



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) BR 112014000262-2 A2



(22) Data do Depósito: 05/07/2012

(43) Data da Publicação Nacional: 14/02/2017

(54) Título: MICROVISCOSÍMETRO CAPILAR

(51) Int. Cl.: G01N 11/04.

(30) Prioridade Unionista: 07/07/2011 AR P20110102443.

(71) Depositante(es): CONSEJO NACIONAL DE INVESTIGACIONES CIENTIFICAS Y TECNICAS (CONICET); COMISIÓN NACIONAL DE ENERGÍA ATÓMICA (CNEA); INIS BIOTECH LLC.

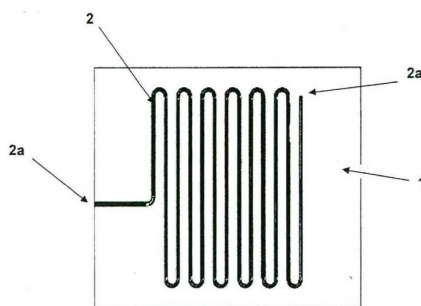
(72) Inventor(es): NADIM MARCELO MORHELL; HERNÁN PASTORIZA.

(86) Pedido PCT: PCT IB2012053449 de 05/07/2012

(87) Publicação PCT: WO 2013/005185 de 10/01/2013

(85) Data da Fase Nacional: 06/01/2014

(57) Resumo: MICROVISCOSÍMETRO CAPILAR Microviscosímetro de baixo custo e facilmente operado, adequado para estudos clínicos de diagnose médica e outros testes de fluido. O equipamento consiste de um microcanal (2) formado por microcanais concatenados, feitos por técnicas de micromanufatura, e um detector de posição de coluna de fluido dentro do microcanal. Os microcanais são abertos em uma extremidade e fechados na outra extremidade e são feitos de um único material biocompatível. Quando uma gota de líquido é colocada dentro da entrada do microcanal (2), o fluido entra por capilaridade até a pressão de ar comprimido igualar a pressão capilar mais pressão atmosférica. O movimento transiente do fluido da entrada no canal, até parar em sua posição de equilíbrio, é analisado, assim obtendo-se, como resultado, a viscosidade e a pressão capilar do líquido testado.



“MICROVISCOSÍMETRO CAPILAR”

CAMPO DA INVENÇÃO

[0001] A presente invenção refere-se a um microviscosímetro capilar, que permite medir a viscosidade dos líquidos compreendendo um microcanal micromanufaturado (microcapilar) feito de um único material biocompatível fechado em uma sua extremidade, em que o líquido a ser medido entra através de uma extremidade aberta acionado pela pressão capilar. Pela medição da posição (e/ou velocidade) do menisco do líquido versus tempo, é possível obterem-se valores de viscosidade e pressão capilares.

FUNDAMENTOS E VANTAGENS DA INVENÇÃO

[0002] Quando estudando-se as propriedades físicas e químicas de um fluido é importante determinar sua viscosidade. Para este fim viscosímetros são usados permitindo testar fluidos em diferentes regimes de fluxo e em diferentes velocidades de fluxo.

[0003] Há um grande número de indústrias e campos de pesquisa em que a medição da viscosidade é um ensaio de rotina, por exemplo, em refino de petróleo, produção de óleos lubrificantes, emulsões da indústria farmacêutica, tintas de impressão, produção diária, entre outros.

[0004] Em algumas aplicações, tais como análise de fluidos biológicos, as partículas em suspensão alteram a viscosidade do fluido em relação à velocidade de fluxo. Para estes fluidos reológicos ou fluidos não newtonianos, são projetados viscosímetros capazes de relatar valores de viscosidade para diferentes gradientes de velocidade.

[0005] Em casos em que volume limitado de amostra é disponível, é necessário terem-se dispositivos que operam com volumes menores do que alguns microlitros de líquido.

[0006] Há três tipos comuns de viscosímetros que diferem pelo princípio físico pelo qual eles operam. O primeiro, referido como Stokes-type, consiste em analisar o movimento de um corpo dentro de um fluido e calcular

a viscosidade da força de arraste exercida no corpo.

[0007] No segundo, que é do Rotating type (tipo rotativo) o líquido é inserido em uma cavidade formada por uma parte fixa e um cone rotativo. A rotação do cone induz um movimento rotacional no fluido, cuja viscosidade pode ser obtida da relação entre a velocidade de rotação e o torque aplicado ao cone.

[0008] No terceiro tipo, referido como viscosímetro capilar, o fluido move-se através de um tubo capilar e parâmetros dinâmicos, tais como posição, velocidade ou velocidade de fluxo, versus tempo, são registrados.

[0009] Os viscosímetros Stokes-type não são capazes de medir fluidos não newtonianos, devido a limitações do princípio físico operando. Os viscosímetros capilares convencionais requerem amostra mínima de cerca de 2 milímetros e são de fácil operação, porém requerem que uma diferença de pressão conhecida entre suas extremidades seja estabelecida e, por outro lado, são com frequência não adequados para medir fluidos não newtonianos. Os viscosímetros rotativos podem medir as viscosidades em diferentes velocidades, para caracterizar os fluidos não newtonianos, e no mercado há versões que operam com amostras de cerca de 200-microlitros, embora sua operação requeira maiores treinamento e habilidades.

[00010] Há numerosos documentos de patente relacionados com viscosímetros. O mais próximo da presente invenção é descrito na patente US 7.188.515, diferindo da presente invenção em diversos aspectos, particularmente pelo fato de que o dispositivo descrito em tal patente é baseado na análise da velocidade do fluido em um capilar aberto em ambas extremidades, requerendo um capilar adicional para medir a pressão capilar. A presente invenção refere-se a um único capilar fechado, onde a dinâmica de movimento do fluido é descrita por outras equações. Como provido pela presente invenção, é possível simplificar a manufatura destes dispositivos, mantendo-se a vantagem de serem capazes de analisar volumes de líquido

menores do que um microlitro.

[00011] Por outro lado, o dispositivo da presente invenção é mais confiável quanto às medições feitas, uma vez que no viscosímetro relatado na Patente U.S. 7.188.515 a viscosidade é obtida medindo-se dois parâmetros separados (velocidade e pressão capilares), um dos quais (pressão capilar) apresenta espalhamento de largo resultado porque ele grandemente depende das condições de manufatura.

[00012] Tal patente U.S. provê um viscosímetro capilar microusinado, em que o fluxo de líquido é impelido por pressão capilar. Entretanto, há diferenças significativas listadas, como segue: 1) O líquido a ser medido move-se ao longo de um capilar com ambas as extremidades abertas; 2) A pressão capilar é determinada observando-se quão longe o líquido entra em um capilar de volume conhecido; 3) A medição da velocidade do líquido é realizada com contatos elétricos afastados ao longo do capilar. 4) É manufaturado com uma pastilha de vidro e uma pastilha de silício soldada junto; na presente invenção, ambas cápsulas são manufaturadas do mesmo material; e 5) A temperatura do fluido a ser medido não é considerada.

[00013] Pode também ser mencionado que o dispositivo descrito na patente Japonesa JP 61-161437 (A), em que a viscosidade do líquido é determinada medindo-se a velocidade de falha de uma barra de dimensões e densidade conhecidas, imersa no líquido a ser testado. Ele difere da presente invenção pelo fato de que o princípio de operação é diferente porque não é um viscosímetro capilar, porém um Stokes-type, em que o líquido a ser medido está repousando. Além disso, não é um dispositivo microusinado.

[00014] Também na *Revista Chilena de Tecnologia Médica*, volume 13, No. 1, páginas 617 – 623, 1990, um artigo sobre viscosidade do sangue humano e a implementação de um método simples para –valores normais- de sangue e plasma integrais é descrito. Naquele artigo, as medições de viscosidade são realizadas em sangue humano de vários pacientes. Para isto, é

usado um dispositivo anteriormente relatado por B. Pirofsky no artigo científico: “The determination of viscosity in man by method based em Poiseuille’s law” (A determinação da viscosidade no homem pelo método baseado na lei de Poiseuille), J. Clin. Invest. 32, 292-298, 1953. Ele aplica o princípio de determinar a viscosidade do tempo que um volume conhecido de líquido leva para mover-se ao longo de um capilar de tamanho conhecido. Tal descrição difere desta invenção nos seguintes aspectos: a) Ela requer uma grande quantidade de amostra: 2, ml; b) a diferença de pressão impelindo o líquido é provida por gravidade e os efeitos capilares são desprezados; c) O líquido flui dentro de um tubo aberto em ambas as extremidades, d) A velocidade de fluxo é determinada conhecendo-se o volume inicial do líquido e medindo-se o tempo de passagem através do dado capilar, e e) Não é microusinado nem capaz de ser integrado dentro de um dispositivo semiautomático.

[00015] Com respeito à patente US 6.412.336 B2, que descreve aparelhos que determinam a viscosidade de um líquido por sua velocidade de fluxo através de um tubo capilar de dimensões conhecidas, ela difere da presente invenção pelo fato de que: a) O líquido flui através de um tubo aberto em ambas as extremidades; b) a diferença de pressão que aciona o movimento do líquido é dada por gravidade e os efeitos capilares são desprezados; e c) A velocidade do fluxo do líquido é determinada pela medição do peso do líquido derramado versus tempo.

[00016] Quanto à Patente US 4.441.358, ela refere-se a aparelhos que determinam a viscosidade do líquido por sua velocidade de fluxo através de um tubo capilar de dimensões conhecidas. Ela difere da presente invenção pelo fato de que: 1) O líquido flui através de um tubo aberto em ambas as extremidades; 2) A diferença de pressão que aciona o movimento do líquido é dada por gravidade e os efeitos capilares são desprezados; e 3) A velocidade de fluxo do líquido é determinada medindo-se o tempo levado pelo menisco

do líquido para mover-se entre dois pontos conhecidos do capilar. Isto é detectado por meio de sensores ultrassônicos.

[00017] Na Patente US 4.648.262, a viscosidade do líquido é determinada medindo-se a velocidade de queda de uma esfera de dimensões e densidade conhecidas imersa no líquido a ser testado, que está dentro de um capilar. Ela difere da presente invenção pelo fato de que: 1) O princípio operacional é diferente (não é um viscosímetro capilar, mas um Stokes-type), em que o líquido a ser medido está repousando; 2) Não há microusinagem.

[00018] Com respeito à Patente US 2.095.282, ela descreve aparelhos que determinam a viscosidade do fluido por sua velocidade de fluxo através de um tubo capilar de dimensões conhecidas. Ela difere da presente invenção como segue: 1) o líquido flui através de um tubo aberto em ambas as extremidades; 2) A diferença de pressão que aciona o movimento do líquido é dada por gravidade e os efeitos capilares são desprezados; e, 3) A velocidade do fluxo do líquido é determinada medindo-se o tempo de esvaziamento dos volumes de líquido predeterminados.

[00019] Como descrito na patente US 6.470.736 B2, o aparelho mede a viscosidade do líquido pela velocidade de fluxo de massa do líquido através de um tubo capilar de dimensões conhecidas. Ele difere da presente invenção aqui pelo fato de que: 1) O líquido flui através de um tubo aberto em ambas as extremidades; 2) A diferença de pressão que aciona o movimento do líquido é dada por gravidade e os efeitos capilares são desprezados; e 3) A velocidade do fluxo do líquido é determinada medindo-se o peso do líquido derramado versus o tempo.

[00020] Há adicionalmente outros trabalhos e patentes científicos relacionados com dispositivos com características comparáveis às do viscosímetro da presente invenção, tais como aquelas descritas nas patentes US 6.023.961, US 6.402.703, US 6.412.336, USD 6.428.488, US 6.443.911, US 6.692.437, US 7.207.939, US 6.796.168 e US 2006/0179923. A maioria

destes dispositivos utiliza o mesmo princípio operacional, porém com diferentes métodos de manuseio e subsequente detecção de fluido.

[00021] O princípio operacional dos viscosímetros capilares consiste no estabelecimento de uma diferença e posição de registro de pressão e/ou velocidade da coluna de líquido através de um tubo capilar. Para medição de fluidos não newtonianos é necessário mudar a diferença de pressão ou mudar o diâmetro capilar.

[00022] O registro de posição é usualmente realizado com detectores ópticos (câmeras CCD ou sistema fotodetector) ou detectores capacitivos. A microusinagem capilar permite o uso de pequenas amostras de fluido, como mostrado na US 2006/0179923 A1 e US 2009/0203643 A1.

[00023] O princípio operacional do presente viscosímetro consiste em beneficiar-se da pressão capilar para estabelecer a diferença de pressão que move o fluido. A posição é detectada em relação ao tempo e por dados de processamento e viscosidade de fluido é calculada.

[00024] Esta velocidade de fluxo não é constante e diminui quando o fluido entra no canal. Assim, a medição dos fluidos não newtonianos pode ser conduzida analisando-se diferentes seções do mesmo capilar ou usando-se capilares adjacentes de diferentes diâmetros.

[00025] O viscosímetro proposto consiste de base sensora com eletrônico integrado, que realiza processamento de dados e, por microcanais intercambiáveis, fixados nesta base antes de cada medição. Opcionalmente, dados podem ser extraídos do processador para um computador. A operação do equipamento é fácil, uma vez que é somente requerido depositar uma gota na entrada do microcanal.

[00026] O dispositivo da presente invenção compreende um microcanal microusinado em um único material, deixando uma extremidade do capilar aberta e a outra fechada, de modo que o líquido mantenha-se entrando até a pressão exercida pelo volume de ar comprimido igualar a soma

da pressão capilar e pressão atmosférica.

[00027] A geometria proposta para este viscosímetro gera uma dinâmica de fluido, que permite obter-se medição da viscosidade absoluta. Por outro lado, o uso de um único material para manufaturar microcanais assegura condições limites uniformes ao longo do perímetro do canal. Os viscosímetros capilares convencionais analisam os fluxos de Poiseuille, isto é, o fluxo de líquido através de um canal aberto em ambas as extremidades e submetido a diferença de pressão. Neste caso, o canal fechado modifica o fluxo de Poiseuille e outra dinâmica governa o movimento do fluido entrando até parar.

[00028] Este dispositivo é novo pelo princípio físico usado, em que o estado passageiro de um líquido entrando em um canal fechado é medido. As medições de viscosidade são absolutas e não requerem líquido de calibração em cada teste. O dispositivo foi projetado com controle de temperatura e um sistema de processamento de dados para tornar mais fácil para não peritos utilizar.

[00029] Apesar do fato de que a concepção de medição é similar àquela apresentada no pedido de patente US 2006/0179923, a presente invenção é claramente diferente devido ao fato de utilizar um único canal para realizar a medição, anular a necessidade de um fluido de referência, uma vez que as medições de viscosidade são absolutas, e estudar e analisar a dinâmica do fluido em uma diferente maneira. Além disso, há uma diferença fundamental no processo de manufatura, empregando-se um único material biocompatível no inteiro processo.

BREVE DESCRIÇÃO DOS DESENHOS

[00030] Para um melhor entendimento do assunto da presente invenção, a mesma foi ilustrada com figuras esquemáticas, em uma sua forma de realização preferida, que são para ser tomadas como exemplos demonstrativos, em que:

[00031] A Figura 1 ilustra um esquema de uma pastilha microcanalizada;

[00032] A Figura 2 mostra um diagrama de blocos do microviscosímetro da presente invenção.

[00033] A Figura 3 apresenta esquemas das dinâmicas de uma gota de líquido entrando em um canal fechado;

[00034] A Figura 4 ilustra o resultado gráfico de uma simulação numérica para a dinâmica da presente invenção;

[00035] Na Figura 5, a medição de um fluido referenciado mostra o mesmo comportamento que a simulação numérica.

[00036] Em todas as figuras, numerais de referência iguais correspondem a elementos iguais da invenção.

DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

[00037] A Figura 1 mostra uma pastilha microusinada 1, preferivelmente feita de vidro ou outro material biocompatível, com um único microcanal 2, aberto na extremidade 2a e fechado na outra extremidade 2b, formado por microcanais concatenados, preferivelmente conformados em zigue-zague, localizados horizontalmente, esta geometria permitindo reduzir o tamanho da base sensora 3.

[00038] Na Figura 2 o diagrama de blocos ou o sistema sensor mostra a interconexão entre os vários estágios ou partes do microviscosímetro. A Base 3 é integral com ou fixada no atuador térmico do controlador de temperatura 4, a unidade de processamento de dados 5 controla o sistema detector 6, a medição da pressão atmosférica 8 e a tela ou monitor 7.

[00039] Na Figura 3, uma gota de líquido é introduzida na entrada 2a do microcanal fechado e é mostrada esquematicamente a entrada da gota em diferentes ocasiões para alcançar uma posição final. A posição "x" do menisco da coluna de líquido em relação ao tempo "t" é expressa pela equação diferencial:

$$\frac{dx}{dt} = \frac{r^2}{\alpha \mu} \left(\frac{L_T(P_C - P_0) - L(P_C - P_0)}{(L_T - L)} \right)$$

[00040] Em que

$$L = \frac{P_C L_T}{(P_0 + P_C)}$$

[00041] é o comprimento máximo até o qual o líquido entra dentro do microcanal 2, r é o raio de canal médio, α é um parâmetro não equivocadamente determinado pela seção de microcanal 2 (microcapilar), μ é a viscosidade do líquido, L_T é o comprimento total do canal, P_C é a pressão capilar e P_0 é a pressão atmosférica.

[00042] O resultado da equação diferencial é:

$$t = \frac{\alpha \mu}{r^2} \frac{(L_T - L)}{L_T P_0} \left(\frac{1}{2} x^2 - (L_T - L)x + L(L_T - L) \ln \left(1 - \frac{x}{L} \right) \right)$$

[00043] onde é observado que a posição final que o fluido alcança é conseguida quando o argumento logaritmo é nulo (zero).

[00044] Por esta equação, pode ser visto que há somente dois parâmetros determinados pelo líquido e sua interação com o capilar: μ e L , e ambos podem ser determinados pelas medições de x em relação ao tempo. Estes dados são submetidos a um ajustamento de quadrados mínimos não lineares, sendo μ e L os únicos parâmetros livres.

[00045] A Figura 4 mostra um resultado gráfico de uma simulação numérica de uma gota de fluido entrando em um canal com as dimensões de projeto e a Figura 5 mostra tais medições de fluido de referência empregando um sistema de detecção óptica.

[00046] Vale a pena salientar que o canal concatenado formato-zigue-zague torna possível realizar uma detecção óptica com um sistema óptico fixo que aproveita o máximo do campo de visão provido pela lente.

REIVINDICAÇÕES

1. Microviscosímetro capilar, caracterizado pelo fato de que compreende uma pastilha (1) dentro da qual um único microcanal (2) é formado, o microcanal sendo aberto em uma extremidade e fechado na extremidade restante e formado por microcanais concatenados; uma base (3); e um dispositivo sensor (6) para a posição da coluna de fluido a ser medida, o sensor sendo localizado ali e capaz de registrar a dinâmica do fluido entrando em tais canais microusinados (2); tal detector (6) sendo conectado a um processador (5) e tal processador de dados (5) compreendendo um monitor (7).

2. Microviscosímetro capilar de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que os microcanais concatenados são concatenados em formato zigue-zague.

3. Microviscosímetro capilar de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que tal pastilha (1) é feita de um único material biocompatível microusinado.

4. Microviscosímetro capilar de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o diâmetro do microcanal (2) é de modo que o fluido move-se dentro do mesmo por ação capilar.

5. Microviscosímetro capilar de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo fato de que o microcanal (2) é colocado horizontalmente.

6. Microviscosímetro capilar de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que tal base (3) é integrada com ou fixada ao atuador térmico do controlador de temperatura (4).

7. Microviscosímetro capilar de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o dispositivo sensor de posição (6) é um sensor óptico.

8. Microviscosímetro capilar de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a viscosidade é calculada por análise dinâmica

transitória de um fluido entrando em um canal fechado por ação capilar, detectando-se a posição em relação ao tempo. 9. Microviscosímetro capilar de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o dispositivo compreende um sensor de pressão atmosférica.

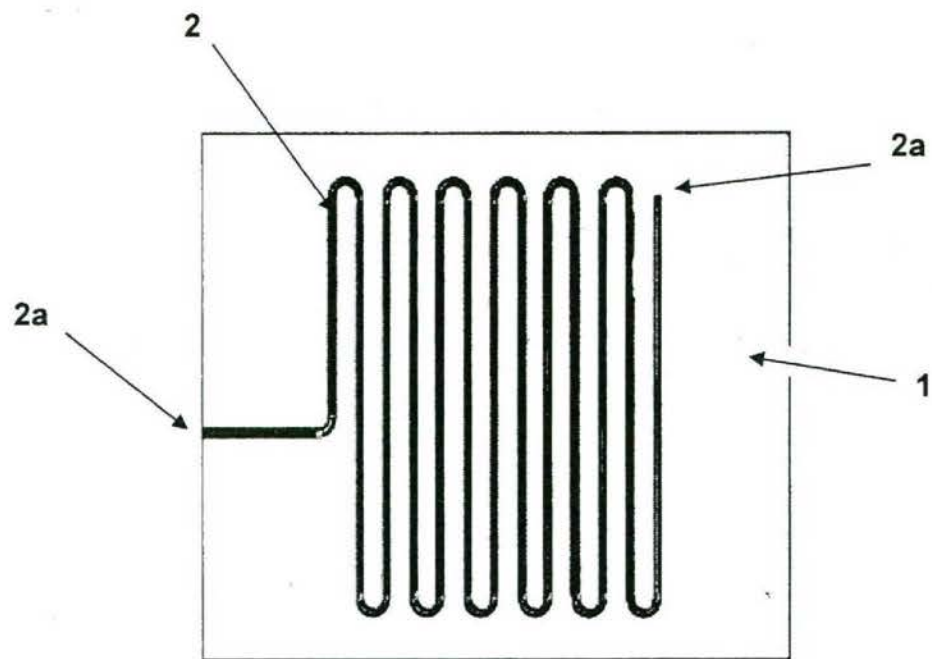


FIG. 1

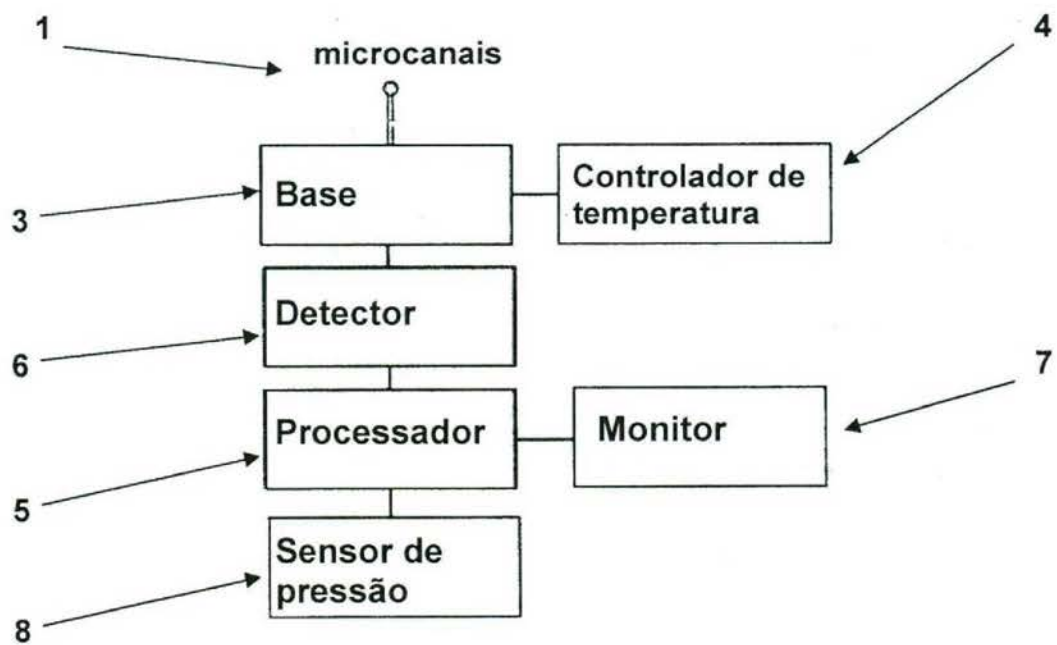


FIG. 2

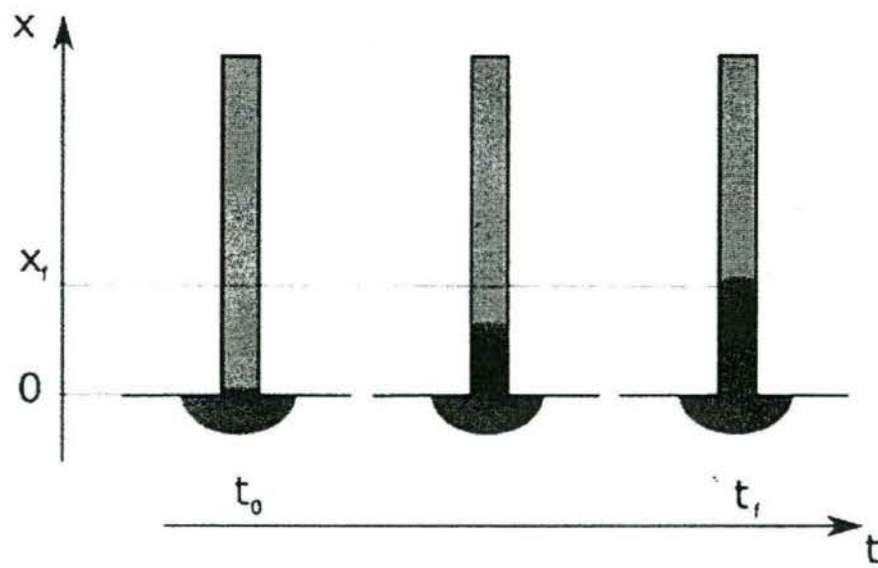


FIG. 3

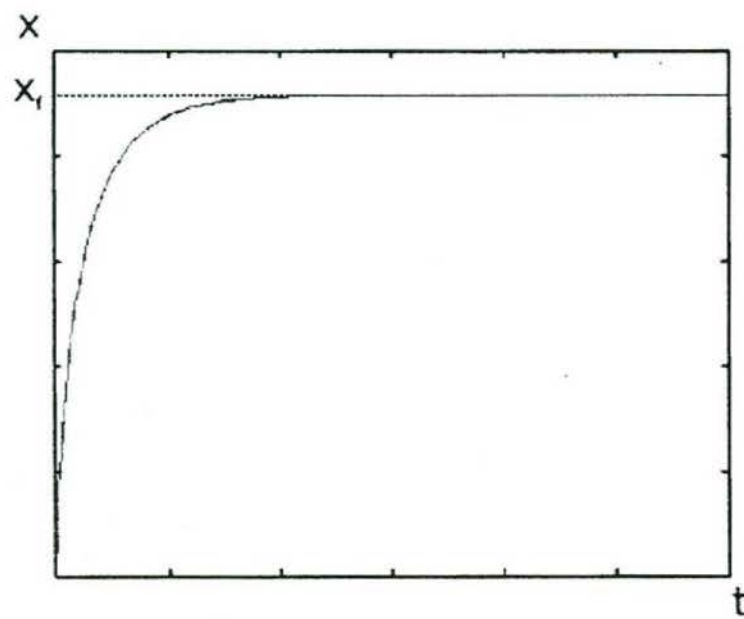


FIG. 4

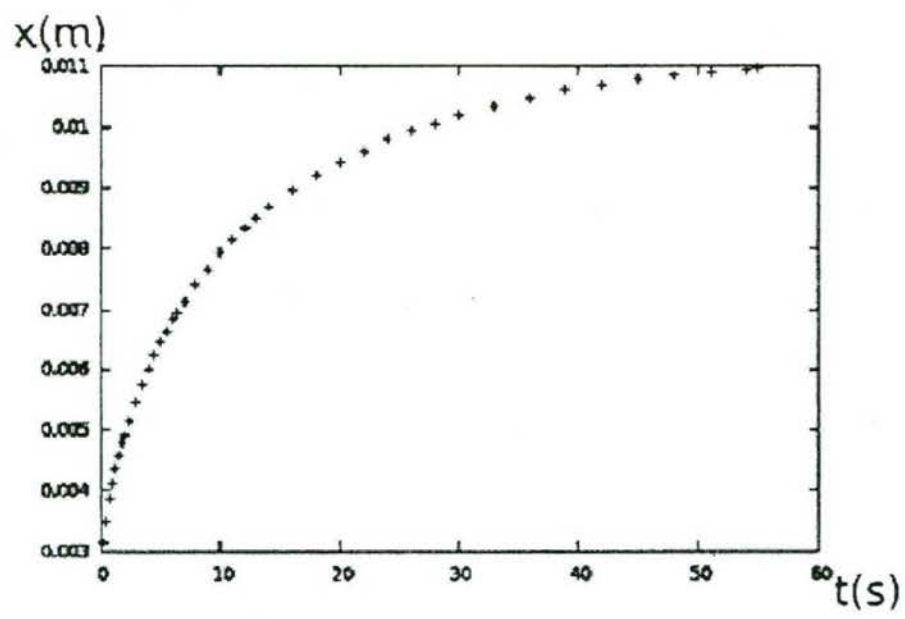


FIG. 5

RESUMO“MICROVISCOSÍMETRO CAPILAR”

Microviscosímetro de baixo custo e facilmente operado, adequado para estudos clínicos de diagnose médica e outros testes de fluido. O equipamento consiste de um microcanal (2) formado por microcanaís concatenados, feitos por técnicas de micromanufatura, e um detector de posição de coluna de fluido dentro do microcanal. Os microcanaís são abertos em uma extremidade e fechados na outra extremidade e são feitos de um único material biocompatível. Quando uma gota de líquido é colocada dentro da entrada do microcanal (2), o fluido entra por capilaridade até a pressão de ar comprimido igualar a pressão capilar mais pressão atmosférica. O movimento transiente do fluido da entrada no canal, até parar em sua posição de equilíbrio, é analisado, assim obtendo-se, como resultado, a viscosidade e a pressão capilar do líquido testado.