



Identificación del Trabajo	
Área:	Materiales
Categoría:	Alumno
Regional:	Reconquista

Desarrollo de un Instrumento de Medición de Ángulo de Contacto

Brian Joel Zorzon, Javier Oscar Vitti

**Todos los integrantes participaron en igual medida en el desarrollo del trabajo.*

Laboratorio de Materiales Avanzados, Facultad Regional Reconquista, UTN.

E-mail de autores: zorzon-utn@outlook.com, javier.vitti@gmail.com

Este trabajo ha sido realizado bajo la dirección de la Dr. Sandra M. Mendoza, en el marco del PID 4936 "Preparación y caracterización de films delgados para aplicabilidad en sensores y dispositivos electrónicos (2018-2019)

Resumen

La medición de ángulo de contacto es una técnica eficiente y ampliamente utilizada para evaluar la hidrofobicidad, adhesión y tensión superficial de una superficie sólida. En este trabajo se muestran resultados acerca del diseño y construcción de un instrumento de bajo costo para mediciones de ángulo de contacto. Incluye el modelado de las piezas constitutivas y el desarrollo de una aplicación por software para el análisis de los datos experimentales.

Los diseños de las piezas fueron realizados en el software Autodesk Inventor 2018 y la mayor parte de ellas se fabricaron utilizando una impresora 3D, basada en el método de Modelación por Deposición de Filamento (MDF). La aplicación para realizar las mediciones de ángulo de contacto se desarrolló desde la base del software Mathematica 11.2.

Este trabajo se enmarca dentro 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.

1. Introducción

La medición de ángulo de contacto es una técnica eficiente y ampliamente utilizada para la investigación 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)]. Cuando una pequeña cantidad de líquido es depositada sobre una superficie sólida en el aire, esta adoptará una forma determinada por la tensión superficial generada por el estado de equilibrio de las tres fases interactuando (sólido, líquido, gaseoso) [Wu, Y. (2008)].

Como se muestra en la Fig. 1, el ángulo de contacto es el que se forma entre la línea tangente al borde de la gota de líquido (líneas verdes) y la horizontal de la superficie donde dicha gota se depositó (línea roja). En la práctica, si al depositar el líquido, éste se esparce, se obtienen ángulos pequeños, lo cual indica que la superficie es altamente mojable. Por otro lado, si el líquido depositado toma una forma similar a la de una esfera, se obtienen ángulos grandes, lo que significa que la superficie es menos mojable. Si el líquido utilizado es agua pura, la superficie sólida con mayor o menor mojabilidad puede ser interpretada como hidrofílica o hidrofóbica, respectivamente [Good, R. (2012), Kwok, D. Y., et al. (1999)].

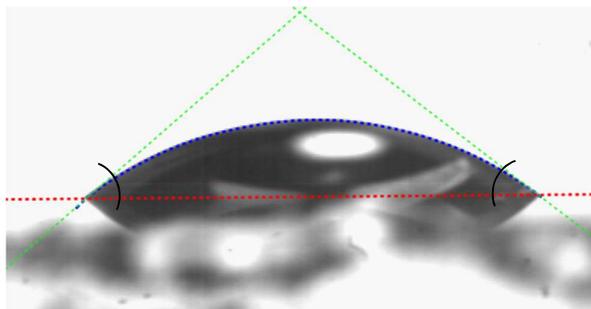


Figura 1. Ángulo de contacto.

En la actualidad, existe gran variedad de instrumentos de medición de ángulo de contacto en el mercado [ramé-hart instrument co. (2019), A. Krüss Optronik GmbH (2019), Kino Industry Co. LTD. (2019), Ossila Ltd. (2019)]. Éstos 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 del orden del microlitro y un software especializado para el análisis de la fotografía y determinación de dicho ángulo.

En el presente trabajo se muestran resultados de la construcción de un instrumento de medición de ángulo de contacto, abarcando tanto el modelado de las piezas como el desarrollo de una aplicación para la obtención de los valores de los ángulos de contacto. La ventaja de este instrumento por sobre los disponibles en el mercado es su diseño modular que permite la remoción de partes claves como ser la lupa digital o la jeringa, haciendo que estos utensilios puedan cumplir múltiples funciones en el laboratorio. Con respecto al programa para la determinación del ángulo de contacto, si bien existen opciones de acceso libre, estas cuentan con la desventaja de que se introduce error debido a que el analista debe ingresar manualmente ciertos parámetros subjetivos [École Polytechnique Fédérale de Lausanne (2019), Williams D. L., et al. (2010)]. Aquí se presenta un nuevo aplicativo que minimiza esta fuente de error.

2. Metodología

Los diseños de las partes que constituyen el instrumento se realizaron en el software Autodesk Inventor 2018 [Autodesk (2018)]. Posteriormente, la mayor parte de las piezas 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)]. Se utilizó la impresora marca Replikat modelo M5 extendida. Para ello, los diseños antes citados, ya convertidos a formato stl desde Inventor, se procesaron en el programa Cura versión 15.04.61 [Ultimaker BV. (2019)] para generar las instrucciones para la impresora. Los parámetros de impresión utilizados para generar cada parte del equipo se resumen en la Tabla I.

Tabla I. Parámetros de impresión						
Parámetros	Soporte portalupa	Base portamuestras	Plato portamuestras	Base portajeringa	Portajeringa	Portalámpara
Temperatura del pico (°C)	210	210	210	220	220	220
Temperatura de la cama (°C)	110	110	75	75	75	75
Velocidad de filamento (mm/s)	40	40	40	40	40	40
Velocidad de desplazamiento (mm/s)	200	200	200	200	200	200

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. La aplicación para realizar las mediciones de ángulo de contacto a partir de las fotografías se desarrolló desde la base del software Mathematica 11.2 [Wolfram (2017)].

3. Resultados y discusión

La construcción del instrumento se basa en el principio de funcionamiento de los equipos comerciales. Las partes principales del equipo son: cámara, jeringa, fuente de luz y un plato portamuestras (Fig. 2) [ramé-hart instrument co.(2019)]. Estas partes deben estar diseñadas y ubicadas de manera tal de obtener imágenes de alta resolución de la gota de líquido depositada sobre el material a analizar. El equipo debe garantizar la deposición de gotas de forma simétrica y que la cámara siempre esté en línea con la superficie que se ensaya. Además, la iluminación ayuda a conseguir un correcto contraste y la regulación propia de enfoque de la lupa permite realizar fotografías nítidas para su post-procesado. En general, la determinación del ángulo de contacto se realiza ya sea de manera manual o automática mediante software.

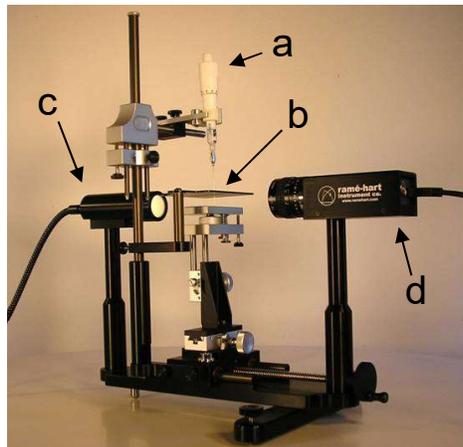


Figura 2. Instrumento comercial. a) Jeringa. b) Plato portamuestras. c) Fuente de luz. d) Cámara

A diferencia de los equipos comerciales, el diseño del equipo que aquí se describe se adapta al montaje de una lupa digital y una jeringa Hamilton, que se pueden remover fácilmente. Además, se utilizan dos varillas aceradas y roscadas en sus extremos y un perfil de aluminio. Para el diseño del software se tomó como referencia el principio de ajuste polinómico utilizado en ciertos equipos comerciales [Ossila Ltd. (2019)] y se incursionó desde un enfoque propio en el desarrollo de la aplicación.

3.1. Modelado 3D de piezas constitutivas

Durante la etapa de modelado se tuvieron en cuenta dimensiones y parámetros a cumplir de manera de que el instrumento sea funcional y a su vez sencillo de manipular. De esta manera se estableció que la altura máxima que pueden tener las muestras a ser analizadas sea de 50mm. La distancia que dispone la cámara para moverse y lograr el enfoque se fijó en 50mm. El diseño de las piezas contempló robustez y suficiente espacio entre las distintas partes para manipular todo el conjunto con las manos.

En la etapa de impresión de las piezas modeladas, se editaron dichos modelos para lograr piezas más bien rectangulares (con pocas curvas) con el fin de no utilizar material de aporte durante la etapa de impresión. A su vez, donde fuera necesario se dividieron las piezas en un

subconjunto de las mismas para poder utilizar toda la superficie de impresión y luego unir las partes. Todo esto contribuye a utilizar menos material durante la impresión.

La Fig. 3 muestra el soporte para lupa, el cual consta de una base de 101,8 mm por 125 mm y una altura de 99,1 mm entre su parte inferior y el eje de la lupa. El soporte cuenta a su vez con dos trabas que garantizan la correcta sujeción de la lupa que tiene un diámetro de 31,3 mm y 32,8 mm, debido a la conicidad de ésta.

Para el modelado de estas piezas se tuvo en cuenta los rangos de altura de las muestras que podrían ser ensayadas y la conicidad de la lupa, de manera que esta logre un enfoque en forma paralela a la superficie sobre la que se instale el instrumento. Las piezas fueron impresas en ABS reforzado con fibras de carbono, ya que deben ser resistentes para su manipulación.

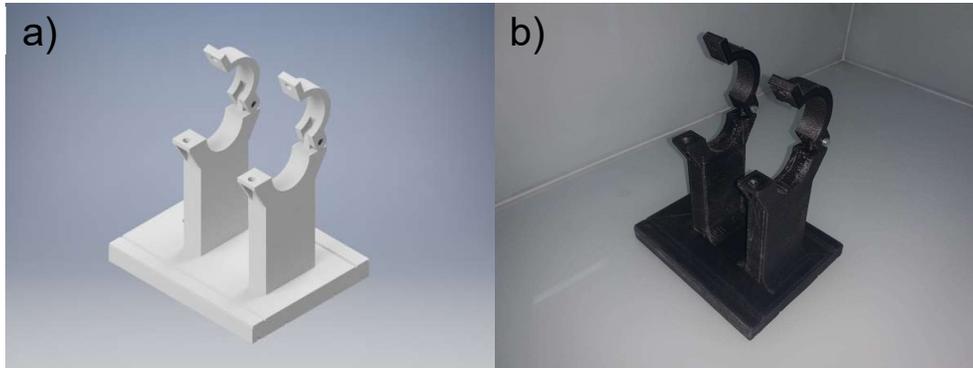


Figura 3. Soporte para lupa digital. a) Diseño. b) Pieza impresa.

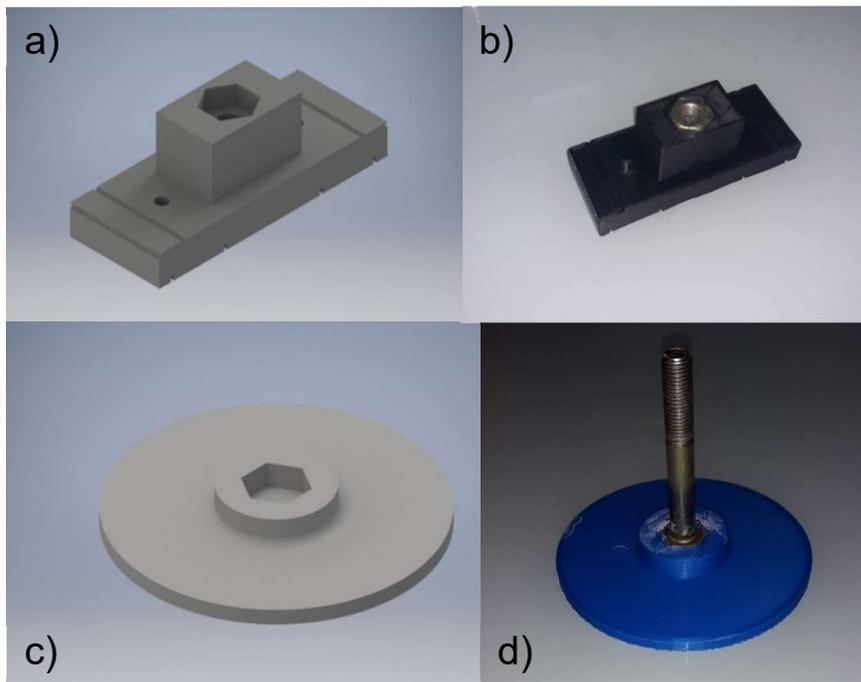


Figura 4. Conjunto plato portamuestras. a) Modelo del soporte. b) Soporte impreso. c) Modelo del plato portamuestras. d) Plato portamuestras impreso.

La Fig. 4 muestra el plato portamuestras que consta de un soporte, de 101,8 mm por 40 mm de base y una altura de 36 mm, y de un disco de 100 mm de diámetro, que servirá de base sobre la cual apoyar las muestras a analizar. El conjunto funciona con una tuerca y un tornillo de manera que se pueda regular la altura para colocar muestras de distintos espesores. El soporte fue impreso con ABS con fibras de carbono como en el caso anterior y el plato portamuestras fue impreso con PLA de color azul.

La Fig. 5 muestra el portajeringa, el cual consta de dos piezas: una base, de 101,8 mm por 80 mm con una altura de 50 mm, donde se atornillarán varillas aceradas de 11 mm de diámetro (fig. 5 a y b) y un soporte, de 146 mm por 40 mm con una altura de 50 mm, en el cual se colocará la jeringa (fig. 5 c y d). Ambas piezas fueron impresas en PLA azul para la base y blanco para el soporte.

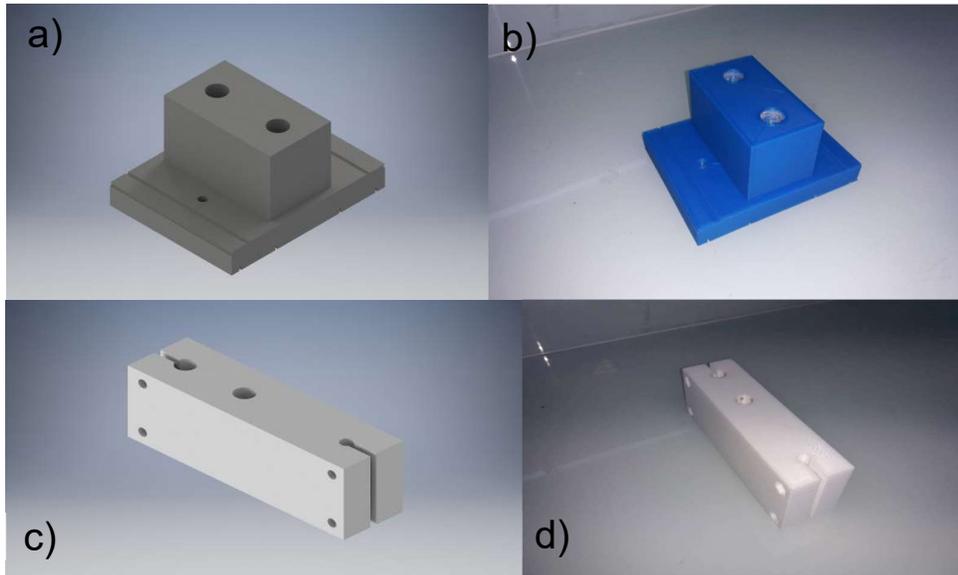


Figura 5. Conjunto guías y porta jeringa. a) Modelo de la base. b) Base impresa. c) Modelo del soporte. d) Soporte impreso.

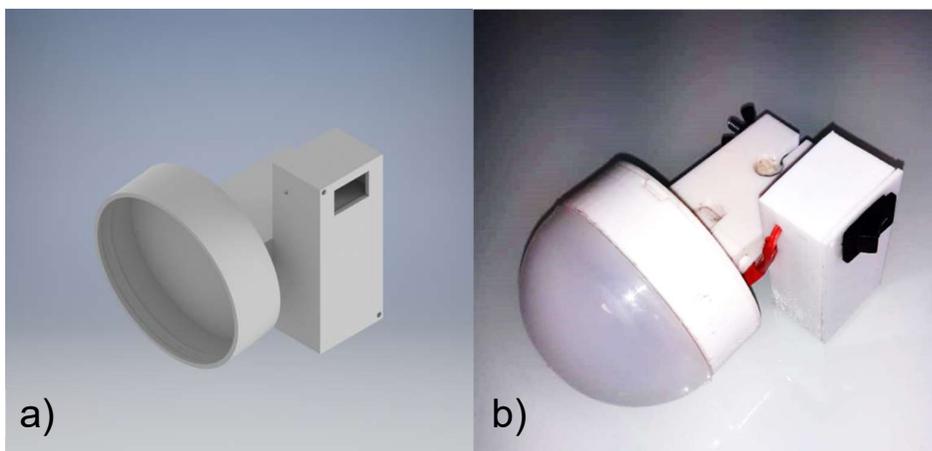


Figura 6. Conjunto portalámpara. a) Modelo de la portalámpara. b) Portalámpara impreso.

La Fig. 6 muestra el portalámpara que consta de cinco piezas: dos que forman el portalámparas propiamente dicho, con un diámetro de 78 mm, dos que forman el recinto donde se guardará una batería, de 75 mm por 34 mm con una altura de 24 mm, y una que sirve para montar el conjunto, de 60mm por 40 mm con una altura de 15 mm, y a su vez colocarlo sobre las varillas aceradas. Las piezas fueron impresas en PLA de color blanco. La lámpara fue reciclada de un foco LED y se alimenta con una batería de 9 Voltios.

3.2. Ensamblaje final

Los instrumentos en su conjunto con todas las piezas antes descritas se montaron sobre un perfil de aluminio. La Fig. 7 muestra el resultado final.

El soporte de la lupa presenta buena estabilidad una vez montado en el perfil y, con sus respectivos tornillos ya colocados y ajustados, la lupa se mantiene firme.

El plato portamuestras se monta de manera correcta; sin embargo, presenta una dificultad: debido a que la altura del plato portamuestras se regula con un tornillo, no siempre permanece a nivel respecto de la línea de foco de la lupa.

El portajeringa se coloca deslizando por las varillas aceradas, lo cual resulta sencillo ya que se desliza con la suficiente holgura. Debido a dificultades con el tamaño de todas las piezas en el montaje, esta pieza está en etapa de rediseño. Esto es debido a que inicialmente para la creación del portajeringa no se tuvieron en cuenta las dimensiones del portalámpara, por lo tanto, éste último interfirió con el portamuestras antes que la jeringa llegue a su posición óptima.

El portalámpara se instala de manera similar al portajeringa, es decir, se desliza a través de las mismas varillas aceradas.

En general, el instrumento ya montado cumple con las dimensiones preestablecidas y puede ser manipulado y montado en su totalidad con las manos.

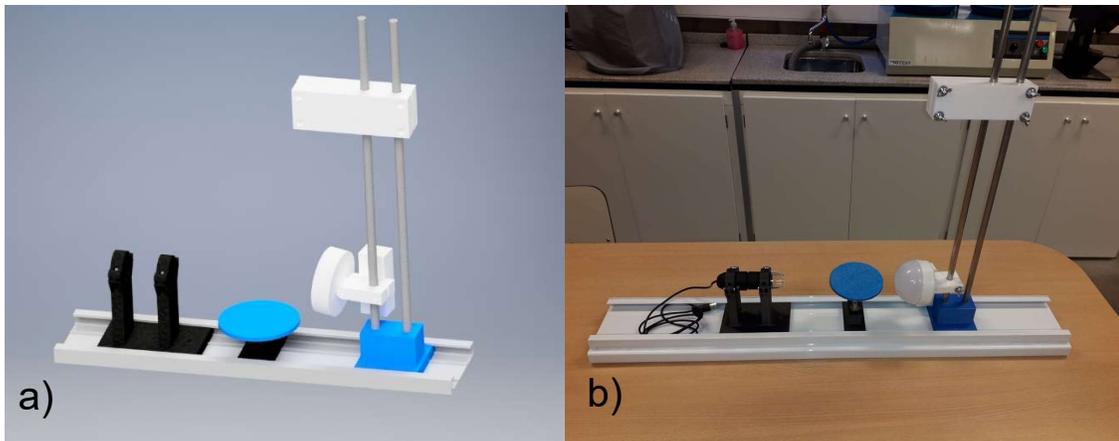


Figura 7. Montaje final del instrumento.
a) Modelo del montaje en Inventor. b) Fotografía del montaje.

3.3. Software para mediciones de ángulos de contacto

Wolfram Mathematica es un programa de matemática simbólica utilizado en áreas científicas, de ingeniería, matemática y áreas computacionales. Comúnmente considerado como un sistema de álgebra computacional, Mathematica es también un poderoso lenguaje de programación de propósito general con una amplia variedad de funciones integradas [Wolfram (2019)].

Desde la base del Mathematica se desarrolló una aplicación para la determinación del ángulo de contacto a partir de imágenes obtenidas por el equipo antes descrito. El objetivo es contar con una herramienta que sea de fácil manipulación, es decir, poder controlarla con solo usar el mouse a través de deslizadores y/o pestañas para obtener rápidamente la medición deseada. A su vez, se automatizó la mayor cantidad posible de pasos para evitar errores que pueda originar por el analista.

La aplicación se basa en aprovechar la diferencia de contraste entre la gota y el fondo para reconocer el ángulo a medir. Por lo tanto, es indispensable que la fotografía tenga un alto contraste con el fondo y esté correctamente enfocada, ya que es fundamental para el posterior reconocimiento de la silueta de la gota.

La fotografía es cargada a la aplicación y procesada de manera tal que el aplicativo delimita dos regiones mediante puntos, una en donde se halla la superficie y la gota, y otra en donde se visualiza la iluminación difuminada, es decir una luz de poca intensidad y suave. El proceso de carga es simplemente arrastrando la imagen y soltándola en el archivo, o bien mediante opciones en la cinta del programa.

El aplicativo consta de dos módulos independientes para realizar la medición, uno optimizado para ángulos menores a 90° y otro para ángulos mayores a 90° . Esto es porque para el caso de los ángulos mayores a 90° , se debe utilizar el método de la recta tangente a partir de puntos próximos, debido a la imposibilidad de aproximar mediante un polinomio una lista de puntos que no cumplen la definición de función matemática (existe al menos un par de puntos con misma coordenada en "X" pero con dos valores distintos en "Y"). Entonces, el analista mediante observación directa, debe reconocer aproximadamente de qué tipo de ángulo se trata, para comenzar a trabajar sobre uno de ambos módulos.

3.3.1. Módulo para ángulos agudos

Matemáticamente, se basa en un ajuste polinómico del contorno de la imagen de la gota. Para ello, primeramente, se binariza la imagen mediante una función integrada que la transforma en una matriz de 0 y 1. Posteriormente se identifica el cambio entre las dos regiones, almacenando las posiciones de cada punto (pixel) en una lista.

Luego el usuario debe definir una recta que se utiliza como base para eliminar los puntos que están por debajo de la gota. En otras palabras, un algoritmo se encarga de eliminar los puntos que no pertenecen a la gota, tomando como base la recta acomodada por el usuario. Seguidamente, mediante un polinomio de grado diez se ajusta una curva al contorno de la gota y se halla la intersección entre esta función y la recta. Se eligió un polinomio de grado diez por ser una alternativa que se ajusta con un mínimo tiempo de procesamiento. Seguidamente, derivando la función en los puntos hallados se encuentra la pendiente de la recta tangente (que delimita el ángulo de inclinación).

Finalmente, se debe considerar para el cálculo final la inclinación 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. En la figura 8 se observa el paso a paso de la medición de ángulo de contacto.

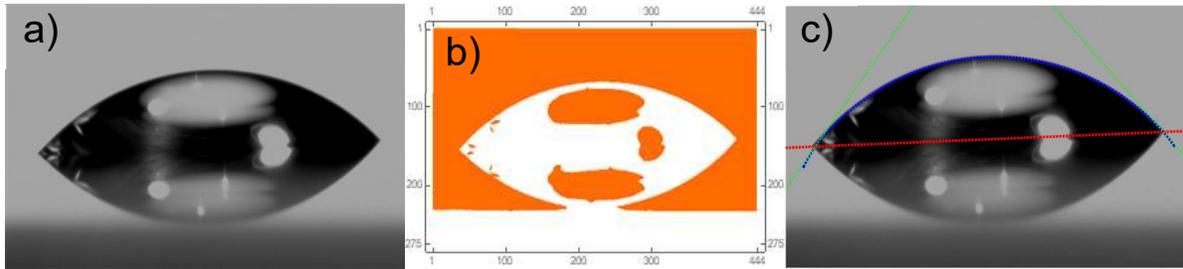


Figura 8. a) Imagen original. b) Imagen binarizada. c) Ajuste polinómico y tangentes.

3.3.2. Módulo para ángulos obtusos

Esta parte del aplicativo trabaja de manera similar al anterior, ya que se binariza la imagen y se reconoce el cambio entre las dos regiones, almacenando dichas posiciones de cada pixel. Se filtran los puntos de igual manera mediante la recta que define el usuario. Los puntos restantes, que pertenecen al contorno de la gota, se dividen en dos listas de igual tamaño; seguidamente se realiza una rotación de 90° de los puntos y se compara cada punto de la lista con su consecutivo para hallar lo que determina la abertura de la gota, esto es, la lista de puntos que definen que el ángulo es superior a 90° .

Finalmente, se ajusta mediante un polinomio de primer grado los puntos hallados en el paso previo y se calcula el ángulo de contacto en función de las pendientes de la recta del usuario y de la recta de ajuste. En la figura 9 se observan resultados gráficos de la medición de ángulo de contacto para ángulos obtusos.

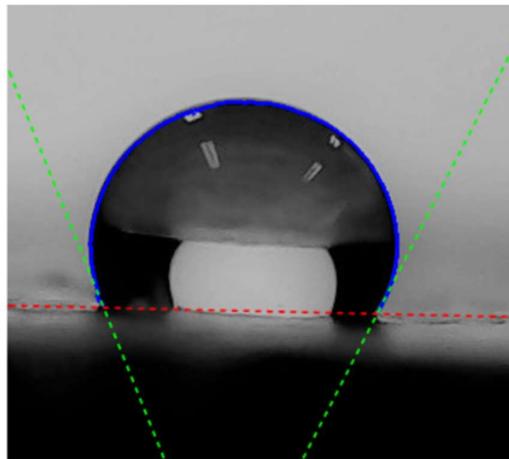


Figura 9. Captura de los resultados gráficos del aplicativo para ángulos mayores a 90° .

Ambos módulos cuentan con una interfaz similar basada en una ventana con pestañas, en dónde se realiza distintos pasos de manera secuenciada. El primer paso de la aplicación en ambos módulos es el mismo y se realiza en la primera pestaña, y permite al operador visualizar las dos regiones e identificar sectores en donde el contraste fue insuficiente con la consecuente delimitación inexacta. También es el paso donde mediante la manipulación de deslizadores, el usuario ajusta la recta horizontal que representa el límite entre la gota y la superficie de la muestra.

Finalmente, ambos módulos de la aplicación determinan el ángulo de contacto entre la recta tangente y la recta horizontal definida por el usuario. La fig. 10 muestra la interfaz de la aplicación, con los dos módulos independientes entre sí.

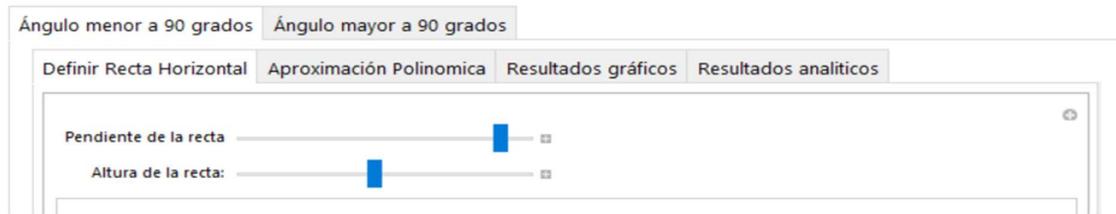


Figura 10. Interfaz del aplicativo.

4. Conclusiones

La medición de ángulo de contacto es una técnica eficiente y ampliamente utilizada para la investigación de la hidrofobicidad, adhesión y tensión superficial de una superficie sólida. Teniendo esto en cuenta, se buscó y logró crear un instrumento de medición de ángulo de contacto a partir del modelado de piezas por impresión 3D. Dicho instrumento consiste en un equipo de diseño modular, que además incluye un aplicativo para la determinación del ángulo de contacto, desarrollado en el programa Mathematica.

En comparación a los instrumentos comerciales, el equipo desarrollado presenta gran versatilidad: permite un rápido montaje de los módulos que lo forman y un fácil reemplazo de piezas, posibilita la remoción de utensilios que se pueden utilizar para otros fines (lupa, jeringa), y es adaptable a múltiples tamaños de muestras. Además, es económico y fácilmente replicable.

A futuro, resta optimizar el diseño y llevar a cabo la puesta a punto del instrumento para determinar márgenes de error de las mediciones.

Reconocimientos

Este trabajo se llevó adelante con el apoyo de la Universidad Tecnológica Nacional (UTN, Argentina). Las impresiones 3D se realizaron con la colaboración del Grupo de Diseño Mecánico (GRUDIM) de la Facultad Regional Reconquista. Agradecemos la colaboración del Prof. Walter Soto y del Ing. Alejandro Fabbro por el asesoramiento en técnicas de impresión, a Federico Kaufmann por la donación de materiales, al Dr. Héctor Martín y a Marcos Peresón por las discusiones para el desarrollo del aplicativo.

Bibliografía

- A. Krüss Optronic GmbH. <https://www.mobile-surface-analyzer.com>. Accedido en 2019.
- 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.
- École Polytechnique Fédérale de Lausanne (EPFL). Biomedical Imaging Group. <http://bigwww.epfl.ch/demo/dropanalysis/>. Accedido en 2019.
- Good, R. (2012). Contact angle, wetting and adhesion: a critical review. *Journal of Adhesion Science and Technology*, 6, 1269-1302.
- Gould, R. F., Zisman W. A., et al. (1964). Contact Angle, Wettability, and Adhesion. Editorial: American Chemical Society.

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

Kino Industry Co. LTD. <http://www.surface-tension.org/contact-angle-meter/>. Accedido en 2019.

Kwok, D. Y., Neumann, A. W. (1999). Contact angle measurement and contact angle interpretation. *Advances in Colloid and Interface Science*, 81, 167-249.

Ossila Ltd. <https://www.ossila.com>. Accedido en 2019.

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.

Ultimaker BV. <https://ultimaker.com/software/ultimaker-cura>. Accedido en 2019.

Wimpenny, D., Pandey, P., Jyothish Kumar. L. (2017). *Advances in 3D Printing & Additive Manufacturing Technologies*, Editorial: Springer Science Business Media Singapore.

Williams D. L., Kuhn A.T., et al. (2010). Computerised Measurement of Contact Angles. *Galvanotechnik*, 108.

Wolfram. <http://www.wolfram.com/mathematica>. Accedido en 2019.

Wu, Y. (2008). *Control of Pentacene Thin Film Growth by Supersonic Molecular Beam Deposition*. Ciudad: Groningen. Editorial: Rijksuniversiteit Groningen.

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