



COMILLAS
UNIVERSIDAD PONTIFICIA

ICAI

GRADO EN INGENIERÍA EN TECNOLOGÍAS INDUSTRIALES

TRABAJO FIN DE GRADO

Desarrollo y fabricación de un goniómetro óptico para la medida del ángulo de contacto y de la energía superficial de sustratos

Autor: Pablo Veronese Jiménez

Director: Juan Carlos del Real Romero

Co-Directora: Ana María Megías García

Madrid

Agosto de 2022

Declaro, bajo mi responsabilidad, que el Proyecto presentado con el título
*Desarrollo y fabricación de un goniómetro óptico para la medida del ángulo de
contacto y de la energía superficial de sustratos.*

en la ETS de Ingeniería - ICAI de la Universidad Pontificia Comillas en el
curso académico 2021/2022 es de mi autoría, original e inédito y
no ha sido presentado con anterioridad a otros efectos.

El Proyecto no es plagio de otro, ni total ni parcialmente y la información que ha sido
tomada de otros documentos está debidamente referenciada.

Fdo.: Pablo Veronese Jiménez

Fecha: 25/ 08/ 2022



Autorizada la entrega del proyecto

LOS DIRECTORES DEL PROYECTO

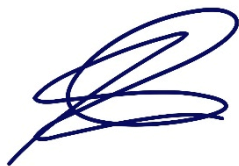
Fdo.: Juan Carlos del Real Romero

Fecha: 25/ 08/ 2022



Fdo.: Ana María Megía Macías

Fecha: 25/ 08/ 2022





COMILLAS
UNIVERSIDAD PONTIFICIA

ICAI

GRADO EN INGENIERÍA EN TECNOLOGÍAS INDUSTRIALES

TRABAJO FIN DE GRADO

Desarrollo y fabricación de un goniómetro óptico para la medida del ángulo de contacto y de la energía superficial de sustratos

Autor: Pablo Veronese Jiménez

Director: Juan Carlos del Real Romero

Co-Directora: Ana María Megías García

Madrid

Agosto de 2022

DESARROLLO Y FABRICACIÓN DE UN GONIÓMETRO ÓPTICO PARA LA MEDIDA DEL ÁNGULO DE CONTACTO Y DE LA ENERGÍA SUPERFICIAL DE SUSTRATOS.

Autor: Veronese Jiménez, Pablo

Directores: del Real Romero, Juan Carlos y Megías García, Ana María

Entidad colaboradora: ICAI - Universidad Pontificia Comillas

RESUMEN DEL PROYECTO

Palabras clave: goniómetro, energía superficial, ángulo de contacto, dispersiva, polar

En el presente proyecto se estudia la energía superficial de diferentes tipos de superficies. Se ensayarán con distintos líquidos y se medirá el ángulo de contacto empleando un goniómetro óptico de diseño y fabricación propias.

La energía superficial es una condición intrínseca de las superficies. Se podría definir como el coste energético que le supone a un elemento o material en cuestión formar dicha superficie. Esta energía se encuentra íntimamente ligada a la existencia de interfases.

En concreto se trabajará con la interfase sólido-líquido y cómo se relacionan entre sí las componentes dispersiva y polar del sólido con el líquido, dando lugar a una mayor o menor adhesión y por tanto a una mayor o menor energía superficial del sólido.

Antes de realizar ninguna medición se tuvo que diseñar el goniómetro óptico; esta estructura consta de un sistema de adquisición de imagen, un sistema de iluminación para que la captación sea nítida y un soporte para la jeringuilla que depositará la muestra de líquido sobre el sustrato cuya energía superficial se va a determinar.

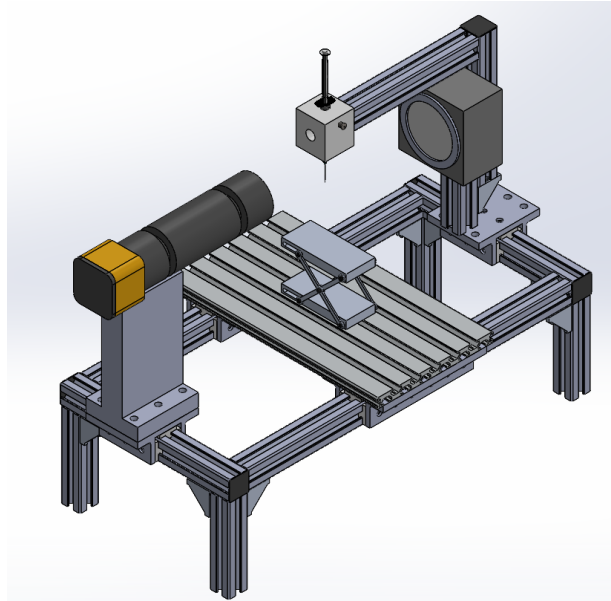


Ilustración 1. Goniómetro óptico de propio desarrollo.

Una vez captada la imagen se lleva al programa ImageJ para el cual en el presente proyecto se detalla el proceso de obtención del ángulo de contacto a partir de la imagen de la gota conseguida. El paso final quedará tal que así:

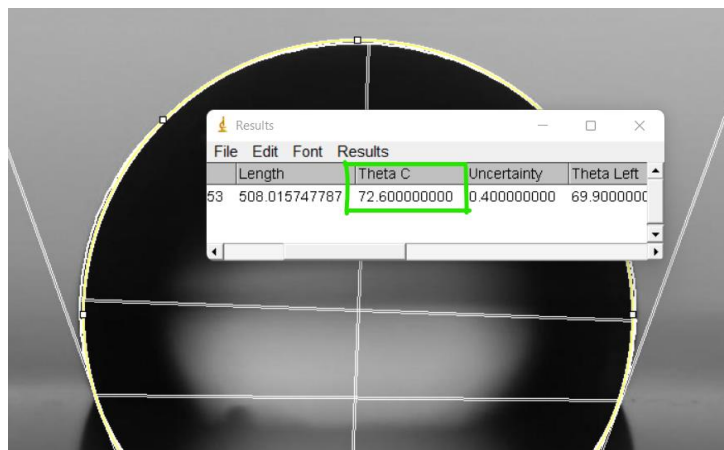


Ilustración 2. Obtención del complementario del ángulo de contacto.

La última parte del proyecto consiste en ensayar varios líquidos con un mismo sustrato, obteniendo también los datos del ángulo de contacto que cada líquido ha formado con el sólido, para luego meter los datos en un programa de Matlab de desarrollo propio que

mediante el método de Owens, Wendt, Rabel and Kaelble calculará la energía superficial del sólido.

DEVELOPMENT AND MANUFACTURING OF AN OPTICAL GONIOMETER FOR THE MEASUREMENT OF THE CONTACT ANGLE AND THE SURFACE ENERGY OF SUBSTRATES.

Author: Veronese Jiménez, Pablo

Supervisor: del Real Romero, Juan Carlos y Megías García, Ana María

Collaborating Entity: ICAI - Universidad Pontificia Comillas

ABSTRACT

Keywords: goniometer, surface energy, contact angle, dispersive, polar

In this project the surface energy of different types of surfaces will be studied. They will be tested with different liquids and the contact angle will be measured using an optical goniometer of our own design and manufacture.

Surface energy is an intrinsic condition of surfaces. It could be defined as the energy cost that an element or material in question needs to form said surface. This energy is intimately linked to the existence of interfaces.

Specifically, we will work with the solid-liquid interface and how the dispersive and polar components of the solid with the liquid are related to each other, giving rise to greater or lesser adhesion and therefore to a greater or lesser surface energy of the solid.

Before making any measurements, the optical goniometer had to be designed; This structure consists of an image acquisition system, a lighting system so that the capture is clear and a support for the syringe that will deposit the liquid sample on the substrate whose surface energy is going to be determined.

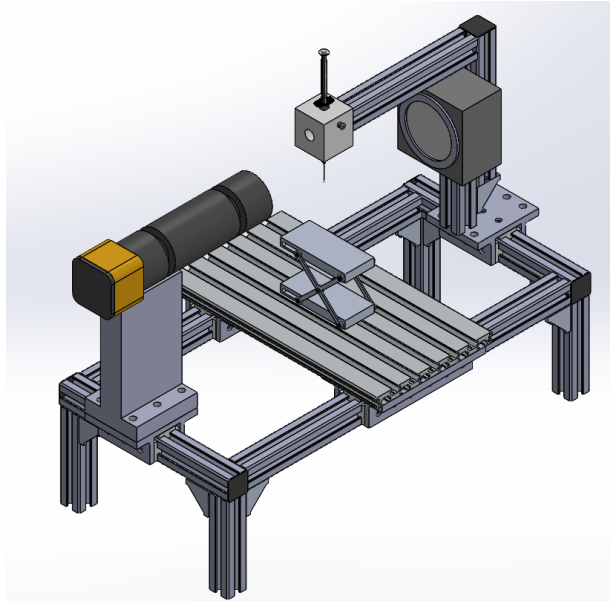


Ilustración 3. Goniómetro óptico de propio desarrollo.

Once the image is captured, it is taken to the ImageJ program for which in this project the process of obtaining the contact angle from the image of the drop obtained is detailed. The final step will look like this:

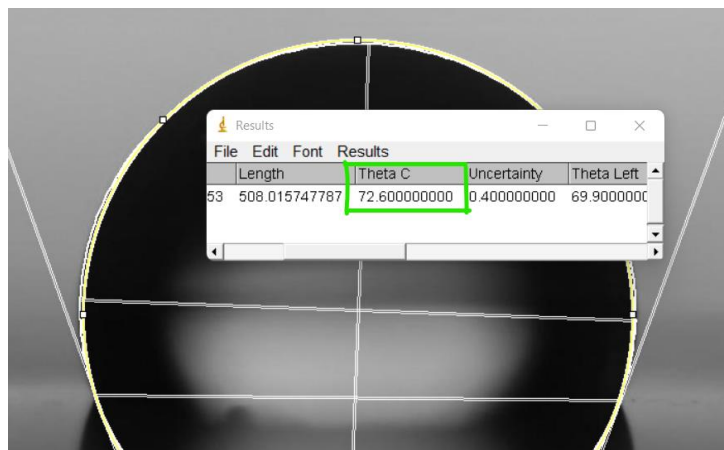


Ilustración 4. Obtención del complementario del ángulo de contacto.

The last part of the project consists of testing various liquids with the same substrate, also obtaining data on the contact angle that each liquid has formed with the solid, and then inserting the data into a Matlab program of own development that, through the method of Owens, Wendt, Rabel and Kaelble will calculate the surface energy of the solid.

ÍNDICE DE LA MEMORIA

Capítulo 1	1
Introducción y planteamiento	1
Capítulo 2	5
Objetivo del proyecto	5
Capítulo 3	7
Estado del arte	7
3.1 Determinación de la energía superficial	7
3.1.1 Método de Washburn.....	7
3.1.2 Tintas	7
3.1.3 Tensiometría	8
3.1.4 Métodos ópticos.....	12
3.2 Métodos para el cálculo de la energía superficial.....	14
3.2.1 Teoría Zisman (modelo de una única componente)	16
3.2.2 Método de Owens, Wendt, Rabel and Kaelble.....	17
3.2.3 Teoría de Fowkes	19
3.2.4 Teoría de Van Oss	20
3.3 Parámetros que influyen en la medida del ángulo de contacto.....	22
3.3.1 Temperatura.....	22
3.3.2 Rugosidad y porosidad	23
3.3.3 Compatibilidad química y tiempo.	24
3.3.4 Volumen de la gota sésil.....	24
Capítulo 4	26
Metodología de trabajo.....	26
Capítulo 5	28
Diseño del goniómetro	28

Capítulo 6	34
Uso del software ImageJ.....	34
Capítulo 7	40
Desarrollo de un programa en Matlab	40
Capítulo 8	44
Aplicación del método OWRK en el tratamiento de superficies poliméricas y metales.	44
8.1. Ensayo con cobre (Cu) al que se le han aplicado tratamientos superficiales.	44
8.2. Ensayo con PTFE (teflón) y PMMA (polimetilmetacrilato).	45
8.3. Ensayo con polipropileno tratado.	50
Capítulo 9	52
Bibliografía.....	52
ANEXO I.....	54
PROGRAMA DE MATLAB	54
ANEXO II	57
PRESUPUESTO.....	57
Coste del goniómetro.....	58
ANEXO III	60
PLANOS.....	60

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1 Fuerzas en un líquido.	1
Figura 1.2 Representación interacción sólido-líquido.	2
Figura 1.3 Interacciones con igual/similar (arriba) o diferente (abajo) ratio entre las componentes dispersiva y polar de la tensión superficial.	3
Figura 1.4 Líquido moja o no moja.	3
Figura 2.1 Reducción CO2 en electrodo modificando la mojabilidad.	6
Figura 3.1 Aplicación de una tinta sobre un sólido.	8
Figura 3.2 Diagrama fuerza-tiempo en anillo DuNoy.	9
Figura 3.3 Anillo DuNoy.	10
Figura 3.4 Plato de Willhelmy.	11
Figura 3.5 Ecuaciones gota colgante.	13
Figura 3.6 Goniómetro óptico.	14
Figura 3.7 Gráfico de Zisman para una película de polietileno de baja densidad.	17
Figura 4.1 Cronograma.	26
Figura 5.1 Cuadro de aluminio con patas sujeto mediante escuadras.	28
Figura 5.2 Sujeción a escuadra.	29
Figura 5.3 EcoSlides montados sobre el cuadro de perfiles.	29
Figura 5.4 Perfil 15x180 fijado a los EcoSlides.	30
Figura 5.5 Sistema de sujeción del LED y de la jeringuilla.	31
Figura 5.6 Soporte de la cámara.	32
Figura 5.7 Goniómetro óptico de propio desarrollo.	33
Figura 5.8 Goniómetro óptico vista de perfil	33
Figura 6.1 Menú del plugin de contact angle.	34
Figura 6.2 Trazado de la línea base.	35
Figura 6.3 Trazado contorno de la gota.	35
Figura 6.4 Menú de selección para el cálculo del ángulo de contacto.	36

Figura 6.5 Obtención del dato deseado.	36
Figura 6.6 Agua sobre aluminio.	37
Figura 6.7 Agua sobre polietileno (PE).	38
Figura 6.8 Agua sobre politetrafluoroetileno (PTFE).	38
Figura 8.1 Gráfica Owens/Wendt para polimetil metacrilato.	48

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2.1 Volumen gota sésil para cada líquido de ensayo.....	24
Tabla 7.1 Datos de las componentes polar y dispersiva de los líquidos empleados en el programa.....	40
Tabla 8.1 Datos de ángulo de contacto y de energía superficial obtenidos en el laboratorio.	45
Tabla 8.2 Datos de las tensiones polar y dispersiva de distintos líquidos de ensayo y del ángulo que forman sobre PTFE.....	46
Tabla 8.3 Valores de la energía superficial del PTFE.....	47
Tabla 8.4 Datos de tensiones superficiales de líquidos de ensayo y del ángulo de contacto formado sobre PMMA.....	48
Tabla 8.5 Valores de la energía superficial del PMMA.....	48
Tabla 8.6 Ángulo de contacto diferentes líquidos sobre polipropileno tratado y sin tratar.	50
Tabla 8.7 Datos de energía superficial del polipropileno tratado y sin tratar.....	50
Tabla II.1 Lista de componentes del goniómetro.....	59

Capítulo 1

Introducción y planteamiento

La energía superficial es una condición intrínseca de las superficies. Se podría definir como el coste energético que le supone a un elemento o material en cuestión formar dicha superficie.

Esta energía se encuentra íntimamente ligada a la existencia de interfases (sólido-líquido, sólido-gas, líquido-gas). En ellas, las moléculas más alejadas del seno del compuesto son más inestables y necesitan una menor energía para escapar de la superficie. Por ejemplo, en el caso de los líquidos, las fuerzas entre las moléculas más próximas a la superficie son menos intensas al haber una menor interacción entre estas. En cambio, en las moléculas del seno del líquido, donde existe una mayor cantidad de moléculas, las fuerzas se anulan unas a otras, resultando en una mayor estabilidad energética (menor energía).

Por este motivo existe una fuerza que atrae a las moléculas más superficiales hacia el seno del líquido evitando que escapen ya que la resultante de las fuerzas intermoleculares no es cero. Así se mantiene la estructura molecular. [1]

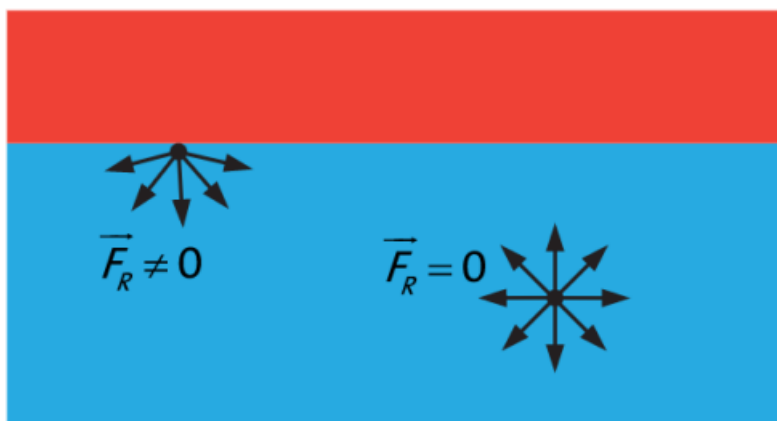


Figura 1.1 Fuerzas en un líquido. Fuente [1]

Por un lado, cuanto mayor es la superficie, mayor es la interfase y mayor va a ser la energía superficial necesaria para mantener la cohesión. Esta energía dependerá de la naturaleza del líquido, del medio que le rodea y de la temperatura.

Por otro lado, como todo en la naturaleza, los líquidos tenderán a la menor energía posible. Para conseguirlo, minimizarán su superficie, que es la de una esfera perfecta.

La energía superficial de un sólido es el trabajo que hace el sólido cuando se aumenta su superficie una unidad. Se define con la letra γ ($\gamma = \text{J} / \text{m}^2$).

En los líquidos, el trabajo requerido al aumentar su superficie en una unidad, y el coste energético que le supone evitar su propia expansión a lo largo de otra superficie, son el mismo valor. Líquidos cuyas moléculas tengan fuerzas de atracción intermoleculares fuertes tendrán tensión superficial elevada. Se define con la letra σ ($\sigma = \text{J} / \text{m}^2$).

En este proyecto, se estudiará la energía superficial de diferentes tipos de superficies. Se ensayarán con distintos líquidos y se medirá el ángulo de contacto empleando un goniómetro óptico de diseño y fabricación propias.

La ecuación de Young nos resultará útil en nuestro estudio de la energía superficial ya que relaciona el ángulo de contacto con la magnitud de las tensiones interfaciales.

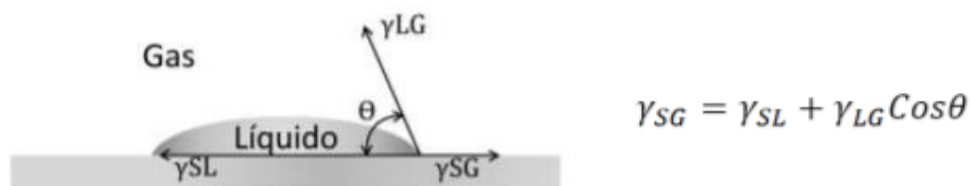


Figura 1.2 Representación interacción sólido-líquido.
Fuente [3]

Donde γ_{SG} es la tensión interfacial entre sólido y gas; γ_{SL} entre sólido y líquido; γ_{LG} entre líquido y gas y $\cos \theta$ el ángulo de contacto entre líquido y sólido.

Una gran interacción entre fases significará una menor energía/tensión en la interfase. Este fenómeno se encuentra directamente relacionado con la adhesión y las componentes dispersiva (van der Waals, dipolos instantáneos) y polar (dipolos permanentes o inducidos, enlaces de hidrógeno) de la energía/tensión superficial. Cuanto más equilibradas estén las componentes mayor posibilidad de adhesión entre fases habrá. [2]

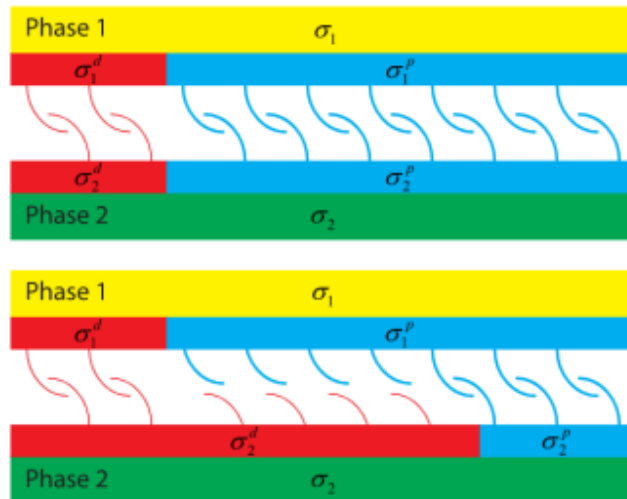


Figura 1.3 Interacciones con igual/similar (arriba) o diferente (abajo) ratio entre las componentes dispersiva y polar de la tensión superficial. Fuente [2]

La piedra angular para el cálculo de la energía superficial de los múltiples sustratos a estudiar es el anteriormente mencionado ángulo de contacto.

Decimos que un líquido moja a un sólido cuando el ángulo que forma la gota con la superficie del sólido es menor que 90° ($\theta < 90^\circ$) y que no moja cuando $\theta > 90^\circ$. En el primer caso, sucede porque la energía superficial del sólido es mayor que la del líquido (y de un valor elevado, lo que favorece la adhesión), y en el segundo, al contrario.

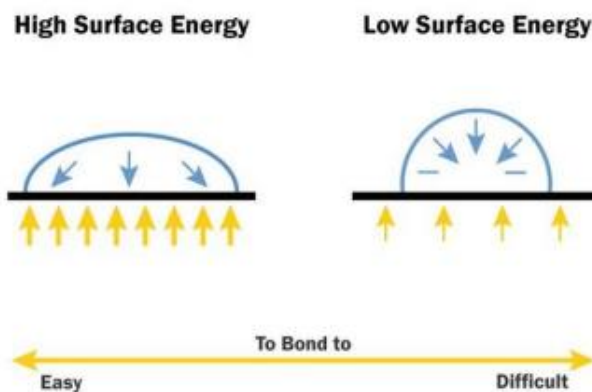


Figura 1.4 Líquido moja o no moja. Fuente [3]

La medida del ángulo de contacto, así como la de la energía superficial de diferentes materiales, tienen numerosas aplicaciones hoy en día. Estas van desde campos como la medicina/biomedicina hasta otros como la astronomía, pasando por una cantidad ingente de aplicaciones más del día a día como: la mejora de las baterías de litio, de los implantes dentales o incluso de los inhaladores para enfermedades crónicas pulmonares como el asma. [4]

Uno de los propósitos más interesantes y útiles que tiene el conocer la energía superficial de un sustrato se aplica en la electrónica. En un mundo cada vez más digitalizado, los dispositivos y máquinas precisan de más y más componentes electrónicos que ayudan a la mejora de sus prestaciones o al propio funcionamiento. Un buen diseño de estos componentes debe pasar por una correcta medida de la energía superficial. ¿Por qué? Porque para cada material, cuanto mayor o menor sea este valor de energía, menos probabilidad tendrá de tener una superficie grasienta o aceitosa. Haciendo de la pieza un componente mucho más limpio y por lo tanto más duradero.

En el campo de los polímeros, generalmente, cuando los polímeros no están tratados, presentan una mojabilidad débil, lo que supone un impedimento si posteriormente se quieren unir con adhesivos o aplicar revestimientos. A causa de esto, necesitarán exponerse a ciertos tratamientos superficiales de tipo químicos, mecánicos, plasma, etc... con el objetivo de optimizar su adherencia a través de la modificación de la energía superficial. Después del tratamiento, entran en juego la medida del ángulo de contacto y de la energía superficial del sustrato polimérico para verificarlo.

Estos son algunos de los ejemplos para los que el ángulo de contacto y la energía superficial pueden ser muy relevantes. Y como estos, otros tantos que contribuirán a hacer la vida más fácil o que permitirán ir un paso más allá en innovación y conocimientos.

Así, mediante la realización de este proyecto se podrá dotar al Laboratorio de Materiales del Instituto Católico de Artes e Industrias de la Universidad Pontificia Comillas de un equipo para la medida del ángulo de contacto que servirá para ayudar en distintas investigaciones que se estén llevando a cabo.

Capítulo 2

Objetivo del proyecto

El objetivo del proyecto es el diseño y fabricación de un goniómetro óptico para la obtención de los valores de energía superficial de distintos sustratos poliméricos ensayados con plasma frío mediante la medida del ángulo de contacto polímero-plasma.

Para ello se han determinado los siguientes pasos a seguir:

- Diseño y fabricación del goniómetro óptico. Este constará de: la estructura principal de perfilería de aluminio, una cámara para la correcta obtención de la imagen de la gota sobre el sólido, una luz que permita iluminar adecuadamente para que la calidad de la imagen sea óptima, un sistema de sujeción para la jeringuilla que se encargará de depositar la gota y una plataforma donde ensayar los materiales.
- Utilización del software ImageJ para la medición del ángulo de contacto según la normativa estipulada.
- Realización de un programa con el cual obtengamos el valor de la energía superficial de los polímeros, introduciendo los datos correspondientes (ángulo de contacto, tensiones interfaciales, energía superficial, etc.).
- Alineación con los Objetivos de Desarrollo Sostenible:

El desarrollo de este proyecto está íntimamente ligado a los ODS siguientes: Vida submarina, Acción por el clima y Vida de ecosistemas terrestres.

El estudio del ángulo de contacto y de la energía superficial ha aportado numerosas soluciones o propuestas a graves problemas medioambientales que se nos pueden presentar.

Objetivo 14 - Vida submarina: Conservar y utilizar sosteniblemente los océanos, los mares y los recursos marinos En los últimos veinte años, desgraciadamente, los derrames de petróleo en el mar u océano han sido mucho más frecuentes de lo que deberían. Pues bien, el estudio de la energía superficial ha llevado a desarrollar medidas que minimizan los catastróficos defectos que un derrame de este calibre tiene sobre el medio. Ahora solo falta invertir en ello por el bien de todos y de todo. [4]

Objetivo 13 – Acción por el clima: Adoptar medidas urgentes para combatir el cambio climático y sus efectos Otro grave problema que tenemos hoy en día es el denominado efecto invernadero. El ser humano emite una cantidad ingente de gases a la atmósfera que dan lugar a este efecto. Lo que supone un aumento de la temperatura de la Tierra cada vez más, propiciando la desaparición de los polos, así como de miles de especies alrededor del globo. Se ha demostrado que el conocimiento de las energías superficiales y del ángulo de contacto puede aportar su granito de arena para frenar este problema empleando sistemas de absorción de CO₂ mediante el uso de superficies superhidrofóbicas. [4]

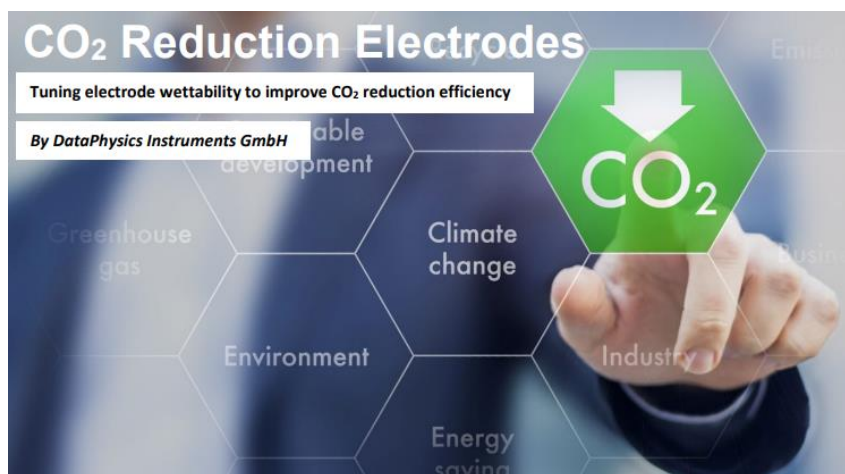


Figura 2.1 Reducción CO₂ en electrodo modificando la mojabilidad. Fuente [4].

Objetivo 15- Vida de ecosistemas terrestres: Gestionar sosteniblemente los bosques, luchar contra la desertificación, detener e invertir la degradación de las tierras, detener la pérdida de biodiversidad En los últimos años también se ha avanzado en el campo de los fertilizantes de nueva generación, donde nuevamente la energía superficial se encuentra presente. [4]

Capítulo 3

Estado del arte

3.1 Determinación de la energía superficial

Actualmente existen diversos procedimientos cuyo objetivo es la determinación de la tensión superficial de líquidos y la energía superficial de sólidos.

Entre los métodos empleados para la determinación de la energía superficial de líquidos se encuentran las tensiometrías, las tintas y los métodos ópticos.

3.1.1 Método de Washburn

Se emplea para materiales porosos, se calcula el líquido absorbido en función del tiempo. Sabiendo la densidad, viscosidad y tensión superficial, se calcula el ángulo de contacto y seguidamente, la energía superficial del sustrato poroso.

3.1.2 Tintas

Como norma general, la capacidad de un sustrato de absorber líquidos está ligada a la energía superficial. Se aplican tintas con una brocha o pincel sobre la superficie a estudiar. Estas tintas poseen un valor de tensión superficial calculado por el fabricante.

Una vez aplicada la tinta se observa si se contrae en muy poco tiempo (no moja), si esto ocurre, la energía superficial es menor que el valor nominal de la tinta. Se vuelve a realizar el proceso con otras tintas hasta una de ellas no se contraiga rápidamente (moja). Cuando esto ocurra, el valor de la tensión de la tinta corresponde con la energía superficial del sólido.



Figura 3.1 Aplicación de una tinta sobre un sólido.

3.1.3 Tensiometría

Mide las fuerzas presentes en la interfase entre sólido y líquido. Para ello, lo que se precisa es saber la tensión superficial del líquido. Las técnicas más comunes son el anillo DuNoy o un plato de Willhelmy.

3.1.3.1 Anillo DuNoy

Este método utiliza la interacción de un anillo de platino con la superficie con la que se está ensayando. El anillo se sumerge por debajo de la interfaz y posteriormente se levanta hacia arriba. A medida que el anillo se mueve hacia arriba, levanta un menisco del líquido. Eventualmente, este menisco se desgarrará del anillo y vuelve a su estado original.

Antes de este evento, el volumen, y por lo tanto la fuerza ejercida, del menisco pasa a través de un valor máximo y comienza a disminuir antes del evento de desgarro real. [5] El proceso se muestra en el siguiente diagrama:

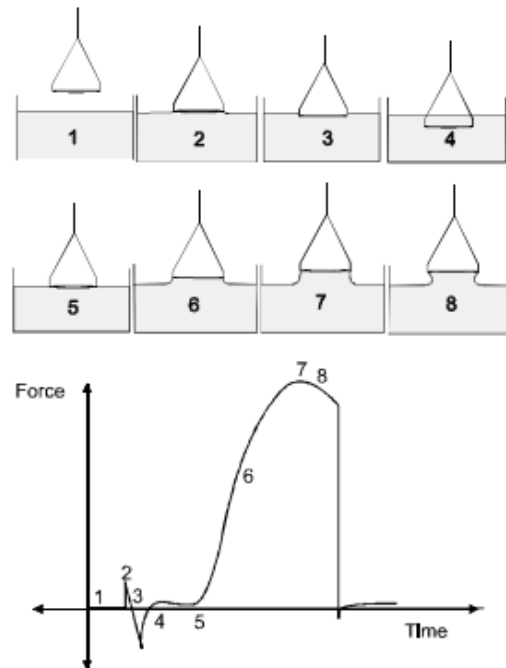


Figura 3.2 Diagrama fuerza-tiempo en anillo DuNoy. Fuente [5].

- 1) El anillo está por encima de la superficie y la fuerza es nula.
- 2) El anillo golpea la superficie y hay una ligera fuerza positiva debido a la fuerza adhesiva entre el anillo y la superficie.
- 3) El anillo debe ser empujado a través de la superficie (debido a la tensión superficial) lo que provoca una pequeña fuerza negativa.
- 4) El anillo atraviesa la superficie y se mide una pequeña fuerza positiva debido a los cables de soporte del mismo.
- 5) Cuando se eleva a través de la superficie, la fuerza medida comienza a aumentar.
- 6-7) La fuerza sigue aumentando hasta que se alcanza la fuerza máxima
- 8) Después del máximo hay una pequeña disminución de la fuerza hasta que se rompe la lámina.

El cálculo de la tensión superficial o interfacial por esta técnica se basa en la medición de esta fuerza máxima. La profundidad de inmersión del anillo y el nivel al que se eleva

cuando experimenta el tirón máximo son irrelevantes para esta técnica. La tensión superficial del líquido se calcula a partir del diámetro $2R$ del anillo y del valor de la fuerza ΔF que mide el dinamómetro. [6]

$$\gamma = \frac{\Delta F}{2 \cdot 2\pi R}$$

Los cálculos originales basados en la técnica del anillo se basaron en teorías que se aplican a anillos de diámetro infinito y no consideran un volumen adicional de líquido que se eleva debido a la proximidad de un lado del anillo al otro. Este líquido adicional levantado se representa a continuación como la parte sombreada:

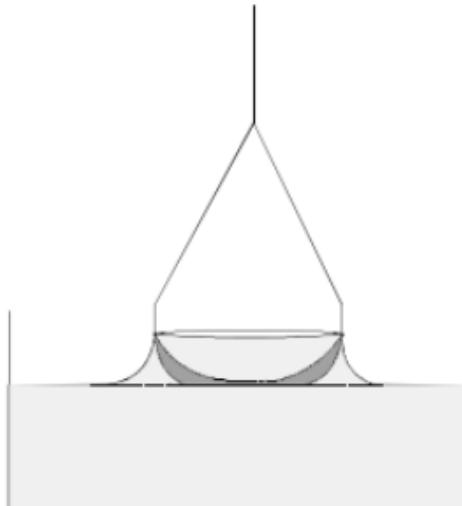


Figura 3.3 Anillo DuNoy. Fuente [5]

3.1.3.2 Plato de Willhelmy

Este método utiliza la interacción de una placa de platino con la superficie que se está ensayando. Los cálculos para esta técnica se basan en la geometría de una placa completamente mojada en contacto con, pero no sumergido, en la fase pesada. En este método, la posición de la sonda en relación con la superficie es importante. A medida que la superficie se pone en contacto con la sonda, se notará este evento por el cambio de fuerzas que se experimenta. Registrará la altura a la que esto ocurre como la “profundidad cero de inmersión”.

Luego, la placa se humedecerá a una profundidad establecida para garantizar que realmente se humedezca por completo la placa (ángulo de contacto cero). Cuando la placa vuelve más tarde a la profundidad de inmersión cero, la fuerza que se registra se puede utilizar para calcular la tensión superficial. [5]

Los cálculos son los siguientes:

$$\sigma = \frac{F}{L \cdot \cos \theta}$$

$$\theta = \arccos \left(\frac{F}{L \cdot \sigma} \right)$$

Siendo F la fuerza máxima medida con un dinamómetro; L el perímetro de plato mojado hasta el nivel de la superficie del líquido y θ el ángulo de contacto. [7]

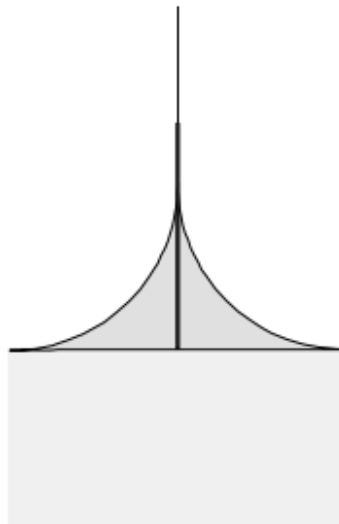


Figura 3.4 Plato de Wilhelmy. Fuente [5]

3.1.3.3 Varilla de metal

Si se pretende medir la tensión superficial de un líquido del que se tienen cantidades muy limitadas, se puede considerar usar una varilla de platino como sonda. Con cualquiera de

las sondas discutidas anteriormente, el líquido requerido para la prueba puede ser más de lo que tiene disponible. La cantidad necesaria para probar con cualquier sonda debe ser suficiente para llenar un recipiente que acomode la sonda, a una profundidad que asegure que sea posible humedecer la sonda. Con un volumen dado se puede llenar a mayor profundidad si el diámetro del recipiente es más pequeño.

Las limitaciones de esta estrategia ocurren cuando los bordes de la sonda se acercan a los bordes del recipiente de medición. En ese caso, las fuerzas sobre la balanza pueden ser efectuadas por el menisco del líquido cuando hace contacto con el recipiente. Para evitar estos problemas, puede optar por emplear una varilla de metal como sonda. Esto le permite utilizar volúmenes mucho más pequeños de líquido de ensayo.

En cualquier técnica, la precisión absoluta de la medición de la geometría de su sonda afecta la precisión de sus resultados. La medición de la geometría de una varilla más fina es probable que sea menos precisa, en porcentaje, que la medición de sus sondas más grandes. Por lo tanto, este enfoque solo debe usarse en situaciones en las que el volumen de líquido disponible es un problema. [5]

3.1.4 Métodos ópticos

3.1.4.1 Gota colgante (pendant drop)

La forma de una gota de líquido que cuelga de la punta de una jeringa se determina a partir del equilibrio de fuerzas que incluye la tensión superficial de ese líquido. La tensión superficial o interfacial en la interfase líquida puede ser relacionada con la forma de la gota a través de la siguiente ecuación:

$$\gamma = \frac{\Delta\rho \cdot r \cdot R_0^2}{\beta}$$

$\Delta\rho$ = diferencia de densidad entre fluidos en la interfaz.

g = constante de gravitación.

R_0 = radio de curvatura de la gota.

β = factor de forma.

β , el factor de forma, se puede definir a través de la ecuación de Young-Laplace expresada como 3 ecuaciones adimensionales de primer orden como se muestra en la siguiente figura.

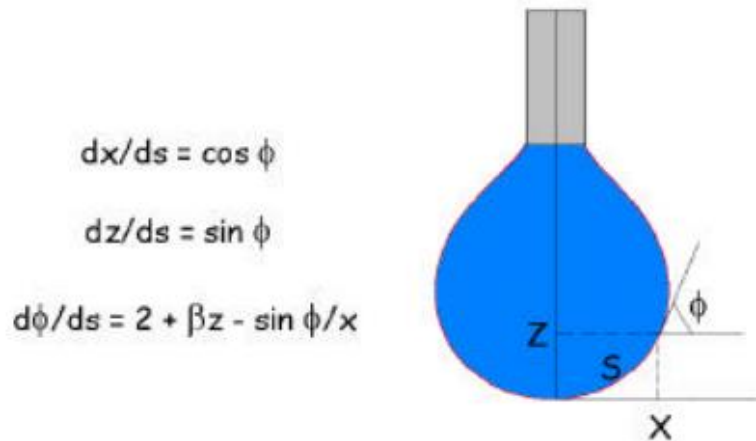


Figura 3.5 Ecuaciones gota colgante. Fuente [5]

Los métodos computacionales modernos que utilizan aproximaciones iterativas permiten encontrar una solución para la ecuación de Young-Laplace. Así, para cualquier gota pendiente donde las densidades de los dos fluidos en contacto se conocen, la tensión superficial se puede medir con base en la ecuación de Young-Laplace. Este enfoque representa una mejora significativa, tanto en facilidad como en precisión, con respecto a los métodos tradicionales. Este método tiene las ventajas de que es capaz de utilizar volúmenes muy pequeños de líquido, medir tensiones interfaciales muy bajas y puede medir materiales fundidos fácilmente. [5]

3.1.4.2 Goniómetro

Esta será la técnica que se utilizará en este proyecto para llevar a cabo el estudio de la energía superficial de los sustratos poliméricos. Esta técnica consiste en depositar una gota de un líquido de tensión superficial conocida sobre la superficie. A continuación, se capta la imagen (con una correcta iluminación) de la gota y el sólido, para así calcular el ángulo de contacto. Finalmente, mediante la ecuación de Young se calcula la energía superficial.



Figura 3.6 Goniómetro óptico.

Como se ha mencionado anteriormente, esta técnica es la empleada en la realización de este proyecto, es por esto por lo que resulta de vital importancia explicar los distintos métodos de cálculo de la energía superficial.

3.2 Métodos para el cálculo de la energía superficial

Medir la energía superficial de un líquido es simple y directo. La energía superficial de un líquido es idéntica a su tensión superficial, y existe una variedad de técnicas para medir la tensión superficial del líquido.

Sin embargo, determinar la energía superficial de un sólido no es tan simple. La energía superficial de un sólido no se puede medir directamente. Los valores de energía superficial se calculan de un conjunto de ángulos de contacto líquido/sólido, desarrollado al poner varios líquidos en contacto con el sólido. Uno debe tener previo conocimiento de los valores de tensión superficial de los líquidos que se utilizan. Para complicar más las cosas, no existe un conjunto universal de líquidos para usar en pruebas de superficies sólidas. Interacciones superficiales específicas, reactividades superficiales y solubilidades de superficie específicas deben tenerse en cuenta.

Incluso cuando se ha utilizado un conjunto aceptable de líquidos de prueba y los valores del ángulo de contacto han sido determinados para esos líquidos al depositar una gota sobre un sólido, la energía superficial del sólido todavía no está definida unánimemente.

¿Por qué? Porque no hay universalmente una definición acordada de "energía superficial" en la literatura científica. Más bien, hay varias teorías ampliamente utilizadas para convertir datos de ángulo de contacto en valores de energía de superficial de un sólido.

Ninguna de estas teorías es universal, porque ninguna modela la realidad a la perfección. Por lo tanto, el objetivo del análisis de la energía de la superficie sólida es encontrar una combinación apropiada de líquidos de prueba cuyos valores de ángulo de contacto sobre un sólido se ajustan bien a una teoría particular de la energía superficial suficiente para proporcionar un valor de energía superficial razonable. Hay dos variables independientes: los líquidos que son utilizados y la teoría elegida. También hay que definir el término "razonable".

Afortunadamente, inherente a la mayoría (pero no a todas) de teorías de energía superficial es algún tipo de error durante la toma de datos. Este a menudo viene en la forma de la calidad de un ajuste lineal que correlaciona las tensiones superficiales de los líquidos utilizados con algunas variables en las que se basa en el ángulo de contacto. La forma exacta de esta matemática depende en gran medida de la teoría, como se verá a continuación. La energía superficial de un sólido no es un valor exacto. Más bien, es un valor que depende de qué líquidos se elijan para el contacto en la prueba de ángulo, y qué teoría de energía superficial se elige para el análisis de datos. Esto es lo más importante para comprender el análisis de la energía de la superficie sólida. Es inadecuado, y tal vez incluso inútil, comparar dos valores de energía superficial (para la misma muestra o para dos diferentes muestras) que no se determinaron de la misma manera. Sin conocimientos de metodología, el valor de la energía superficial de un sólido no tiene sentido.

La metodología consiste en un conjunto definido de líquidos de prueba y una adecuada teoría de la energía superficial que arroja resultados razonables. Los desarrollos de una metodología para el ensayo de energía superficial se basan en partes iguales de experiencia y persistencia. Para superficies no polares, se tiende a elegir líquidos de prueba que son no polares y teorías de energía superficial que no enfatizan en interacciones moleculares específicas. Para superficies polares se opta por líquidos que son polares y por teorías de energía superficial que enfatizan las interacciones moleculares modelando el sólido como si tuviera dos o tres componentes de su energía superficial. También se sabe que las soluciones de alcohol/agua son muy útiles como líquidos de sonda de energía de superficie, porque su polaridad puede ser modificada de

manera sistemática incrementando la relación alcohol/agua. Sin embargo, el uso de mezclas como líquidos sonda hay que hacerlo con mucho cuidado, porque la humectación preferente por uno de los componentes de la mezcla puede ocurrir.

A continuación, se describirán las cuatro teorías de energía superficial más comunes que se utilizan para ensayar superficies sólidas y resaltar los tipos de superficies más comunes sobre los que se aplica cada teoría. En la mayoría de los casos se llega a la conclusión de que cualquiera de las teorías podría usarse razonablemente para el cálculo de los valores de energía superficial. [8]

3.2.1 Teoría Zisman (modelo de una única componente)

Quizás la definición más utilizada de energía superficial, históricamente, es la de Zisman. Zisman define la energía superficial de un sólido como el máximo valor de la tensión superficial del líquido para el cual se moja por completo el sólido, obteniendo un ángulo de contacto nulo (0°). Esto proviene de la tendencia ampliamente observada de que el ángulo de contacto disminuye a medida que la tensión superficial del líquido disminuye para la misma muestra sólida.

En general, la teoría de Zisman funciona mejor para superficies no polares. Sin embargo, si una superficie es marginalmente polar, el método de Zisman se vuelve inadecuado. Una superficie de polímero que ha sido tratada térmicamente o tratado con plasma, por lo general será algo polar.

Este método consiste en recopilar una serie de datos de ángulo de contacto para posteriormente realizar un gráfico (con una confianza bastante alta) que indica cómo varía el ángulo de contacto sobre la superficie de ensayo en función de la energía superficial de los líquidos no polares empleados. [8]

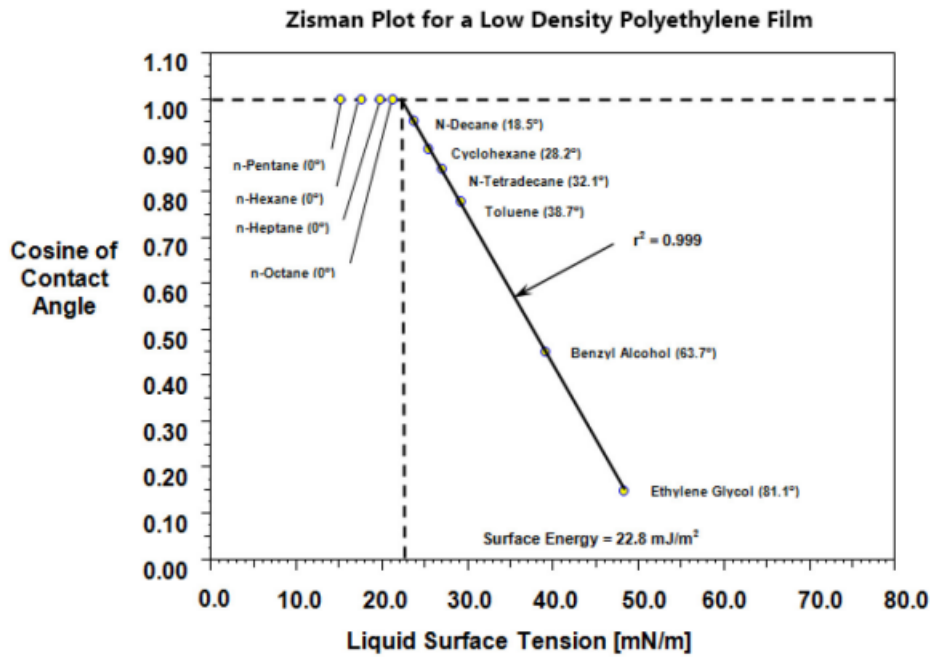


Figura 3.7 Gráfico de Zisman para una película de polietileno de baja densidad. Fuente [8]

3.2.2 Método de Owens, Wendt, Rabel and Kaelble

La teoría de Owens/Wendt (también denominada a veces como el método de la “media armónica”) fue desarrollada para tener en cuenta interacciones específicas (tipo polar) entre superficies sólidas y líquidos. Owens y Wendt imaginaron la energía superficial de un sólido como compuesto de dos componentes -una componente dispersiva y una componente polar.

La componente dispersiva teóricamente se explica como el resultado de las fuerzas de van der Waals y otras interacciones no específicas que una superficie es capaz de tener cuando se le aplican líquidos.

La componente polar teóricamente representa las interacciones dipolo-dipolo, dipolo-dipolo inducido, enlaces de hidrógeno y otras interacciones específicas que una superficie es capaz de tener cuando se le aplican líquidos.

Con base en esta idea, Owens y Wendt desarrollaron un modelo de dos parámetros para describir las interacciones en la superficie, a diferencia del modelo de un parámetro de Zisman. Matemáticamente, la teoría se basa en dos ecuaciones fundamentales que describen interacciones entre superficies sólidas y líquidos.

Las ecuaciones son las siguientes:

La ecuación de Good:

$$\sigma_{SL} = \sigma_S + \sigma_L - 2(\sigma_L^D \sigma_S^D)^{1/2} - 2(\sigma_L^P \sigma_S^P)^{1/2}$$

Y la ecuación de Young:

$$\sigma_S = \sigma_{SL} + \sigma_L \cos \theta$$

Donde:

σ_L = tensión superficial total del líquido humectante.

σ_L^D = componente dispersiva de la tensión superficial del líquido humectante.

σ_L^P = componente polar de la tensión superficial del líquido humectante.

σ_S = energía superficial total del sólido.

σ_S^D = componente dispersiva de la energía superficial del sólido.

σ_S^P = componente polar de la energía superficial del sólido.

σ_{SL} = la tensión interfacial entre el sólido y el líquido.

θ = el ángulo de contacto entre el líquido y el sólido.

Owens y Wendt combinaron las ecuaciones de Good y Young llegando a la siguiente ecuación:

$$\frac{\sigma_L (\cos \theta + 1)}{2(\sigma_L^D)^{1/2}} = (\sigma_S^P)^{1/2} \frac{(\sigma_L^P)^{1/2}}{(\sigma_L^D)^{1/2}} + (\sigma_S^D)^{1/2}$$

Esta ecuación tiene la forma lineal $y = mx + b$, donde:

$$y = \frac{\sigma_L (\cos \theta + 1)}{2 (\sigma_L^D)^{1/2}}$$

$$m = (\sigma_S^P)^{1/2}$$

$$x = \frac{(\sigma_L^P)^{1/2}}{(\sigma_L^D)^{1/2}}$$

$$b = (\sigma_S^D)^{1/2}$$

Por lo tanto, si uno ha obtenido datos de ángulo de contacto para una serie de líquidos de ensayo sobre un sólido, y conoce los valores de tensión de superficial (total, polar y dispersiva) para los líquidos utilizados, entonces se posee toda la información necesaria para realizar una gráfica. Una vez que los datos se grafican de esta manera, la pendiente de la recta se usa para calcular la componente polar de la energía superficial del sólido y la intersección entre la recta y el eje de coordenadas será el valor de la componente dispersiva del sólido. [8][9][10][11]

3.2.3 Teoría de Fowkes

Aunque la teoría de Owens/Wendt funciona muy bien para superficies de polaridad moderada, también suele implicar una gran cantidad de trabajo. Numerosos líquidos de prueba necesitan ser ensayados para medir el ángulo de contacto contra el sólido evaluado. Además, Owens y Wendt dejan la elección de líquidos de prueba al que realiza el experimento. Como la teoría de Owens/Wendt, la teoría de Fowkes describe la energía superficial de un sólido como suma de dos componentes (una componente dispersiva y una componente polar). De hecho, la teoría de Fowkes es matemáticamente equivalente a la teoría de Owens/Wendt. Sin embargo, la filosofía detrás de esta es algo diferente. La teoría de Fowkes se basa en tres ecuaciones fundamentales que describen interacciones entre superficies sólidas y líquidos. Estas ecuaciones son las siguientes:

Ecuación de Young:

$$\sigma_S = \sigma_{SL} + \sigma_L \cos \theta$$

Definición de Dupre de la energía de adhesión:

$$I_{SL} = \sigma_S + \sigma_L - \sigma_{SL}$$

Donde: I_{SL} = energía de adhesión por unidad de área entre un líquido y una superficie sólida.

Y, la teoría de Fowkes de que la energía adhesiva entre un sólido y un líquido se pueden separar en interacciones entre las componentes dispersivas de las dos fases y las interacciones entre las componentes polares de las dos fases:

$$I_{SL} = 2 [(\sigma_L^D)^{1/2} (\sigma_S^D)^{1/2} + (\sigma_L^P)^{1/2} (\sigma_S^P)^{1/2}]$$

Al juntar las tres ecuaciones se llega la ecuación final siguiente:

$$(\sigma_L^D)^{1/2} (\sigma_S^D)^{1/2} + (\sigma_L^P)^{1/2} (\sigma_S^P)^{1/2} = \frac{\sigma_L (\cos\theta + 1)}{2}$$

El primer paso para determinar la energía de una superficie sólida usando la teoría de Fowkes es ensayar el sólido con un líquido que tiene sólo componente dispersiva en su tensión superficial (es decir, un líquido para el cual $\sigma_L^P = 0$, de modo que $\sigma_L^D = \sigma_L$). En este caso, la ecuación primaria se reduce a:

$$\sigma_S^D = \frac{\sigma_L (\cos\theta + 1)^2}{4}$$

El segundo paso es realizar otro ensayo para medir el ángulo de contacto del sólido con otro líquido que tiene una componente dispersiva y una componente polar. Conociendo los componentes de tensión superficial de ese líquido, el ángulo de contacto que tiene el líquido con el sólido, y σ_S^D (calculado en el paso 1), se puede calcular σ_S^P como el único desconocido en la ecuación primaria. La energía superficial total del sólido, σ_S , se calcula entonces como $\sigma_S = \sigma_S^P + \sigma_S^D$. [8]

3.2.4 Teoría de Van Oss

La teoría de van Oss se centra en separar la energía superficial de un sólido en tres componentes (una componente dispersiva, una componente ácida y una componente básica). Al igual que con las teorías de dos componentes discutidas anteriormente, la componente dispersiva pretende caracterizar todas las interacciones no específicas (tipo van der Waals) que la superficie es capaz de hacer con un líquido humectante. Sin

embargo, la componente polar se divide según esta teoría en una componente ácida y una componente básica.

La componente ácida, en teoría, caracteriza la propensión de una superficie a interactuar mediante interacciones específicas (dipolo-dipolo, dipolo-dipolo inducido y enlace de hidrógeno) con líquidos humectantes que tienen la capacidad de donar densidad de electrones (acto básico).

La componente básica, en teoría, caracteriza la propensión de una superficie sólida a interactuar con líquidos humectantes que tienen la capacidad de aceptar densidad de electrones (acto ácido). La ecuación principal es la siguiente:

$$\sigma_L(1 + \cos\theta) = 2 [(\sigma_S^D \sigma_L^D)^{1/2} + (\sigma_S^+ \sigma_L^-)^{1/2} + (\sigma_S^- \sigma_L^+)^{1/2}]$$

σ_L^+ = la componente ácida de la tensión superficial del líquido.

σ_L^- = la componente básica de la tensión superficial del líquido.

σ_S^+ = la componente ácido de la energía superficial del sólido.

σ_S^- = el componente básico de la energía superficial del sólido.

Para determinar las tres componentes de la energía superficial de un sólido, se utilizan tres líquidos de prueba. Primero, un líquido con solo tenga una componente dispersiva en su tensión superficial. Después, un ángulo de contacto se obtiene experimentalmente con este líquido, la ecuación primaria se reduce a la siguiente forma y se emplea para calcular la componente dispersiva del sólido:

$$\sigma_L(1 + \cos\theta) = 2 [(\sigma_S^D \sigma_L^D)^{1/2}]$$

Una vez que la componente dispersiva de la energía superficial del sólido se conoce, los datos del ángulo de contacto de dos líquidos más se requieren para determinar la componente ácida y básica de la energía superficial del sólido. Se emplea el ángulo de contacto entre el sólido y un líquido que no tenga componente ácida (solo básica), y se usa para hallar la componente ácida del sólido con el que se está experimentando. La ecuación primaria se reduce a la siguiente en este caso:

$$\sigma_L (1 + \cos \theta) = 2 [(\sigma_S^D \sigma_L^D)^{1/2} + (\sigma_S^+ \sigma_L^-)^{1/2}]$$

Se realiza el mismo paso que el anterior, pero en este utilizando un líquido que no tiene componente básica y cuyo ángulo de contacto sólido-líquido es requerido para finalmente calcular la componente básica del sólido ensayado.

$$\sigma_L (1 + \cos \theta) = 2 [(\sigma_S^D \sigma_L^D)^{1/2} + (\sigma_S^- \sigma_L^+)^{1/2}]$$

Si encontrar un líquido de prueba compatible con la superficie que no tenga componente ácida en su tensión superficial, o encontrar un líquido de prueba compatible con la superficie que no tenga una componente ácida en su tensión superficial, supone un problema, realmente solo se necesita encontrar uno u otro de los dos líquidos.

Una vez la componente dispersiva de la energía superficial sólida y la componente ácida o la componente básica se han obtenido, se puede calcular la última componente restante empleando un tercer líquido que tenga las tres componentes. Se mide el ángulo de contacto entre este tercer líquido y el sólido en cuestión y sustituyendo en la ecuación primaria se obtiene el valor de esta componente de la que se desconocía su valor. La teoría de Van Oss funciona mejor para superficies inorgánicas, superficies organometálicas y superficies que contienen iones. [8]

3.3 Parámetros que influyen en la medida del ángulo de contacto

Existe un gran número de parámetros que afectan al ángulo de contacto. Muchos de ellos están motivados por la propia naturaleza del ángulo de contacto y otros son debidos a las características propias del sistema en estudio.

3.3.1 Temperatura

El ángulo de contacto es dependiente de la temperatura puesto que la tensión superficial y la interfásica también dependen de la temperatura. En general, θ disminuye ligeramente al aumentar la temperatura. Esto es por lo que la temperatura debe estar controlada y debe mantenerse constante durante los ensayos de mojado. En el caso de

este proyecto no se ha tenido en cuenta inicialmente porque complica todo el diseño, pero sería tan sencillo como poner una pequeña cámara cerrada.

También es importante que el campo de temperaturas alrededor de la gota sésil sea lo más homogéneo posible. La mayoría de las medidas del ángulo de contacto se realizan en, o cerca, del punto de fusión del metal puro.

3.3.2 Rugosidad y porosidad

La rugosidad y la porosidad del sustrato con el que se está trabajando también afectan a la mojabilidad.

Hemos visto cómo el concepto de energía superficial se relaciona con la capacidad de adhesión, y se han examinado algunos métodos por los cuales se puede medir. En este proyecto se han definido las unidades de la energía superficial como energía por unidad de área. Si la interfaz entre las fases 1 y 2 es 'perfectamente' plana, no hay problema a la hora de definir el área interfacial, A . Sin embargo, la mayoría de las superficies con las que trabajamos son hasta cierto punto rugosas. Si la rugosidad no es muy grande, podría expresarse adecuadamente mediante un simple factor de rugosidad de Wenzel:

$$r = A/A_0$$

Donde A es el área de superficie 'verdadera' y A_0 el área nominal.

La ecuación de Young puede reformularse a la situación en la que la superficie del sólido tiene un factor de rugosidad r , se observa que:

$$\cos \theta_{\text{rugoso}} = r \cdot \cos \theta_{\text{liso}}$$

Por lo que inmediatamente se puede deducir que:

- Si θ_{liso} es menor que $\pi/2$ entonces $\theta_{\text{rugoso}} < \theta_{\text{liso}}$.
- Si θ_{liso} es mayor que $\pi/2$ entonces $\theta_{\text{rugoso}} > \theta_{\text{liso}}$.

En cuanto a la porosidad, el fenómeno de la capilaridad puede hacer disminuir el ángulo de contacto, en sistemas de buen mojado, entre un sólido y un líquido.

3.3.3 Compatibilidad química y tiempo.

La compatibilidad química entre gota y sustrato, combinada con el factor tiempo, introduce variaciones en la medida del ángulo de contacto. Así, para un sistema gota-sustrato inerte, el ángulo de contacto será aproximadamente el mismo independientemente del tiempo, manteniendo constantes las demás condiciones. Por el contrario, si existe interacción entre la fase líquida y el sólido, éste último puede disolverse progresivamente, según aumenta el tiempo de exposición. Esta evolución del sistema provoca la variación del ángulo de mojado en función del tiempo y del tipo de sistema en estudio.

3.3.4 Volumen de la gota sésil

A la hora de realizar los distintos ensayos es de vital importancia depositar siempre el mismo volumen de líquido sobre el sustrato, en caso contrario, el ángulo de contacto se vería afectado en cierta medida obteniendo valores de ángulo de contacto con un error notable. Según la norma española UNE-EN 828:2013 el volumen recomendado de una gota sésil se encuentra entre 2 y 6 μL para la mayoría de los líquidos y entre 2 y 3 μL para el diyodometano (líquido empleado en este proyecto). De esta manera, se minimiza el efecto de la gravedad a la hora de la medida del ángulo de contacto. [12]

Líquido	Volumen de gota (μL)
Agua	2-6
Diyodometano	2-3
Etilen glicol	2-6
Glicerol	2-6
Hexadecano	2-6
α -Bromo naftaleno	2-6
Alcohol bencílico	2-6
Decalina	2-6

Tabla 3.1 Volumen gota sésil para cada líquido de ensayo. Fuente [12]

3.4 Norma UNE-EN 828:2013

La Norma UNE-EN 828:2013 es la versión oficial, en español, de la Norma Europea EN 828:2013. En ella se detalla el principio del método de contacto, el equipo que debería

usarse en los ensayos, las condiciones de los ensayos y el procedimiento minucioso que hay que seguir.

La Norma UNE-EN 828:2013 expone que el método debe realizarse con entre 3 y 8 líquidos diferentes que a poder ser tengan tanto parte polar como dispersiva. El tamaño de las gotas, como se ha mencionado anteriormente tiene que ser de entre 2 y 6 μL .

El equipo de ensayo que se precisa consta de: probetas superficiales planas pre-tratadas o sin tratar, sistema de medición del ángulo de contacto que preferiblemente disponga de adquisición de imagen digital y análisis de imagen, que en el caso de este proyecto será un goniómetro óptico; y en último lugar, pero no menos importantes los propios líquidos de ensayo.

Las condiciones de ensayo únicamente implican trabajar siempre bajo las mismas condiciones de presión y temperatura, ya que la medida del ángulo de contacto se puede ver afectada por cambios en estos parámetros.

El procedimiento para el método de contacto estipulado por la Norma Española es el siguiente:

1. Ajuste horizontal con un nivel del dispositivo de medición.
2. Se procede a encender la iluminación y los sistemas de captación de imagen. Asimismo, se calibran y se sitúa la jeringuilla a una distancia de 1mm del sustrato. El sustrato debe posicionarse en la mitad inferior de la imagen y en una posición horizontal.
3. Se rellena la jeringuilla procurando evitar la contaminación del líquido durante el proceso.
4. Se deposita el volumen estipulado por la Norma Española en función del líquido de ensayo.

Capítulo 4

Metodología de trabajo

Antes de comenzar se precisa desarrollar una pequeña guía de los pasos que se seguirán hasta la finalización del proyecto. A continuación, se adjunta el cronograma a seguir:

Diseño y fabricación de un goniómetro óptico	2021				2022					
	sept.	oct.	nov.	dic.	ene.	feb.	mar.	abr.	may.	jun.
Entrega del Anexo A	X									
Búsqueda de información	X	X	X	X	X	X				
Entrega del Anexo B					X					
Diseño del goniómetro					X	X				
Elección y pedido de los componentes de la mesa (perfilería, cámara, iluminación...)						X				
Fabricación del goniómetro							X	X		
Familiarización con el software ImageJ							X	X		
Realización del programa que nos permita calcular la energía superficial a partir del ángulo de contacto							X	X		
Ensayos con los diferentes polímeros								X	X	
Análisis de resultados								X	X	
Redacción de la memoria							X	X	X	
Entrega de la memoria										X
Defensa del proyecto										X

Figura 4.1 Cronograma.

- **Búsqueda de información:** A la hora de poder llevar a cabo un proyecto en cualquier campo, es necesario disponer del suficiente conocimiento acerca del mismo, más aún si cabe en las áreas técnicas. En este sentido, se ha recabado información acerca de los equipos ya existentes para la medida del ángulo de contacto, así como de las diferentes técnicas empleadas. Gracias a este tipo de información, se podrá diseñar el equipo presente en este trabajo.
- **Croquis previo del equipo a diseñar:** se realizó un croquis del equipo para determinar, de una manera general, las dimensiones del modelo. Se determinaron unas dimensiones básicas, en lo referente a la anchura, altura y profundidad. Las dimensiones óptimas para el equipo son las siguientes: 260 milímetros de ancho, 400 milímetros de alto y 360 milímetros de profundidad. Esto se ha decidido de esta manera para poder disponer del espacio suficiente para el correcto funcionamiento de los dispositivos, ya sea en la dinámica del ensayo como en la preparación de este.

- **Elección y pedido de los componentes de la mesa:** tras haber realizado el croquis del goniómetro, se procedió a la elección de los materiales más adecuados para la elaboración del sistema. Los proveedores que nos proporcionaron estos distintos elementos fueron: Rexroth Bosch y RS.
- **Diseño del equipo en CAD:** el diseño se ha desarrollado en SolidWorks de manera detallada. Primero se diseñan las piezas, y a continuación se ensamblan las mismas para conformar el equipo. El ensamblado del equipo lleva implícito el uso de tornillería, como es de esperar.
- **Presupuestos:** este análisis permite conocer de primera mano los costes de fabricación del equipo. Más adelante se desglosará el coste de cada uno de los elementos adquiridos para conformación de este sistema de medida.

Capítulo 5

Diseño del goniómetro

Para el diseño del goniómetro se ha optado por un sistema similar a una mesa de trabajo. La estructura consiste en un cuadro de 560x260 mm sujeto por cuatro patas de 130 mm cada una. Todo este entramado está constituido por perfilería de aluminio 30x30 mm, unida entre sí mediante escuadras 30x30.

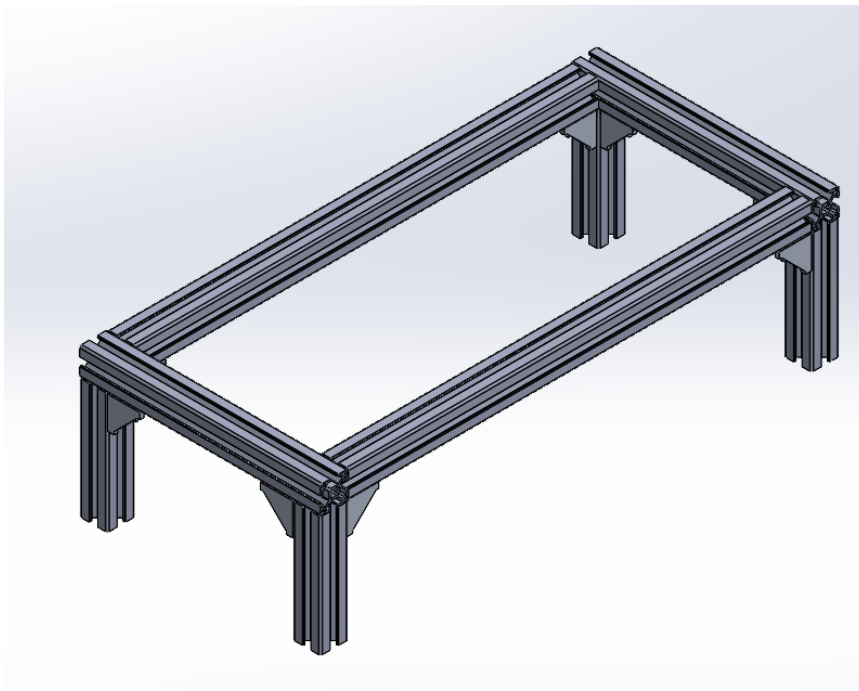


Figura 5.1 Cuadro de aluminio con patas sujeto mediante escuadras.

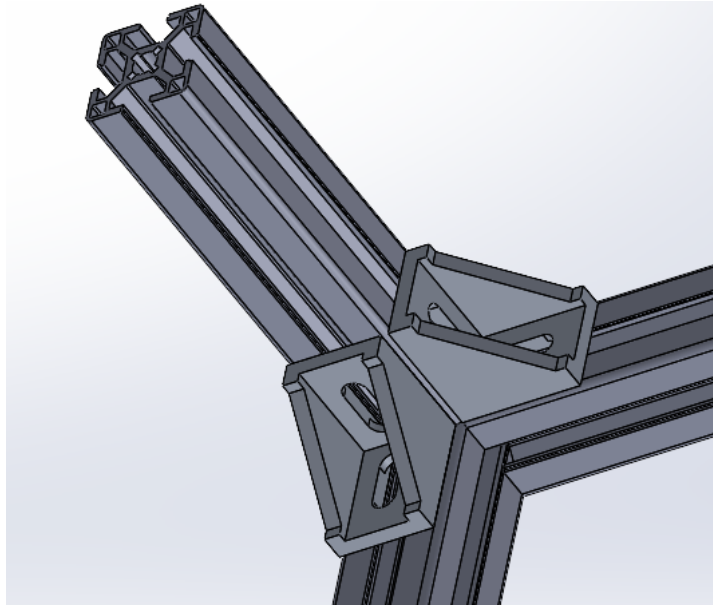


Figura 5.2 Sujeción a escuadra.

Sobre los propios perfiles se han montado unas plataformas (EcoSlide Rexroth Bosch) que permiten el movimiento a lo largo del propio del perfil, hecho que será de gran utilidad a la hora de realizar el ensayo y conseguir una buena precisión y nitidez en la imagen captada por la cámara. Se pidieron dos tipos de EcoSlide, dos de 45x80 mm que corresponden a los dos lados cortos del cuadro de aluminio y dos de 45x160 mm que corresponden a los lados más extensos.

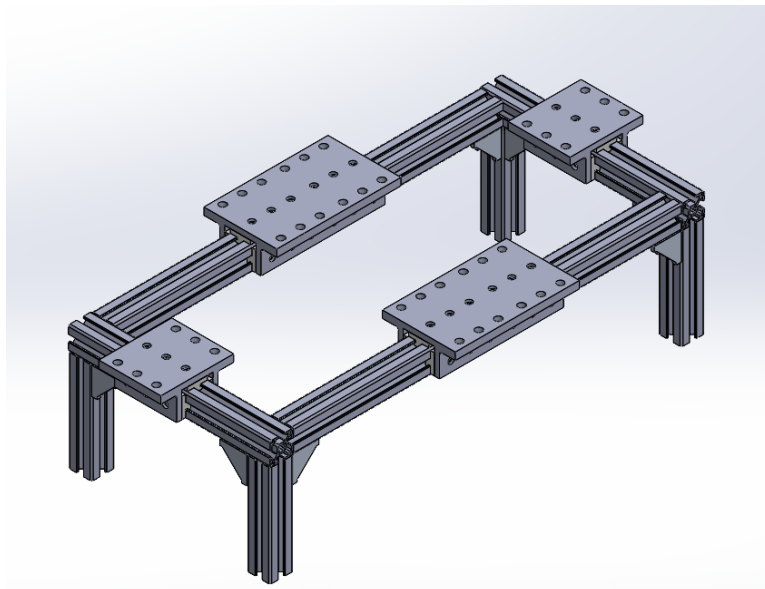


Figura 5.3 EcoSlides montados sobre el cuadro de perfiles.

Por un lado, en los lados más largos se fijarán a los EcoSlide grandes mediante tornillería 300 mm de largo de un perfil 15x180 mm de aluminio, cuya funcionalidad es la de proporcionar una plataforma fija donde poder colocar una mesa de laboratorio donde se posicionarán finalmente los sustratos poliméricos para ser ensayados con la mayor comodidad y simplicidad posible.

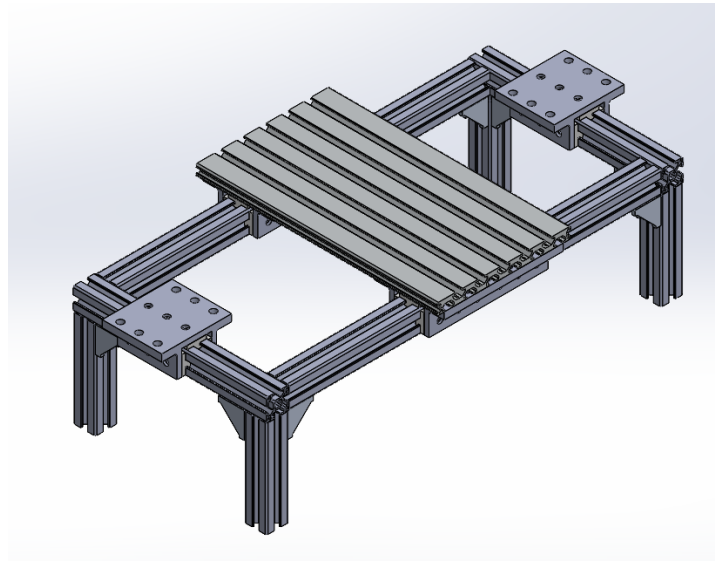


Figura 5.4 Perfil 15x180 fijado a los EcoSlides.

Por otro lado, sobre los EcoSlide pequeños se han fijado dos soportes más, contruidos a base de perfilaría de aluminio 30x30. Uno de ellos constituye el sistema de sujeción de la jeringuilla que contendrá los líquidos con los que se realizarán los ensayos, asimismo, esta subestructura hace las veces de soporte para el LED empotrado que permite captar imágenes nítidas gracias a una iluminación adecuada; y el otro, supondrá el pilar sobre el que se fijará la cámara. Todas las uniones de estos dos soportes se han realizado mediante el uso de tornillería y algunos elementos más complejos como empalmadores de apriete.

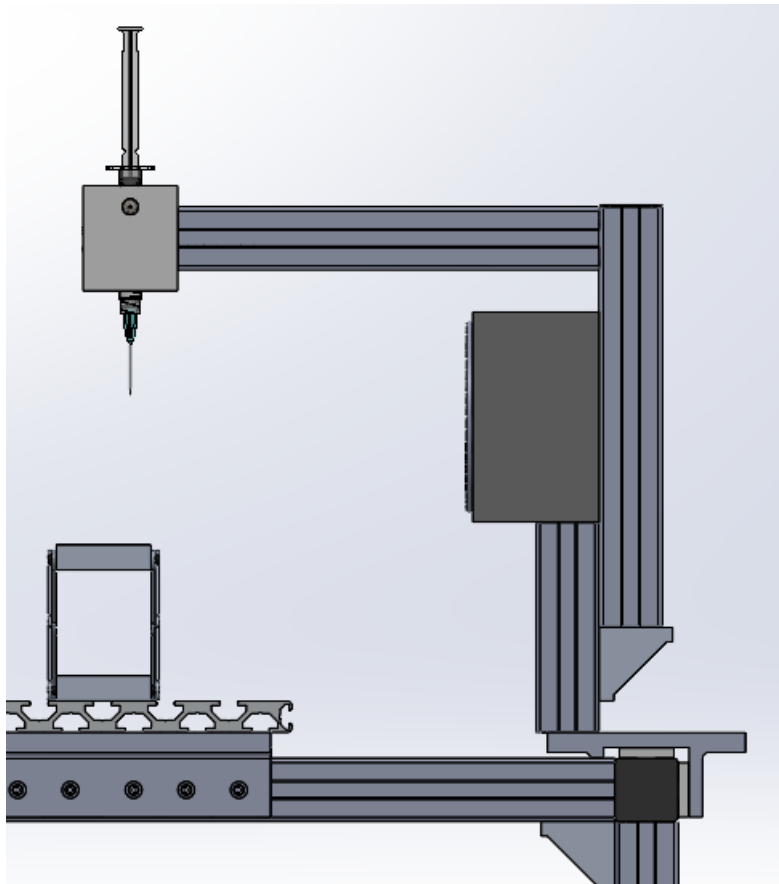


Figura 5.5 Sistema de sujeción del LED y de la jeringuilla.

El soporte de la cámara, en cambio, se ha fabricado al completo mediante fabricación aditiva. Sobre este soporte se colocará una rosca de fotografía $\frac{1}{4}$ de pulgada que se unió a la cámara permitiendo así una sujeción excelente, sin que hubiera cabeceo del objetivo.

Cabe la posibilidad de en vez de emplear la rosca, se use una guía que permita el movimiento horizontal de la cámara.

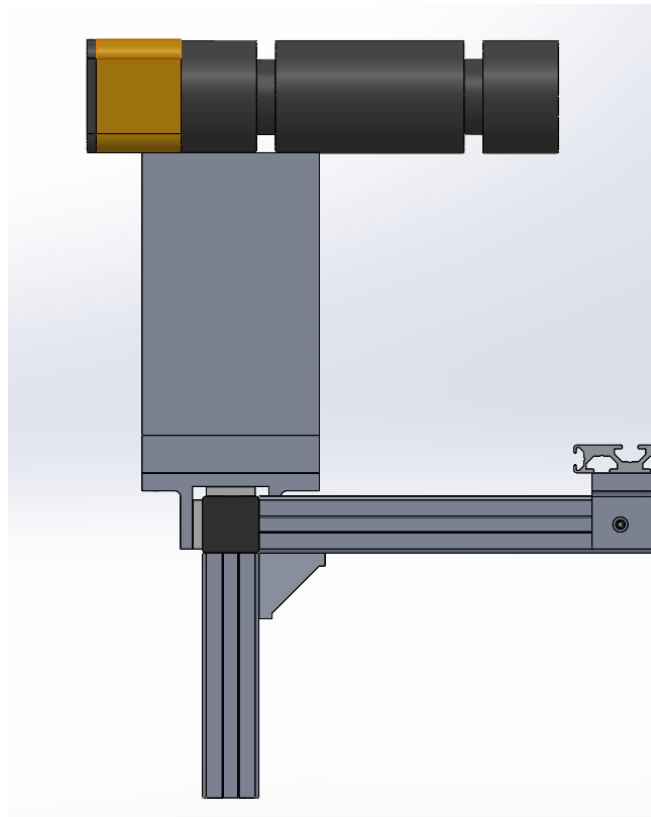


Figura 5.6 Soporte de la cámara.

Una vez realizado el croquis y el esbozo conceptual del goniómetro se procedió a pedir el material necesario a los proveedores convenientes.

Así quedó finalmente el goniómetro cuando se diseñó en SolidWorks:

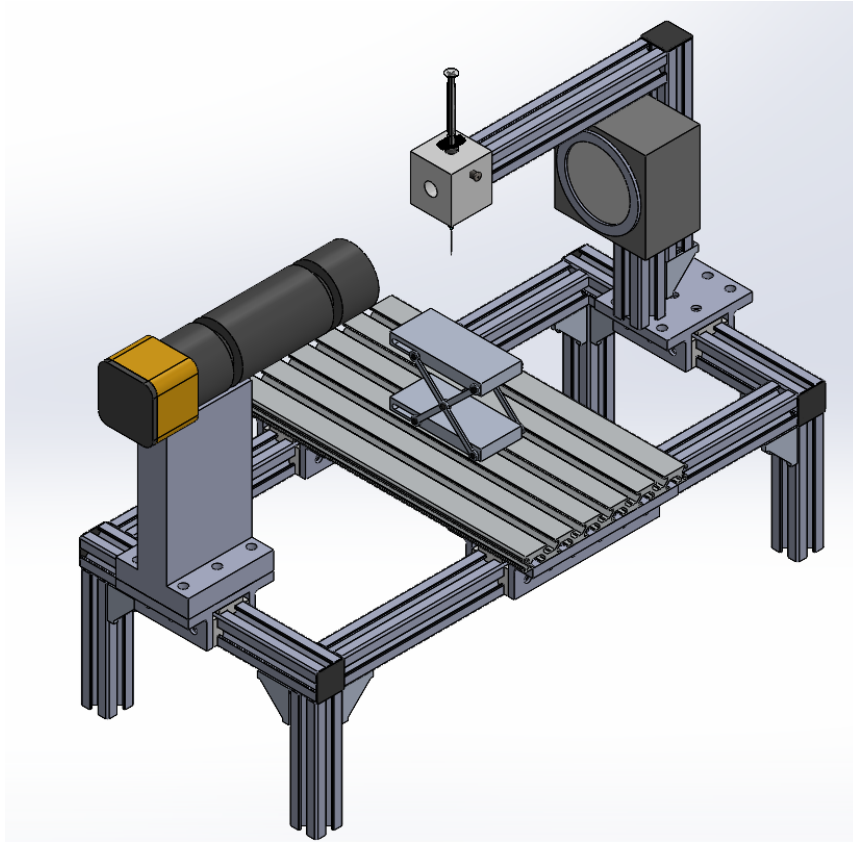


Figura 5.7 Goniómetro óptico de propio desarrollo.

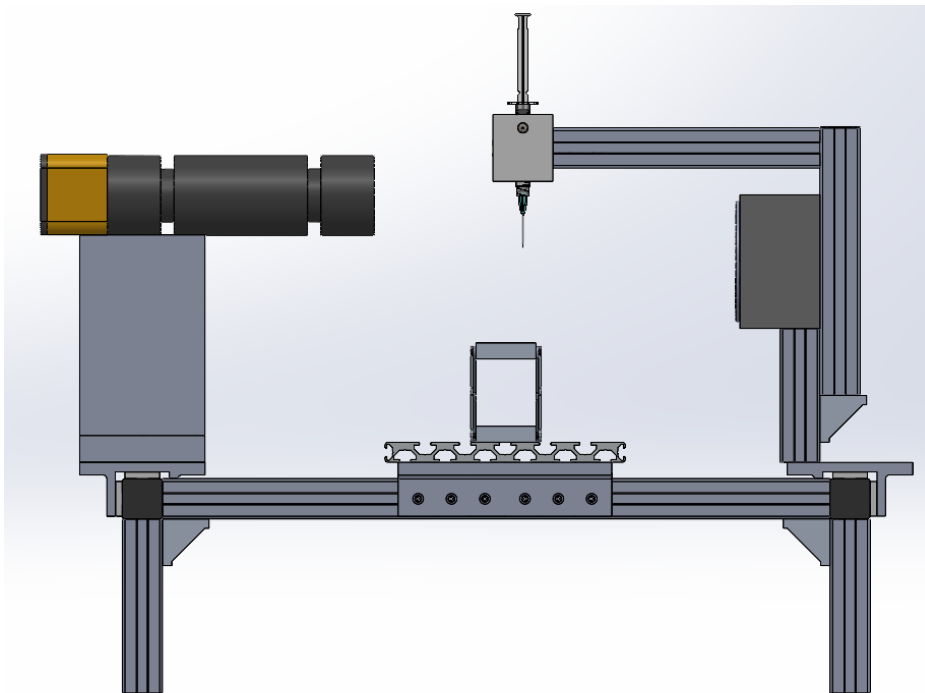


Figura 5.8 Goniómetro óptico vista de perfil

Capítulo 6

Uso del software ImageJ

Una vez se ha realizado el ensayo con éxito, el siguiente paso es evaluar la imagen de la foto mediante el software ImageJ. [13]

ImageJ es un programa de procesamiento de imagen digital de dominio público programado en Java y desarrollado en el National Institutes of Health. Fue diseñado con una arquitectura abierta que proporciona extensibilidad vía *plugins* Java. Estos *plugins* se podrían definir como un miniprograma dentro del propio ImageJ. En concreto para este trabajo se ha empleado un *plugin* que permite medir el ángulo de contacto siguiendo un proceso que se explicará a continuación:

1. Se capta la imagen y se guarda en una carpeta con un nombre conveniente y que permita su rápida localización dentro del dispositivo en el que se vaya a trabajar.
2. Se abre el programa ImageJ y se selecciona la imagen con la que se va a trabajar, posteriormente, se selecciona el *plugin* denominado *contact angle*, sabremos que nos encontramos dentro del *plugin* porque aparecerá un menú con el que interactuaremos.

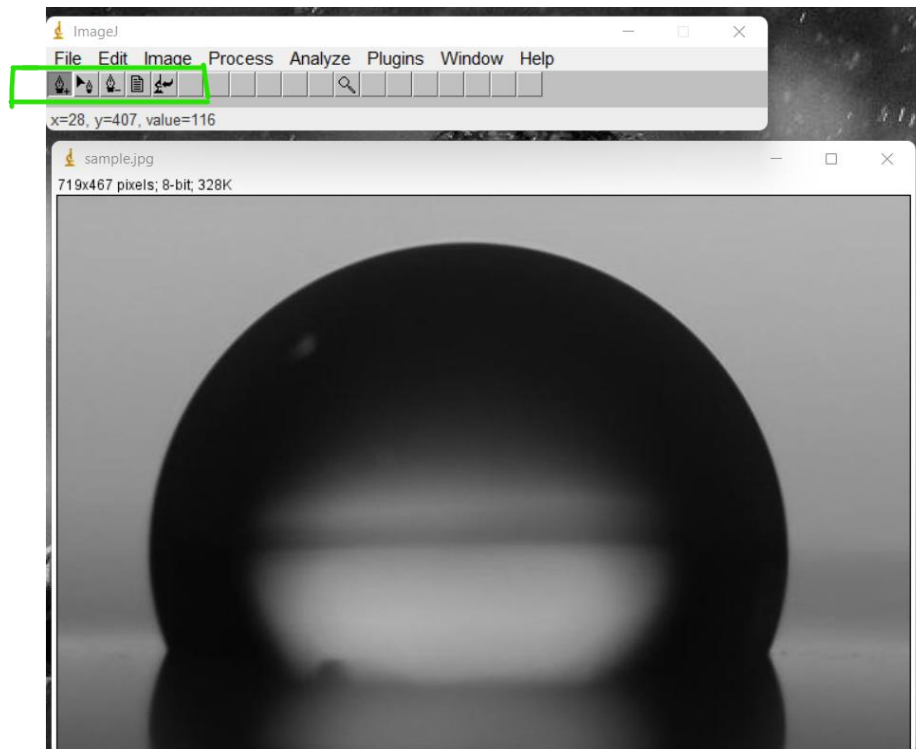


Figura 6.1 Menú del *plugin* de *contact angle*.

3. Una vez dentro, deberemos marcar con un click los dos extremos de la línea base.

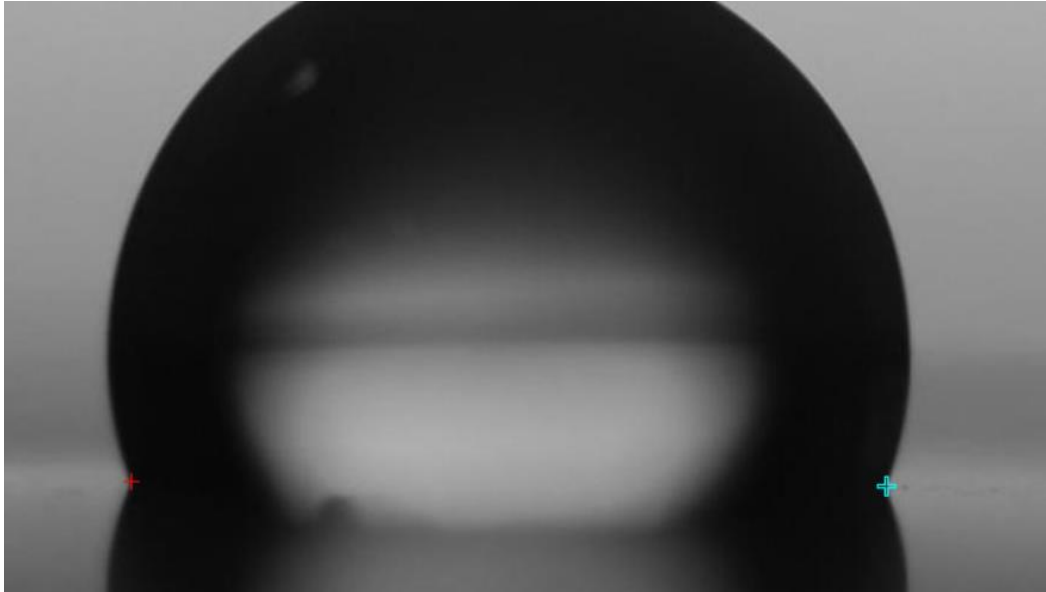


Figura 6.2 Trazado de la línea base.

4. Seguidamente, se deberá delimitar el contorno de la gota con los puntos que consideremos necesarios, como se puede ver en la imagen siguiente:

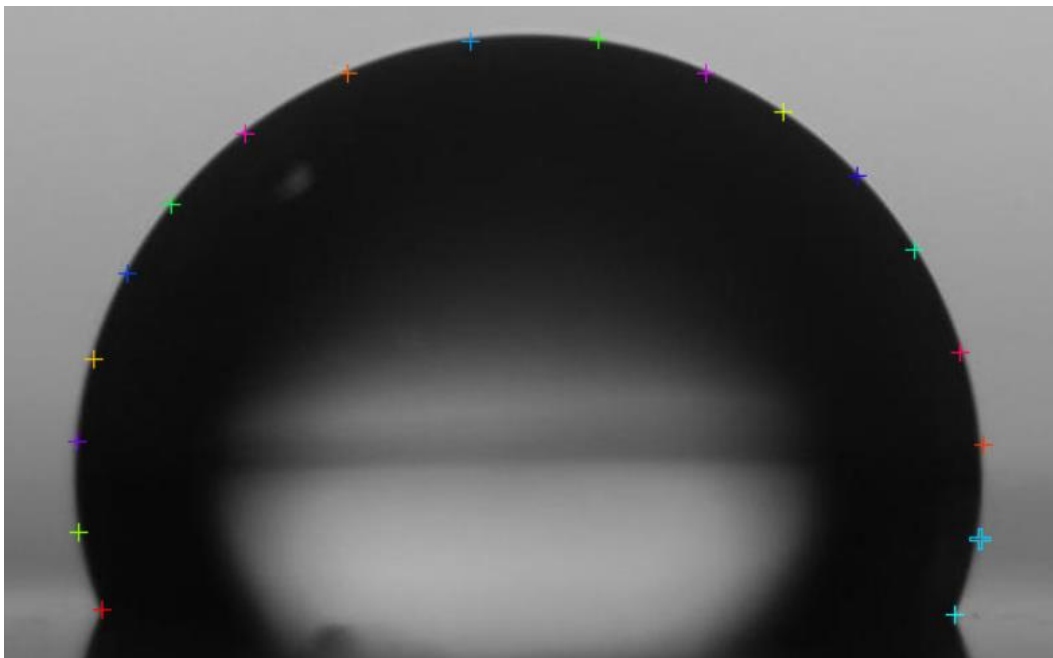


Figura 6.3 Trazado contorno de la gota.

5. Por último, escogeremos la cuarta opción empezando por la izquierda del menú, y dentro de este elegiremos la opción *Manual Points Procedure*.

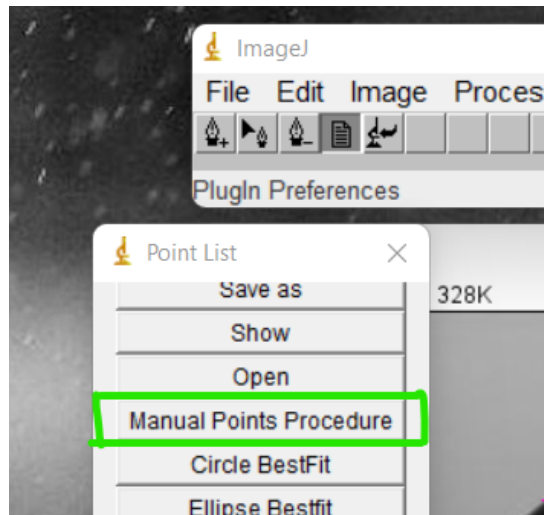


Figura 6.4 Menú de selección para el cálculo del ángulo de contacto.

6. Se mostrará en pantalla un nuevo menú que esta vez contiene datos sobre la imagen, y se trazarán una línea a lo largo de todo el contorno de la gota y una tangente indicando el ángulo que forma esta tangente con la línea base de la gota. En concreto, el dato que nos interesa es aquel expresado como θC , solo que el ángulo que nos proporciona no es el del ángulo de contacto sino el complementario.

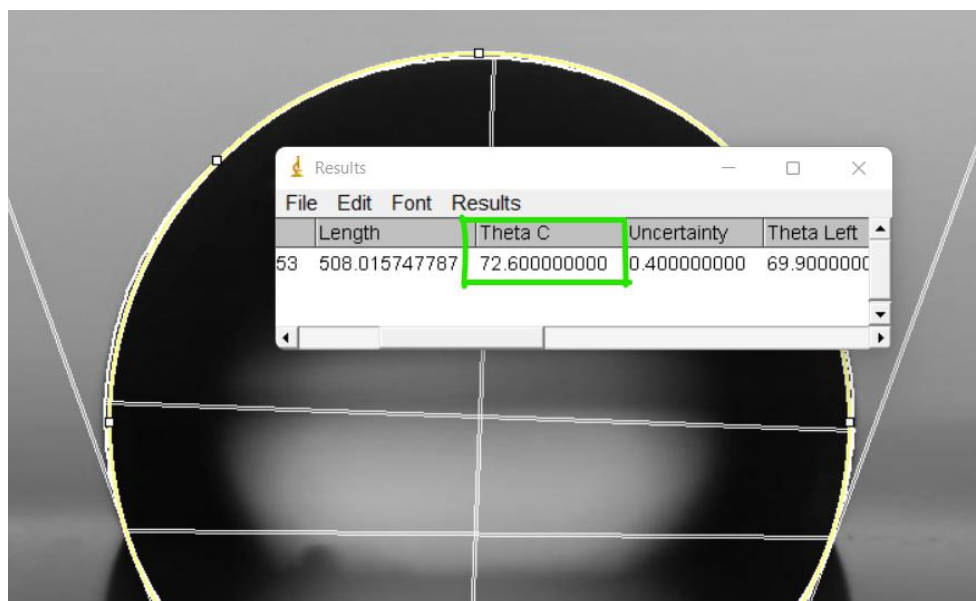


Figura 6.5 Obtención del dato deseado.

En la obtención de datos, aunque no se muestra en la imagen precedente, el programa da como resultado tanto el dato θC como el dato θE . θC es el ángulo de contacto calculado cuando se aproxima la gota a una circunferencia, y θE cuando se

aproxima a una elipse. Por tanto, si se quiere ser escrupuloso en el cálculo, se debería usar *Theta C* cuando el contorno de la gota se asemeje a una circunferencia y *Theta E* cuando se asemeje a una elipse. [14]

En el laboratorio se procedió a realizar algunas pruebas con agua como líquido de ensayos y diferentes sustratos probeta. Se mostrará a continuación el ángulo de contacto calculado mediante el software ImageJ para estos ensayos:

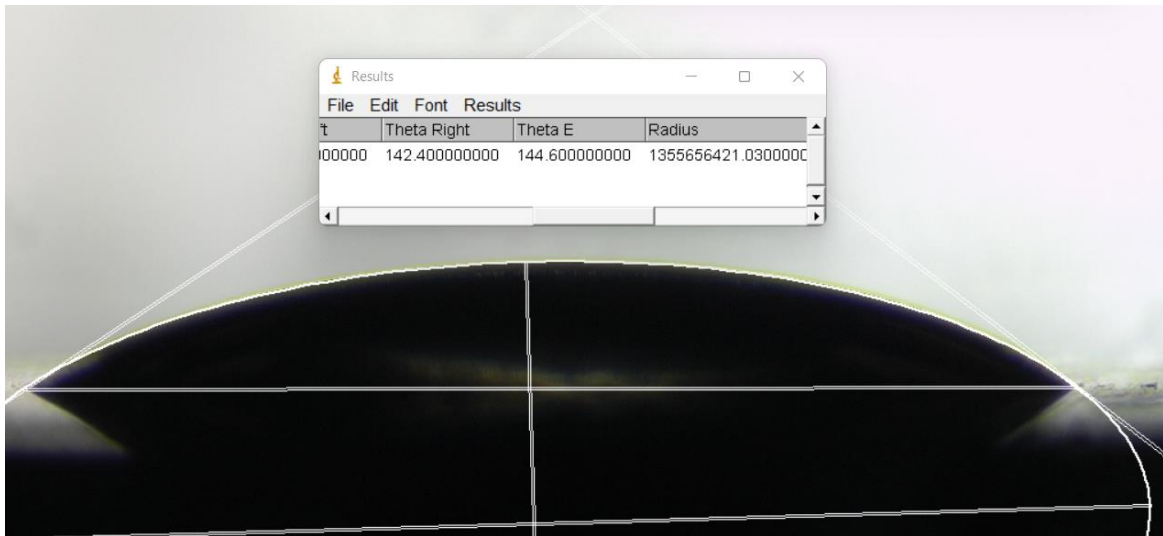


Figura 6.6 Agua sobre aluminio.

En este caso, como la gota es mucho más parecida a una elipse, se elige el complementario de *Theta E* para el cálculo del ángulo de contacto:

$$180 - 144.6 = 35.4^\circ$$

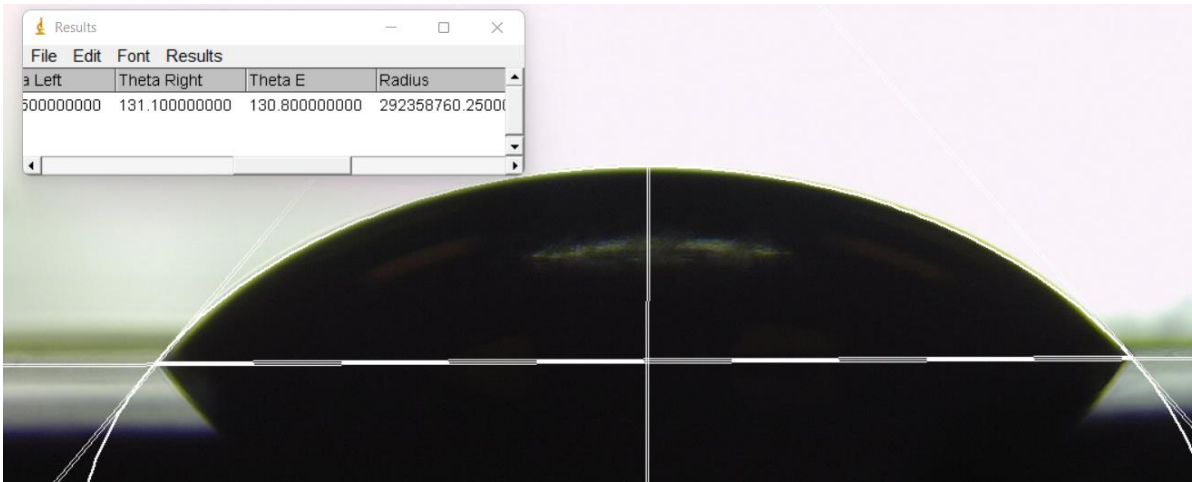


Figura 6.7 Agua sobre polietileno (PE).

Se puede observar que el procedimiento para este caso es el mismo que el anterior ya que la gota se asemeja a una elipse, por lo que cogemos el complementario de *Theta E*:

$$180 - 130.8 = 49.2^\circ$$

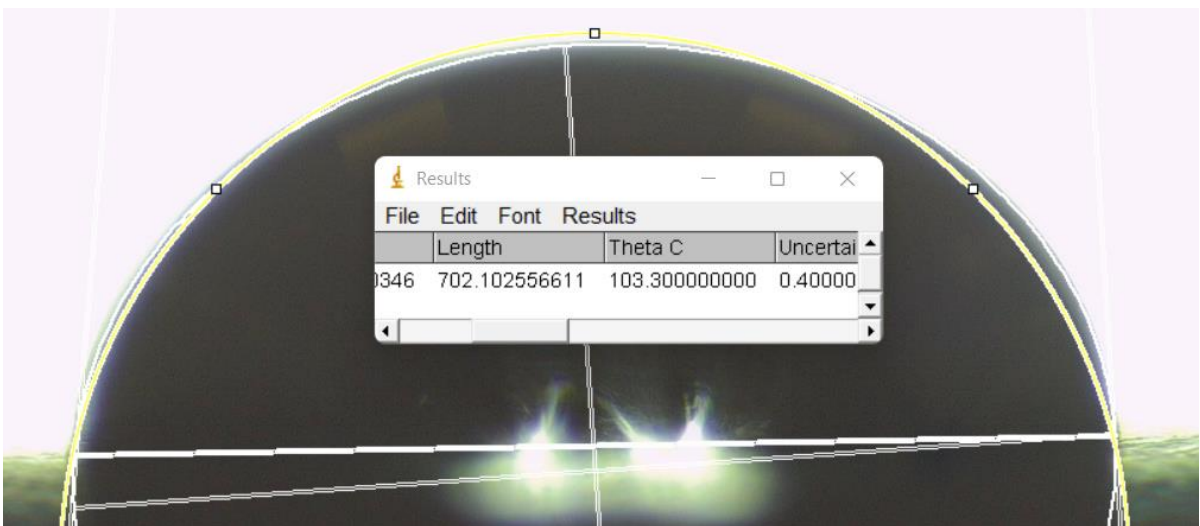


Figura 6.8 Agua sobre politetrafluoroetileno (PTFE).

Para este último ejemplo, seleccionamos el dato *Theta C* porque la gota se parece más a una circunferencia:

$$180 - 103.3 = 76.7^\circ$$

Capítulo 7

Desarrollo de un programa en Matlab

Tras la obtención del ángulo de contacto mediante el software ImageJ, se procede a juntar los datos adquiridos en un programa de desarrollo propio en Matlab.

Antes de entrar en materia, urge puntualizar que para la realización de este programa se utilizó el método OWRK, es decir, se tuvieron en cuenta únicamente dos ensayos con dos líquidos distintos sobre un mismo sólido; y se contabilizaron solo las componentes dispersiva y polar, sin dividir en ácido y base esta última.

El objetivo del código es resolver un sistema de dos ecuaciones cuyas incógnitas son las componentes polar y dispersiva del sustrato polimérico, para ello se necesita medir el ángulo de contacto entre dos líquidos diferentes (por separado) y el polímero a estudiar.

Los ensayos se realizaron con cuatro tipos de líquidos (agua, diyodometano, etilen glicol y glicerol), de los que se saben los valores de sus componentes polar y dispersiva.

Líquido	Tensión superficial mJ/m ²	Parte dispersiva mJ/m ²	Parte polar mJ/m ²
Agua	72,9	21,9	51
Diyodometano	50,8	50,8	0
Etilen glicol	48	29	19
Glicerol	63,4	37	26,4

Tabla 7.1 Datos de las componentes polar y dispersiva de los líquidos empleados en el programa.

El programa en cuestión pregunta al usuario el primer líquido que se utilizó y almacena los datos de sus componentes previamente programados, seguidamente, pide el ángulo de contacto primer líquido-sólido (en grados) y, a continuación, repite el proceso, pero esta vez para el segundo líquido aplicado. Finalmente, el programa devuelve por pantalla los valores de las componentes polar y dispersiva del polímero, así como el del total de su energía superficial, que es la suma de las anteriores.

La secuencia es la siguiente:

1. Se pide por pantalla cuál fue el primer líquido empleado:

```
Command Window
Introduzca el número correspondiente según el líquido empleado en el primer experimento.
1 Si es agua.
2 Si es diyodometano.
3 Si es etilen glicol.
4 Si es glicerol
fx
```

2. El usuario introduce el número correspondiente al primer líquido aplicado y el programa solicita el ángulo de contacto. El ángulo se ha programado con la intención de que el usuario lo escriba por pantalla en grados sexagesimales.

```
Command Window
Introduzca el número correspondiente según el líquido empleado en el primer experimento.
1 Si es agua.
2 Si es diyodometano.
3 Si es etilen glicol.
4 Si es glicerol
1
Introduzca el valor del ángulo de contacto del primer experimento.
```

3. Se pide por pantalla el segundo líquido con el que se ensayó el polímero en cuestión.


```
Command Window
Introduzca el número correspondiente según el líquido empleado en el primer experimento.
1 Si es agua.
2 Si es diyodometano.
3 Si es etilen glicol.
4 Si es glicerol
1
Introduzca el valor del ángulo de contacto del primer experimento.
77
Introduzca el número correspondiente según el líquido empleado en el segundo experimento.
1 Si es agua.
2 Si es diyodometano.
3 Si es etilen glicol.
4 Si es glicerol
```

4. El usuario introduce el número correspondiente al segundo líquido aplicado y el programa solicita el ángulo de contacto. El ángulo se ha programado con la intención de que el usuario lo escriba por pantalla en grados sexagesimales.

```
Command Window
Introduzca el número correspondiente según el líquido empleado en el primer experimento.
1 Si es agua.
2 Si es diyodometano.
3 Si es etilen glicol.
4 Si es glicerol
1
Introduzca el valor del ángulo de contacto del primer experimento.
77
Introduzca el número correspondiente según el líquido empleado en el segundo experimento.
1 Si es agua.
2 Si es diyodometano.
3 Si es etilen glicol.
4 Si es glicerol
4
Introduzca el valor del ángulo de contacto del segundo experimento.
```

5. Finalmente, al disponer el programa de todos los necesarios, calcula los valores de las componentes polar y dispersiva del sólido polimérico, así como la suma de las dos.

```
Command Window
~
Introduzca el valor del ángulo de contacto del primer experimento.
77
Introduzca el número correspondiente según el líquido empleado en el segundo experimento.
1 Si es agua.
2 Si es diiodometano.
3 Si es etilen glicol.
4 Si es glicerol
4
Introduzca el valor del ángulo de contacto del segundo experimento.
71.9

Equation solved.

fsolve completed because the vector of function values is near zero
as measured by the value of the function tolerance, and
the problem appears regular as measured by the gradient.

<stopping criteria details>

sus =

    15.8262
    12.0419

Los valores de las componentes polar y dispersiva del sustrato ensayado son, respectivamente:
1.204185e+01
Y
1.582617e+01.
La energía superficial total del sustrato es 2.786802e+01.
```

El código completo en Matlab se encuentra en el Anexo I, al final de este proyecto.

Capítulo 8

Aplicación del método OWRK en el tratamiento de superficies poliméricas y metales.

En este capítulo se abordarán diferentes ensayos con superficies poliméricas o metálicas.

8.1. Ensayo con cobre al que se le han aplicado tratamientos superficiales.

Este ensayo con cobre se realizó en el Laboratorio de Materiales de la Universidad Pontificia Comillas. Consiste en calcular la energía superficial de una superficie de Cu cuando se le aplican numerosos tratamientos superficiales (abrasión, chorreado, plasma+silano, etc). El objetivo es ver cómo varía la energía en función de cada uno de estos tratamientos, ya que luego puede resultar útil para distintas aplicaciones científicas o del día a día.

Se emplearon tres líquidos de ensayo: agua, diiodometano y glicerol. Se midieron los ángulos de contacto y conociendo las componentes dispersiva y polar de los líquidos se obtuvieron los valores de las componentes del sólido y del total de su energía superficial, empleando como ya se puntualizó en el capítulo anterior, el método OWRK.

Condición	Ángulo de Contacto		
	Agua	Diiodometano	Glicerol
	Media	Media	Media
Blanco	77,00	49,10	71,90
Ataque	95,60	29,00	90,90
Abrasión	98,29	47,80	71,50
Chorreado	26,10	60,90	37,60
Plasma 1	14,00	17,50	16,40
Plasma 10	21,50	31,00	18,80
Chorreado + GPS	94,10	51,10	86,90
Plasma 1 + GPS	48,80	39,00	69,80
Plasma 10 + GPS	71,90	51,00	66,70

Condición	Energía Superficial (OWRK)		
	Total	Dispersiva	Polar
	Media	Media	Media
Blanco	37,43	33,86	3,58
Ataque	31,27	4,93	26,34
Abrasión	35,94	35,57	0,38
Chorroado	61,56	27,25	34,31
Plasma 1	69,24	45,43	23,82
Plasma 10	62,77	42,93	19,84
Chorroado + GPS	33,29	33,26	0,04
Plasma 1 + GPS	38,38	27,59	10,80
Plasma 10 + GPS	39,64	32,92	6,72

Tabla 8.1 Datos de ángulo de contacto y de energía superficial obtenidos en el laboratorio.

A la vista de los resultados, la energía superficial del cobre varía poco si se le aplica un tratamiento de abrasión, en cambio, con uno de chorroado o incluso aplicándole plasma, su energía superficial se ve prácticamente duplicada. También se puede observar que si a estos tratamientos que consiguen disparar la energía superficial del cobre se les añade un tratamiento mediante un agente silano 3-Glicidoxipropiltrimetoxisilano (GPS), este hace que disminuya considerablemente esa energía que había conseguido doblar a la del cobre sin tratar, obteniéndose un valor cercano al del mismo, como ocurría con el tratamiento de abrasión.

Estos valores se compararon con medidas realizadas con un equipo comercial de Kruss obteniéndose valores muy similares por lo que los resultados obtenidos por el programa desarrollado son válidos.

8.2. Ensayo con PTFE (teflón) y PMMA (polimetilmetacrilato).

Este ensayo que se expondrá a continuación ha sido extraído de la literatura científica.

Este experimento se realiza en sentido contrario, es decir, sabiendo que la energía superficial del teflón es aproximadamente de 18 mJ/m^2 y que solo tiene una componente dispersiva (por lo que $\sigma_S = \sigma_S^D$ y $\sigma_S^P = 0$) la ecuación primaria del método OWRK queda de la siguiente forma:

$$\sigma_L^D = \frac{\sigma_L^2 (\cos \theta_{PTFE} + 1)^2}{72}$$

Permitiendo así, calcular la componente dispersiva del líquido de prueba que se quiera emplear, con la premisa de que anteriormente se tenía conocimiento de cuánto valía el total de su tensión superficial. Una vez tenemos el valor total y el de la componente dispersiva, se calcula la componente polar, que es la diferencia entre las anteriores.

Los datos de tensión superficial de los líquidos de prueba y del ángulo de contacto que forman con el teflón se muestran a continuación:

Liquid	Room Temperature Surface Tension (mN/m)	Contact Angle on PTFE (degrees)	Dispersive Component (mN/m)	Polar Component (mN/m)
n-hexane	18.4	12.0	18.4	0.0
n-heptane	19.9	25.6	19.9	0.0
n-octane	21.3	33.0	21.3	0.0
n-decane	23.8	42.3	23.8	0.0
cyclohexane	25.5	47.1	25.5	0.0
n-tetradecane	26.4	49.4	26.4	0.0
toluene	28.4	58.2	26.1	2.3
nitromethane	36.5	84.8	22.0	14.5
methyl benzoate	37.2	79.3	27.0	10.2
benzyl alcohol	39.0	78.6	30.3	8.7
ethylene glycol	47.7	94.9	26.4	21.3
formamide	57.0	107.2	22.4	34.6
glycerol	63.4	100.7	37.0	26.4
water	72.8	113.7	26.4	46.4

Tabla 8.2 Datos de las tensiones polar y dispersiva de distintos líquidos de ensayo y del ángulo que forman sobre PTFE. Fuente [9]

A continuación, se introducirán estos mismos valores del ángulo de contacto de agua, etilen glicol y glicerol con el PTFE en el programa de Matlab con el objetivo de comparar los resultados obtenidos. Se escogen estos líquidos precisamente porque son aquellos cuyos valores de las componentes dispersiva y polar están almacenados dentro del código.

	Agua y glicerol	Agua y etilen glicol	Etilen glicol y glicerol
Energía Superficial del PTFE (mJ/m ²)	14,28	12,34	22,69

Tabla 8.3 Valores de la energía superficial del PTFE.

Al estudiar los datos de tensión superficial de la Tabla 8.1 se puede observar que la tensión superficial de los alcanos simples e incluso los alcanos cíclicos, como el ciclohexano, son puramente atribuibles a las fuerzas dispersivas. Ninguno de estos líquidos tiene componente polar en su tensión superficial total. Esto tiene sentido, ya que anteriormente en este proyecto se han descrito las fuerzas dispersivas como específicas de tipo van der Waals, y sabemos que estas son los únicos tipos de interacciones moleculares posibles para alcanos. El resto de los líquidos de la lista (aparte del tolueno) contienen heteroátomos (nitrógeno y/u oxígeno) en forma de hidroxilo, carbonilo, amida o nitrato funcionalmente. Este hace que estos líquidos sean capaces de tener interacciones de tipo polar tipo con las superficies a las que se aplican. Esa capacidad se refleja en el hecho de que todos ellos tienen unas componentes polares sustanciales en su tensión total superficial. [9]

Ahora que se tienen los valores de las componentes polar y dispersiva de las tensiones superficiales de los líquidos de ensayo, se va a calcular la energía superficial del polimetilmetacrilato. Para ello se utilizado siete líquidos:

Líquido	Tensión superficial	Componente dispersiva	Componente polar	Ángulo de contacto
Nitrometano	36.5	22	14.5	16.5
Metil benzoato	37.2	27	10.2	3.9
Bencil alcohol	39	30.3	8.7	15.1
Etilen glicol	47.7	26.4	21.3	46.7
Formamida	57	22.4	34.6	64.1
Glicerol	63.4	37	26.4	61.5
Agua	72.8	26.4	46.4	75.6

Tabla 8.4 Datos de tensiones superficiales de líquidos de ensayo y del ángulo de contacto formado sobre PMMA.

Los resultados para cada combinación dos líquidos de prueba hacen una media total del valor de la energía superficial para polimetilmetacrilato de 38mJ/m², con 5,7 mJ/m² (alrededor del 15%) de ese total atribuible a la capacidad de interacción polar.

Se pueden mostrar estos datos en una gráfica similar a la Zisman, pero un mayor ajuste de confianza:

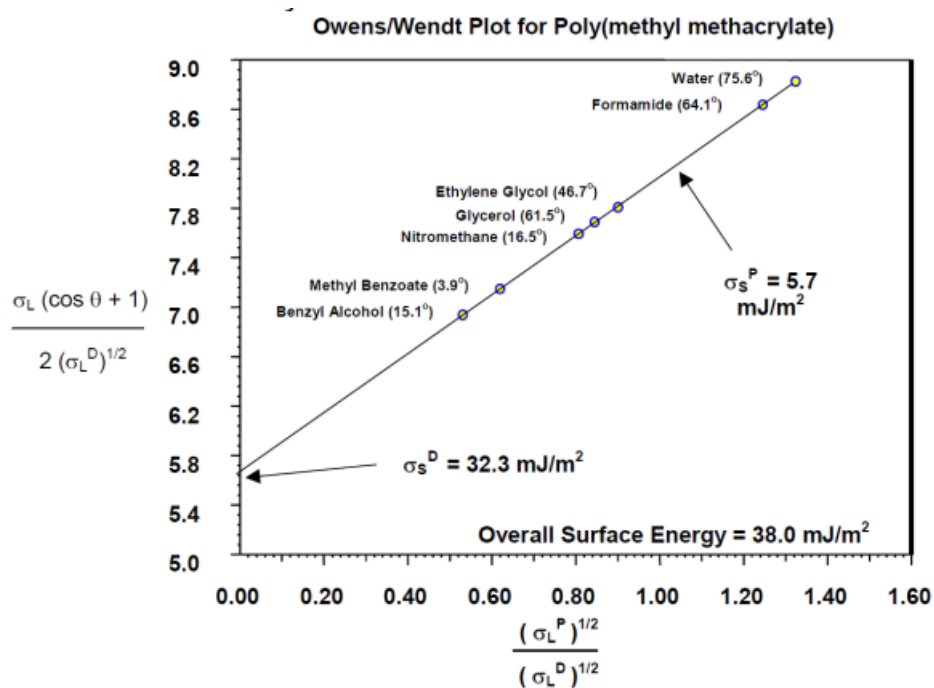


Figura 8.1 Gráfica Owens/Wendt para polimetil metacrilato. Fuente [9]

Para concluir este apartado se mostrarán los resultados de energía superficial del PMMA obtenidos en el programa de Matlab a partir de los datos de la Tabla 8.3. Como en el caso anterior, se han usado agua, etilen glicol y glicerol.

	Agua y glicerol	Agua y etilen glicol	Etilen glicol y glicerol
Energía Superficial del PMMA (mJ/m ²)	35,73	34,67	38,18

Tabla 8.5 Valores de la energía superficial del PMMA.

Se puede comprobar que la energía superficial obtenida con el programa varía un poco de la del artículo, cuyo valor es de 38 mJ/m^2 . Esto puede darse por una pequeña variación en los valores de las componentes dispersiva y polar que dependen de la temperatura, que para este proyecto no se tuvo en cuenta.

8.3. Ensayo con polipropileno tratado.

Este ensayo se ha extraído también de la literatura científica. [15]

El ensayo consiste en ver cómo va variando la energía superficial de láminas de polipropileno tratado (corona, flameado), así como el ángulo de contacto. Los líquidos de prueba seleccionados han sido: diyodometano, formamida, etilen glicol y dimetilsulfóxido. A continuación, se muestra una tabla con los valores del ángulo de contacto entre cada uno de estos líquidos y los diferentes sustratos de polipropileno ensayados:

Película	Diyodometano	Etilen glicol	Formamida	Dimetilsulfóxido
Sin tratar	61.1	78.2	85.4	57.3
Corona	50.5	51.3	58	31.1
Llama	51.2	47.8	57.3	27.4

Tabla 8.6 Ángulo de contacto diferentes líquidos sobre polipropileno tratado y sin tratar.

A partir de estos datos, conociendo las componentes de los líquidos, se calcula la energía superficial de los sustratos, medida en mJ/m^2 :

Película	Energía total	Dispersiva	Polar
Sin tratar	29.98	29.95	0.03
Corona	38.5	30.19	8.31
Llama	39.19	30.2	8.99

Tabla 8.7 Datos de energía superficial del polipropileno tratado y sin tratar.

A la vista de los resultados podemos observar que cuando se le aplica un tratamiento de corona o de flameado a una película de polipropileno, la componente dispersiva permanece prácticamente constante mientras que la componente polar, que inicialmente era casi nula, se ve aumentada en gran medida (hasta 8 o 9 mJ/m^2). Esto sucede porque a

la hora de aplicar estos tratamientos, comienzan a existir en mayor medida una serie de interacciones específicas dipolo-dipolo en la superficie.

Capítulo 9

Bibliografía

- [1] <https://www.dataphysics-instruments.com/knowledge/understanding-interfaces/surface-tension/>
- [2] <https://www.dataphysics-instruments.com/knowledge/understanding-interfaces/dispersive-polar-parts/>
- [3] <https://www.dataphysics-instruments.com/knowledge/understanding-interfaces/contact-angle/>
- [4] <https://www.dataphysics-instruments.com/application/notes/>
- [5] *Surface and Interfacial Tensión*. Application Note #101. KSV Instruments LTD (2000)
- [6] <http://www.sc.ehu.es/sbweb/fisica3/fluidos/tension/tension.html>
- [7] <https://www.kruss-scientific.com/en/know-how/glossary/wilhelmy-plate-method#:~:text=Method%20for%20measuring%20the%20surface,vertically%20immersed%20plate%20is%20measured>
- [8] CR. *Models for Free Surface Energy Calculation*. Kruss, June, 1999.
- [9] D. H. Kaelble, Dispersion-Polar Surface Tension Properties of Organic Solids. In: *J. Adhesion* 2 (1970), P. 66-81.
- [10] D. Owens; R. Wendt, Estimation of the Surface Free Energy of Polymers. In: *J. Appl. Polym. Sci* 13 (1969), P. 1741-1747.
- [11] W. Rabel, Einige Aspekte der Benetzungstheorie und ihre Anwendung auf die Untersuchung und Veränderung der Oberflächeneigenschaften von Polymeren. In: *Farbe und Lack* 77,10 (1971), P. 997-1005.
- [12] UNE-EN 828. *Determinación por medida del ángulo de contacto y de la tensión superficial crítica de la superficie sólida*. Mayo, 2013.

- [13] <https://imagej.nih.gov/ij/index.html>
- [14] <https://www.researchgate.net/publication/328733959> Measuring the Contact Angle using ImageJ with Contact Angle plug-in
- [15] Simplified determination of the surface free energy of polymers. Application Note 6. DataPhysics Instruments GmbH (2003)

ANEXO I

PROGRAMA DE MATLAB

```

clear all
close all
clc

%% SE ESTABLECEN LOS DATOS DEL PRIMER LÍQUIDO
liq1 = input('Introduzca el número correspondiente según el líquido
empleado en el primer experimento.\n1 Si es agua.\n2 Si es
diyodometano.\n3 Si es etilen glicol.\n4 Si es glicerol\n');
if liq1 == 1
    liq1d = 21.9;
    liq1p = 51;
elseif liq1 == 2
    liq1d = 50.8;
    liq1p = 0;
elseif liq1 == 3
    liq1d = 29;
    liq1p = 19;
elseif liq1 == 4
    liq1d = 37;
    liq1p = 26.4;
end
ang1 = input('Introduzca el valor del ángulo de contacto del primer
experimento.\n');

%% SE ESTABLECEN LOS DATOS DEL SEGUNDO LÍQUIDO
liq2 = input('Introduzca el número correspondiente según el líquido
empleado en el segundo experimento.\n1 Si es agua.\n2 Si es
diyodometano.\n3 Si es etilen glicol.\n4 Si es glicerol\n');
if liq2 == 1
    liq2d = 21.9;
    liq2p = 51;
elseif liq2 == 2
    liq2d = 50.8;
    liq2p = 0;
elseif liq2 == 3
    liq2d = 29;
    liq2p = 19;
elseif liq2 == 4
    liq2d = 37;
    liq2p = 26.4;
end
ang2 = input('Introduzca el valor del ángulo de contacto del segundo
experimento.\n');

%% SE REALIZA EL CÁLCULO DE CADA DE UNA DE LAS COMPONENTES Y DE LA
ENERGÍA SUPERFICIAL TOTAL

% La función fsolve devuelve un vector columna cuya primera fila es la
% componente dispersiva del polímero y cuya segunda fila es la polar.
A
% dicha función fsolve le entra por un lado, un vector de condiciones
iniciales llamado
% x0, para el que se han seleccionado unos valores de 0 para ambas
% incógnitas. Esto es necesario ya que esta función realiza un proceso
% iterativo. Por otro lado, recibe otra función que tiene como salida
a
% otro vector columna llamado G que contiene las ecuaciones a resolver
para
% cada uno de los líquidos de ensayo (Ecuaciones de Young)

x0 = [0;0];

```

```

[sus] = fsolve(@(sus) fun1(sus,liq1d,liq1p,ang1,liq2d,liq2p,ang2),x0)
susd = sus(1,1);
susp = sus(2,1);
sustot = susp + susd;
fprintf('Los valores de las componentes polar y dispersiva del
sustrato ensayado son, respectivamente: \n%d \ny \n%d.\nLa energía
superficial total del sustrato es %d.\n', susp, susd, sustot);

function G = fun1(sus,liq1d,liq1p,ang1,liq2d,liq2p,ang2)
    G = [((liq1d+liq1p)*(1+cosd(ang1)))-
2*(((sus(2)*liq1d)^(1/2))+((sus(1)*liq1p)^(1/2))));
        ((liq2d+liq2p)*(1+cosd(ang2)))-
2*(((sus(2)*liq2d)^(1/2))+((sus(1)*liq2p)^(1/2)))]];
end

```

ANEXO II

PRESUPUESTO

Coste del goniómetro

Habiendo diseñado el equipo, es necesario realizar un presupuesto con el fin de saber el coste de fabricación del equipo. En el caso de este proyecto, únicamente habrá que tener en cuenta el coste de adquisición de los elementos que componen la estructura.

Para el cálculo final del coste del goniómetro no se ha tenido en cuenta las arandelas poliméricas o la tornillería extra necesitada para el ensamblaje de algunos elementos en cuestión, así como el coste de fabricación de los soportes de la cámara y de la jeringuilla. Se ha contado con diversos proveedores como: Bosch Rexroth, RS o Aliexpress, es por esto por lo que en la tabla final de costes hay referencias de proveedores distintos. La tabla se muestra a continuación:

Producto	Descripción	Referencia	Unidades	Precio (€)
Perfil de aluminio 30x30	Perfilería de aluminio para el cuadro principal de la estructura. Ranura de 8 mm.	Nº 3 842 990 720 / L	2500 mm	35,94
Perfil de aluminio 15x180	Perfilería de aluminio para el ensamblaje de la base sobre la que se colocará la muestra.	Nº 3 842 993 079 / L	300mm	20,53
Escuadra 30x30	Elemento de unión para el ensamblaje de la estructura. Ranuras de 8 mm / 8 mm. Incluye material de fijación: 2xFS2 (DIN 7984, M6x14).	Nº 3 842 523 528	9	27,99
EcoSlide 30x30x80	Carro de desplazamiento lineal económico para aplicaciones horizontales.	Nº 8 981 535 476	2	45,2
EcoSlide 30x30x160	Carro de desplazamiento lineal económico para aplicaciones horizontales.	Nº 8 981 535 477	2	57,56
Patín plano	Accesorio del EcoSlide para permitir su deslizamiento. Ranura 8 mm.	Nº 3 842 523 212	14	39,62
Patín plano con cierre	Accesorio del EcoSlide para permitir su deslizamiento. Ranura 8 mm.	Nº 3 842 552 423	4	37
Tornillo W1451 - 3,5x14 - 10.9	Accesorio para el montaje del EcoSlide	Nº 3 842 552 421	50	7,5
Arandela de	Accesorio para el montaje del EcoSlide. Ranura de 8 mm.	Nº 8 981 535 891	25	14,75

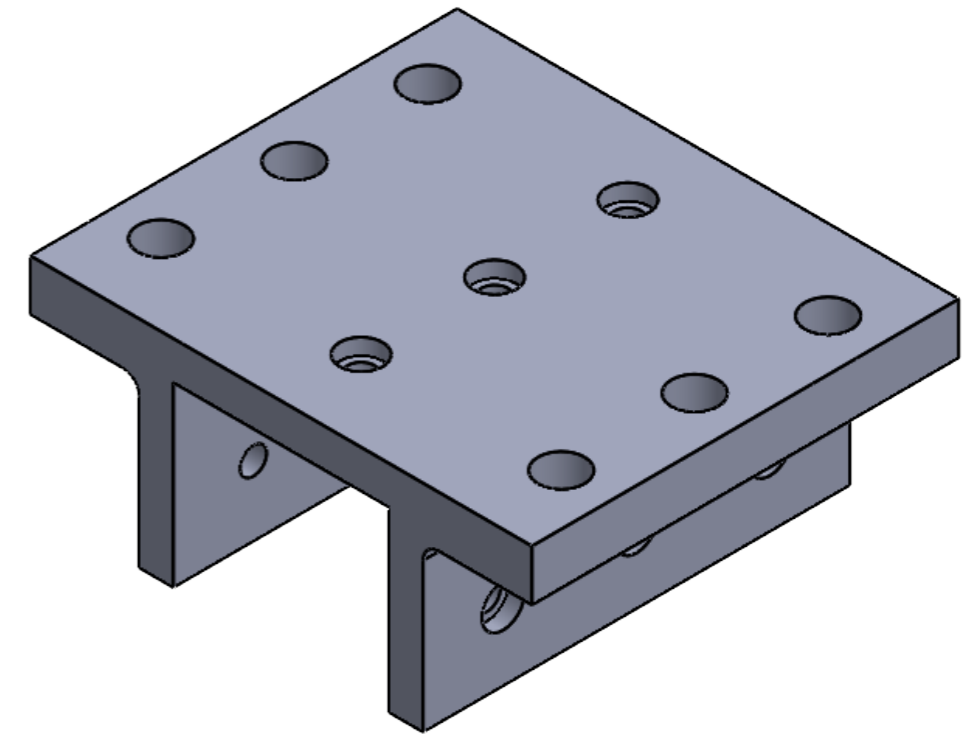
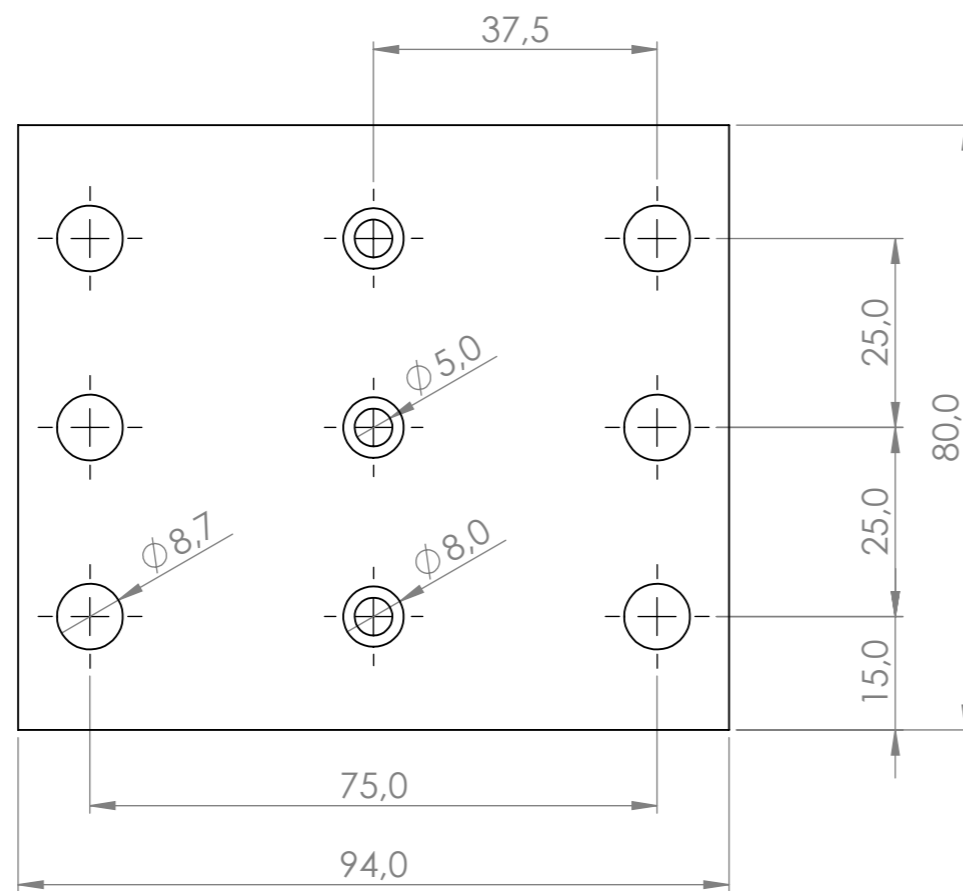
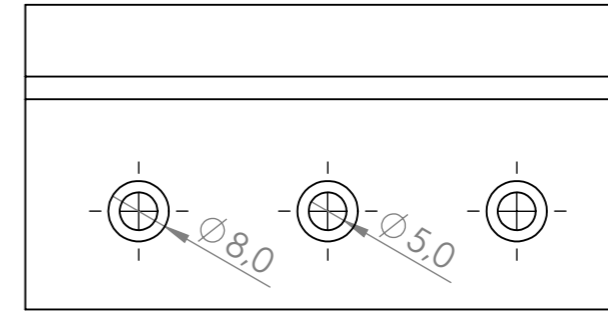
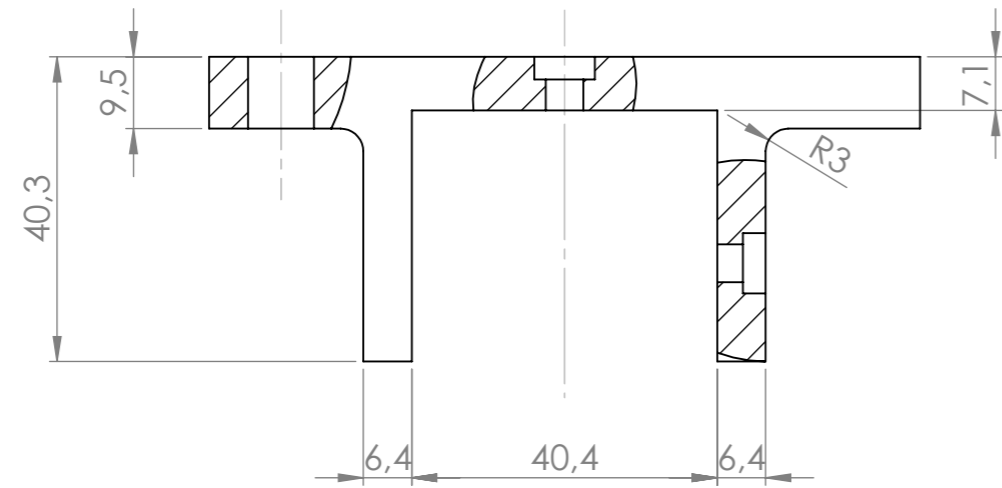
compensación ranura 8 mm				
Palanca de apriete	Para la fijación del EcoSlide al perfil. 20 mm.	Nº 3 842 516 846	1	4,42
Tuerca deslizante ranura 8 mm; M8	Accesorio de la palanca de apriete. Ranura de 8mm y M8.	Nº 3 842 514 931	4	2,48
Empalmador de apriete	Elemento de unión para el sistema de sujeción de la jeringuilla. Ranura de 8mm.	Nº 3 842 538 489	2	6,96
Tornillo cabeza de martillo	Unión EcoSlide (Ø8,7 mm) con perfil 30x30 en el sistema de sujeción de jeringuilla. Ranura de 10mm y M8x25. Unión cajas de instrumentación (luz y conexionado) a los perfiles de 30x30.	Nº 3 842 528 718	11	4,95
Embellecedores	Tapas para el perfil 30x30	Nº 3900155	1 bolsa de 10	13,7
Embellecedores escuadra	Tapas para las escuadras 30x30	Nº 4371570	10	19,7
Perfil de aluminio 30x30	Perfilería de aluminio para el cuadro principal de la estructura. Ranura de 8 mm.	Nº 4938252	2000 mm	57,54
Insein Li Fung	Cámara y objetivo con luz incorporada cuyo objetivo es la captura de la imagen de la gota sobre el sustrato	X	1	231,29


Tabla II.1 Lista de componentes del goniómetro.

Todos estos costes suman un total de 627,13 € al que falta añadirle los costes de envío y el IVA que hacen un total final de 709,31 €.

ANEXO III

PLANOS

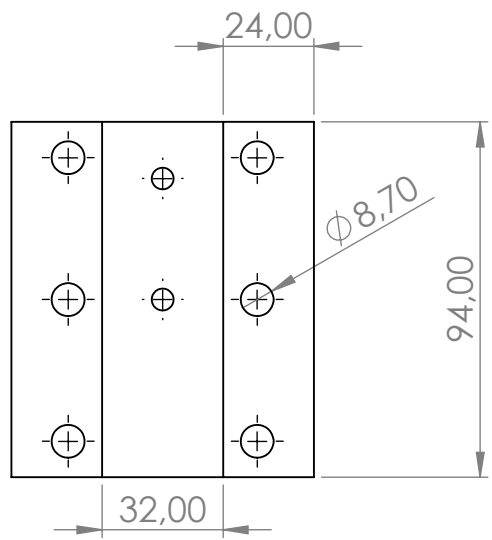


SI NO SE ESPECIFICA LO CONTRARIO LAS COTAS SE EXPRESAN EN MM		NORMA DE TOLERANCIA: UNE-EN 22768 m-K		TÍTULO: EcoSlide 30x30x80	
NOMBRE		FECHA		MATERIAL: Aluminio S6XXX	
DIBUJADO Pablo Veronese		25/03/2022		ESCALA: 1:1	
VERIFICADO Ana María Megia		25/08/2022		A3	
APROBADO Juan Carlos del Real		25/08/2022			
 COMILLAS UNIVERSIDAD PONTIFICIA					

4 3 2 1

F

F

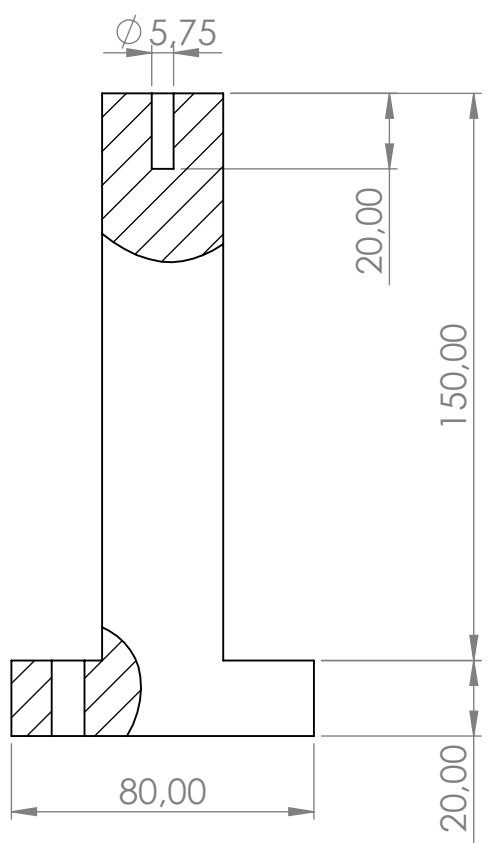


E

E

D

D

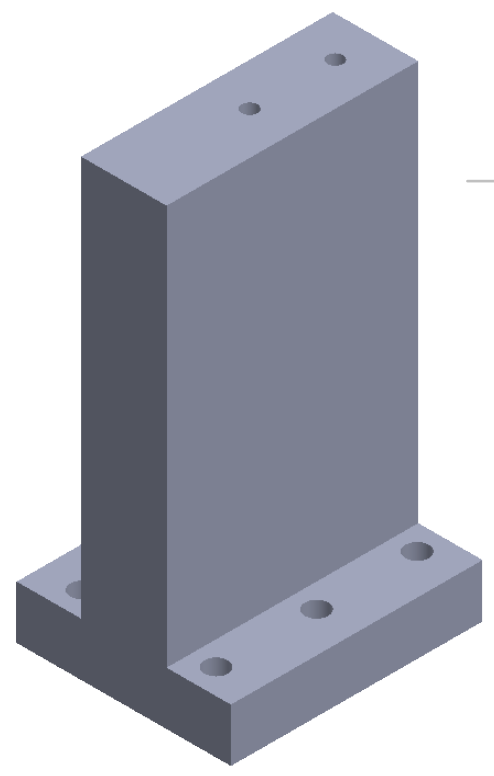


C

C

B

B



SI NO SE ESPECIFICA LO CONTRARIO LAS COTAS SE EXPRESAN EN MM

NORMA DE TOLERANCIA:
UNE-EN 22768 m-K

	NOMBRE	FECHA
DIBUJADO	Pablo Veronese	09/07/2022
VERIFICADO	Ana María Megía	25/08/2022
APROBADO	Juan Carlos del Real	25/08/2022

TÍTULO:
Soporte Cámara

A

A

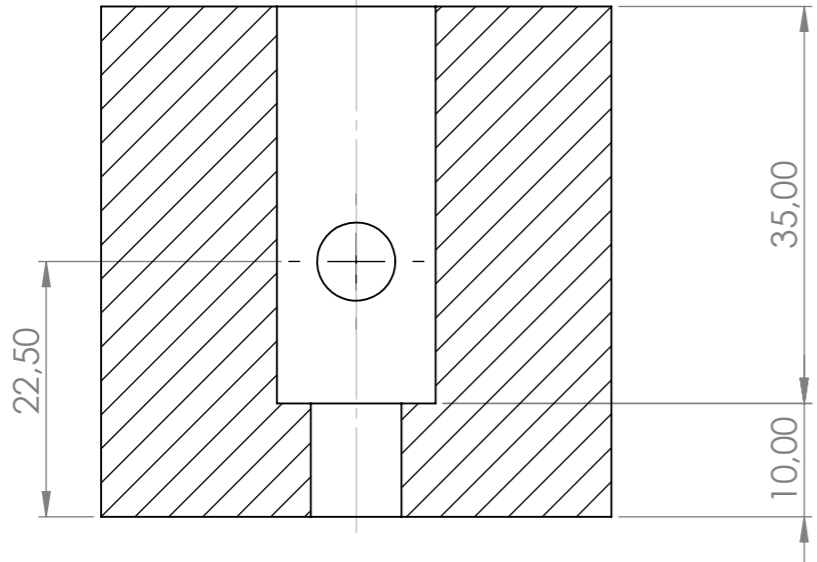
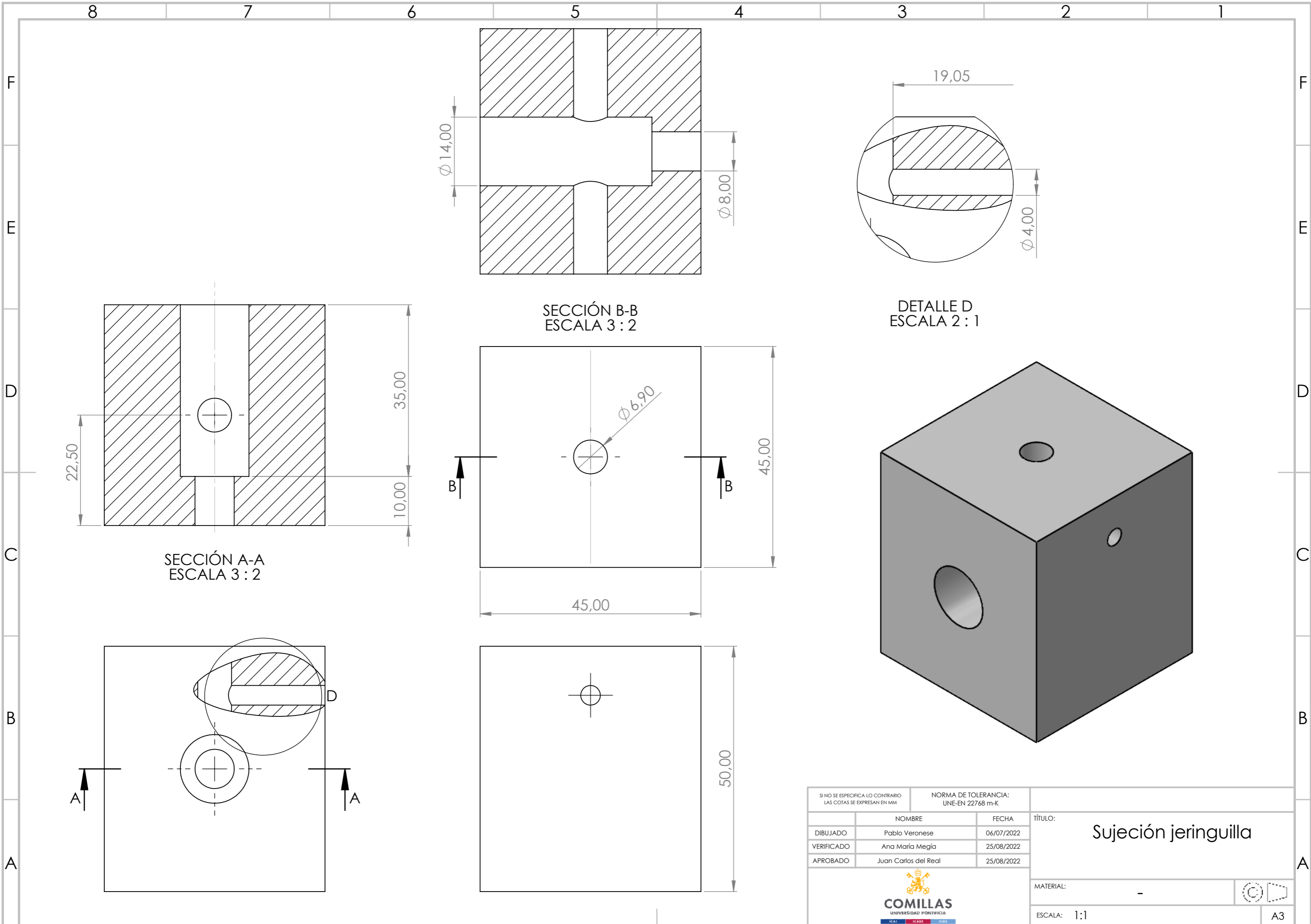


MATERIAL: -

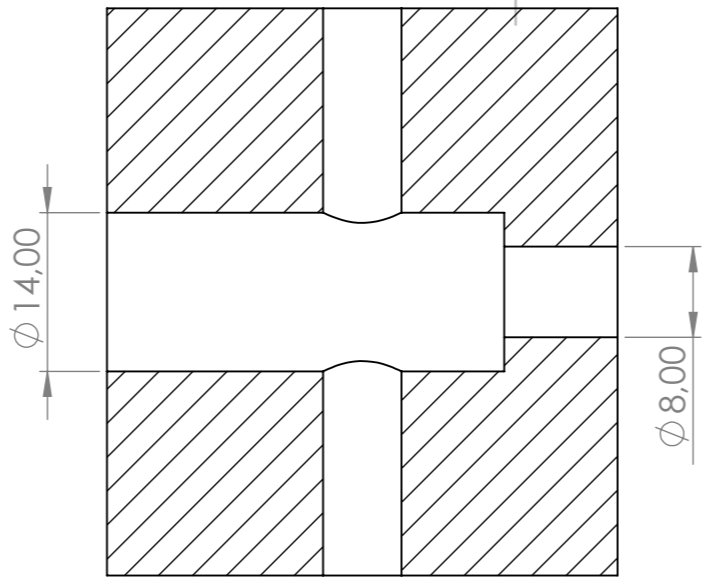
ESCALA: 1:1

A4

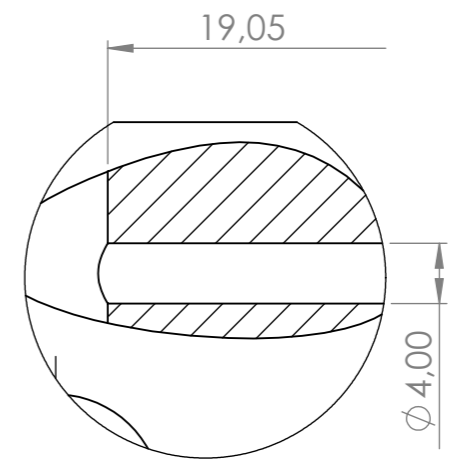
4 3 2 1



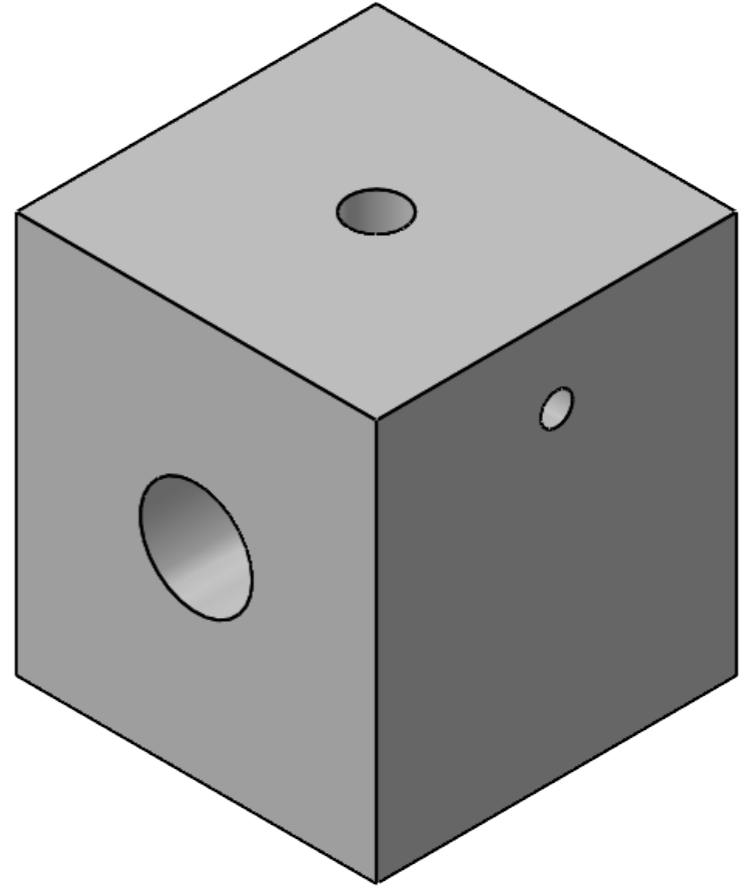
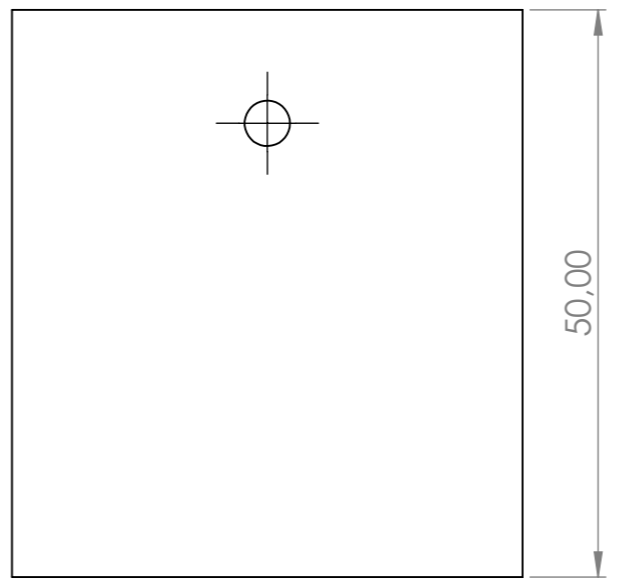
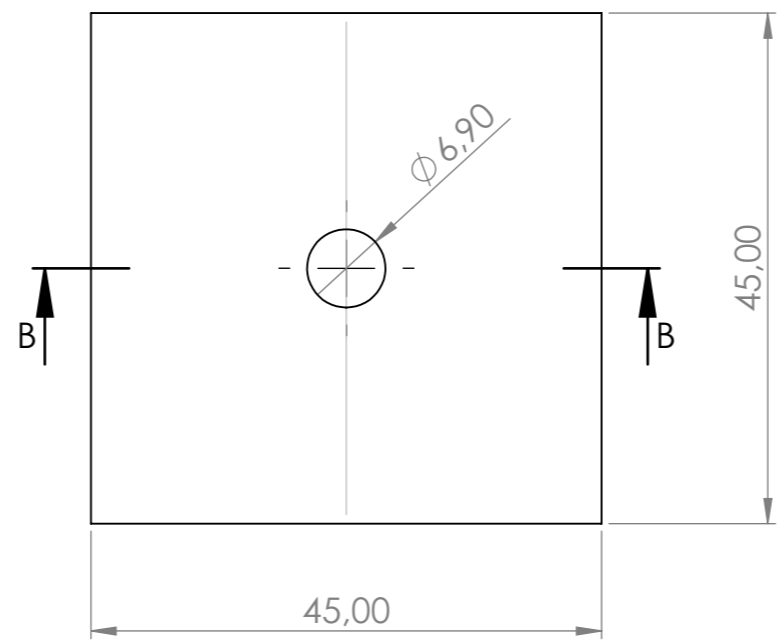
SECCIÓN A-A
ESCALA 3 : 2



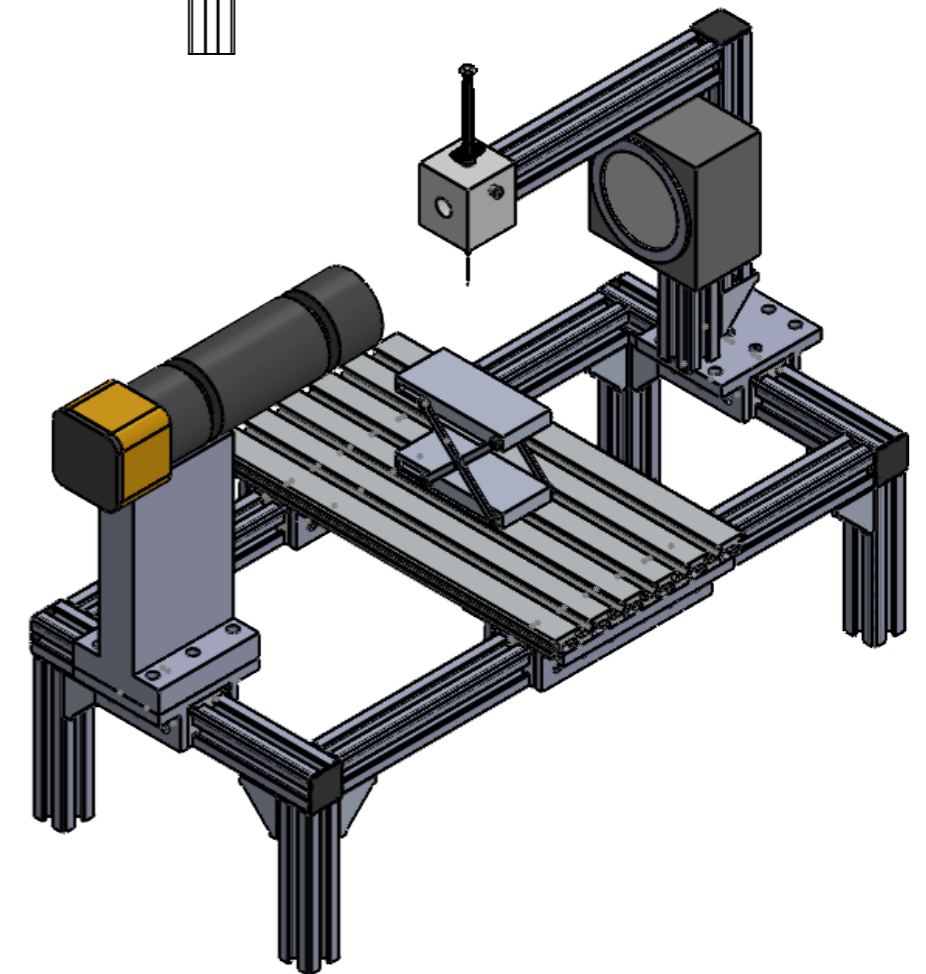
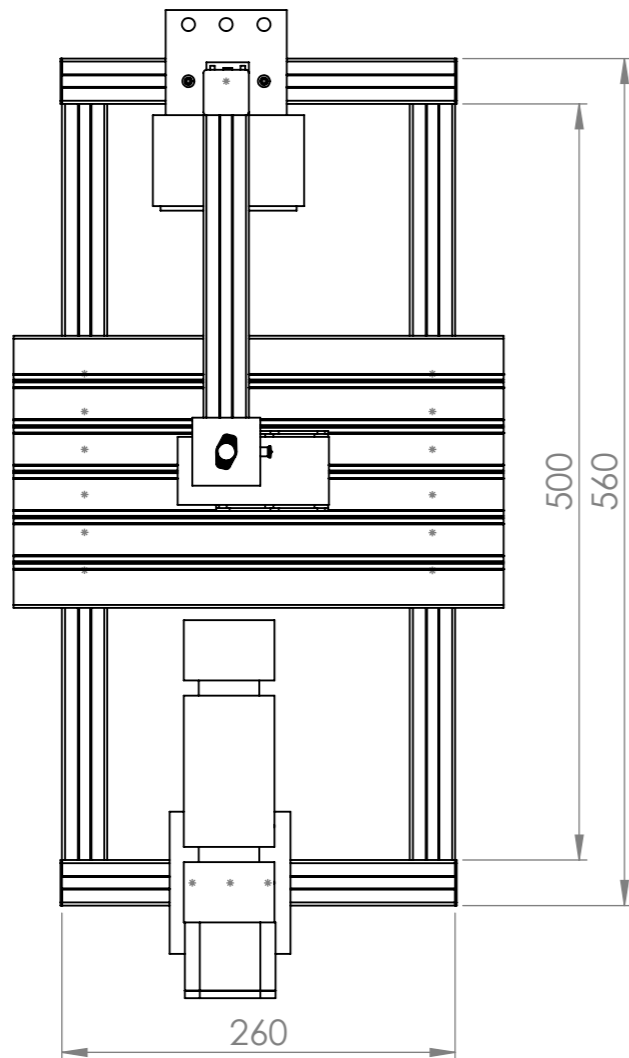
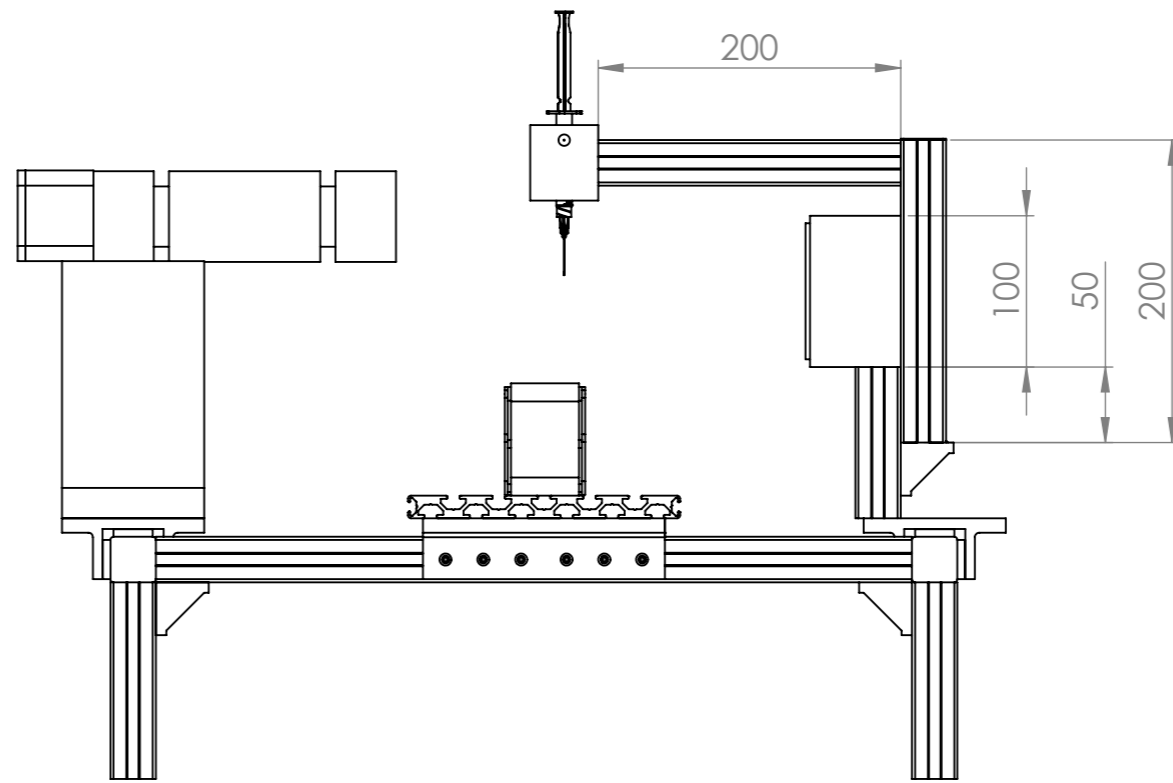
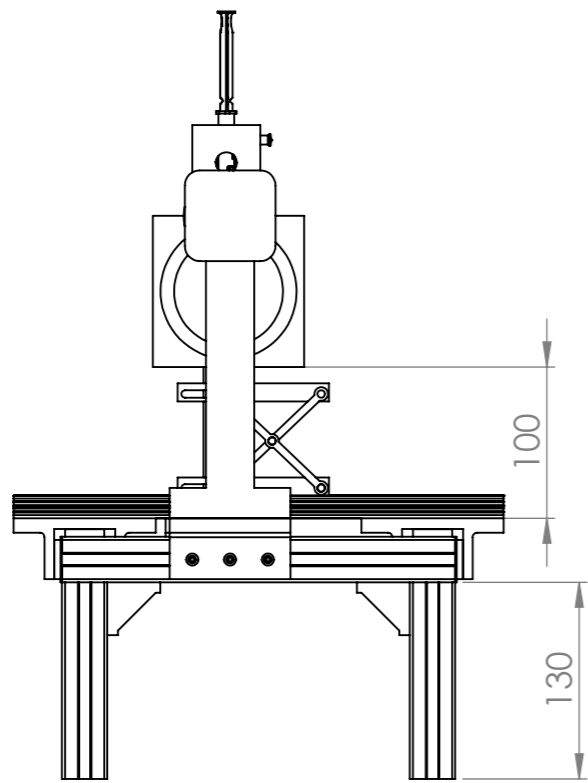
SECCIÓN B-B
ESCALA 3 : 2



DETALLE D
ESCALA 2 : 1



SI NO SE ESPECIFICA LO CONTRARIO LAS COTAS SE EXPRESAN EN MM		NORMA DE TOLERANCIA: UNE-EN 22768 m-K		TÍTULO: Sujeción jeringuilla	
DIBUJADO	Pablo Veronese	FECHA	06/07/2022	MATERIAL: -	
VERIFICADO	Ana María Megía	FECHA	25/08/2022	ESCALA: 1:1	
APROBADO	Juan Carlos del Real	FECHA	25/08/2022	A3	
<p>COMILLAS UNIVERSIDAD PONTIFICIA</p>					



SI NO SE ESPECIFICA LO CONTRARIO LAS COTAS SE EXPRESAN EN MM		NORMA DE TOLERANCIA: UNE-EN 22768 m-K		TÍTULO: Mesa Goniómetro	
DIBUJADO	Pablo Veronese	FECHA	30/03/2022	MATERIAL: Aluminio S6XXX	
VERIFICADO	Ana María Megía	FECHA	25/08/2022		
APROBADO	Juan Carlos del Real	FECHA	25/08/2022		
 COMILLAS UNIVERSIDAD PONTIFICIA				ESCALA:	1:1