

Instrumento para medir ángulos de contacto: etapas desde el diseño hasta la comercialización

Instrument for measuring contact angles: steps from design to commercialization

Brian J. Zorzon

Laboratorio de Materiales Avanzados, Facultad Regional Reconquista, UTN
zorzon-utn@outlook.com

Javier O. Vitti

Laboratorio de Materiales Avanzados, Facultad Regional Reconquista, UTN
jvitti2330@comunidad.frrq.utn.edu.ar

Sandra M. Mendoza

Laboratorio de Materiales Avanzados, Facultad Regional Reconquista, UTN
smendoza@frrq.utn.edu.ar

Resumen: Las mediciones de ángulo de contacto son una técnica ampliamente utilizada para evaluar la hidrofobicidad, adhesión y tensión superficial de una superficie sólida. Este trabajo propone el diseño de un instrumento de medición modular y de bajo costo.

En esta oportunidad se describe los cambios realizados a un primer modelo presentado en JIT 2019. Incluye el diseño de las piezas constitutivas mediante Autodesk Inventor 2022, la fabricación de piezas utilizando una impresora 3D y las mejoras en el aplicativo para el análisis de las imágenes desde la base de Wolfram Mathematica 12. Como resultado se obtuvo un instrumento económico, versátil y con un desempeño similar a los equipos disponibles en el mercado.

El trabajo se desarrolló como parte de las actividades de apoyo a la investigación científica que se llevan adelante en la F.R. Reconquista.

Palabras Claves: Ángulo de contacto; Instrumento de medición; Modelado por Deposición de Filamento; Mathematica.

Abstract: Contact angle measurements are a widely used technique to assess the hydrophobicity, adhesion and surface tension of a solid surface. This work proposes the design of a modular and low-cost measurement instrument.

It describes the changes made to a first model presented at JIT 2019. It includes the design of the constituent parts using Autodesk Inventor 2022, the manufacture of parts utilizing a 3D printer and improvements in the application for the analysis of images from Wolfram Mathematica 12. The result was an economical and versatile instrument with a performance similar to the equipment available on the market.

The work was developed as part of the scientific research support activities carried out at the F.R. Reconquista.

Keywords: Contact angle; Measuring instrument; Filament Deposition Modelling; Mathematica.

1. Introducción

En la actualidad existe en el mercado una gran variedad de instrumentos destinados a medir a ángulos de contacto (ramé-hart instrument co. 2019). La técnica de medición consiste en depositar una pequeña gota de líquido sobre una superficie y analizar el ángulo que se forma entre la línea tangente a la gota y la superficie. Dicha técnica es ampliamente utilizada para indagar acerca de la hidrofobicidad, adhesión y tensión superficial de una superficie sólida (Chau T.T. 2009, Gould, R. F., et al. 1964, Jung, Y. C., Bhushan, B. 2006, Zhao, T. 2018, Ström G., et al. 1978).

Los equipos comerciales se componen fundamentalmente de un conjunto de piezas físicas, como ser una cámara para tomar imágenes de alta resolución de la gota, una fuente de luz, una jeringa para depositar una gota de pequeño volumen (del orden del microlitro) y un software especializado para el análisis de la fotografía y determinación del ángulo de contacto.

El presente trabajo es una continuación de los avances presentados en JIT 2019, en donde se describió el diseño de un primer prototipo del citado instrumento de medición. En esta oportunidad se expone un diseño actualizado y recientemente comercializado. Este trabajo involucró varias etapas, que van desde la idea, determinación de parámetros técnicos, modelado, selección de los métodos de fabricación, hasta llegar a obtener un prototipo y fabricar una versión comparable a los instrumentos comerciales. Se describe el nuevo diseño, resaltando aquellas características que debieron ser optimizadas con respecto al primer ejemplar.

Además, se presenta una nueva versión del aplicativo desarrollado para determinar ángulos de contacto de manera automatizada a partir de la fotografía de una gota. En esta oportunidad se incorporaron mejoras en la interfaz de usuario, en el procesamiento de imágenes y cambios en el método matemático que se emplea para realizar el ajuste al contorno de la gota.

2. Metodología

Los diseños de las partes que constituyen el instrumento se realizaron en el software Autodesk Inventor 2022 (Autodesk 2022).

Las piezas plásticas se crearon utilizando una impresora 3D, basada en el método de Modelación por Deposición de Filamento (MDF) (Canesa E., et al. 2013, Wimpenny, D. et al. 2017). Para ello, los diseños antes citados, ya convertidos a formato stl desde el software Inventor, se procesaron en un programa que convierte el modelo en instrucciones que la impresora pueda interpretar.

Los componentes no replicables fueron adquiridos a través de terceros. Para la captura de las fotografías se utilizó una lupa digital Electronic Magnifier sin filtros intermedios y con resolución de 640x480 píxeles, que obtiene las imágenes en formato jpg. Se depositaron gotas de líquido de 2 μ l mediante una jeringa Hamilton de 10 μ l.

La aplicación para realizar las mediciones de ángulo de contacto a partir de las fotografías se desarrolló desde la base del software Mathematica 12 (Wolfram 2022).

3. Resultados y discusión

3.1. *Etapas 1: Rediseño de las piezas del instrumento*

Todos los conjuntos de piezas que forman parte del instrumento fueron estudiados y rediseñados para lograr un modelo de bajo costo y modular, esto es, que permita remover y utilizar algunas de las partes constitutivas (cámara, jeringa, etc.) para otros fines. En la Figura 1 se compara el modelo inicial con la nueva versión a fin de apreciar las diferencias. Los principales cambios se hicieron en el soporte para lupa digital, portamuestras, portajeringa, portalámpara y en la base.

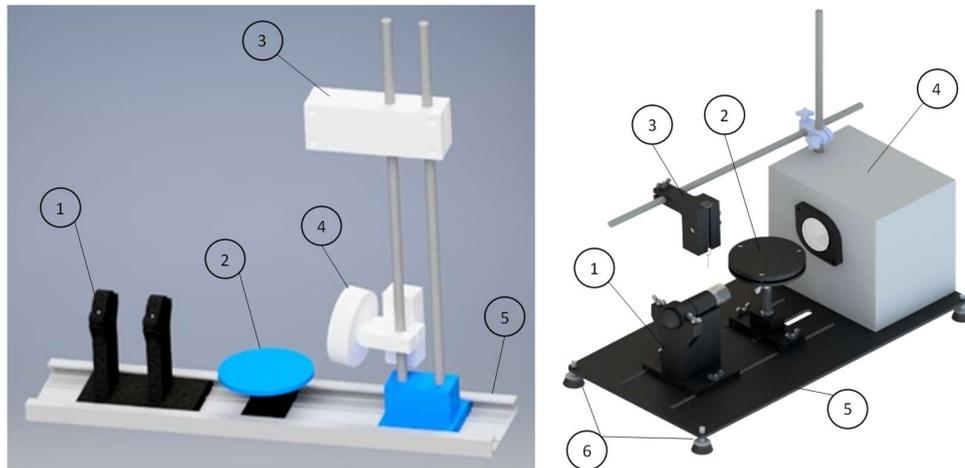


Figura 1. Diseño de un instrumento para medir ángulo de contacto. Izquierda, modelo inicial; derecha, versión mejorada. 1) Soporte para lupa digital. 2) Plato portamuestras. 3) Portajeringa. 4) Conjunto portalámpara y varillas. 5) Base. 6) Patas de altura regulable.

En la Figura 2.a se muestra el soporte actual para la lupa digital, que se utiliza para adquirir imágenes del perfil de la gota de líquido. Se optó por cambiar el sistema de fijación de la lupa por un anillo abulonable y realizar una base maciza para mayor solidez y mejor encastre de la lupa. Los cambios se realizaron debido a que el modelo inicial tenía un cierre tipo “tijera” propenso a roturas.

La Figura 2.b muestra el actual plato portamuestras, donde se deben ubicar las muestras a ser analizadas. El mismo puede girar sobre su eje, que es un bulón enroscado en una pieza plástica, que sirve de base de este conjunto. Este modelo se diferencia del inicial porque ahora cuenta con un sistema de nivelación del plato. Consta de tres bulones con tuercas tipo mariposa sostenidas a presión mediante resortes, lo que permite regular la horizontalidad de las muestras.

En la Figura 2.c se muestra el portajeringa. Se optó por un nuevo diseño que ahora facilita la remoción de la jeringa y la visualización de su escala graduada. Por otro lado, el portajeringa del modelo inicial constaba de un bloque plástico de gran volumen y con poca movilidad. Se reemplazó por un conjunto compuesto por dos piezas plásticas que permiten sujetar la jeringa mediante un tornillo. Estas piezas están montadas en una varilla de acero inoxidable AISI 304 de posición regulable.

La Figura 2.d muestra el portalámpara. El modelo inicial se alimentaba de una batería, de poca duración, y contaba con una lámpara que no se podía reemplazar. Ahora se alimenta de la red eléctrica y tiene una lámpara LED con socket GU10, fácilmente reemplazable. Está contenido dentro de una caja para instalaciones eléctricas, que a su vez cumple la función de soporte para las varillas del portajeringa.

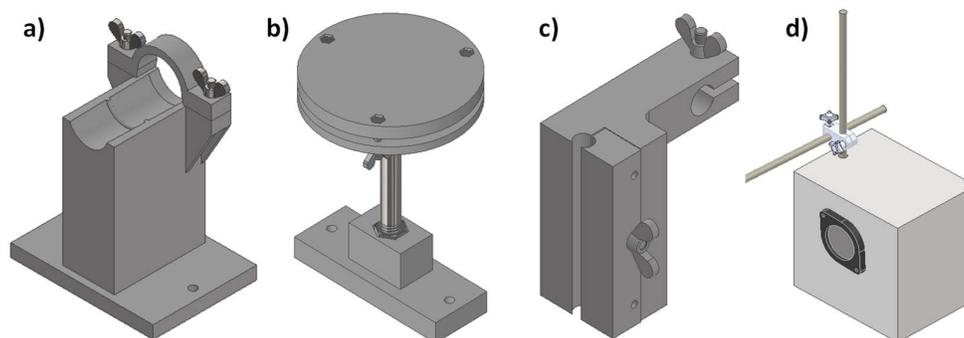


Figura 2. a) Soporte para lupa digital. b) Conjunto plato portamuestras. c) Conjunto guías y porta jeringa. c) Conjunto portalámpara y varillas.

3.2. *Etapa 2: Ensamblaje final*

Los conjuntos antes descritos se montaron sobre una base de acero AISI 304, de 500x254x4mm, cortada mediante pantógrafo láser. La Figura 3 muestra una fotografía con el resultado final del instrumento.

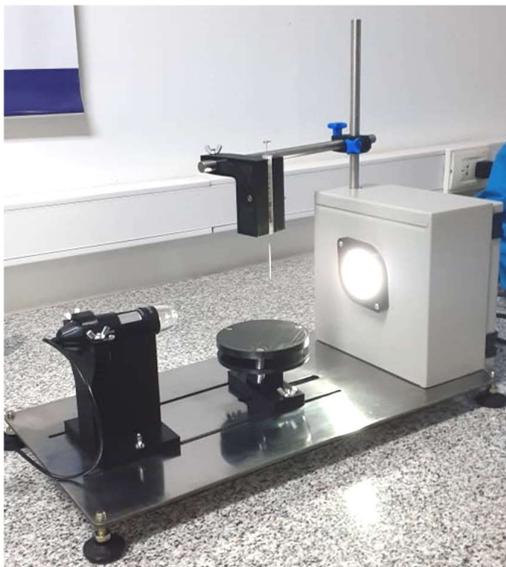


Figura 3. Fotografía del instrumento.

Note que la Figura 3 muestra la lupa ya montada en su soporte. Se puede regular la altura del plato portamuestras, girándolo sobre su propio eje, de tal modo que la superficie a analizar quede a la altura de la lupa.

En la Figura 3 se alcanza a distinguir la jeringa Hamilton colocada en el portajeringa. La jeringa se debe ubicar en posición vertical, para ello el conjunto puede rotar en torno a la varilla de acero. En este modelo se puede ajustar la altura y posición de las varillas. Las mismas se sujetan a la caja y entre sí mediante mordazas.

La caja para instalaciones eléctricas del portalámparas está fijada a la base mediante bulones y tuercas autofrenantes. Tanto el soporte para la lupa como el plato portamuestras se pueden mover a lo largo de la base, a los fines de regular la distancia entre ellos y conseguir imágenes con un correcto enfoque y contraste. Las partes se deslizan sobre ranuras longitudinales existentes en la base con ayuda de placas de plástico abulonadas por debajo.

Se recomienda ubicar el instrumento sobre una mesada firme y libre de vibraciones. Se adicionaron patas regulables para ayudar a que la base quede horizontal.

3.3. *Etapa 3: Software para mediciones de ángulos de contacto*

Paralelamente al instrumento antes descrito se trabajó en el desarrollo de un aplicativo para la determinación automatizada de los ángulos de contacto. A continuación, se describe una versión mejorada de la primera propuesta ya presentada en JIT 2019.

Al igual que antes, se sigue trabajando desde la base proporcionada por el programa de matemática simbólica Wolfram Mathematica. El principio de funcionamiento consiste en analizar una fotografía de la gota de líquido, de tal modo de aprovechar la diferencia de contraste entre la gota y el fondo, para reconocer el ángulo a medir. En esta oportunidad se hicieron mejoras, las mismas se resumen en la Tabla 1. Se integraron nuevas funciones, se

resolvieron problemas en la función de ajuste, se optimizaron algoritmos y se realizaron cambios en la interfaz de usuario.

Funcionalidad	Primera versión	Actualmente
Interfaz	Control a través del ratón y con deslizadores para el ajuste de la recta.	Control exclusivamente con el ratón arrastrando puntos.
Módulos	Se contaba con dos módulos diferentes, uno para ángulos agudos y otro para obtusos.	Se cuenta con un solo módulo que permite analizar ángulos entre 5 y 175°.
Automatización de pasos	El reconocimiento sobre en qué módulo trabajar quedaba a criterio del analista.	El aplicativo ajusta una única función cónica y opera matemáticamente para obtener los resultados.
Reconocimiento y filtrado de puntos del contorno	Mediante algoritmos de desarrollo propio.	Mediante funciones proporcionadas por Mathematica que permiten lograr mayor rapidez.
Proceso de ajuste	Ajuste mediante polinomios de diversos grados al contorno de la gota.	Ajuste mediante una función cónica que pasa por cinco puntos del contorno de la gota.

Tabla 1. Comparación del aplicativo, primera versión y actualmente.

Cabe destacar que sigue siendo importante que la fotografía tenga un alto contraste entre la gota y el fondo, y esté correctamente enfocada, de manera de facilitar posteriormente el reconocimiento de la silueta.

Para realizar una medición inicialmente se debe cargar una fotografía en el aplicativo. Luego, éste se encarga de hallar los puntos donde la diferencia de contraste es apreciable. Un ejemplo de fotografía útil se muestra en la Figura 4.

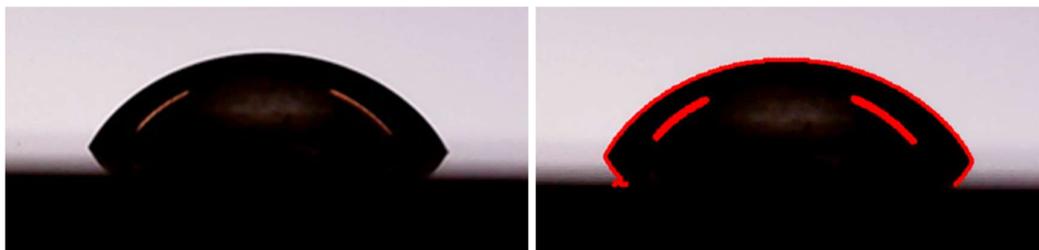


Figura 4. A la izquierda, fotografía útil, con buen contraste y enfoque. A la derecha, reconocimiento de puntos en color rojo del aplicativo.

A continuación, el usuario de manera manual ajusta tres puntos al contorno de la gota (Figura 5). Dos de ellos sirven para definir la recta horizontal que representa la superficie. Se utiliza como base para eliminar los puntos que están por debajo de la gota. El tercer punto sirve para filtrar los píxeles que pertenecen realmente al contorno. Seguidamente, mediante un algoritmo se toman los cinco mejores puntos del contorno para aproximar a una cónica y se halla la intersección entre esta función y la recta horizontal.

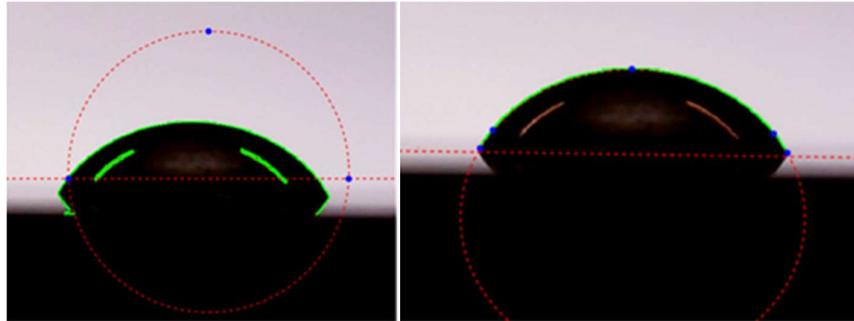


Figura 5. A la izquierda, puntos azules que el usuario ubica manualmente. A la derecha, cinco puntos azules que el aplicativo determina para ajustar la mejor cónica.

Posteriormente, mediante derivación y reemplazo en la función cónica se encuentra la pendiente de la recta tangente. Para el cálculo final se considera la pendiente de la recta definida por el usuario, ya que ésta a su vez define la inclinación de la superficie ensayada, que en condiciones ideales debería ser cero.



Figura 6. A la izquierda, presentación gráfica de los resultados. A la derecha, resultados analíticos que arroja el aplicativo.

En esta instancia el aplicativo se encuentra optimizado para calcular ángulos de entre 5° a 175° a partir del ajuste de una cónica por cinco puntos que pertenecen al contorno filtrado.

A esta última versión se denominó “Medición Ángulo de Contacto – Facultad Regional Reconquista (MAC – FRRq)”. La misma cumple los objetivos de ser una herramienta de fácil manipulación y estar automatizada en la mayor cantidad de paso posibles.

3.4. Etapa 4: Puesta en funcionamiento

Una vez ensamblado el instrumento se realizaron pruebas para evaluar las condiciones de funcionamiento y determinar el error estándar de las mediciones.

Para calcular el error estándar se realizaron series de n mediciones réplicas, donde n es mayor a 10. A partir de estos datos se calculó el valor medio (\bar{x}) y la desviación estándar (s). Luego, el error estándar (e) se puede expresar como:

$$e = \frac{s}{\sqrt{n}} \quad (1)$$

La tabla 2 muestra los resultados obtenidos al analizar una superficie de acero inoxidable pulida y Parafilm:

Muestra	Ángulo de contacto [°]	Error estándar [°]
Acero inoxidable pulido	76,6	±0,7
Parafilm	107	±1

Tabla 2. Resultados obtenidos al analizar distintas superficies.

Se pudo corroborar que el error obtenido es comparable al de equipos comerciales, que generalmente están por debajo de $\pm 2^\circ$.

4. Conclusiones

El objetivo del presente trabajo era mejorar aquellas características que hacían a la funcionalidad del equipo y cambiar las que generaban inconvenientes durante su uso. Con esto en mente, se consiguió realizar mejoras de diseño que aporten a la durabilidad del instrumento y practicidad al operarlo.

Se mejoró notablemente la estabilidad del conjunto al implementar mordazas y reducir la longitud de la varilla vertical que sostiene el porta-jeringa. Con esta nueva versión se aprecia con mayor facilidad la escala graduada de la jeringa. Por otro lado, al rediseñar el portalámpara se facilitó el reemplazo y alimentación de la luz de contraste. Además, con la incorporación de las patas regulables y el plato portamuestras con plataforma regulable se facilitó nivelar la horizontalidad de las muestras.

Respecto al desarrollo del aplicativo se minimizó la interacción del usuario de forma de reducir el error inducido por el mismo. Esto se logró rediseñando la interfaz original de deslizadores por otra más intuitiva y precisa: la selección de puntos en la imagen. Además, se optimizó los recursos necesarios para correr el aplicativo al cambiar los algoritmos, de desarrollo propio, por funciones existentes en la plataforma.

Finalmente, se efectuaron mediciones sobre distintas superficies para evaluar su funcionamiento y estimar el error estándar. Se logró fabricar un instrumento de bajo costo con un desempeño comparable al de otros equipos comerciales de su tipo.

Reconocimientos

Este trabajo se llevó adelante con el apoyo de la Universidad Tecnológica Nacional. Agradecemos la colaboración del Prof. Walter Soto y del Ing. Alejandro Fabbro por el asesoramiento en técnicas de impresión, al Dr. Héctor Martín, al Ing. Iván Talijancic y a Marcos Peresón por las discusiones para el desarrollo del aplicativo.

Referencias

Autodesk Inc. <https://www.autodesk.com/education/free-software/inventor-professional>. Accedido 2019.

Canesa E., Fonda C., Genaro M. (2013). Low cost 3D-printing. Editorial: Intl. Center Theor. Physics.

Chau T.T. (2009). A review of techniques for measurement of contact angles and their applicability on mineral surfaces. *Minerals Engineering*, 22, 213-219.

Jung, Y. C., Bhushan, B. (2006). Contact angle, adhesion and friction properties of micro-and nanopatterned polymers for superhydrophobicity. IOP Publishing Ltd, 17.

ramé-hart instrument co. <http://www.ramehart.com/goniometer.htm>. Accedido en 2019.

Ström G., Fredriksson, M., Stenius, P. (1978). Contact angles, work of adhesion, and interfacial tensions at a dissolving Hydrocarbon surface. *Journal of Colloid and Interface Science*, 119, 352-361.

Wimpenny, D., Pandey, P., Jyothish Kumar. L. (2017). Advances in 3D Printing & Additive Wolfram. <http://www.wolfram.com/mathematica>. Accedido en 2019.

Zhao, T. (2018). Contact angle measurement of natural materials. *Colloids and surfaces B: Biointerfaces*, 161, 324-330.