambiente. El radio del chorro depende de la distancia al menisco, pero puede considerarse de radio constante aguas abajo en el entorno de la zona de rotura del chorro. Las leyes de escala se obtienen de un balance energético. No se tiene en cuenta el papel de la tensión superficial ni la viscosidad, de modo que sólo los esfuerzos de Maxwell accionan el electro spray. La componente normal de este esfuerzo sobre la superficie del cono es mayor que la componente tangencial lo que se traduce es un efecto de succión que actúa como un incremento de presión [11].

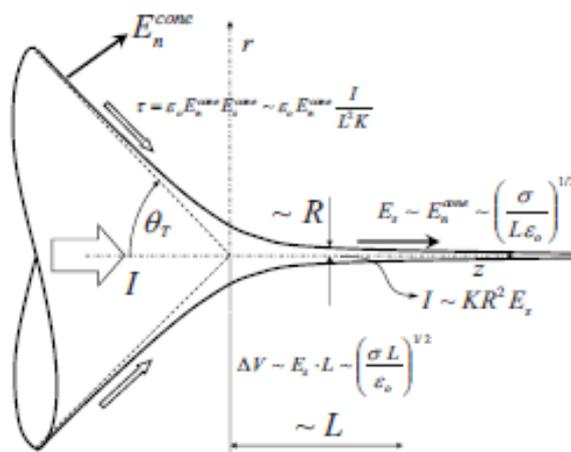


Figura 1-11. Región del cono de Taylor [11]

Un concepto muy importante es la carga límite de Rayleigh  $Q_R$  que viene a determinar la estabilidad o inestabilidad de una gota cargada eléctricamente. El límite de Rayleigh es la máxima carga que puede contener una gota esférica, por encima de ésta la gota es inestable frente a perturbaciones infinitesimales y se desintegrará en gotas más pequeñas. Viene dada por

$$q_R = (\epsilon_0 \sigma d^3)^{1/2} \quad (1.1)$$

Sin embargo, las leyes que gobiernan el régimen estacionario no son las mismas que las que entran en juego en los primeros instantes de formación del chorro, régimen claramente no estacionario. En algunas publicaciones [4] se ha estudiado la formación de la inestabilidad inicial asumiendo un modelo propuesto por Taylor y Melcher en 1960 para estudiar el comportamiento de gotas deformadas por un campo eléctrico estacionario, conocido como leaky-dielectric model [12] un modelo para sustancias de muy baja conductividad. No obstante, el uso de este modelo conlleva una serie de asunciones y dos consecuencias importantes [6]:

- La densidad de carga neta en el volumen hidrodinámico es lo suficientemente pequeña como para despreciar los efectos dinámicos producidos por las fuerzas electrostáticas en esa región. Esto ha llevado a considerar sólo la carga acumulada en la interfase y los esfuerzos de Maxwell resultantes.
- Y, en segundo lugar, esta densidad de carga superficial se ha determinado integrando una ley de conservación de carga superficial en la que la transferencia de iones provenientes del volumen se calcula igual que en régimen estacionario.

En la publicación de Gañán-Calvo et al. [6] se pone de manifiesto el error que se comete sobre todo con la ecuación de conservación de carga anterior al describir un fenómeno altamente no estacionario como uno

estacionario, otros autores también reconocen esta incompatibilidad [5]. En dicha publicación se manifiesta que es necesario seguir la evolución de la carga eléctrica que se mueve dentro del volumen de fluido. Concluyendo que la eyección de la primera gota está gobernada principalmente por la evolución de la relajación de la carga, con lo que se descarta el modelo Taylor-Melcher y se diferencia completamente del régimen estacionario, puesto que en este la relajación de carga ya ha sido completada [12]. El proceso de formación de la primera gota emitida recae esencialmente en tres factores claves:

- La autosemejanza que se da en la formación del pico de la gota con una velocidad independiente de la viscosidad y la permitividad eléctrica.
- La relajación de carga del volumen hacia la superficie libre de la gota no se ha completado debido a las altas velocidades que se alcanzan en el pico de colapso.
- El balance entre la inercia, los esfuerzos viscosos axiales, la tensión superficial y succión electrostática durante la formación del chorro.

En esta publicación [6] se establecen unas leyes de escala que gobiernan el tamaño de la primera gota y su carga eléctrica. Donde se concluye que los parámetros que caracterizan el problema son las propiedades del líquido (densidad  $\rho$ , viscosidad  $\mu$ , tensión superficial  $\sigma$ , conductividad eléctrica  $K$  y la permitividad eléctrica  $\varepsilon_i$ ) y la permitividad eléctrica del medio.

A partir de estos parámetros se definen las siguientes magnitudes características:

$$d_0 = \left( \frac{\sigma \varepsilon_0^2}{\rho K^2} \right)^{1/3} \quad (1.2)$$

$$t_0 = \frac{\varepsilon_0}{K} \quad (1.3)$$

$$v_0 = \left( \frac{\sigma K}{\rho \varepsilon_0} \right)^{1/3} \quad (1.4)$$

$$E_0 = \left( \frac{\sigma}{d_0 \varepsilon_0} \right)^{1/2} \quad (1.5)$$

$$q_0 = \varepsilon_0 E_0 d_0^2 \quad (1.6)$$

A continuación, se definen dos números adimensionales que gobiernan el problema:

$$\delta_\mu = \frac{\rho d_0 v_0}{\mu} \quad (1.7)$$

$$\beta = \frac{\varepsilon_i}{\varepsilon_0} \quad (1.8)$$

Las leyes de escala para el diámetro de la gota  $d$  y la carga  $q$  resultan:

$$d = \delta_\mu^{-1/3} \beta^{5/12} d_0 \quad (1.9)$$

$$q = \delta_\mu^{-2/3} \beta^{7/12} q_0 \quad (1.10)$$

Las leyes de escala para la carga límite de Rayleigh el cociente entre cargas queda:

$$q_R = \delta_\mu^{-1/2} \beta^{15/24} q_0 \quad (1.11)$$

$$\frac{q}{q_R} = \delta_\mu^{-1/6} \beta^{-1/24} \quad (1.12)$$

Las leyes de escala que dominan este fenómeno siguen estudiándose y varias publicaciones han presentado otros resultados al respecto. Por su parte la publicación de Collins et al. [4] también estudia teórica y numéricamente este fenómeno, pero como se ha indicado antes, sujeto a las asunciones del modelo de Taylor-Melcher, obteniendo finalmente una ley de escala para la carga

$$q = 0.44q_R \quad (1.13)$$

Finalmente, Pillai et al. [5], en su estudio de la respuesta transitoria de una gota de líquido frente a campos eléctricos, llegan a la siguiente ley de escala

$$\frac{\tilde{q}}{\tilde{Q}_R} = Q^* \left[ \left( \frac{V_e}{V_d} \right) \frac{\kappa^2 B O h^2}{72} \right]^{\frac{1}{2}} \quad (1.14)$$

Donde  $V_e$  y  $V_d$  son el volumen de la gota inicial y el de la primera gota emitida, respectivamente,  $Q^*$  es la carga total que transporta la gota generadora  $\kappa$  es el cociente entre el radio de la gota generadora y la longitud de Debye (el espesor de la capa de acumulación de carga) y  $B$  el semieje menor de la forma elíptica que adopta la gota deformada (ver [5]). En esta publicación propone que la evolución está gobernada por dos grupos adimensionales: en número de Ohnesorge, un número adimensional que relaciona las fuerzas viscosas y las fuerzas de tensión superficial, y el cociente entre los efectos viscosos e inerciales capilares.

En el apartado de resultados compararemos los resultados obtenidos con los predichos por la ley de escala propuesta en [6].

## 2 METODOLOGÍA

---

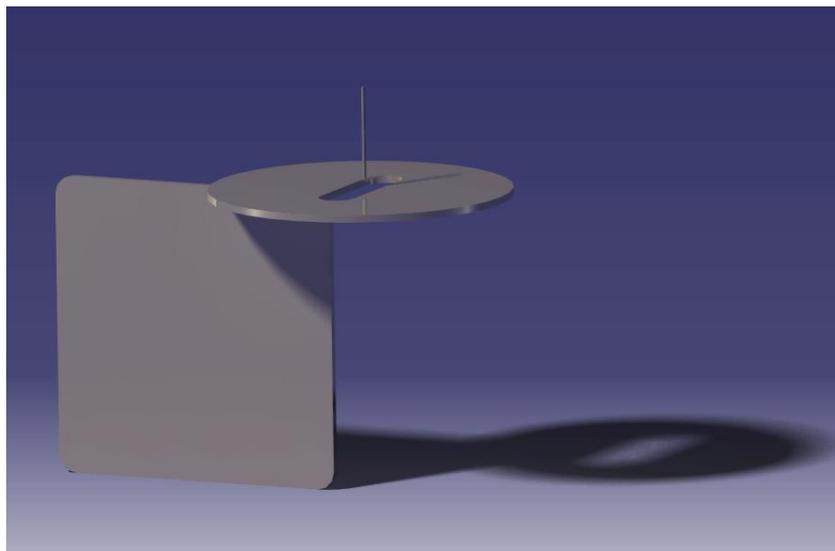
En este trabajo se complementa la aproximación experimental y numérica. En el presente capítulo describiremos el método que pretende llevarse a la práctica para su validación, las herramientas de laboratorio e informáticas que permiten la realización de los experimentos y las ecuaciones cuya resolución conducen al cálculo de la carga eléctrica.

### 2.1. Planteamiento experimental

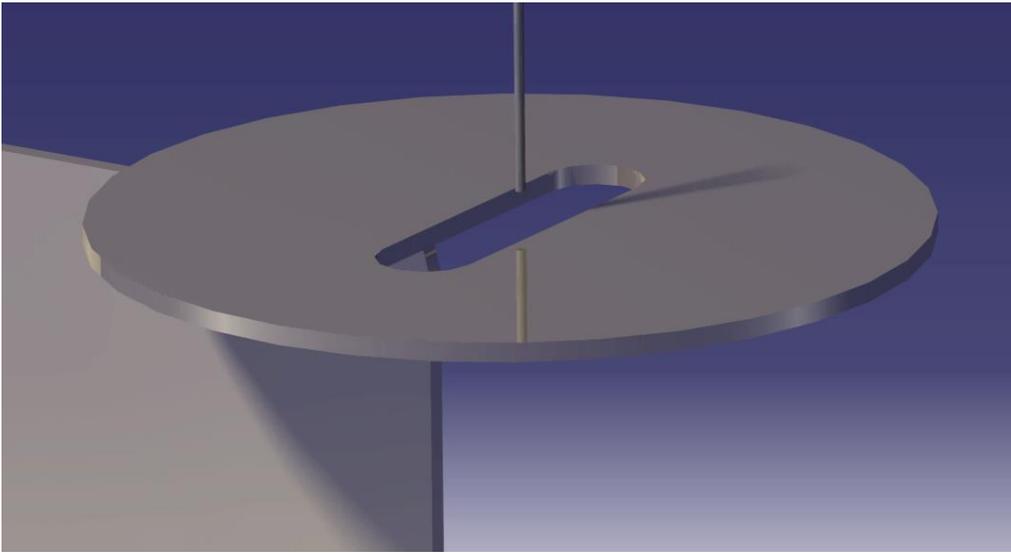
Nuestro propósito es determinar indirectamente la carga eléctrica de la primera gota a través de trayectoria que sigue. Para conseguir grabar la trayectoria de la primera gota es necesario reproducir la rotura del chorro tantas veces como sea necesario para obtener uno o varios vídeos de buena calidad, en el sentido de que la trayectoria sea distinguible y la primera gota identificable. El setup diseñado dispone de unos electrodos, un sistema de potencia eléctrica y un conjunto de elementos ópticos cuyo objetivo es generar el electrospray, dentro de estos elementos encontramos un trigger o circuito de sincronización que sirve de nexo entre todos los demás elementos. La apertura de este circuito coordina la activación del campo eléctrico y la grabación de la primera emisión del chorro, de esta forma, cada vez que abrimos el trigger grabamos los primeros instantes de vida del electrospray. En lo que sigue describiremos las etapas del proceso experimental.

#### 2.1.1 Disposición de los electrodos

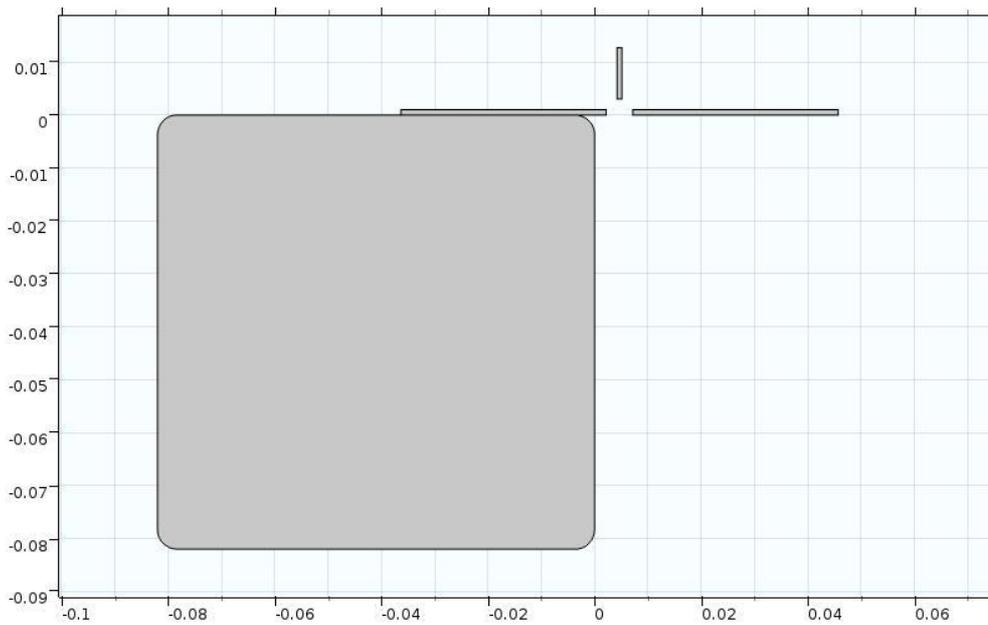
Se ha ideado un sistema compuesto por dos electrodos perpendiculares. Un electrodo con forma de círculo en su borde exterior al cual se le ha mecanizado un orificio alargado en su centro y otro electrodo con forma de placa plana cuadrada con los bordes redondeados.



*Figura 2-1. Modelo en Catia de los electrodos*



*Figura 2-2. Detalle de los electrodos*



*Figura 2-3. Disposición de los electrodos en COMSOL, plano medio.*

Los dos electrodos están conectados a tierra, siendo la aguja el elemento sobre el que se impone un determinado potencial mediante una fuente de tensión. El conjunto de la aguja y la placa horizontal con un orificio constituye una disposición muy utilizada para la formación del electrospray, la placa vertical pretende imponer que las trayectorias de las gotas emitidas pertenezcan a un mismo plano para poder grabarlas.

Puesto que se emplearán varios programas para el análisis de datos es necesario fijar un sistema de referencia global que facilite su interpretación. Así, se ha tomado el sistema de ejes OXZ que se aprecia en la Figura 2-4, el eje OX coincidente con la cara inferior de la placa horizontal y el eje OZ con el lado derecho de la placa vertical, la intersección de estos dos ejes determina el origen O del sistema de referencia.

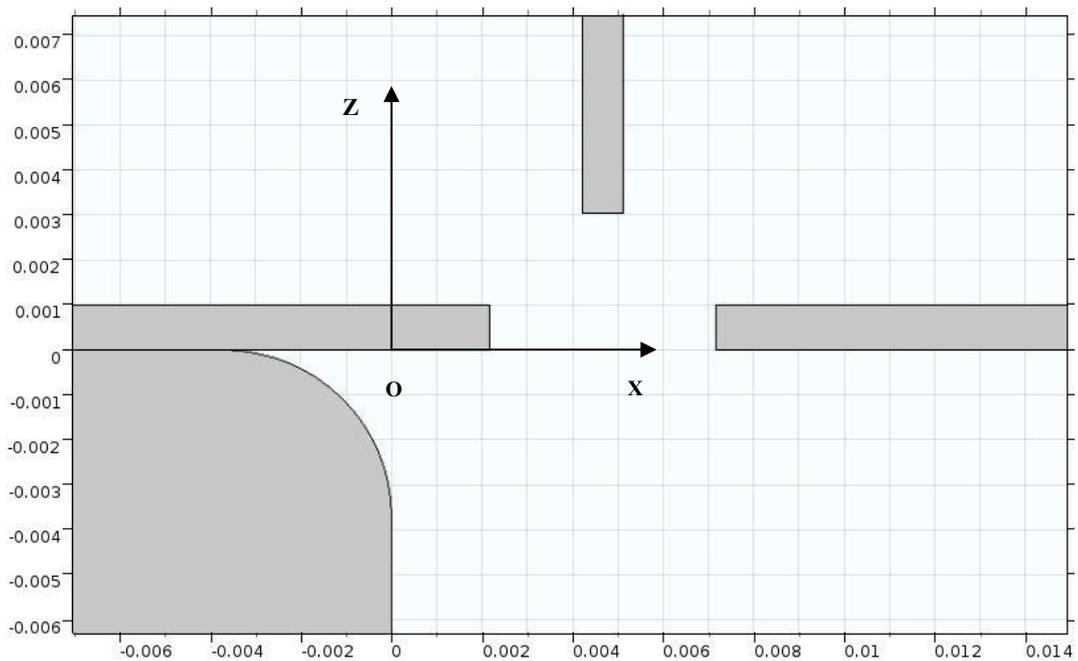


Figura 2-4. Sistema de referencia global

### 2.1.2 Cálculo del campo eléctrico

Se calcula el campo eléctrico local con el software de análisis y resolución por elementos finitos COMSOL Multiphysics, concretamente con el módulo AC/DC. Para ello deben tomarse las medidas geométricas de los electrodos, la distancia de la aguja a la placa horizontal, la distancia del borde de la placa vertical al borde del orificio de la placa horizontal. El software calcula el campo eléctrico a partir de esta geometría y de las condiciones de contorno que es este caso son potenciales conocidos sobre los elementos de la geometría, en concreto potencial nulo o conexión a tierra para los electrodos horizontal y vertical y un potencial suficiente para generar el electro spray en modo cono-chorro aplicado sobre la aguja.

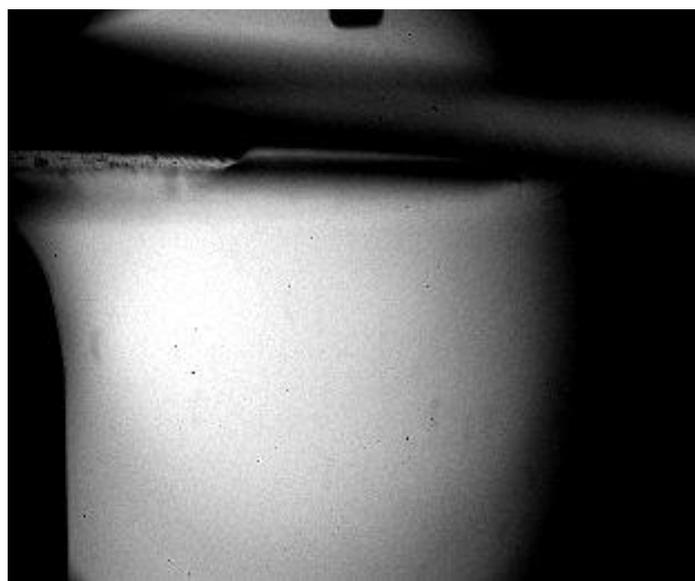


Figura 2-5. Toma para posicionar los elementos entre sí

A la hora de resolver el problema eléctrico solo se tiene en cuenta el campo creado por los electrodos y la aguja, es decir se va a despreñar la interacción eléctrica entra las gotas en el entorno de la rotura por simplicidad.

Se va a resolver el problema tridimensional, pero se considera que el movimiento de las gotas está contenido en el plano medio de la placa vertical suponiendo que la componente transversal de la velocidad es nula. Esto implica que la componente transversal del campo eléctrico deber ser nula, como se verá en las ecuaciones siguientes.

### 2.1.3 Determinación indirecta de la carga a través de la trayectoria

Mediante el software libre ImageJ podemos reproducir los vídeos obtenidos fotograma a fotograma y ajustar los valores de brillo y contraste para identificar mejor la primera gota y seguir su trayectoria. También podemos establecer una escala (cociente píxeles/unidad de medida) analizando la imagen de un objeto de dimensiones conocidas.

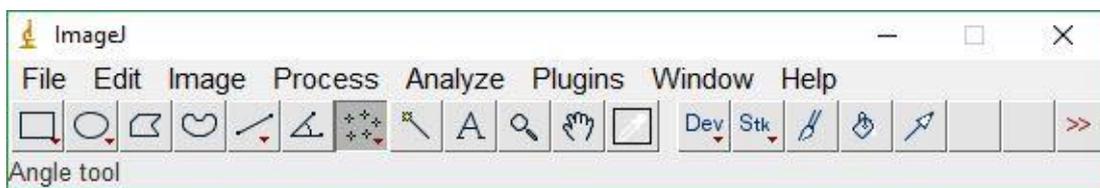


Figura 2-6. Herramienta de tratamiento de imágenes ImageJ

En la Figura 2-7 se muestra el proceso de escalado mediante la imagen de un calibre de diámetro conocido de  $500\ \mu\text{m}$ . En el fotograma se traza una línea recta sobre la dimensión conocida para cuantificar los píxeles que le corresponden. En total se han fijado dos escalas: una para los vídeos de las trayectorias de  $108.9\text{px}/100\ \mu\text{m}$  y otra para el tamaño de las gotas con el zoom máximo de  $24\text{px}/100\ \mu\text{m}$ . Es importante no modificar el zoom de la cámara una vez fijada la escala.

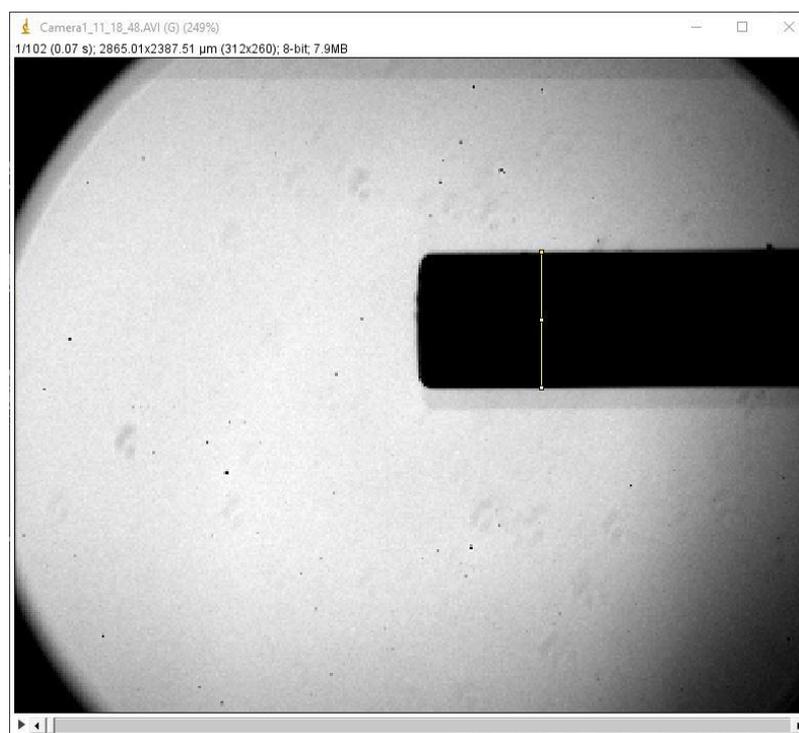


Figura 2-7. Calibre de 500 micras

El intervalo de tiempo entre cada fotograma viene dado por la velocidad de grabación de la cámara, para los vídeos orientados a grabar la trayectoria se ha fijado está en 500 Kfps lo que implica que el intervalo entre fotogramas es de  $2 \mu\text{s}$ . ImageJ posee una herramienta para marcar puntos sobre el vídeo como se observa en la figura y medir su posición, coordenadas (x, z) en píxeles o la unidad de medida que adoptemos, en nuestro caso micrómetros, como se observa en la Figura 2-8.

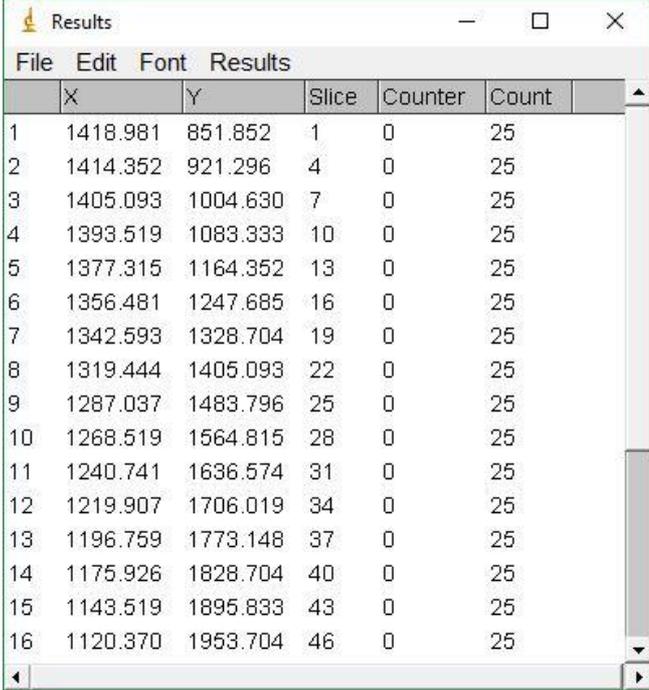


Figura 2-8. Ejemplo de seguimiento de la trayectoria

Podemos obtener la posición de la gota en cada instante de tiempo mediante las funciones *Analyze* → *Measure*, esta acción nos devuelve una matriz que puede guardarse como un archivo .txt que posteriormente manipularemos con Matlab, en la Figura 2-9 puede verse dicha matriz. Las dos primera columnas son las coordenadas x y z medidas desde la esquina superior izquierda del fotograma según el sistema de referencia propio de ImageJ, Figura 2-8, y la tercera columna indica el fotograma en el instante de marcar el punto, el fotograma se puede relacionar con el tiempo transcurrido mediante la Ecuación 1.12

$$t = (\text{frame} - 1) \cdot 2 \mu\text{s} \quad (1.15)$$

Los  $2 \mu\text{s}$  corresponden a la velocidad de grabación de 500 Kfps.



	X	Y	Slice	Counter	Count
1	1418.981	851.852	1	0	25
2	1414.352	921.296	4	0	25
3	1405.093	1004.630	7	0	25
4	1393.519	1083.333	10	0	25
5	1377.315	1164.352	13	0	25
6	1356.481	1247.685	16	0	25
7	1342.593	1328.704	19	0	25
8	1319.444	1405.093	22	0	25
9	1287.037	1483.796	25	0	25
10	1268.519	1564.815	28	0	25
11	1240.741	1636.574	31	0	25
12	1219.907	1706.019	34	0	25
13	1196.759	1773.148	37	0	25
14	1175.926	1828.704	40	0	25
15	1143.519	1895.833	43	0	25
16	1120.370	1953.704	46	0	25

Figura 2-9. Datos de posición y fotograma

Con esta información podemos definir un vector de posición  $\vec{r}(t)=[x(t), y(t)]$  y la velocidad del punto como:

$$\vec{v}(t) = \frac{d\vec{r}(t)}{dt} = \begin{bmatrix} \frac{dx(t)}{dt} \\ \frac{dz(t)}{dt} \end{bmatrix} \sim \begin{bmatrix} \frac{\Delta x}{\Delta t} \\ \frac{\Delta z}{\Delta t} \end{bmatrix} \quad (1.16)$$

Asimismo, la aceleración puede determinarse como la segunda derivada del vector de posición o como la primera derivada del vector de velocidad obtenido con la fórmula anterior:

$$\vec{a}(t) = \frac{d^2\vec{r}(t)}{dt^2} = \begin{bmatrix} \frac{d^2x(t)}{dt^2} \\ \frac{d^2z(t)}{dt^2} \end{bmatrix} \sim \begin{bmatrix} \frac{x_{1,0} - 2x_{0,0} + x_{-1,0}}{h^2} \\ \frac{z_{1,0} - 2z_{0,0} + z_{-1,0}}{h^2} \end{bmatrix} \quad (1.17)$$

$$\vec{a}(t) = \frac{d\vec{v}(t)}{dt} = \begin{bmatrix} \frac{dv_x(t)}{dt} \\ \frac{dv_z(t)}{dt} \end{bmatrix} \sim \begin{bmatrix} \frac{\Delta v_x}{\Delta t} \\ \frac{\Delta v_z}{\Delta t} \end{bmatrix} \quad (1.18)$$

De esta forma, se tomarán  $N$  puntos a lo largo de la trayectoria y se obtendrán la velocidad y aceleración de  $N-2$  puntos, excluyendo los extremos para poder emplear la expresión en derivadas parciales de la aceleración (1.17).

A partir de aquí las ecuaciones que nos permitirán determinar la carga de la gota son:

$$\vec{F} = q\vec{E} + f(\text{Re})\mu D\vec{v} = q\vec{E} + 3\pi\mu D\left(1 + \frac{3}{8}\text{Re}\right)\vec{v} \quad (1.19)$$

$$\vec{F} = m\vec{a} \quad (1.20)$$

Donde  $\vec{F}$  es la fuerza total ejercida sobre la gota equivalente a la fuerza de interacción electrostática entre la carga  $q$  que transporta la gota y el campo eléctrico y a la fuerza de arrastre, que es proporcional a la velocidad  $\vec{v}$ . Esta ecuación vectorial nos permite calcular la carga,  $q$ , a partir de tres ecuaciones, una para cada componente del campo eléctrico en el plano medio. Puesto que estamos suponiendo movimiento plano contenido en el plano medio, en la ecuación (1.22) las componentes de velocidad y aceleración son nulas y puesto que  $q$  es no nula la ecuación se cumplirá si el componente  $E_y$  es despreciable.

$$ma_x = qE_x + 3\pi\mu D\left(1 + \frac{3}{8}\text{Re}\right)v_x \quad (1.21)$$

$$ma_y = qE_y + 3\pi\mu D\left(1 + \frac{3}{8}\text{Re}\right)v_y \quad (1.22)$$

$$ma_z = qE_z + 3\pi\mu D\left(1 + \frac{3}{8}\text{Re}\right)v_z \quad (1.23)$$

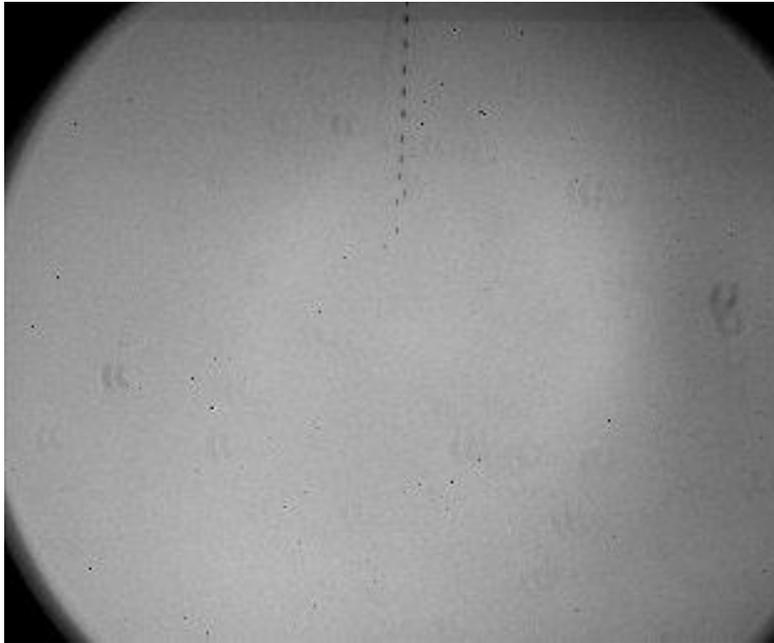
La fuerza de resistencia aerodinámica se ha modelado según la ecuación de Stokes con la corrección de Oseen. Se trata del movimiento de una esfera de diámetro  $D$  y velocidad  $\vec{v}$  inmerso en un flujo de aire de densidad  $\rho_{\text{air}}$  y viscosidad  $\mu_{\text{air}}$  a bajo número de Reynolds  $\text{Re} \ll 1$ .

$$\vec{D} = 3\pi\mu D\left(1 + \frac{3}{8}\text{Re}\right)\vec{v} \quad (1.24)$$

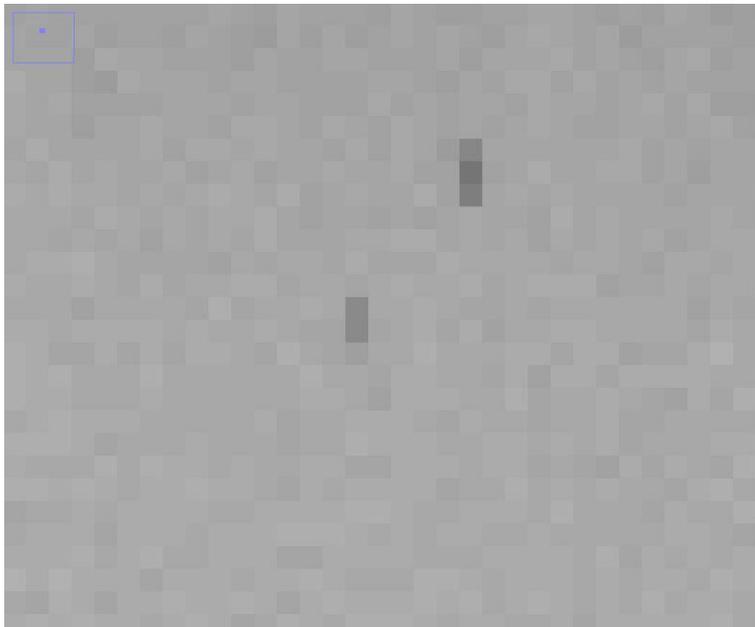
$$\text{Re} = \frac{\rho_{\text{air}}vR}{\mu} \quad (1.25)$$

### 2.1.4 Determinación de tamaño de la primera gota

Resulta complicado obtener simultáneamente la evolución de la posición de la gota y su tamaño porque el zoom que nos permite lo primero tiene que ser un poco más pequeño para captar un desplazamiento razonablemente amplio y lamentablemente con este valor de magnificación el tamaño de la gota queda reducido a un solo píxel lo cual aporta muy poca información del tamaño real.



*Figura 2-10. Primeras gotas con un zoom menor*



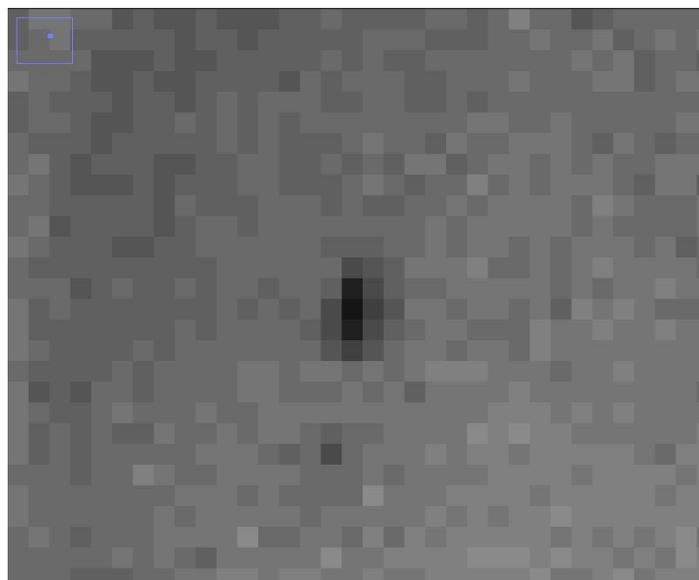
*Figura 2-11. Detalle de los píxeles de información*

Por este motivo el tamaño de la gota se ha determinado grabando la desintegración del chorro con el valor máximo de zoom que permite la lente de la cámara de alta velocidad, con esta magnificación el número de píxeles que definen el tamaño de la gota es mayor con lo que se tiene más información del tamaño real.

Asimismo, se supondrá que el tamaño que se determine de esta manera será constante y válido para el análisis de la trayectoria. Esta suposición está en concordancia con la ley de escala para el diámetro de la gota presentados por Gañán et al. [6] según la cual el diámetro de la misma solo depende de las propiedades físicas del líquido, las cuales no cambian a lo largo del experimento.



*Figura 2-12. Primeras gotas con el zoom máximo*



*Figura 2-13. Detalle de los píxeles de información*

### **2.1.5 Relación entre la tensión aplicada y el volumen de la gota en la aguja**

Durante la realización de los experimentos se han presenciado diversos fenómenos como los ejemplificados en el apartado de modos de electrospray. Sobre todo, se ha encontrado mucha dificultad en las fases tempranas de experimentación porque no se entendía bien la relación entre el volumen de la gota que pende de la aguja y el potencial que había que aplicar para la eyección del chorro fuera en modo cono-chorro de Taylor. Es por esto por lo que se ha llevado a cabo un pequeño estudio de esta relación. Para ello se ha empleado una cámara auxiliar, los elementos del montaje se detallarán más adelante.

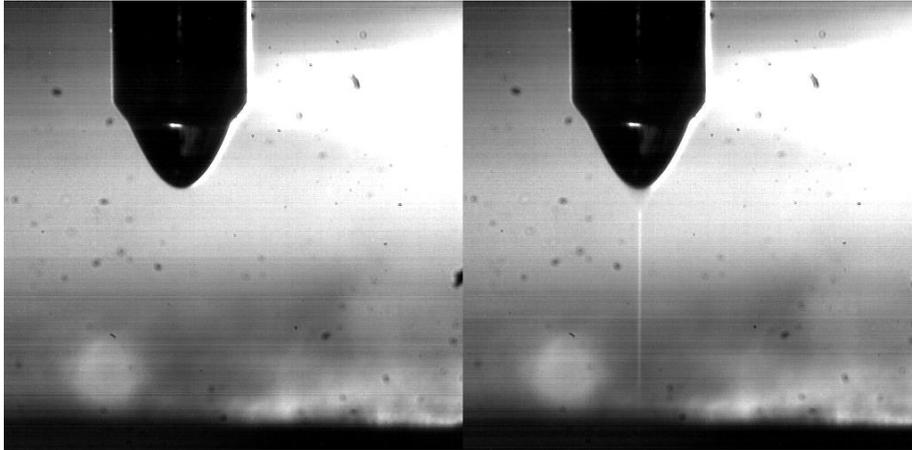


Figura 2-14. Instante de eyección desde el cono de Taylor

Para calcular el volumen de la gota también empleamos la herramienta ImageJ, en esta ocasión nos valemos del diámetro conocido de la aguja para establecer la escala y recurrimos al Segundo Teorema de Pappus-Guldin para calcular el volumen del sólido de revolución.

**Teorema 2-1** (Segundo Teorema de Pappus-Guldin) *El volumen,  $V$ , de un sólido de revolución generado mediante la rotación de un área plana alrededor de un eje externo es igual al producto del área,  $A$ , por la distancia,  $d$ , recorrida por su centroide en una rotación completa alrededor del eje  $V=dA$ .*

ImageJ calcula el área encerrada por un polígono y la posición de su centroide. Así, podemos marcar con puntos el contorno de la mitad de la gota y calculamos el área y la posición de centroide. La distancia recorrida por este en una revolución es una circunferencia de radio igual a la distancia del centroide al eje de revolución, esta distancia se obtiene fácilmente haciendo la diferencia entre las coordenadas  $x$  del eje de revolución y del centroide.

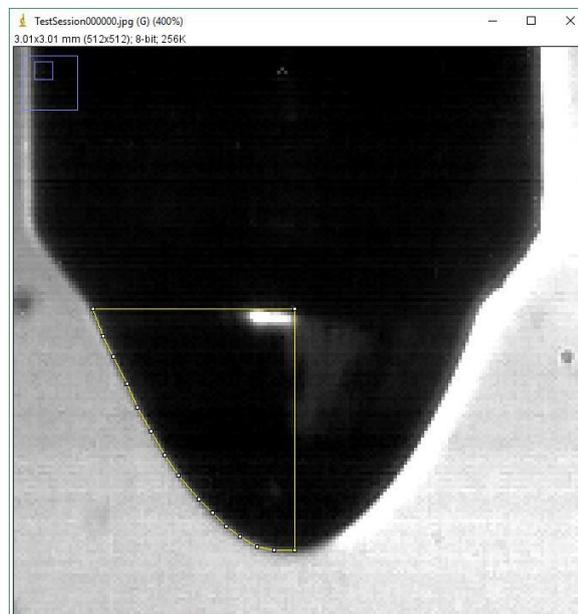


Figura 2-15. Detalle del cálculo del volumen del menisco

El cálculo del volumen es un paso posterior a la adquisición de las imágenes. En el laboratorio, se visualizará la aguja con la cámara auxiliar y se procederá a llenar una gota en su extremo activando la bomba de jeringa. Se apagará ésta y se empezará a subir la tensión aplicada en la aguja observando en directo la evolución de la interfase. Cuando ésta adopte la forma del cono de Taylor se anotará el valor de la tensión y finalmente se anotará el valor de la tensión a la cual se produce la emisión del chorro.

### 2.1.6 Determinación de la conductividad

La conductividad del líquido de experimentación debe ser medida bajo las mismas condiciones en las que se realizan los experimentos y preferiblemente antes de introducir el líquido en el sistema. Para medir la conductividad se ha montado el experimento de la Figura 2-16.

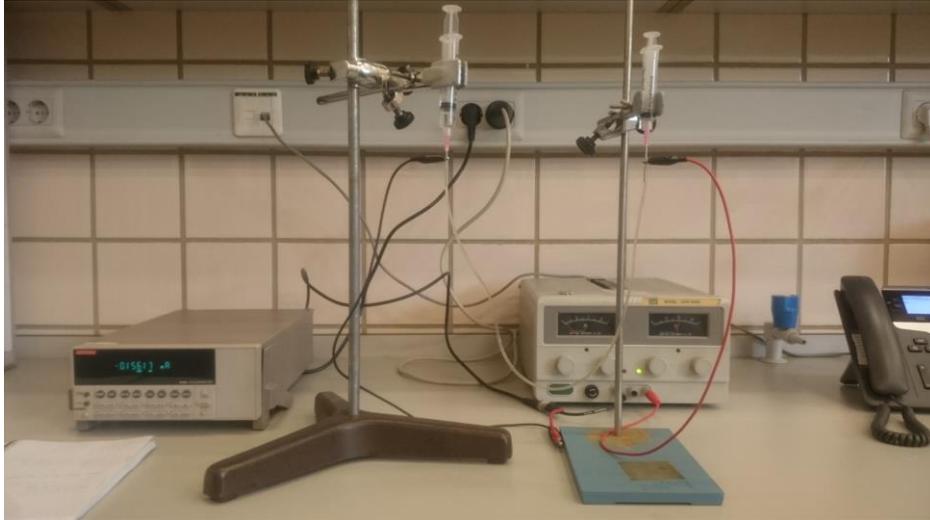


Figura 2-16. Montaje para medir la conductividad

El montaje consiste en un circuito eléctrico en el que una sección es un tubo de diámetro interno pequeño lleno del líquido de experimentación mediante dos jeringas y sus respectivas agujas a las que se les impone una diferencia de potencial mediante un generador de tensión continua, en serie se conecta un picoamperímetro para medir la intensidad de corriente que circula por el montaje.

La tensión entre los extremos del tubo y la intensidad que circula por el mismo está relacionado por la resistencia según la Ley de Ohm:

$$V = IR \quad (1.26)$$

Y la resistencia de un cilindro de un determinado material (el volumen del líquido encerrado por el tubo) viene dado por:

$$R = \frac{4L}{\pi d^2 K} \quad (1.27)$$

Donde  $L$  es la longitud del tubo,  $D$  su diámetro interno y  $K$  la conductividad del líquido medido en S/m. El método consiste en aplicar una diferencia de potencial determinada entre los extremos y registrar el valor de la intensidad de corriente que circula. Los términos que definen la resistencia del cilindro de líquido son constantes por lo que la relación entre la tensión y la intensidad es de tipo lineal, se pueden imponer varios valores de tensión y representar la evolución de la intensidad que debe ajustarse a una recta creciente porque los términos de la resistencia son todos positivos por definición. Finalmente se determina la pendiente de la recta, que será equivalente a la resistencia  $R$  y con ella se calcula la conductividad  $K$ .

Aunque el montaje se ha revisado varias veces no ha sido posible calcular la conductividad, se obtenía una recta decreciente lo cual es imposible. Para comprobar este montaje se han medido las conductividades del agua y del etilenglicol, para el primero se ha obtenido un valor del orden de magnitud y para el segundo también.

Para salvar este contratiempo hemos buscado en la literatura valores típicos de la conductividad de nuestro líquido. La muestra de propilenglicol con la que se ha trabajado presenta una pureza del 99.8% en peso y un contenido en agua del 2% en peso, se ha encontrado la ficha técnica del fabricante con las mismas características y se ha asumido el valor de la conductividad que ahí se indica.

## 2.2. Montaje Experimental

En este subapartado se enumerará y describirá los elementos de laboratorio utilizados para la realización del experimento incluyendo las características y propiedades físicas del líquido de experimentación.

### 2.2.1 Esquema general del montaje

En la Figura 2-17 se presenta una vista general del montaje, todos los elementos ópticos apuntan al centro de la fotografía donde se puede apreciar los electrodos de color dorado. Los elementos que lo forman y su función se detallan en los siguientes subapartados.



*Figura 2-17. Vista general del montaje experimental*

El líquido que se ha empleado es propilenglicol (cuyo nombre sistemático es propano-1,2-diol). Se trata de un líquido newtoniano, viscoso, incoloro, prácticamente inodoro, miscible con agua, e higroscópico. Es un compuesto orgánico sintético, un alcohol, con fórmula química  $C_3H_8O_2$ . Las propiedades físicas de este líquido y el aire, que constituye el entorno, más relevantes en relación con este trabajo se resumen en la Tabla 1:

Propiedad física	Valor
Densidad $\rho$	1038 kg/m <sup>3</sup> (20 °C)
Viscosidad dinámica $\mu$	49.25 mPa·s (25 °C)
Tensión superficial $\sigma$	39.138 mN/m (21.5 °C)
Conductividad eléctrica K	10e-6
Constante dieléctrica o permitividad relativa $\beta$	32
Viscosidad dinámica del aire $\mu_{air}$	18.6e-6 Pa·s
Permitividad eléctrica del aire $\epsilon_0$	8.85e-12 C <sup>2</sup> /Nm <sup>2</sup>

*Tabla 1. Propiedades del líquido*

En el laboratorio se han medido la viscosidad dinámica, con un viscosímetro Brookfield, y la tensión superficial mediante el método de la gota pendiente, con un tensiómetro y software apropiado, se ha tomado 5 medidas y se ha realizado la media .

### 2.2.2 Mesa de trabajo

Las escalas de trabajo se sitúan por debajo del milímetro por lo que cualquier vibración podría complicar e incluso imposibilitar el desarrollo del experimento. Por ello los elementos del setup se han dispuesto sobre una mesa óptica apoyada sobre un soporte con aislamiento de vibraciones. Con este sistema se aísla el experimento de las vibraciones inducidas por el ambiente de trabajo y por los propios elementos de medida y equipos.

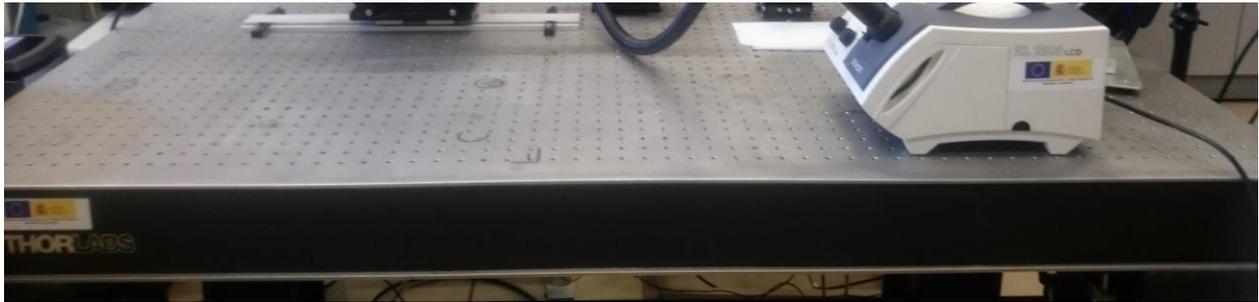


Figura 2-18. Mesa de trabajo

### 2.2.3 Cámara de alta velocidad de adquisición de imágenes

Dado el tiempo característico en el que transcurre el fenómeno que estamos estudiando se hace necesario disponer de un cámara de alta velocidad de grabación. Se ha empleado la cámara de alta velocidad HPV-2 de la marca Shimadzu. Entre sus especificaciones encontramos que el rango de velocidades de adquisición va desde los 30 fps hasta 1 Mfps, presenta una resolución de 312x260 píxeles, permite la entrada de una señal de trigger y una salida USB 2.0 que facilita el tratado de las imágenes mediante un ordenador portátil. La cámara tiene su propia fuente de potencia como medio de protección frente a las subidas de tensión de la red eléctrica. Durante la realización de los experimentos es importante tener presente la temperatura interna de la cámara, en algunas ocasiones salta un aviso de sobretemperatura y hay que posponer los experimentos.



Figura 2-19. Cámara de alta velocidad HPV-2

### 2.2.4 Cámara auxiliar

Adicionalmente, se ha empleado una cámara auxiliar modelo MotionPro X4PLUS de la marca Redlake para observar en directo la gota en el extremo de la aguja. Se trata de una cámara de alta velocidad y resolución idónea para analizar fenómenos rápidos. Se ha monitorizado la adquisición de imágenes mediante un ordenador portátil conectado mediante un cable USB 2.0. Presenta una velocidad de adquisición desde 10 Kfps hasta 280 Kfps, una resolución horizontal máxima de 512 píxeles y una resolución vertical que disminuye con la velocidad de adquisición desde los 512 píxeles hasta los 16 píxeles.



*Figura 2-20. Cámara MotionProX4 Plus*

### 2.2.5 Elementos de iluminación

Para la adquisición de imágenes se hace necesario una iluminación adecuada. Se han empleado dos tipos de fuente de iluminación: un flash y una fuente de luz fría continua. El flash está sincronizado mediante un trigger a un interruptor que deja pasar la corriente eléctrica hacia la aguja y a la entrada de trigger de la cámara de alta velocidad.



*Figura 2-21. Flash*

La fuente de luz blanca se emplea como contraste para la cámara Redlake, es decir para observar en directo con claridad el extremo de la aguja y la gota. Esta fuente de luz fría es el modelo KL 2500 LCD de la marca SCHOTT.



Figura 2-22. Fuente de luz blanca

## 2.2.6 Bomba de jeringa

Para reponer el volumen de la gota en la aguja empleamos una bomba de jeringa modelo 11 Plus de Harvard Apparatus. En primer lugar, hay que indicar la capacidad de la jeringa empleada que en este caso es de 1 ml y después imponer un caudal pequeño, en este caso del orden de la decena de microlitros por minutos para rellenar la gota con pequeños incrementos de volumen para controlar bien el volumen final.



Figura 2-23. Bomba de jeringa

### 2.2.7 Fuente de tensión

Se trata de una fuente de tensión constante con indicadores analógicos y un rango de tensión de 0-30 V, también proporciona intensidad constante dentro del rango 0-6 A. Presenta bajo ruido y rizado de la señal de salida además de protección frente a la sobrecarga y la inversión de la polaridad. Se ha empleado el modelo GPR-3060 de la marca GW INSTRUMENTS.



Figura 2-24. Fuente de tensión continua

### 2.2.8 Amplificador de tensión

Un amplificador de potencia de alto voltaje, toma como señal de entrada la salida del generador de tensión continua. Tiene una ganancia o amplificación fija de 1000 V/V.

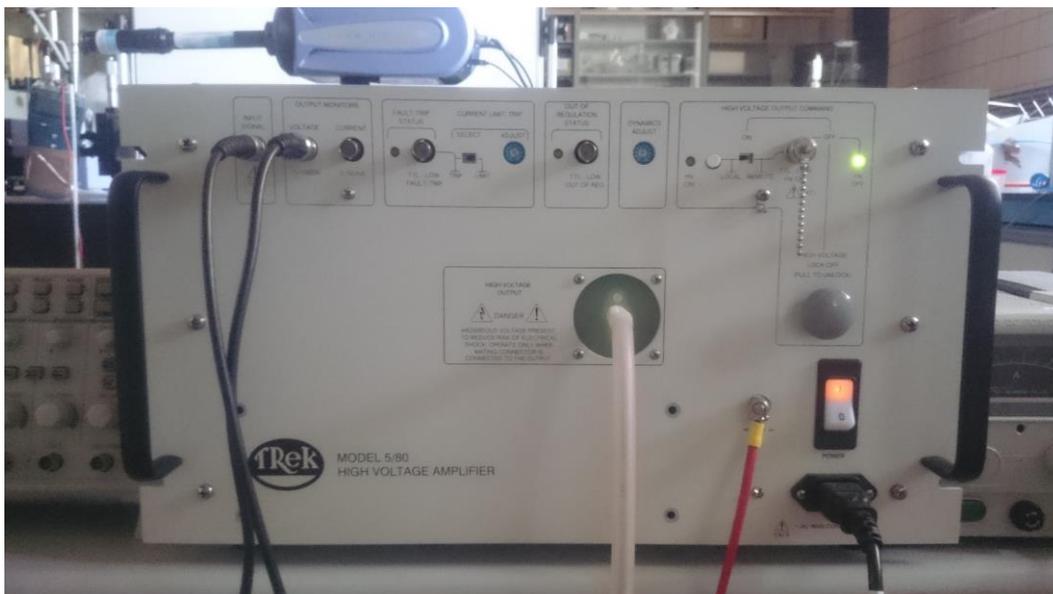


Figura 2-25. Amplificador de tensión

## 2.2.9 Osciloscopio

Un osciloscopio para medir con precisión la tensión de la salida del generador de tensión, se emplea porque la aguja de mediada analógica no permite fijar la tensión con la precisión suficiente. Se trata de un osciloscopio digital de 100 MHz modelo TDS1012 de la marca Tektronix con dos canales de medida.



Figura 2-26. Osciloscopio

## 2.2.10 Goniómetros

Se han empleado multitud de elementos para posicionar los electrodos, la aguja, la cámara de alta velocidad, que nos han permitido controlar la posición de estos en las tres direcciones incluso se han utilizado posicionadores angulares para ajustar verticalmente la aguja. Por ejemplo, en la Figura 2-27 se observa el posicionador de la cámara HPV-2 que permite el desplazamiento en los tres ejes perpendiculares y además el giro respecto al eje vertical.

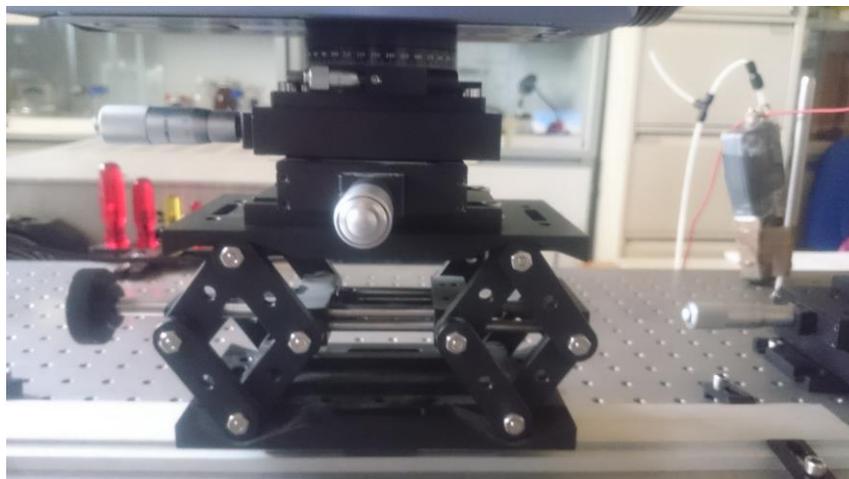
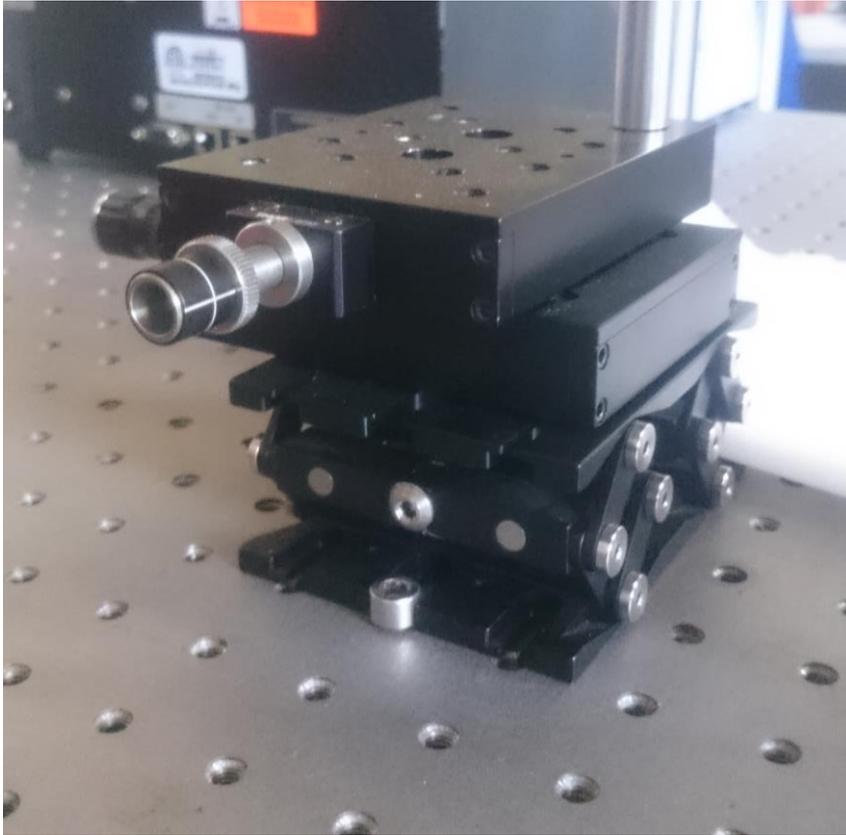


Figura 2-27. Posicionador de la cámara de alta velocidad



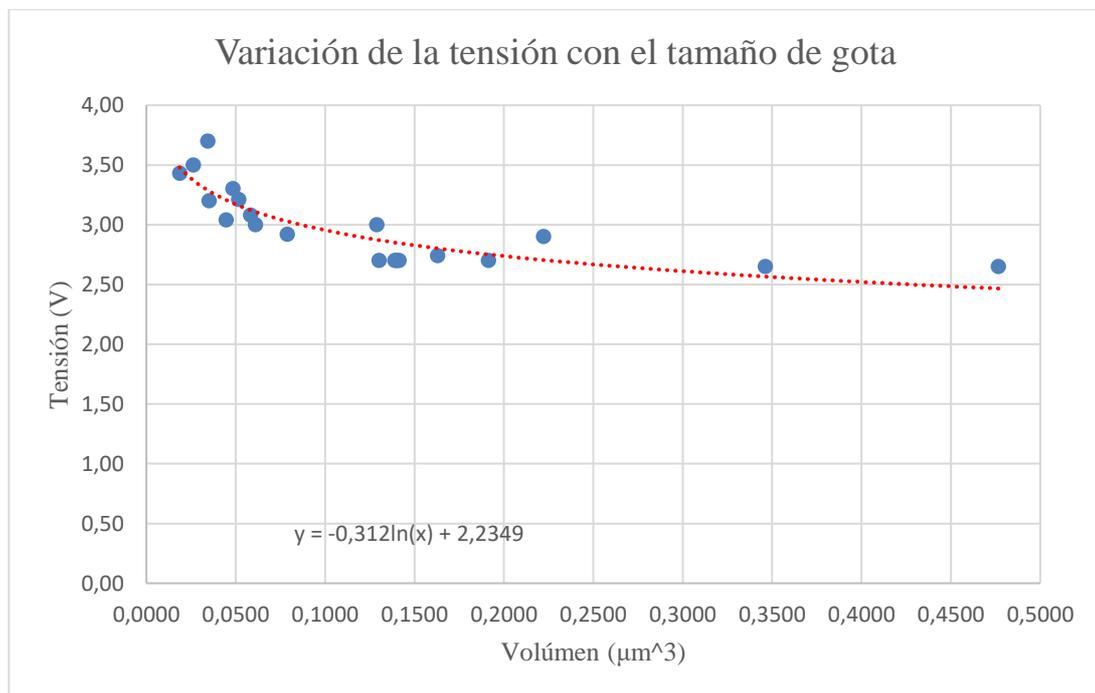
*Figura 2-28. Posicionador de la aguja*

# 3 RESULTADOS EXPERIMENTALES Y NUMÉRICOS

Los resultados experimentales se refieren a los resultados obtenidos para la relación entre el volumen y la tensión aplicada, el tamaño de gota y el valor de la carga; los resultados numéricos son los obtenidos con COMSOL. En este capítulo también se compararán los resultados obtenidos con las leyes de escala de la literatura.

## 3.1 Relación Volumen de la Gota y la Tensión Aplicada

Se ha observado una dependencia decreciente y asintótica entre el volumen de la gota que pende de la aguja y el valor de la tensión mínima que hay que aplicar para que se forme el cono-chorro de Taylor.

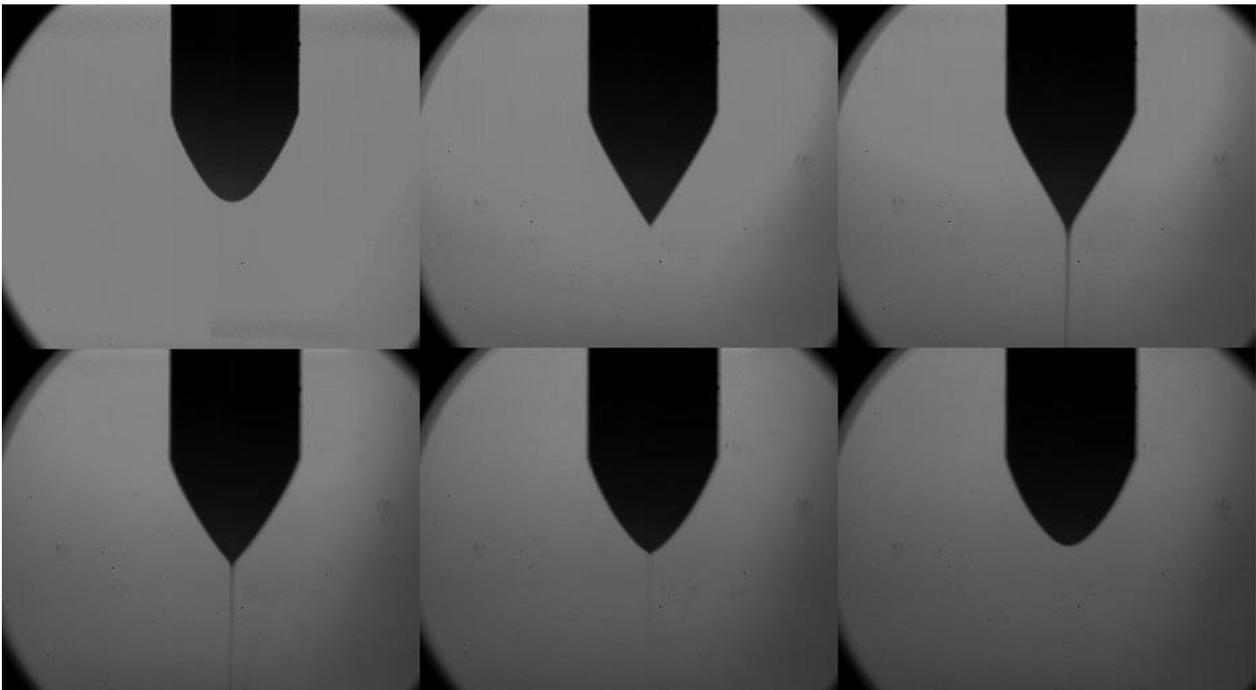


En general se observa que cuando menor es el volumen de la gota mayor es la tensión necesaria. Para la realización del resto de los experimentos se ha decidido fijar la tensión en 3.1 V en la fuente de tensión con lo que después de la amplificación se tendrán 3100 V en la aguja. Se ha tomado este valor porque se ha conseguido una elevada repetibilidad y porque con un volumen menor evitamos que tenga lugar la elongación pronunciada y posterior rotura de la gota, que suele generar el modo spindle en el que no estamos interesados.

### 3.2 Proceso de formación del chorro y desintegración final

En la Figura 3-1 se ilustra el proceso de formación del chorro en el entorno de la aguja. Una vez activado el campo eléctrico el menisco que pende de la aguja empieza a deformarse bajo la acción de este hasta formar la superficie cónica, desde el vértice del cono se expulsa un filamento muy delgado. Puede apreciarse cómo este chorro es muchísimo más pequeño que el capilar del que surge.

El campo actúa como un pulso, es decir, desaparece tan rápido como ha sido aplicado, es por esto por lo que cuando ya no está presente el filamento se retrae hacia el menisco hasta alcanzar la forma inicial. En las imágenes inicial y final se observa un ligero alargamiento de menisco porque se ha impuesto en retraso en la grabación de la cámara.



*Figura 3-1. Eyección del chorro*

Aguas abajo del chorro, que es la zona que estudiamos, evoluciona de la siguiente manera: a una cierta altura el chorro empieza a romperse en gotas alineadas siendo todas las gotas aproximadamente del mismo diámetro exceptuando la primera que es significativamente menor; a medida que descienden las gotas se abren en un abanico, muchas gotas se mantienen en el foco de la cámara lo cual indica que se mueven en el mismo plano, presumiblemente influenciadas por el electrodo vertical, pero otras gotas se salen de foco indicando que el problema no es bidimensional y existe una componente transversal de la aceleración y por ende del campo.

Para valores de tensión elevados puede ocurrir que se produzcan inestabilidades laterales que produzcan la ondulación del chorro, la imagen (d) muestra cómo los brazos de la ondulación finalmente se rompen en gotas de tamaños diferentes. En la publicación de Cloupeau y Prunet-Foch [3] se indica que para un líquido de determinada conductividad este tipo de inestabilidad se da sólo por encima de un nivel de caudal.

Cuando la ondulación es más pequeña no se forman tantas gotas. La última imagen muestra un estado final de tipo spindle en la que un segmento de chorro ha colapsado en una gota mayor y otro se va dividiendo en gotas menores.

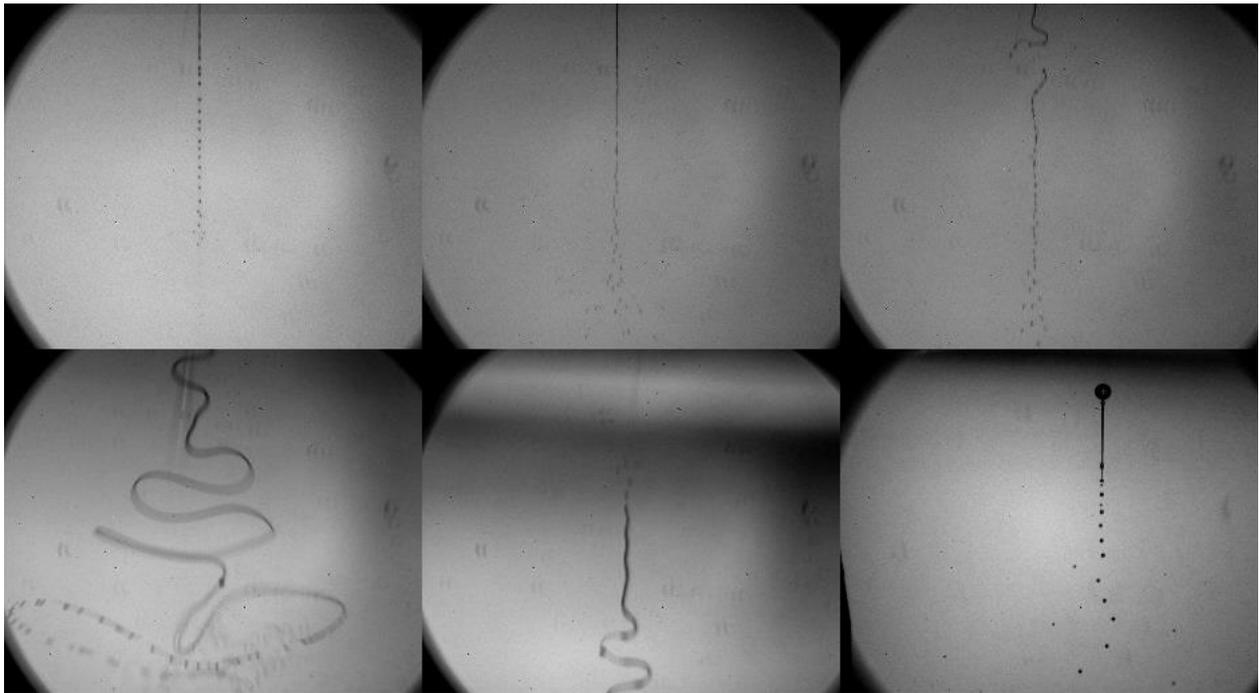
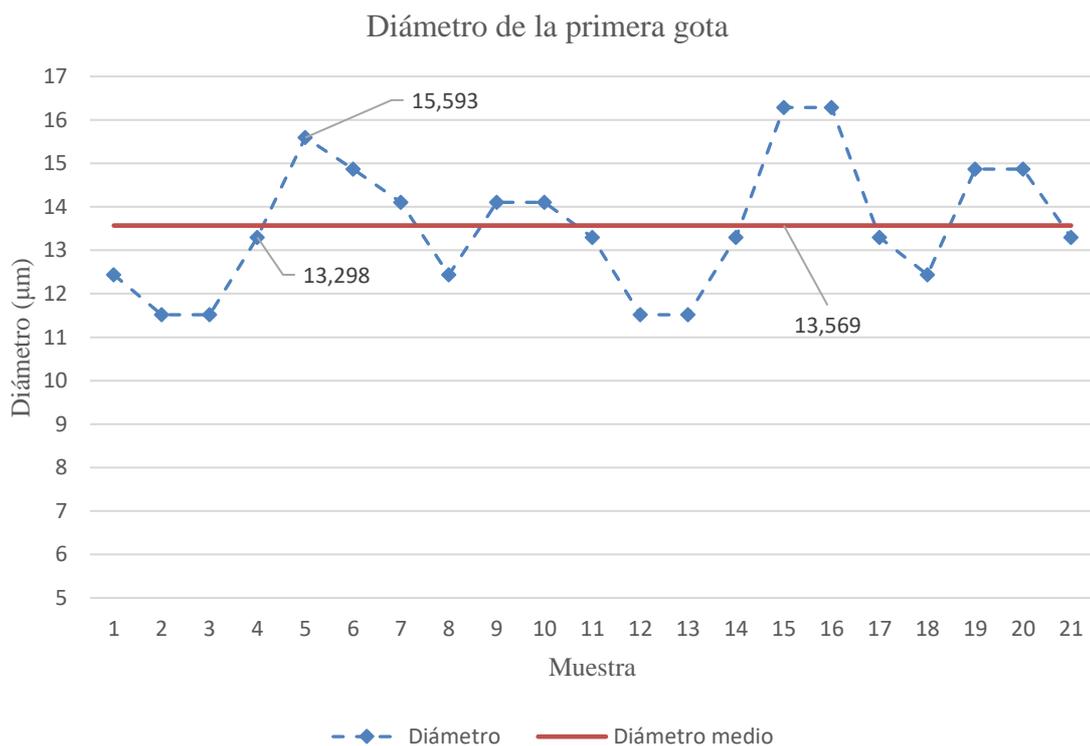


Figura 3-2. Evolución del chorro aguas abajo

La inestabilidad lateral se ha observado con bastante frecuencia.

### 3.3 Tamaño de la Primera Gota

El tamaño de la primera gota se ha determinado realizando la media de 21 medidas tomadas del mismo número de grabaciones distintas, se observa que oscila en torno a un determinado valor resultando finalmente un diámetro medio de 13.569  $\mu\text{m}$ .



Podemos comparar el resultado con la predicción dada por la ley de escala del diámetro en [5].

$$d_1 = 21.457 \mu m \quad (1.28)$$

$$\frac{D}{d_1} = 0.632 \quad (1.29)$$

Es del orden del diámetro predicho por la ley de escala.

### 3.4 Campo eléctrico

Para obtener la solución del campo eléctrico hay que realizar un mallado, la precisión de la solución obtenida depende del tamaño de la malla, pero el proceso de mallado es un proceso costoso en términos de memoria, es por esto por lo que, aprovechando que la distancia característica de la trayectoria de las partículas que analizamos es mucho menor que el tamaño de las placas, podemos reducir el volumen de estudio. Esta reducción viene representada en el Figura 3-3.

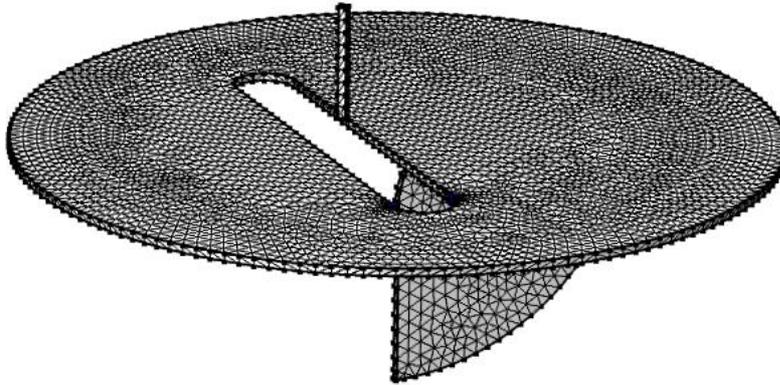


Figura 3-3. Mallado de las superficies

Por otra parte, el fluido que rodea a los electrodos (aire) también tiene que definirse y mallarse, se ha optado por definir una esfera alrededor del volumen reducido anterior, esto se representa en la Figura 3-4.

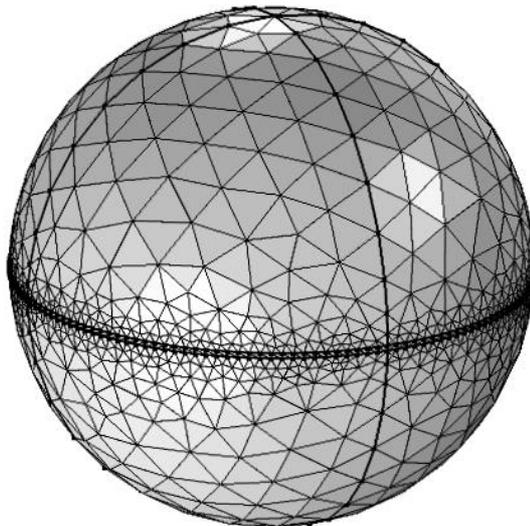


Figura 3-4. Mallado del entorno (volumen de aire)

El potencial eléctrico obtenido se representa en las Figuras 3-5 y 3-6. Se observa que el valor del potencial en la aguja es de 3100 V y en las placas es de 0 V, estas son las condiciones de contorno del problema electrostático.

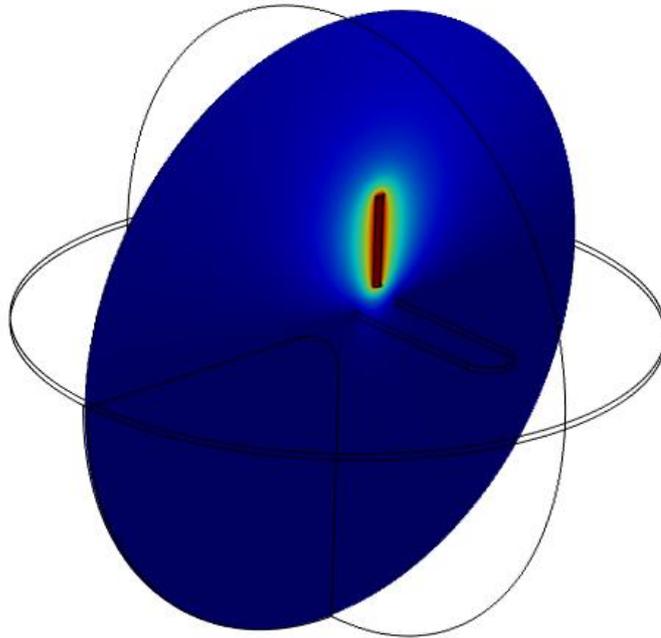


Figura 3-5. Potencial eléctrico en el plano medio

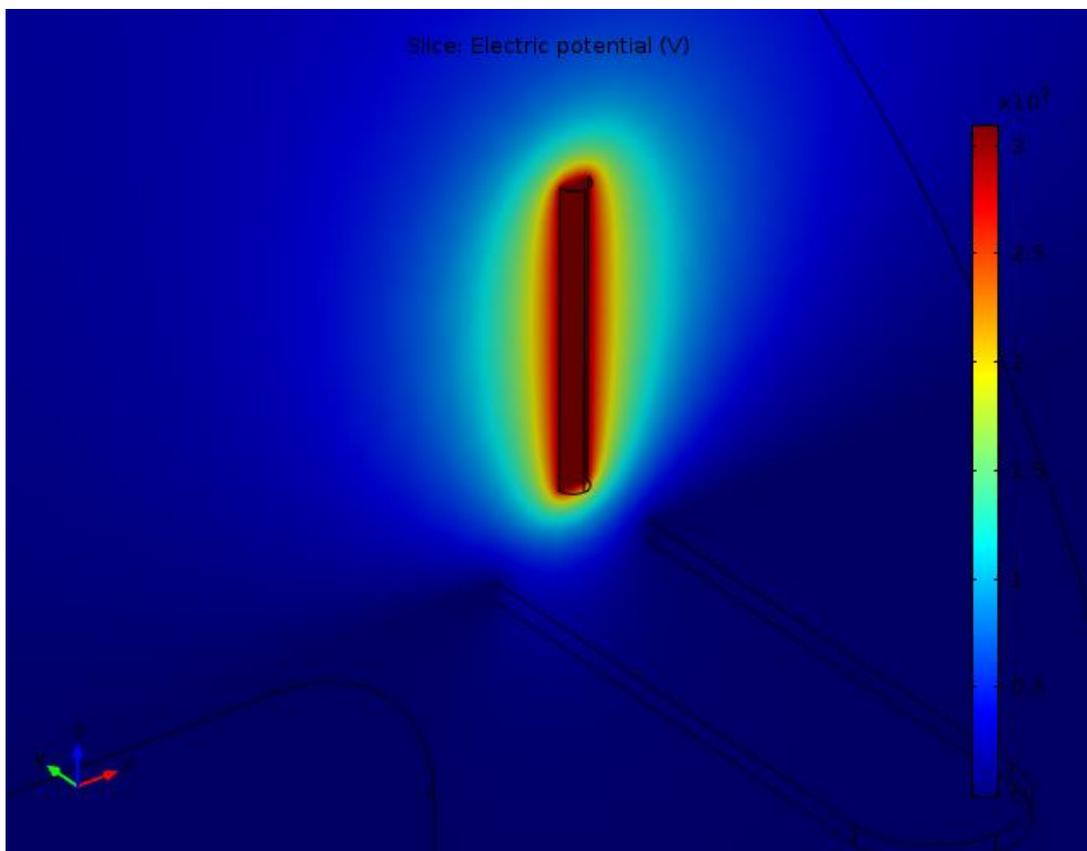


Figura 3-6. Potencial eléctrico en el entorno de la aguja

Esta diferencia de potencial es la que genera el campo eléctrico vectorial  $\vec{E}$ , sus tres componentes en el entorno de aguja por encima de la ranura y en el plano de movimiento se representan en las Figuras 3-7, 3-8 y 3-9.

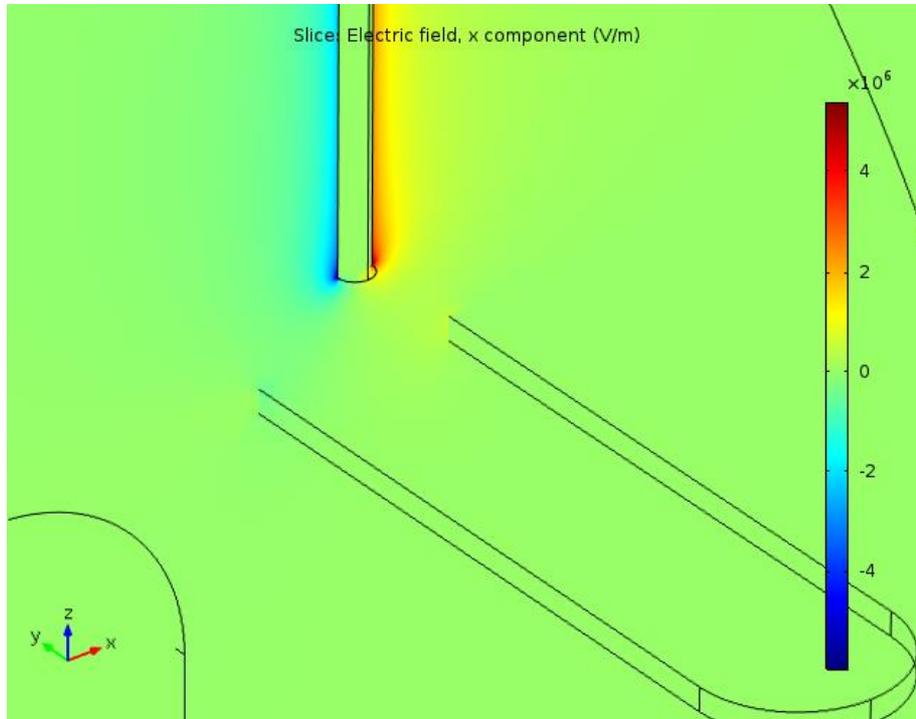


Figura 3-7. Componente  $E_x$  en el plano medio

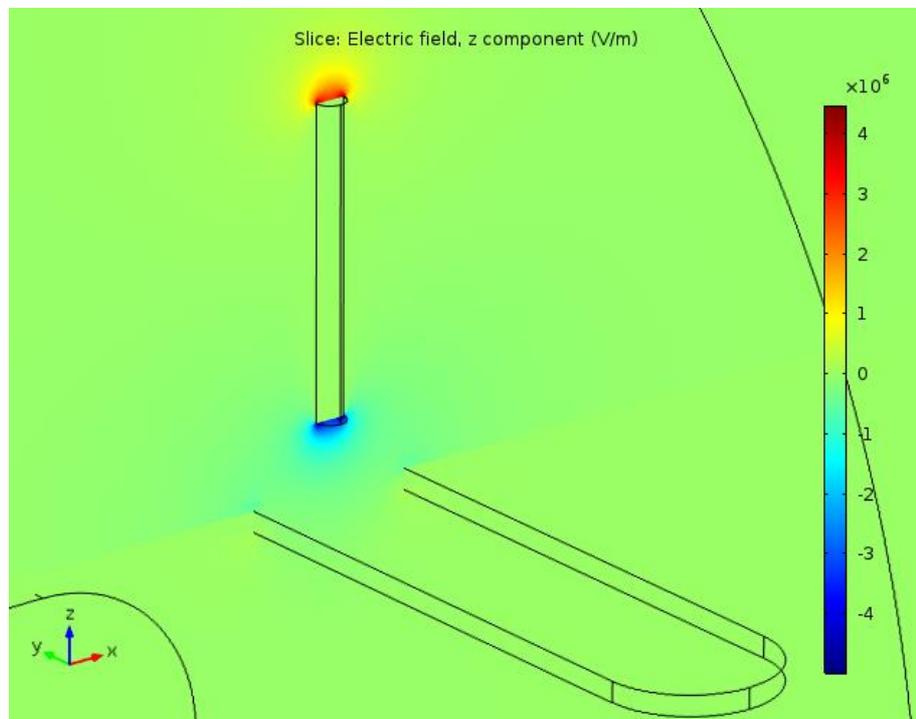


Figura 3-8. Componente  $E_z$  en el plano medio

Respecto a la componente  $E_y$  del campo podemos observar que es intensa, simétrica y de sentido opuesto respecto del placa vertical, pero justo en el plano medio su valor está entorno a cero.

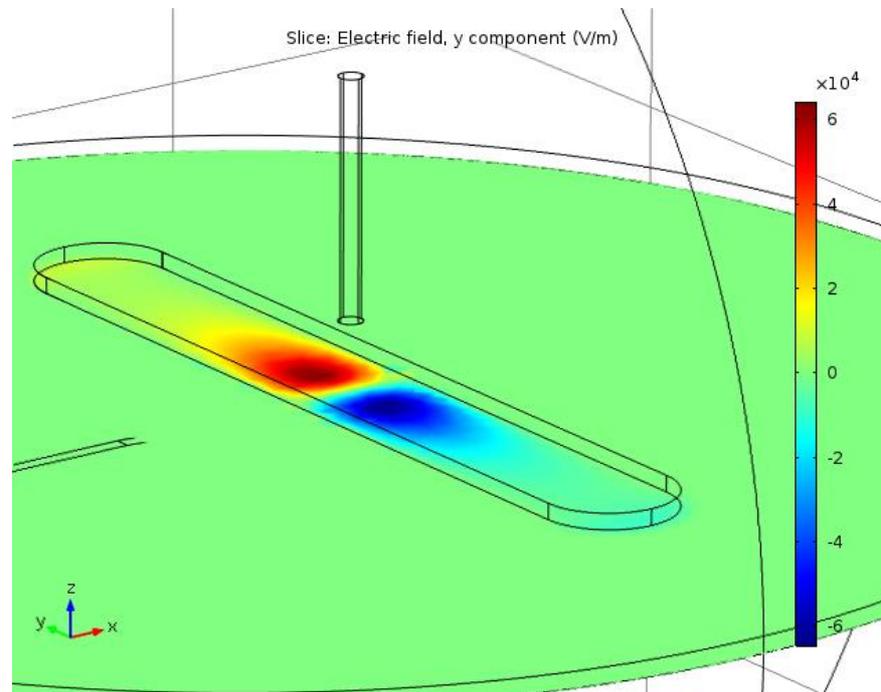


Figura 3-9. Componente  $E_y$  en el plano transversal al movimiento

Precisamente esto es lo que se representa en la Figura 3-10. Esto validaría la suposición que realizamos en la ecuación (1.22), donde asumimos que la componente del campo en esta dirección debía ser despreciable. No obstante la componente no es exactamente nula lo que podría explicar que algunas gotas se salgan del plano y se desenfocan.

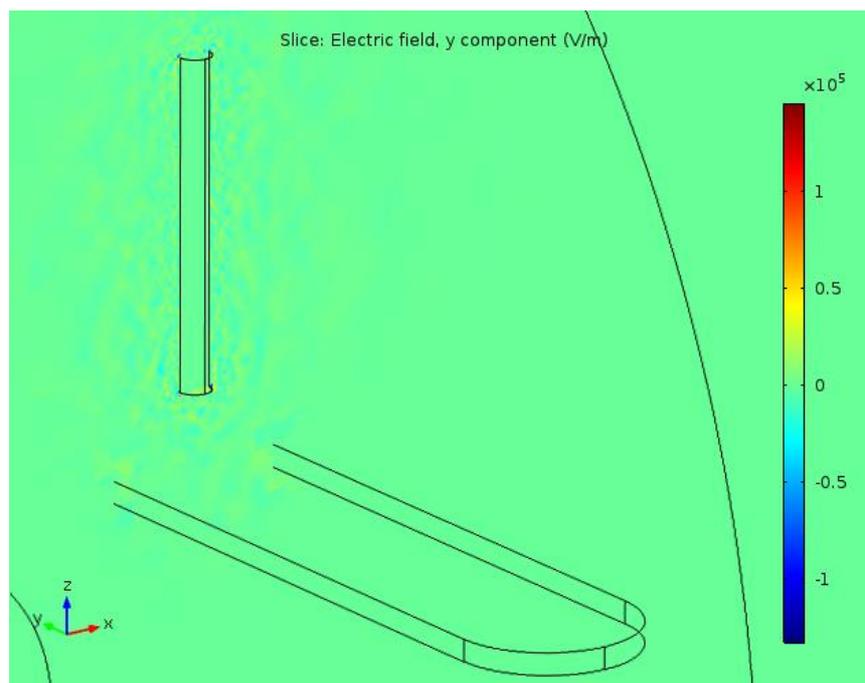
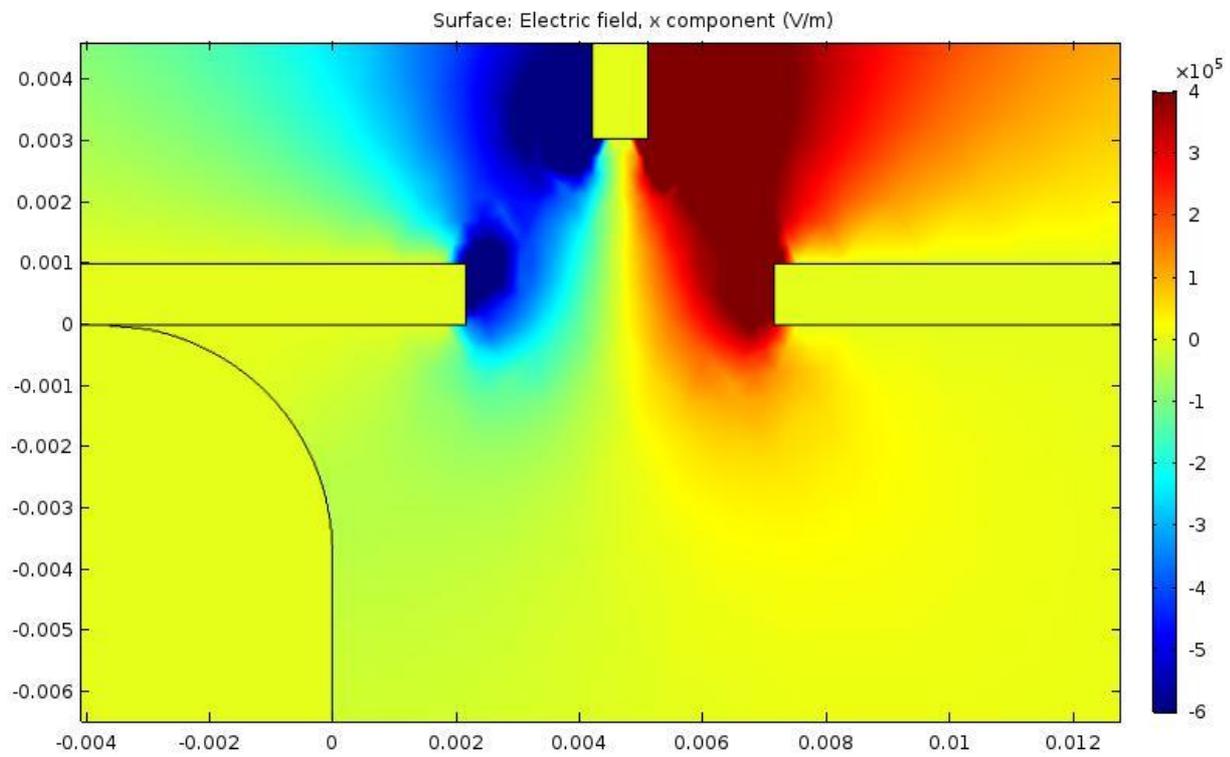
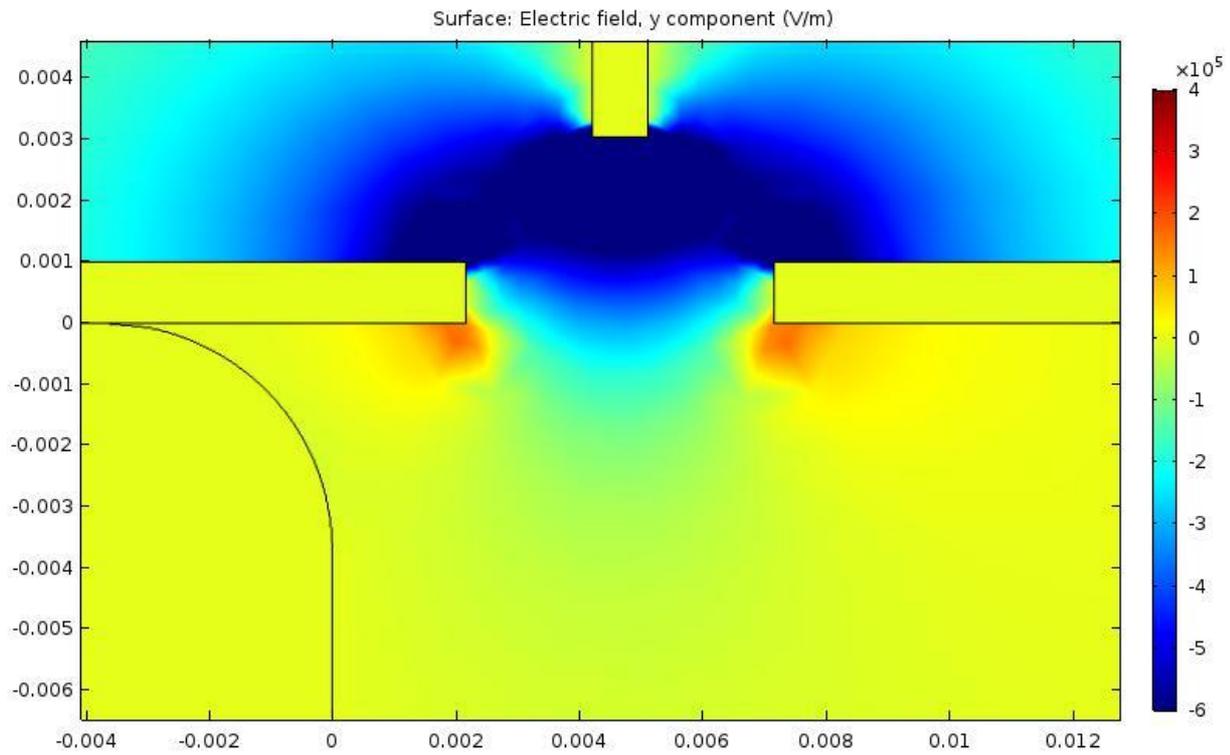


Figura 3-10. Componente  $E_y$  en el plano medio

También se ha resuelto el problema en dos dimensiones solo para comparar con el resultado en tres dimensiones observándose que resulta un campo menos intenso pero más distribuido en el espacio.



COMSOL permite crear puntos de corte, que son puntos en los que se puede evaluar las magnitudes eléctricas calculadas, como las componentes del campo eléctrico o el potencial electrostático, los puntos que se obtuvieron con ImageJ se procesan con Matlab para adaptarlos al sistema de referencia del entorno de COMSOL y posteriormente se exportan como puntos de corte a esta último. En la Figura 3-11 se observa cómo se han superpuesto los puntos de la trayectoria, después se ha evaluado en ellos el campo eléctrico.

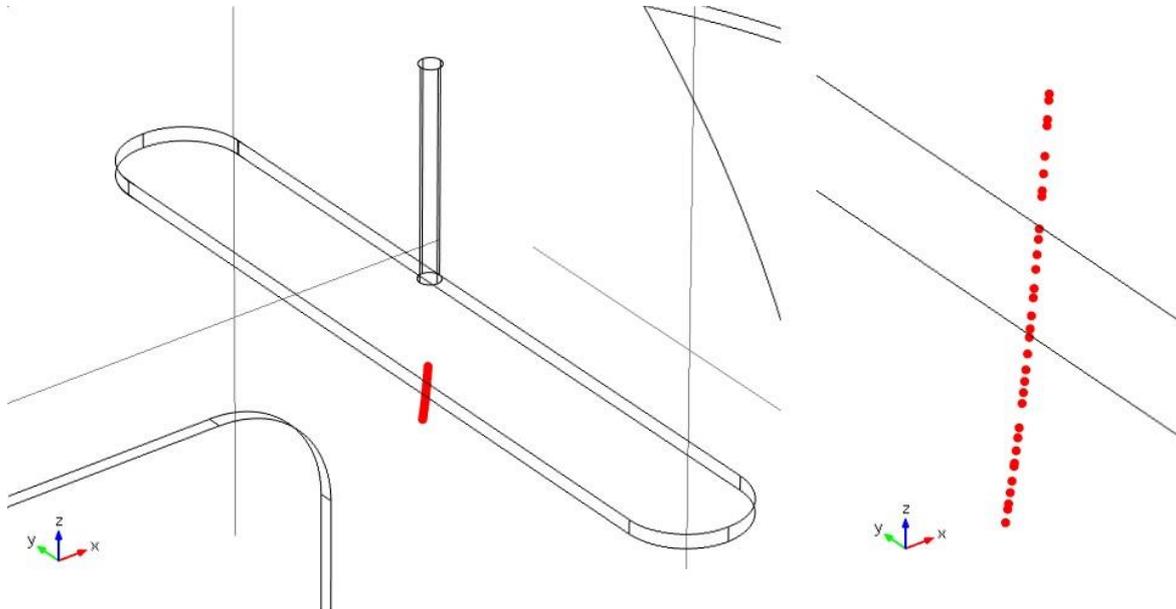


Figura 3-11. Puntos de la trayectoria en COMSOL

### 3.5 Diferentes Trayectorias Obtenidas

De todos los vídeos grabados se han considerado cuatro en los que la trayectoria de la primera gota está especialmente definida. Para cada vídeo se ha ajustado los puntos de la trayectoria mediante una curva de mejor aproximación en el sentido de los mínimos cuadrados, porque las curvas trazadas sólo con los puntos obtenidos directamente del vídeo no eran suaves y podían dar problemas de continuidad a la hora de calcular la velocidad y la aceleración. Se ha probado con polinomios de grado 2, 3 y 4 y se ha elegido el que se adapta mejor a los puntos reales. Sobre los puntos de esta curva de ajuste se ha calculado la velocidad y la aceleración de manera que con el ajuste polinómico la velocidad y aceleración son suaves y continuas.

Para el primer vídeo resulta la siguiente trayectoria. Los puntos negros son los puntos extraídos con ImageJ de las grabaciones. Se aprecia que en ciertos tramos se desvían, si uniéramos los puntos muestreados no obtendríamos una línea quebrada. Los posibles motivos por los que ocurre esto se discutirán más adelante.

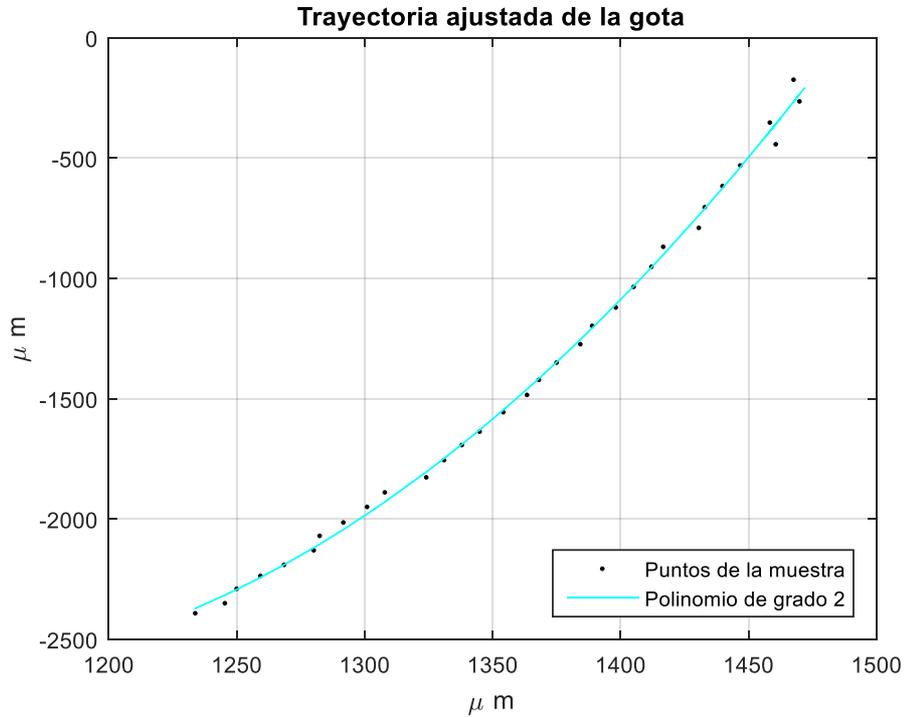


Figura 3-12. Vídeo 1. Ajuste con polinomio de grado 2

En la Figura 3-12 el polinomio de ajuste es de segundo grado y en la Figura 3-13 de tercer y cuarto grado, en esta trayectoria en particular los tres polinomios se adaptan casi idénticamente a los puntos de la muestra.

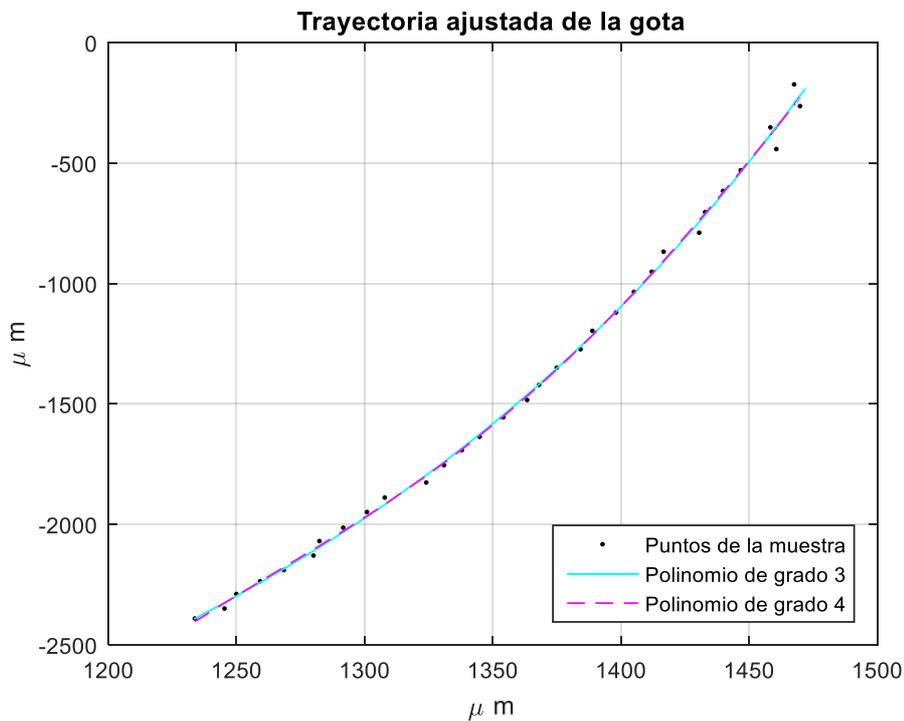


Figura 3-13. Vídeo 1. Ajuste con polinomios de grado 3 y 4

Para el segundo vídeo resulta la trayectoria de la Figura 3-14. En este caso el polinomio de segundo grado no sigue demasiado bien los puntos.

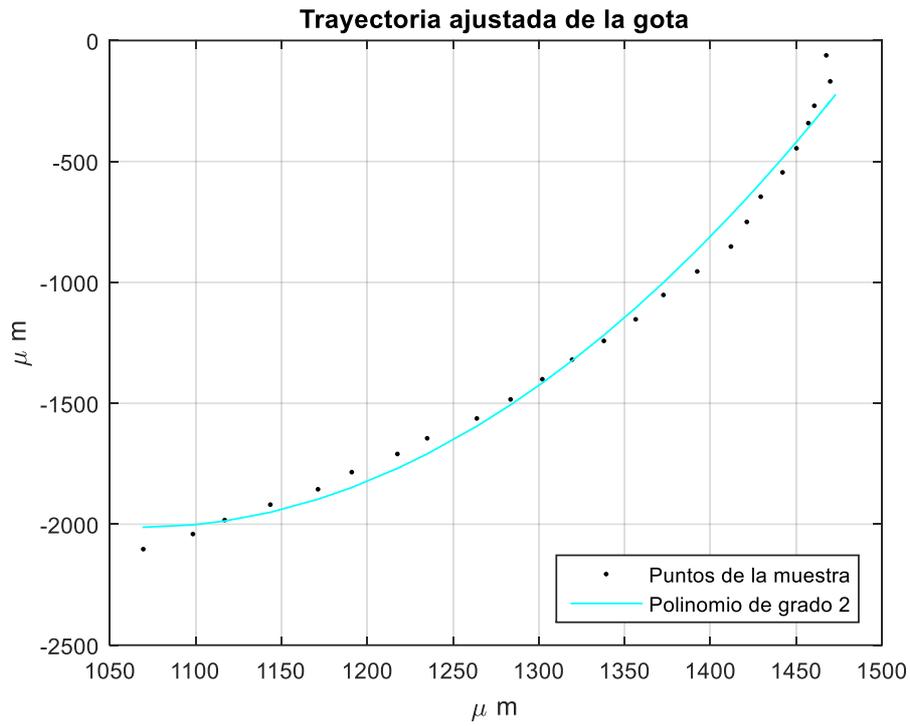


Figura 3-14. Video 2. Ajuste con polinomio de grado 2

Se ha optado por ajustar la curva con el polinomio de grado 4.

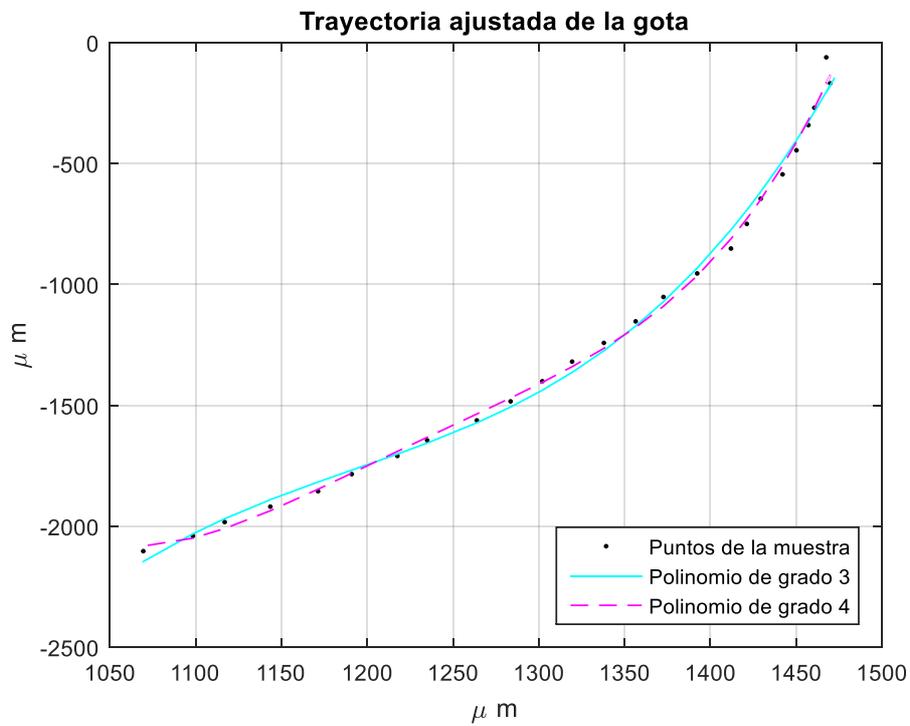


Figura 3-15. Video 2. Ajuste con polinomio de grado 3 y 4

Para el tercer vídeo el polinomio de segundo grado tampoco se ajusta adecuadamente a los puntos de la trayectoria.

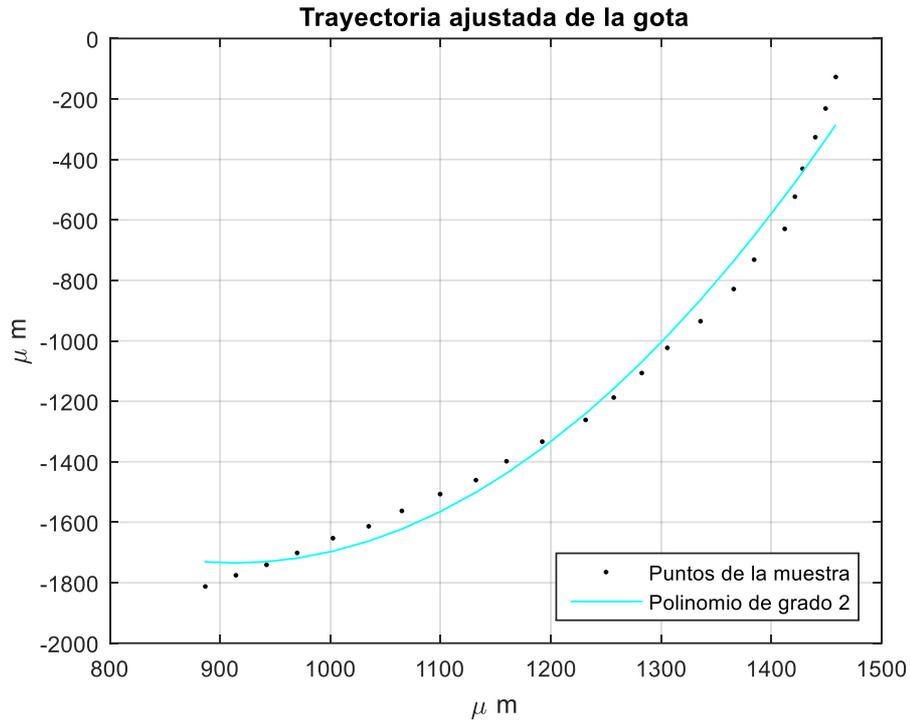


Figura 3-16. Video 3. Ajuste con polinomio de grado 2

El polinomio de tercer grado no es una buena aproximación porque alabea a lo largo de la curva, es decir hay cambios de curvatura, por lo que se elige el polinomio de grado cuarto como mejor aproximación.

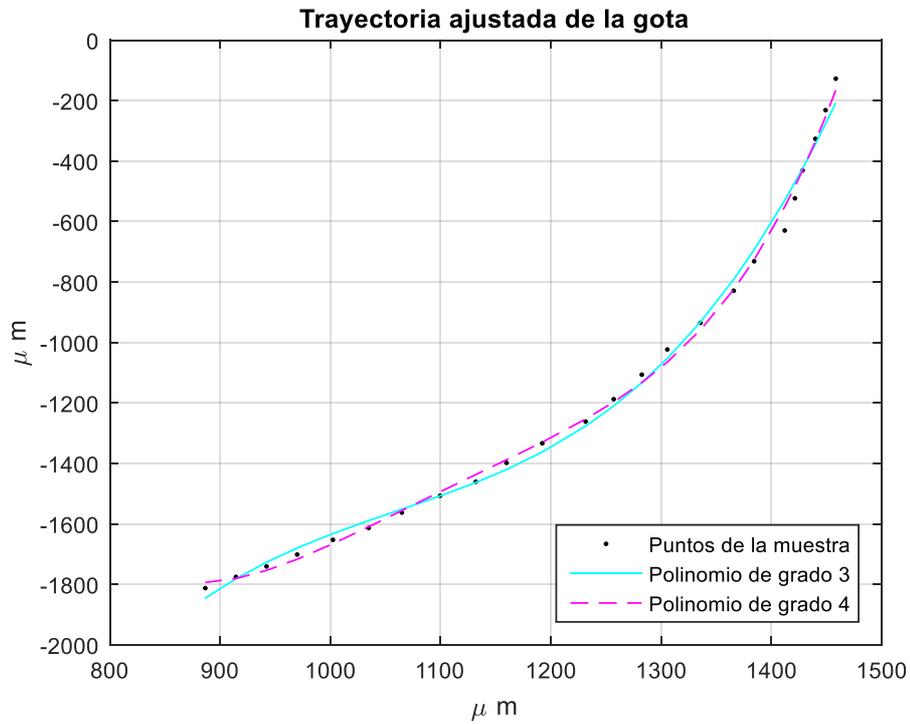


Figura 3-17. Video 3. Ajuste con polinomio de grado 3 y 4

La figura 3-18 refleja un caso especial en el que la primera gota se desvía hacia la derecha, en el sentido contrario a la placa vertical.



Figura 3-18. Video 4. Trayectoria hacia la derecha

La curva de mejor ajuste resulta ser la de cuarto grado.

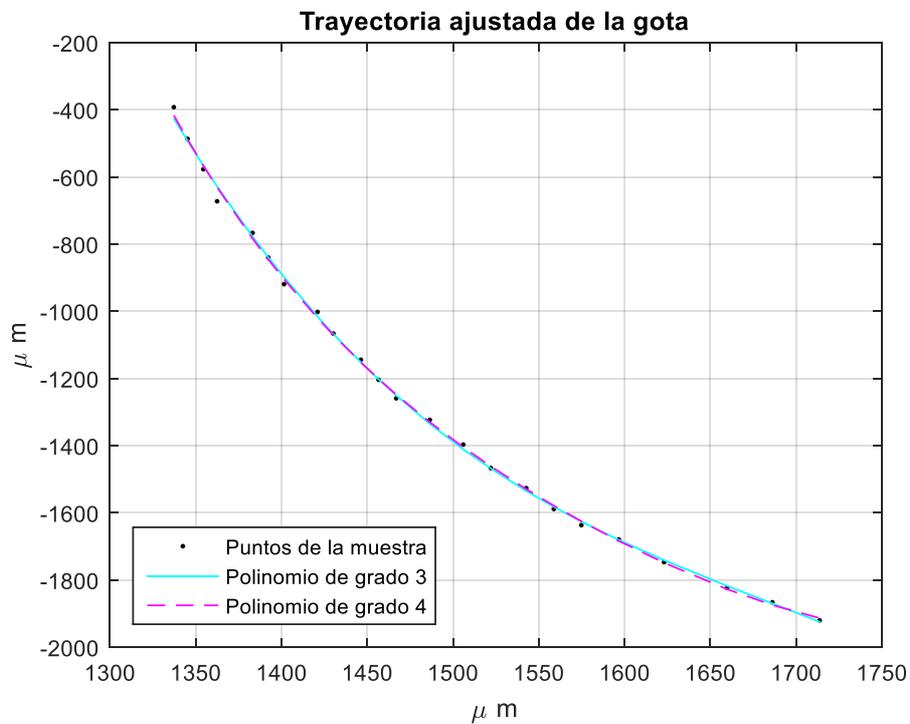
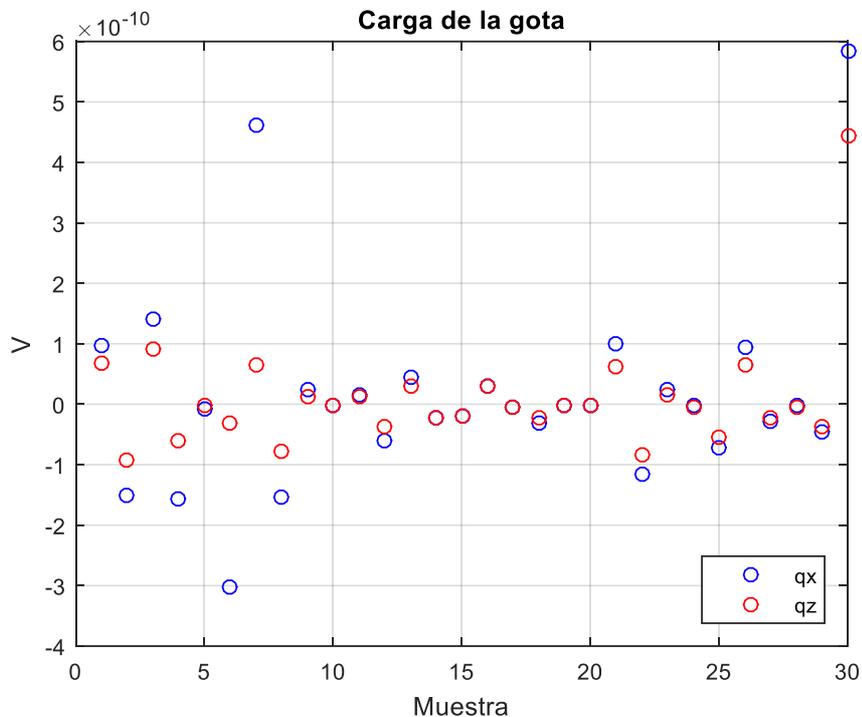


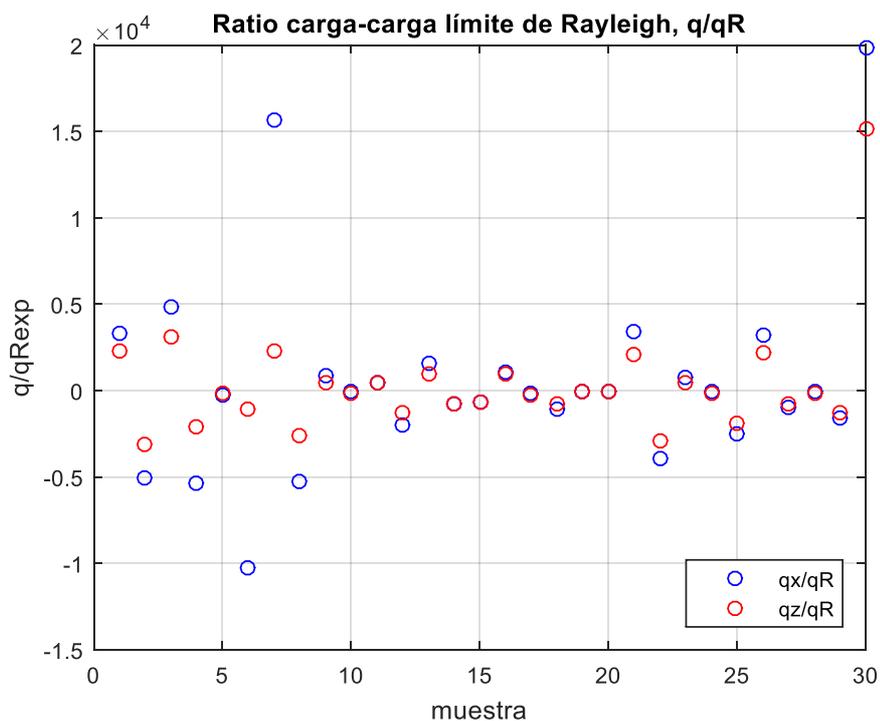
Figura 3-19. Video 4. Trayectoria hacia la derecha 2

### 3.6 Comparación con las Leyes de Escala para la Carga de la Primera Gota

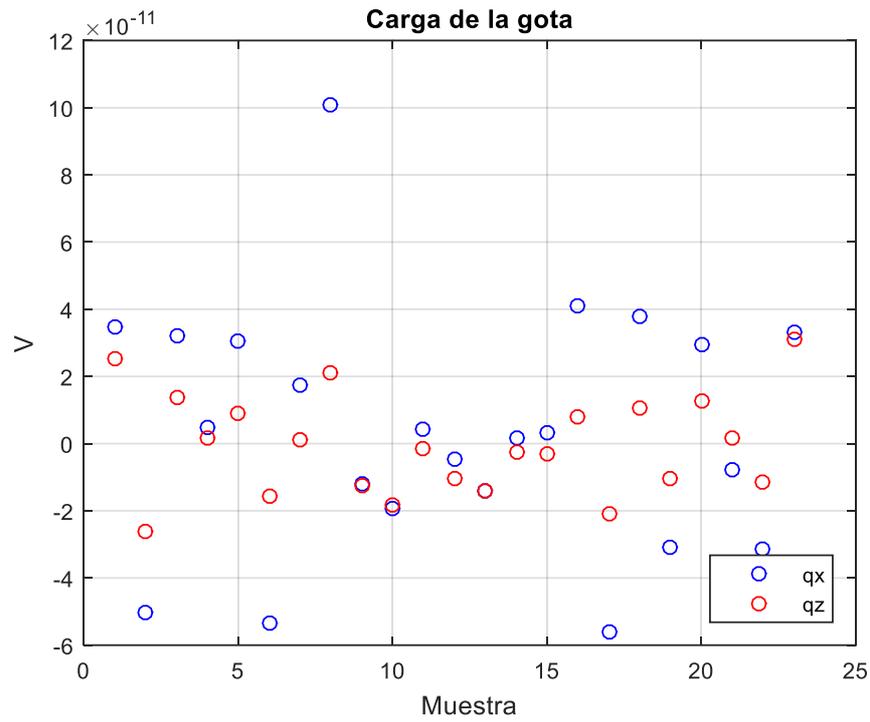
A continuación, mostramos los resultados para la carga que transporta la gota. En azul se representa la carga obtenida con la primera componente de la ecuación vectorial (1.21) y en rojo la calculada con la tercera componente (1.23). Observamos que la carga es prácticamente la misma para las dos ecuaciones con alguna excepción, aunque en los casos con mayor diferencia ésta no llega a ser mayor que un orden de magnitud.



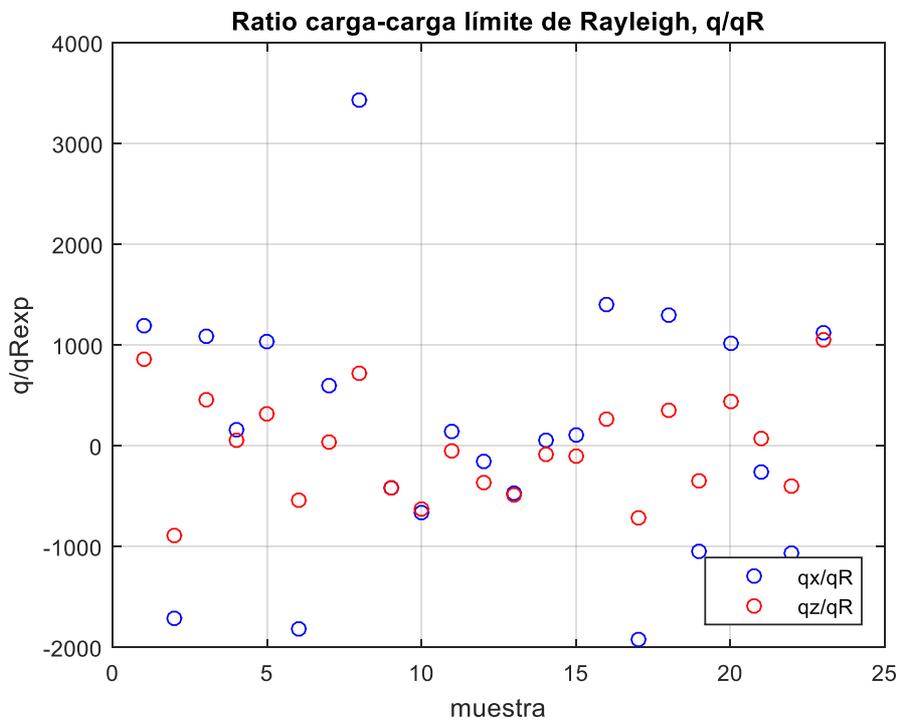
También se observa un cambio de signo en la carga. Por otro lado, es interesante comparar la carga obtenida con la carga límite de Rayleigh.



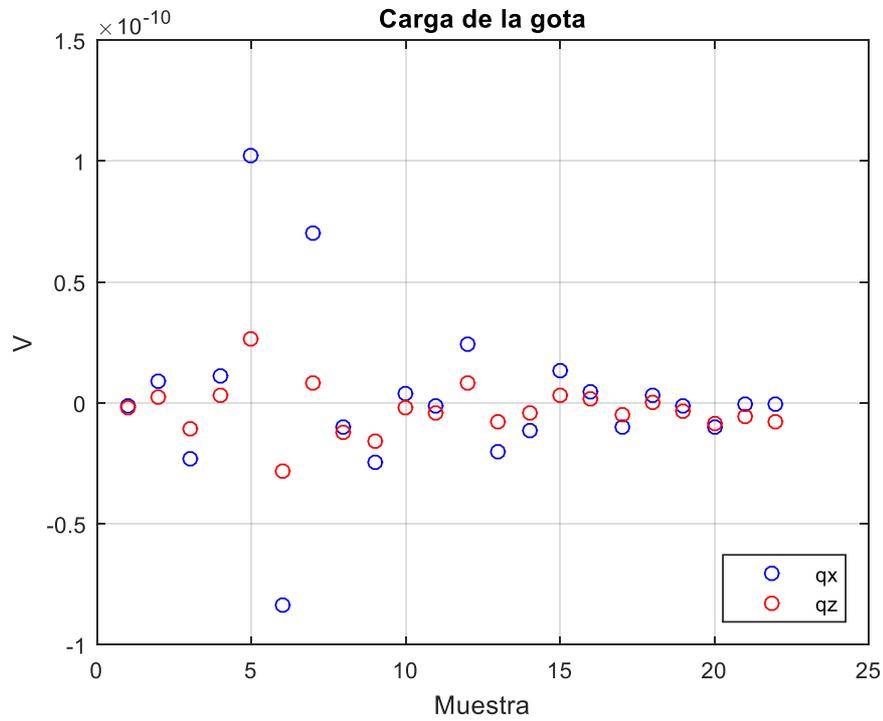
Las siguientes figuras corresponden al segundo vídeo. En este caso se observa mayor dispersión de la carga, así como una mayor diferencia entre los resultados de las dos ecuaciones.



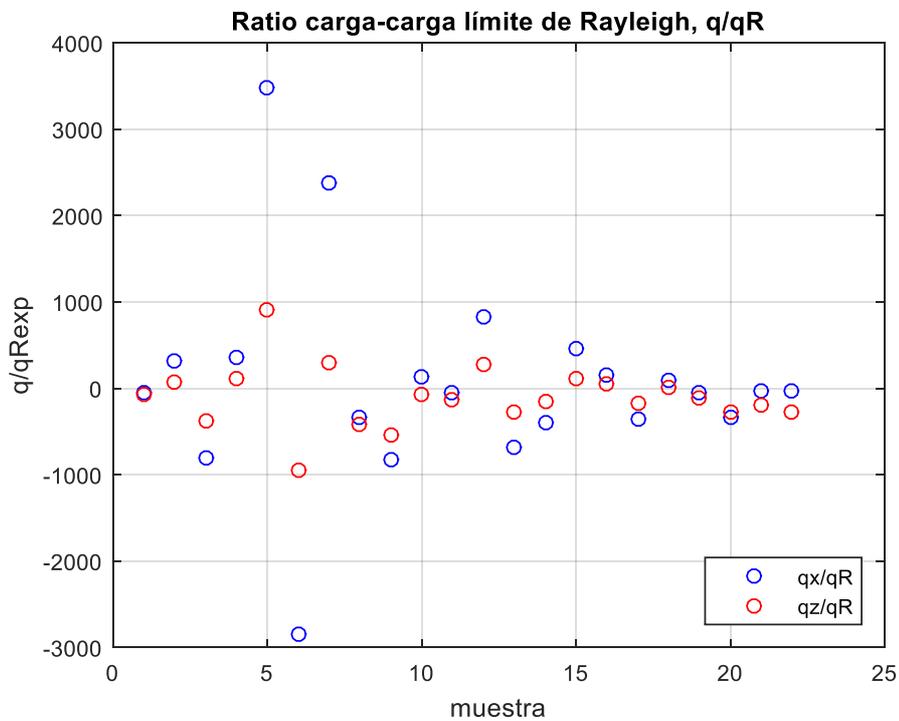
El cociente entre estos valores y la carga límite de Rayleigh también es elevado.



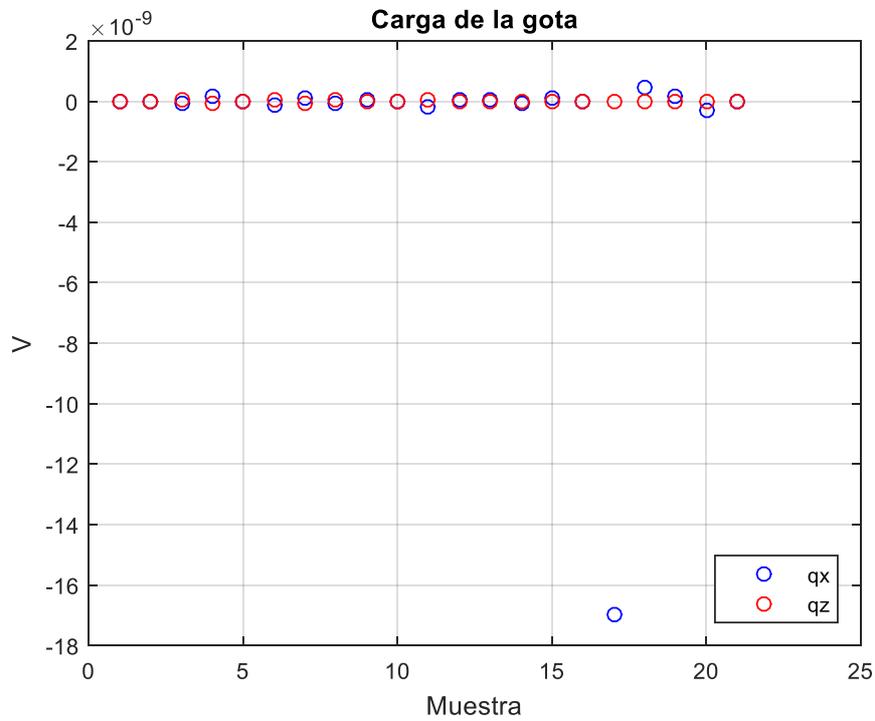
Para el tercer vídeo, volvemos a obtener una dispersión menor como en el primer caso y las cargas muy parecidas en las dos ecuaciones salvo algunas excepciones



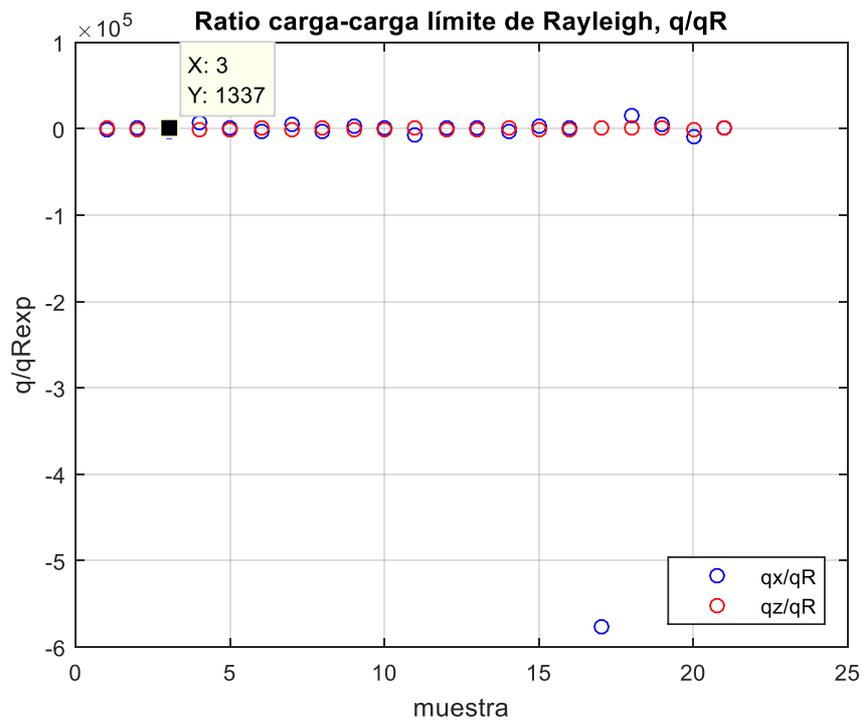
El cociente entre la carga límite de Rayleigh es elevado se observa que permanece dentro de la banda de 1000.



Por último, los resultados para el último vídeo. En el caso en que se observa que la primera gota se desvía hacia la derecha se obtiene muy poca dispersión, salvo un punto. Las cargas son prácticamente idénticas en los dos términos de la ecuación.



No obstante, el cociente entre la carga crítica de Rayleigh es elevado.



Vamos a realizar una media de los valores absolutos de las cargas para comparar nuestro resultado con la carga predicha por la ley de escala de Gañán et al. [6]:

$$q = 6.4798e - 14V \quad (1.30)$$

$$\frac{q}{q_R} = 1.1078 \quad (1.31)$$

En la Tabla 2 se presentan los resultados para el valor de la carga media, el cociente entre la carga media y la carga límite de Rayleigh y los mínimos para estos valores:

Carga o cociente	Vídeo 1	Vídeo 2	Vídeo 3	Vídeo 4
$\bar{q}$	7.1372e-11	2.0320e-11	1.3908e-11	4.6085e-10
$q_{\min}$	1.8904e-12	9.9745e-13	5.4858e-13	9.9500e-13
$\frac{\bar{q}}{q_R}$	2426.1	690.7278	472.7672	1.5665e4
$\frac{q_{\min}}{q_R}$	64.2593	33.9060	18.6479	33.8226

*Tabla 2. Resultados para la carga*

Claramente hemos obtenido un valor de la carga muy superior a la carga límite Rayleigh. Lo que nos lleva a pensar que se ha producido algún error que no hemos podido detectar en los códigos que se han empleado durante el trabajo o que este método necesita una revisión para poder emplearse para determinar la carga y poder comprobar experimentalmente las leyes de escala. Las mejoras se comentarán en el siguiente apartado.

# 4 POSIBLES LÍNEAS DE MEJORA Y DESARROLLO FUTURO

---

**E**n este capítulo vamos a proponer mejoras respecto al montaje experimental para obtener en el futuro mejores resultados.

## 4.1 Mejora de la Configuración Geométrica

Se esperaba que la diferencia de potencial entre el borde de la placa vertical y la aguja fuera más intenso de manera que las gotas cargadas eléctricamente se vieran claramente afectadas por el campo eléctrico y su movimiento estuviera dominado por este. Sin embargo, en las imágenes de la intensidad del campo eléctrico se ha podido observar que la mayor diferencia de potencial se establece entre los bordes de la ranura de la placa horizontal y la aguja. Se puede interpretar como que la placa horizontal actúa como un apantallamiento del campo.

Se propone que la placa vertical tenga bordes en ángulo recto y no los bordes redondeados que presenta actualmente, o si esto no es posible que el radio de redondeo sea muchísimo menor, actualmente es de 5 mm. De todas maneras, mediante la herramienta COMSOL se puede generar diversas geometrías y obtener el campo eléctrico que genera, además de que se puede estudiar paraméricamente los resultados variando la tensión aplicada en la aguja.

## 4.2 Puntos de la Trayectoria

A la hora de marcar los puntos de la trayectoria que sigue la primera gota se ha visto que está a veces se sale del plano de enfoque volviendo a aparecer en los siguientes fotogramas o no. O como hemos visto en el ajuste polinómico anterior, la gota se desvía bruscamente resultando una trayectoria abrupta con picos. Esto podría estar relacionado con la intensidad del campo eléctrico, habría que conseguir un campo realmente intenso en el entorno de la placa vertical para evitar que las gotas se salgan de foco y su movimiento esté dominado principalmente por éste. También puede estar relacionado con alguna vibración de la cámara, aunque se ha montado el experimento en una mesa óptica que previene las perturbaciones por vibraciones.

Para futuros desarrollos del experimento sería interesante considerarse la interacción de la gota con otros cuerpos. Respecto a esto último podría estudiarse si la gota puede estar siendo afectada por el movimiento browniano, es decir la gota puede presentar cierta aleatoriedad en su movimiento debido al bombardeo de las partículas y moléculas que componen el fluido en el que está inmerso, en este caso el aire del laboratorio. Habría que ver si a las escalas de trabajo esta interacción es posible y la magnitud de la misma.

## 4.3 Automatización de la Adquisición de Imágenes

El fenómeno que queremos grabar ocurre en un tiempo característico muy pequeño. Durante el trabajo en el laboratorio ha sido una gran lucha dar con el retardo de grabación necesario para captar el momento exacto de rotura del chorro en gotas y ha sido muchísimo más difícil dar con la aparición de la primera gota. Es muy importante captar ese instante exacto para distinguir la primera gota de las demás.

Todo esto depende de la relación entre el volumen del menisco que cuelga de la aguja y el campo aplicado. Si pudiera automatizarse el llenado de la gota que pende de la aguja y medirse su volumen automáticamente para

aplicar el valor de tensión necesario para producir la emisión del electrospray se agilizaría el proceso de obtención de imágenes.

#### **4.4 No Linealidades**

En las ecuaciones para determinar la carga eléctrica se ha eliminado la interacción electrostática entre las gotas por simplicidad, quizá en futuros desarrollos debería tenerse en cuenta esta interacción cuando la distancia entre las gotas sea pequeña puesto que la fuerza de atracción o repulsión electrostática puede ser importante y modificar la trayectoria.

## REFERENCIAS

---

- [1] J. Zeleny, "Instability of the electrified liquid surfaces," *The Physical Review*, vol. 10, no. 1, 1917.
- [2] G. Taylor, "Disintegration of water drops in an electric field," *Proceedings of the royal society A*, vol. 280, pp. 383-397, 1964.
- [3] P.-F. Cloupeau, "Electrohydrodynamic spraying functioning modes a critical review," *Journal of Aerosol Science*, vol. 25, no. 6, pp. 1021-1036, 1994.
- [4] R. T. e. a. Collins, "Universal scaling laws for the disintegrant electrified drops," *Proceedings of the national academy of sciences*, vol. 110, no. 13, 2013.
- [5] R. Pillai, J. D. Berry, D. J. Harvie and M. R. Davidson, "Electrokinetics os isolated electrified drops," *Soft Matter*, vol. 12, no. 3310, 2016.
- [6] A. M. Gañán-Calvo, J. M. López-Herrera, N. Rebollo-Muñoz and J. M. Montanero, "The onset of electropray: the universal scaling laws of the first ejection," *Scientific reports*, vol. 6, 2016.
- [7] J. B. Fenn, M. Mann, C. K. Meng, S. F. Wong and C. M. Whitehouse, "Electrospray Ionization for Mass Spectrometry of Large Biomolecules," *Science*, vol. 246, no. 4926, 6 October 1989.
- [8] I. G. Loscertales, A. Barrero, I. Guerrero, R. Cortijo, M. Marquez and A. M. Gañán-Calvo, "Micro/Nano encapsulation via electrified coaxial liquid jets," *Science*, vol. 295, pp. 1695-1698, 2002.
- [9] J. Doshi and D. H. Reneker, "Electrospinning process and applications of electrospun fibers," *Journal of electrostatics*, vol. 35, pp. 151-160, 1995.
- [10] J. Gómez-Estaca, R. Gavara and P. Muñoz-Hernández, "Encapsulation of curcumin in electrospayed gelatin microspheres enhances its bioaccessibility and widens its uses in food application," *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, vol. 29, no. 10, 2015.
- [11] A. M. Gañán-Calvo and J. M. Montanero, "Revision of capillary cone-jet physics: Electropray and flow focusing," *Physical review E*, vol. 79, 2009.
- [12] D. A. Saville, "Electrohydrodynamics: The Taylor-Melcher Leaky Dielectric Model," *Annual Review of Fluid Mechanics*, vol. 29, pp. 27-64, 1997.
- [13] A. M. Gañán-Calvo, J. Dávila and A. Barrero, "Current and droplet size in the electrospaying of liquids. Scaling laws," *Journal of Aerosol Science*, vol. 28, no. 2, pp. 249-275, 1997.

