

DISEÑO E IMPLEMENTACIÓN DE UN SISTEMA PARA MEDIDAS DE PROPIEDADES DE SUPERFICIE DE NANOESTRUCTURAS FUNCIONALES DE ÓXIDO DE TITANIO OBTENIDAS POR ANODIZACIÓN ELECTROQUÍMICA.

**CRISTIAN DAVID MONTENEGRO FLOR
STALIN ALEXANDER TORRES LIMA**

Trabajo de grado para optar al título de Ingeniero Mecatrónico

**Director:
JAVIER ANDRÉS MUÑOZ CHAVES PhD.**

**POPAYÁN
CORPORACIÓN UNIVERSITARIA COMFACAUCA
FACULTAD DE INGENIERIA
2021**

CONTENIDO

1	PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.....	9
2	JUSTIFICACIÓN.....	10
3	OBJETIVOS.....	12
3.1	OBJETIVO GENERAL.....	12
3.2	OBJETIVOS ESPECIFICOS.....	12
4	MARCO REFERENCIA.....	12
4.1	NANOTECNOLOGÍA.....	12
4.2	NANOMATERIALES.....	13
4.3	ÓXIDO DE TITANIO.....	15
4.3.1	Aplicaciones del óxido de Titanio.....	18
4.3.2	Estructuras.....	18
4.3.3	Nanoestructuras de TiO ₂	22
4.3.4	Nanotubos.....	23
4.4	PROPIEDADES DE SUPERFICIE.....	26
4.4.1	Mojabilidad.....	26
4.4.2	Factores que influyen en el método de gota sésil.....	29
4.4.3	Energía de superficie.....	29
5	METODOLOGÍA.....	30
5.1	Sistema para medidas de superficie.....	31
5.2	Sistema de anodización electroquímica.....	31
6	RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	32
6.1	DISEÑO DEL SISTEMA.....	32
6.1.1	Bosquejo del sistema.....	32
6.1.2	Montaje inicial para la adquisición de imágenes.....	34
6.1.3	Requerimientos previos para su construcción.....	34
6.1.4	Diseño de la estructura.....	36
6.1.5	Mecanismo para pipeteo y desplazamiento.....	38
6.1.6	Mecanismo de giro.....	43
6.1.7	Subsistema de adquisición de imágenes.....	46
6.1.8	Subsistema de la caja de control.....	48
6.1.9	Diseño del subsistema de anodización electroquímica.....	50
6.1.10	Simulaciones del diseño CAD.....	53
6.1.11	Diseño de la interfaz humano-maquina (HMI).....	58
6.1.12	Diseño del software.....	64

6.1.13	Diseño Electrónico	84
6.2	IMPLEMENTACION DEL SISTEMA.....	89
6.2.1	Implementación del mecanismo de pipeteo y desplazamiento	89
6.2.2	Implementación del mecanismo de giro	90
6.2.3	Implementación del subsistema de adquisición de imágenes.....	91
6.2.4	Implementación del subsistema de la caja de control	92
6.2.5	Implementación del hardware: Integración de los mecanismos, subsistemas e integración del diseño electrónico	92
6.2.6	Implementación de la interfaz humano–maquina (HMI).....	93
6.2.7	Implementación del software.....	96
6.2.8	Implementación de hardware y software del sistema.....	103
6.3	Pruebas de funcionamiento del sistema	103
6.4	Validación inicial del sistema	105
6.5	Aplicación a una nueva aleación: Titanio-Niobio-Estaño (Ti-28Nb-4Sn)	108
7	CONCLUSIONES	117
8	RECOMENDACIONES Y TRABAJOS FUTUROS	118
9	BIBLIOGRAFÍA.....	119
10	ANEXOS.....	124

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Propiedades del Titanio	16
Tabla 2. Parámetros estructurales y aplicaciones de las fases del TiO ₂	19
Tabla 3. Características principales de los motores para pipeteo.....	35
Tabla 4. Características principales de los motores para el desplazamiento de la plataforma.....	35
Tabla 5. Características principales del motor para giro de la plataforma	35
Tabla 6. Características principales de la cámara	35
Tabla 7. Características de los componentes del mecanismo de pipeteo y desplazamiento.....	39
Tabla 8. Características de los componentes del mecanismo de giro.....	45
Tabla 9. Características del subsistema de adquisición de imágenes.....	47
Tabla 10. Características de los componentes del subsistema de la caja de control	49
Tabla 11. Características de los componentes del subsistema de anodización electroquímica.....	51
Tabla 12. Propiedades del material	54
Tabla 13. Cargas aplicadas a las estructuras para el estudio.....	54
Tabla 14. Propiedades del material	57
Tabla 15. Variables del controlador	100
Tabla 16. Valores de ángulo de contacto usando un equipo comercial (Goniómetro Krüss DSHAT HTM Reetz GmbH).....	108
Tabla 17. Presupuesto.....	124

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Análisis bibliométrico de nanotecnología en el mundo y nanotubos de TiO ₂	11
Figura 2. Mapa conceptual definición de nanotecnología	13
Figura 3. Representación gráfica de la clasificación dimensional de los nanomateriales	15
Figura 4. Estructuras típicas de dióxido de titanio.....	19
Figura 5. Estructura Rutilo.	20
Figura 6. Estructura Anatasa.	21
Figura 7. Estructura Brookita	21
Figura 8. Morfologías de diferentes nanoestructuras de TiO ₂	22
Figura 9. Morfologías avanzadas de nanotubos de TiO ₂ : a) NTs tipo bambú, b) transición de la forma nanotubular de paredes suaves a tipo bambú, c) nanocordones, d)NTs ramificados, e) NTs de pared doble, f) tubos anfipáticos de doble capa	23
Figura 10. Aplicaciones de los nanotubos de TiO ₂	24
Figura 11. Técnicas para la síntesis de nanotubos de TiO ₂	25
Figura 12. Ilustración de las fases y las fuerzas de tensión presentes en el límite de las tres interfaces.....	27
Figura 13. Esquemático de goniómetro.	28
Figura 14. Ángulos de contacto de avance y retroceso.	28
Figura 15. Regresión lineal para determinar la energía de superficie.....	30
Figura 16. Sistema de anodización electroquímica.....	32
Figura 17. Bosquejo a mano alzada.	33
Figura 18. Diseño inicial ensamblado.	33
Figura 19. (a) Montaje inicial para test de adquisición de imágenes con deposición por gotero. (b) Resultados obtenidos de la adquisición de las imágenes	34
Figura 20. Diagrama en bloques del sistema.....	36
Figura 21. Estructura giratoria.....	37
Figura 22. Estructura base.....	37
Figura 23. Diagrama del mecanismo de pipeteo y desplazamiento.....	38
Figura 24. Soportes para los motorreductores, (A) Medidas del motorreductor, (B) soporte para motorreductor 160 RPM, (C) soporte para motorreductor 352 RPM.....	41
Figura 25. Soporte para el mini actuador lineal que presiona la micropipeta.....	42
Figura 26. Soporte de Micropipeta plus autoclavable.	42
Figura 27. Soportes para sujeción (a) de varilla roscada trapezoidal de 8 mm y de la tabla de soporte de la micropipeta, (b) Ensamble de los soportes.....	43
Figura 28. (a) Mecanismo de pipeteo y desplazamiento. (b) Acoplado a la estructura de giro.....	43
Figura 29. Diagrama del mecanismo de giro.	44
Figura 30. Mecanismo de giro (a) Estructura. (b) Ensamble de los componentes.....	44
Figura 31. Soporte para motorreductor de 12V.....	45

Figura 32. Diagrama del subsistema de adquisición de imágenes.	46
Figura 33. Subsistema de adquisición de imágenes.	46
Figura 34. Soporte para el microscopio digital 1600X.	48
Figura 35. Diagrama del subsistema de la caja de control.	48
Figura 36. Subsistema de la caja de control.	49
Figura 37. Subsistema de anodización electroquímica.	51
Figura 38. Resultados del analisis estatico para la estructura base.	56
Figura 39. Resultados del analisis estatico para la estructura de giro.	57
Figura 40. Resultados del analisis estatico del soporte para presionar la micropipeta.	58
Figura 41. Arquitectura de las GUIs en la HMI.	59
Figura 42. Ventana principal.	60
Figura 43. Ventana de inicio de sesión.	60
Figura 44. (A) Ventana para seleccionar configuración de cámara o de motores, (B) Ventana para seleccionar el tipo de pruebas.	61
Figura 45. Ventana para guardar los datos de las pruebas de angulo contacto. ...	61
Figura 46. Ventana para el control de motores.	62
Figura 47. Ventana de visualización y ajustes de camara.	62
Figura 48. Ventana para las pruebas de ángulo contacto.	63
Figura 49. Ventana para visualizar la gráfica de energía.	64
Figura 50. Diagramas de flujo para procesar las imágenes. A) Diagrama de ajustes y previsualización, B) Diagrama de pruebas y visualización.	66
Figura 51. Algoritmo para detectar bordes.	67
Figura 52. Diagrama para el cálculo de angulo contacto.	68
Figura 53. Encoder.	70
Figura 54. Ingreso de datos a la funcion Ident de Matlab.	72
Figura 55. Identificación de la función de transferencia con la función Ident de Matlab.	73
Figura 56. Simulación de la planta en tiempo continuo y discreto.	74
Figura 57. Grafica de la función de transferencia, A) en tiempo continuo y B) en tiempo discreto.	74
Figura 58. Diseño de controlador PI analógico.	75
Figura 59. Diagrama de bloques de la planta y el controlador (PI analógico) en tiempo continuo y discreto.	76
Figura 60. Simulación de la planta y el controlador (PI analógico) en tiempo continuo y discreto.	77
Figura 61. Matrices para solucionar la ecuación diofántica.	82
Figura 62. Polinomio $Tq - 1$	82
Figura 63. RST en bloques de Simulink.	83
Figura 64. Simulacion del control RST.	84
Figura 65. Simulacion del controlador RST frente a disturbios.	84
Figura 66. Diseño electrónico del subsistema de angulo contacto.	85
Figura 67. Diseño electrónico del mecanismo de pipeteo y desplazamiento.	86
Figura 68. Diseño electrónico del mecanismo de giro.	87
Figura 69. Diseño electrónico del subsistema de adquisición de imágenes.	87

Figura 70. Diseño electrónico de visualización del sistema.....	88
Figura 71. Diseño del mecanismo de activación y seguridad de los sistemas.....	88
Figura 72. Mecanismo de pipeteo y desplazamiento.....	89
Figura 73. Mecanismo de giro.....	91
Figura 74. Subsistema de adquisición de imágenes.....	91
Figura 75. Caja de control: a) vista exterior, b) vista interior.....	92
Figura 76. Implementación del hardware del sistema.....	93
Figura 77. Software para diseño de GUIs para la HMI. (A) Qt Designer y (B) Python.....	93
Figura 78. Ventanas de la GUI en la HMI, (i) ventana principal, (ii) ventana de inicio de sesión, (iii) ventana para elegir el tipo de prueba, (iv) ventana para guardar datos, (v) ventana para elegir una de las dos configuraciones, (vi) ventana de configuración de motores, (vii) ventana de configuración de cámara y (viii) ventana para graficar.....	95
Figura 79. Ventana para realizar las pruebas de ángulo contacto y visualizar los resultados.	96
Figura 80. Imagen contenida en una matriz.....	97
Figura 81. Imagen Aplicando filtro Gaussiano con un kernel de 7.....	98
Figura 82. Aplicando el filtro Canny con un valor de 90.....	98
Figura 83. Resultados de aplicar los filtros en la imagen, A) contornos con los filtros correctos, B) contornos dibujados en la imagen.....	99
Figura 84. Ángulos contacto en la gota depositada, con la línea base, las líneas tangentes y el contorno.....	100
Figura 85. Código para el bloque de control para dinámica de seguimiento	102
Figura 86. Código para el bloque de control para dinámica de regulación	102
Figura 87. Código para el bloque de control para asegurar independencia en las dinámicas.....	102
Figura 88. Prototipo automatizado para la determinación de ángulo de contacto.....	103
Figura 89. Microestructuras de las aleaciones de Ti-15Mo sometidas a diferentes tratamientos térmicos.....	106
Figura 90. Ángulos de contacto de la superficie de la aleación Ti15Mo (control) y de las muestras con la superficie modificada y tratadas a diferentes temperaturas.....	107
Figura 91. Difractograma de rayos X de la aleación Ti-28Nb-4Sn sin anodización.	109
Figura 92. Micrografías de la superficie de la aleación Ti-28Nb-4Sn mostrando, a) Granos de la fase β y b) Agujas de la fase α	109
Figura 93. Ángulos de contacto de la superficie de la aleación Ti-28Nb-4Sn y de las muestras con la superficie modificadas con un voltaje fijo y tiempo variable.	110
Figura 94. Ángulos de contacto de la superficie de la aleación Ti-28Nb-4Sn y de las muestras con la superficie modificadas con un tiempo fijo y voltaje variable.	111
Figura 95. A) Microscopio de barrido TESCAN VEGA3, b) Análisis de las muestras en el microscopio.....	111

Figura 96. Vista superior de la superficie de la aleación de Ti-28Nb-4Sn anodizada con un voltaje fijo y tiempo variable.	112
Figura 97. Detalle de los nanotubos crecidos sobre la aleación de Ti-28Nb-4Sn anodizadas con un voltaje fijo y tiempo variable.	112
Figura 98. Vista superior de la superficie de la aleación de Ti-28Nb-4Sn anodizada con un tiempo fijo y voltaje variable.	113
Figura 99. Detalle de los nanotubos crecidos sobre la aleación de Ti-28Nb-4Sn anodizadas con un tiempo fijo y voltaje variable.	114
Figura 100. Relación entre ángulos de contacto, la variación de la altura para las muestras anodizadas (a) con un voltaje fijo (24V) y tiempo variable (b) con un tiempo fijo (24h) y voltaje variable.	115
Figura 101. Presencia de inhomogeneidades en la superficie de algunas muestras de la aleación de Ti-28Nb-4Sn anodizadas	116
Figura 102. Resultados del analisis estatico del soporte para cojinetes.	125
Figura 103. Resultados del analisis estatico del soporte para la micropipeta.	125
Figura 104. Resultados del analisis estatico de los soportes y la micropipeta.	126
Figura 105. Resultados del analisis estatico del soporte para motorreductores. .	126

RESUMEN

En este trabajo se realizó el diseño e implementación de un sistema automatizado de caracterización de propiedades de superficie en materiales metálicos considerando el ángulo de contacto, la mojabilidad y la energía de superficie. La medida de ángulo de contacto se realizó a partir del método de gota sésil, a través de procesamiento digital de imágenes usando lenguaje de programación Python en conjunto con la biblioteca OpenCV. Se implementaron filtros para obtener los bordes de la gota y crear su representación gráfica, la línea base y las tangentes a la curva, para finalmente calcular los ángulos de contacto entre el sólido y la gota depositada. El sistema implementado fue validado por comparación directa con medidas tomadas con un sistema comercial sobre la aleación Ti15Mo, con un error relativo menor del 10%, asociado a los grupos hidroxilo presentes resultado del proceso de anodización, que favorecen la formación de los enlaces de hidrógeno en la superficie haciendo que la interface solido-liquido tenga una alta actividad.

Para estudiar el comportamiento hidrofílico de las superficies, se implementó un sistema de anodización electroquímica capaz de generar nanoestructuras sobre aleaciones metálicas, en este caso específico, la aleación Ti-24Nb-4Sn con potencial aplicación como implante biomédico. De esta forma se crecieron nanotubos de TiO₂ sobre la superficie de la aleación las cuales presentaron un comportamiento hidrofílico, donde se evidenció que los parámetros de anodización afectan las propiedades de superficies, dado que al encontrarse un incremento de tamaño de los nanotubos con el voltaje y tiempo de anodización, el ángulo de contacto también se ve afectado, una vez que la rugosidad de la superficie cambia al existir cambios nanoestructurales en la superficie anodizada. Este estudio preliminar se espera que pueda favorecer la bioactividad y el crecimiento óseo en materiales para aplicaciones biomédicas llevando a la adhesión y proliferación celular, aspectos claves para el crecimiento óseo alrededor de un material implantado.

Palabras clave: Nanotecnología, Propiedades de superficie, Ángulo de contacto, Anodización electroquímica, Nanotubos, Oxido de titanio, Procesamiento de imágenes.

1 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

Desde hace unas décadas la nanociencia y la nanotecnología han sido foco de muchas de las investigaciones que se llevan a cabo en centros de investigación y universidades a nivel mundial. Colombia, no ha sido ajena a esta tendencia, una vez que, desde el ámbito político a nivel nacional, se generó el documento “Colombia2019”, en el cual se incluye la nanociencia y nanotecnología como una de las áreas estratégicas para el desarrollo del país (Visión Colombia 2019) [1] y que lleva a las nanociencias a hacer parte de las proyecciones del Gobierno Nacional para el año 2032 (Visión Colombia 2032) [2].

En este contexto, cabe definir entonces la nanociencia y la nanotecnología como el área enfocada en el estudio, diseño, creación, síntesis, manipulación y aplicación de materiales funcionales, donde convergen diversas ramas del conocimiento y que permiten desarrollar diversos dispositivos para distintos campos de aplicación. La importancia de esta área se basa a que en la escala nanométrica los materiales pueden adquirir o realzar propiedades diferentes a las que tienen a escala macroscópica.

El óxido de titanio TiO_2 , es un representante de la nanotecnología actual, el cual presenta mayor versatilidad y que es ampliamente explorado a nivel macro y nanométrico, pues entre sus aplicaciones se incluyen la degradación de contaminantes, las celdas solares, la biomedicina, recubrimientos ópticos, fotocatalisis, producción de hidrógeno, sensores de gas, protectores de corrosión, sistemas de auto-limpieza, entre otros [3],[4]. En escala nanométrica las propiedades de este material pueden llegar a ser más interesantes o destacadas, por lo que aún existe un gran interés desde el punto de vista científico y tecnológico, especialmente cuando se presentan en morfologías tales como nanotubos y nanofibras [5].

Los métodos para la obtención de estas morfologías usan, tanto rutas químicas como físicas, los cuales varían en complejidad por el montaje experimental para la síntesis, la pureza, disponibilidad y costo de los reactivos, entre otras características, siendo destacados, los métodos de sol-gel, electrodeposición, síntesis hidrotermal y anodización electroquímica [6].

Entre estos, uno de los métodos más prácticos y sencillos, en relación a montaje experimental, es la anodización electroquímica, a través de la cual es posible formar nanotubos de TiO_2 altamente ordenados sobre un substrato de titanio, teniendo la posibilidad de controlar algunas características morfológicas (geométricas) de estos por medio de ajustes en la corriente y tensión aplicada durante el proceso, lo cual

puede llevar a la modificación de sus propiedades de superficie útiles para alguna aplicación en particular [6],[7].

Sin embargo, actualmente es necesario involucrar en Unicomfauca el desarrollo de nanotecnología y propender por el desarrollo de infraestructura para la síntesis de este tipo de materiales.

Frente a lo expuesto previamente y enlazado a la pregunta, ¿Como el Programa de Ingeniería Mecatrónica de Unicomfauca puede contribuir, desde el área de Materiales de Ingeniería, para alinearse con los objetivos científicos y tecnológicos del país, los cuales buscan la inclusión de la nanociencia y la nanotecnología como base del desarrollo local?, este proyecto busca dar inicio a los procesos de investigación en nanomateriales con el objetivo de afianzar la línea de investigación en Materiales de Ingeniería e intentar dar aplicaciones que se puedan implementar a nivel local.

Así, es planteado el estudio de las propiedades superficiales y de volumen del óxido de titanio nanoestructurado obtenido a través de anodización electrolítica. Para esto, se implementará el sistema de anodización para la síntesis de las nanoestructuras y se desarrollará un equipo automatizado para evaluar las propiedades de superficie de las mismas, a fin de obtener desarrollos tanto en nanociencia y nanotecnología como en instrumentación científica de bajo costo.

2 JUSTIFICACIÓN

En la actualidad comúnmente se habla de las tecnologías disruptivas, las cuales han adquirido una amplia relevancia en los más recientes desarrollos tecnológicos. Generalmente, estas son asumidas como nuevas tecnologías, sin embargo, pueden abarcar también tecnologías antiguas o tecnologías controversiales que aún no han adquirido un completo desarrollo o las cuales poseen un amplio espectro de aplicación. Así, dentro de estas se pueden mencionar, la inteligencia artificial, el internet de las cosas, la robótica, la manufactura aditiva, y la nanotecnología.

En este sentido, estudios científicos sobre nanociencia y nanotecnología, registrados en la base de datos de SCOPUS, muestra que estos son generalmente dominados por las grandes potencias mundiales como puede ser observado a partir de la Figura 1, siendo Brasil el único país latinoamericano presente en esta lista con un total de 640 publicaciones.

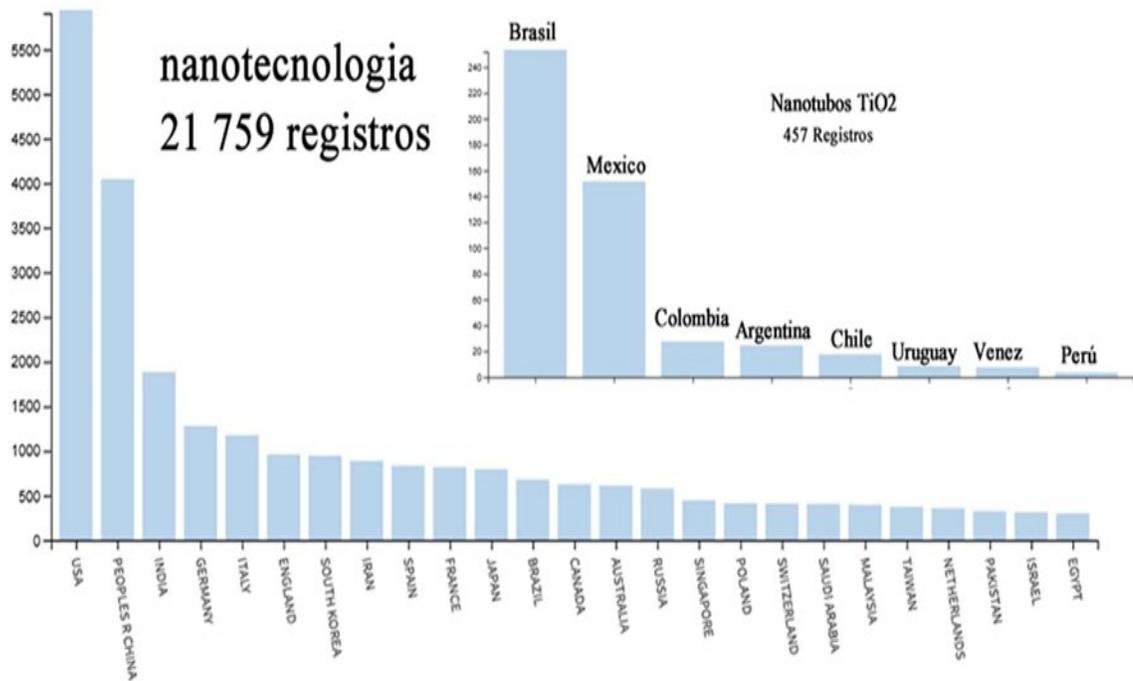


Figura 1. Análisis bibliométrico de nanotecnología en el mundo y nanotubos de TiO₂

Por otro lado, es de conocimiento que la nanotecnología es considerada una área transversal y multidisciplinaria, esto como un esfuerzo mancomunado de grandes áreas de investigación, tales como, Química, Ciencia de Materiales, Física, Ingenierías, entre otras, de ahí su amplia gama de áreas de aplicación. Un caso específico de esto se basa en aplicaciones de nanoestructuras de óxido de titanio, tópico que a nivel latinoamericano es dominado por Brasil y México, siendo Colombia ubicado en tercer lugar con alrededor de 30 publicaciones, estas realizadas en cooperación internacional. De esta forma, es claro que existe la necesidad de abrir un campo de investigación en esta área para poder potencializar aplicaciones que puedan surgir como apoyo a las tecnologías actualmente utilizadas.

Por otro lado, desde este punto de vista local y dadas las condiciones actuales de déficit en relación a infraestructura para la síntesis y caracterización de este tipo de materiales al interior de Unicomfauca, el desarrollo de sistemas diseñados e implementados siguiendo la premisa “hágalo usted mismo” (do-it-yourself), los cuales generalmente son equipos altamente funcionales y de bajo costo, es posible contribuir al incremento de las investigaciones en el área de nanociencia y nanotecnología en Colombia y de esta forma lograr un acercamiento a posibles aplicaciones en el ámbito regional.

3 OBJETIVOS

3.1 OBJETIVO GENERAL

Construir un sistema para la caracterización superficial de materiales nanoestructurados a base de óxido de titanio obtenidos por anodización electroquímica.

3.2 OBJETIVOS ESPECIFICOS

Diseñar un sistema para la caracterización superficial de materiales basado en el método de gota sésil.

Diseñar un sistema para modificación de superficies a través de anodización electroquímica. Implementar los componentes software y hardware de los sistemas diseñados.

Validar el sistema de anodización a través del crecimiento de nanoestructuras a base de TiO_2 sobre substratos de aleaciones de titanio.

Validar el sistema de caracterización superficial en muestras sometidas a anodización electrolítica.

4 MARCO REFERENCIA

En el ámbito de la nanotecnología se definirán algunos conceptos básicos que guiarán el desarrollo de esta investigación hacia la síntesis y caracterización de nanoestructuras a base de óxido de titanio.

4.1 NANOTECNOLOGÍA

Nanotecnología se define como el estudio, diseño, creación, síntesis, manipulación y aplicación de materiales, aparatos y sistemas funcionales a través del control de la materia a nano escala. Cuando se manipula la materia a escala tan minúscula de átomos y moléculas, demuestra fenómenos y propiedades totalmente nuevas, por lo tanto, los científicos utilizan la nanotecnología para crear materiales, aparatos y sistemas novedosos, con propiedades únicas [8].

En este sentido la nanotecnología no hace referencia únicamente a la ingeniería de materiales, sino que se le considera una confluencia de varias áreas de conocimiento. La Nanotecnología se erigió como la modificación posible, a nivel atómico, de prácticamente cualquier material, orgánico o inerte, y esto supuso un alto dominio de la física de partículas y la química cuántica [9]. Sin embargo, también se adhiere al conjunto de estudios, diseños, técnicas y métodos empleados en el procesamiento de materiales a escala atómica y molecular con el fin de obtener productos con propiedades especiales, tanto físicas como químicas, con respecto a los productos convencionales [10], [11].

La Figura 2, presenta lo que sería un mapa conceptual de nanotecnología, donde se identifican diversas características que envuelve esta área del conocimiento.

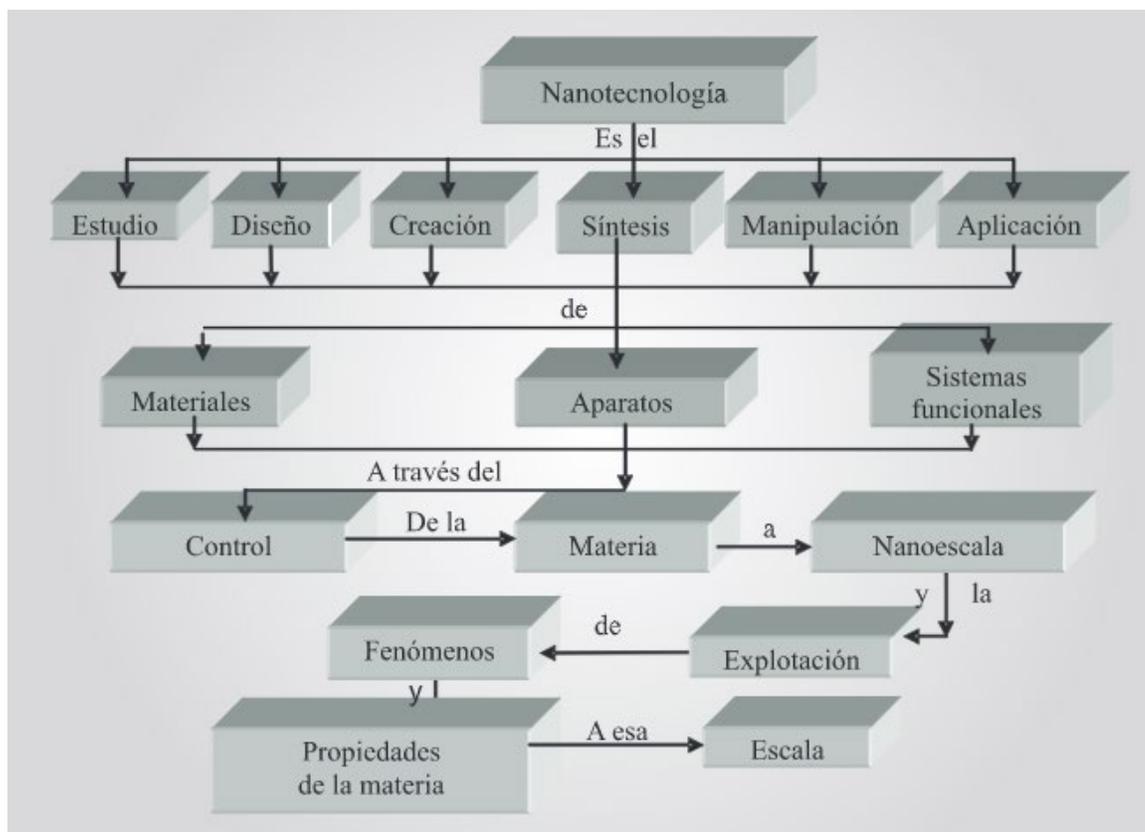


Figura 2. Mapa conceptual definición de nanotecnología [8].

4.2 NANOMATERIALES

Son considerados una nueva clase de materiales, ya sea del tipo cerámicos, metales, semiconductores, polímeros o una combinación de estos (composites) y se destacan particularmente ya que al menos una de sus dimensiones se encuentra

entre 1 y 100nm. En los nanomateriales debido a su tamaño reducido, las propiedades se ven modificadas y difieren en relación al mismo material con dimensiones volumétricas mayores [8].

La Agencia del Medioambiente en los Estados Unidos (EPA) ha desarrollado una serie de clasificaciones de los nanomateriales actuales, basados en carbono, en metal y en dendímetros y también en base a sus dimensiones, las cuales se especifican a seguir [8]:

Clasificación de los nanomateriales [8]:

Basados en carbono: son los que están formados con un gran porcentaje de carbono, y suelen adoptar formas como esferas huecas, elipsoides o tubos.

Basados en metal: son aquellos nanomateriales que incluyen puntos cuánticos, nanopartículas de oro y plata, y óxidos metálicos, tal como el dióxido de titanio.

Dendímetros: estos nanomateriales tienen la característica de ser polímeros contruidos a partir de unidades ramificadas.

Clasificación de acuerdo al número de dimensiones que se encuentren en el régimen nanométrico [8]:

- ❖ Nanomateriales de dimensión cero, las tres dimensiones se encuentran en régimen nanométrico (<100nm), entre ellas están las nanopartículas.
- ❖ De una dimensión, teniendo una longitud variable, conservan una dimensión en el rango nanométrico, como es el caso de nanoalambres y nanotubos.
- ❖ De dos dimensiones con áreas de tamaño indefinido, mantienen su espesor de <100 nm como en el caso de películas delgadas.
- ❖ De tres dimensiones donde los sólidos tridimensionales están formados por unidades nanométricas.

La Figura 3 muestra representaciones esquemáticas de la clasificación dimensional.

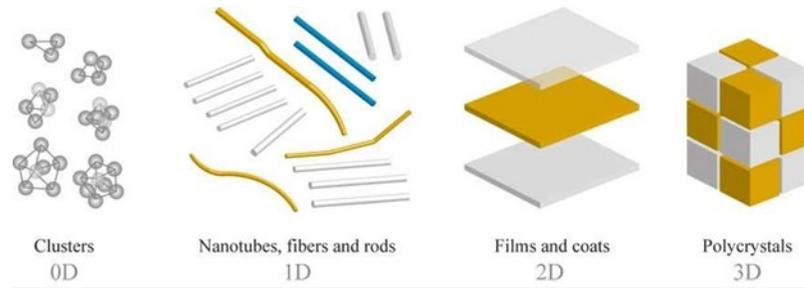


Figura 3. Representación gráfica de la clasificación dimensional de los nanomateriales [12].

4.3 ÓXIDO DE TITANIO

Titanio

El titanio es uno de los elementos más abundantes en la corteza terrestre y al mismo tiempo el cuarto elemento metálico más abundante. Sin embargo, éste no puede encontrarse de forma natural ni en estado puro ni en cantidades muy grandes. Por este motivo los costos de extracción y procesamiento hacen que su precio sea muy elevado [13].

Propiedades Básicas

Las propiedades más relevantes del titanio son [13]:

- ❖ Alta resistencia a la corrosión: esto lo convierte en un material ideal en la industria aeroespacial, química y el área biomédica.
- ❖ Baja densidad: La división entre metales pesados ligeros se encuentra en los 5 g/cm³ siendo la densidad del titanio elemental 4,5 g/cm³, lo que lo sitúa como el metal más pesado dentro de los metales más ligeros, sin embargo, se destaca su razón resistencia/peso.
- ❖ Alta resistencia específica: Posee la segunda resistencia específica más alta.

Tabla 1. Propiedades del Titanio [13].

Número atómico	22
Peso atómico	47.90
Volumen atómico	10,6 cm ³ /mol
Radio covalente	1,32 Å = 0,132 nm
Densidad	4,51g/cm ³
Punto de fusión	1668 ± 10 °C
Punto de ebullición	3260°C
Calor específico	522 J/kgK
Conductividad térmica	11,44 W/mK
Calor latente de fusión	440 kJ/kg
Calor latente de vaporización	9,83 MJ/kg
Dureza	100 HV
Resistencia a tracción	240 MPa
Módulo de elasticidad	115 GPa - 120 GPa
Coefficiente de Poisson	0,33 - 0,361
Coefficiente de expansión térmica	8,41 · 10 ⁻⁶ °C ⁻¹
Conductividad eléctrica	3% IACS * (donde Cu=100% IACS*)
Resistividad eléctrica	420 nm

El óxido de titanio (TiO₂), es la forma de óxido más común a ser encontrada, la formación de este óxido sobre la superficie de hojas de titanio puro o aleaciones ha llamado mucho la atención, ya que posee una gran variedad de propiedades funcionales, de aquí que se han identificado diversas aplicaciones. La eficiencia de los dispositivos hechos con TiO₂ depende de su tamaño y su área superficial, por lo tanto, el estudio del procedimiento experimental en el crecimiento auto-organizado de nanoestructuras de óxido de titanio sobre hojas de titanio es de gran importancia en la definición y obtención de estas características.

El TiO₂ en forma de nanoalambres, nanotubos, y estructuras nanoporosas es deseable por su alta relación superficie-volumen, por su alta actividad superficial y su gran sensibilidad. Los nanotubos y las nanofibras de óxido de titanio se han desarrollado usando diferentes técnicas tales como sol-gel, electrodeposición y anodización electroquímica.

De estos métodos, la anodización electroquímica se destaca por ser un método versátil para modificar la estructura superficial de un metal de alta pureza en la obtención de estructuras nanoporosas o nanotubulares. Zwillling et al. (1999), emplearon este método para la fabricación de óxido de titanio nanoporoso, y desde

entonces, el proceso de fabricación y el posible mecanismo de crecimiento han sido investigado muy ampliamente [4].

La eficiencia de los dispositivos hechos con dióxido de titanio (TiO_2) depende de su tamaño y su área superficial auto-organizada, por lo que el estudio de métodos de fabricación económicos para obtener crecimientos auto-organizados de nanoestructuras de TiO_2 sobre hojas de titanio es de gran importancia en la definición y obtención de estas características. Estas nanoestructuras tienen una amplia gama de propiedades funcionales de interés en aplicaciones ópticas, eléctricas y químicas (incluyendo biocompatibilidad). La naturaleza auto-organizada del TiO_2 conduce a una mejora significativa del rendimiento cuántico cuando se utiliza en fotoelectroquímica, fotocatalisis y celdas solares sensibilizadas por colorante, también mejora la eficiencia de dispositivos electrocrómicos y de sensores magnéticos en almacenamiento de datos y de información [14]. En el caso de aplicaciones biomédicas es de resaltar la capacidad de mejora en adhesión, proliferación y diferenciación celular en dispositivos implantables.

El titanio y sus aleaciones pueden ser anodizadas en soluciones ácidas o básicas bajo condiciones potencioestáticas. La anodización electroquímica generalmente es el método más útil para modificar la estructura superficial de algunos metales entre ellos Ti, Al, Cu, Sn, Zn por mencionar sólo algunos, obteniendo estructuras nanoporosas o nanotubulares altamente orientadas [14].

El TiO_2 por sí sólo en dos de sus formas polimórficas (anatasa y rutilo) tiene gran capacidad de trabajar como fotodegradador y en aplicaciones ópticas bajo incidencia de luz ultravioleta debido a que posee una banda prohibida de 3,2 eV y 3,0 eV respectivamente, que correspondientes en el espectro electromagnético de 385 nm y 405 nm del espectro inicial de luz visible. Esa banda prohibida puede ser modificada hacia la luz visible y tener mejor eficiencia de trabajo, si este material es dopado, adquiriendo diferentes características ópticas y electrónicas en relación al dopante usado. En este sentido, existen tres formas básicas para dopar el TiO_2 , de manera catiónica, aniónica y por medio del co-dopaje catiónico-aniónico, siendo la última de poco estudio [15].

De forma general este tipo dopajes pueden alterar la estructura de bandas del óxido de titanio modificando sus propiedades ópticas y de óxido reducción, lo que se ve reflejado en aplicaciones fotocatalíticas.

4.3.1 Aplicaciones del óxido de Titanio

El óxido de titanio tiene aplicaciones en sensores de gas, como dispositivos en la conversión de energía solar (fototérmica y fotovoltaica), en opto-electrónica, en la generación de hidrógeno mediante energía solar y en fotocátalisis [4].

Los campos aplicativos son muy amplios, entre los cuales se encuentran principalmente las industrias aeronáuticas y aeroespaciales, ya que se utiliza el titanio puro o algunas de sus aleaciones, sin embargo, hay otras industrias que también demandan este material, tales como: la industria química, la deportiva, la energética, la arquitectura y la médica [13].

De entre sus posibles estructuras, la anatasa, ha sido ampliamente estudiada debido a su aplicación en tratamiento de aguas y aire, donde se utiliza en fotocátalisis heterogénea, ya que el material presenta mayor actividad en la región del UV-Visible. Así que, la eficiencia de la anatasa, es susceptible de mejoras con un enfoque para aplicaciones fotocatalíticas [15].

Durante las últimas décadas el uso de los nanomateriales de TiO_2 ha sido un área fuerte de investigación, mostrándose que dichas aplicaciones se pueden categorizar en cuatro tipos según las propiedades del material. Sus propiedades ópticas, por ejemplo, permiten que sea un buen candidato para la protección UV, en tanto su propiedad fotocatalítica lo hace un material prometedor para la descomposición de contaminantes ambientales como el metanotiol (CH_3SH) un gas incoloro similar al de la col podrida, emitido por aguas y sólidos residuales. También por lo común es usado para control de bacterias, tales como la E. coli y las células tumorales en el cáncer. Por otro lado, las propiedades eléctricas le confieren las características de superhidrofilicidad o superhidrofobicidad por lo que pueden ser destinados para materiales de autolimpieza [16].

El TiO_2 es considerado anfotérico, muy estable químicamente, no tóxico (para el medio ambiente o los seres humanos), posee un fuerte poder oxidante y no es atacado por la mayoría de los agentes orgánicos e inorgánicos, además es un semiconductor sensible a la luz que absorbe radiación electromagnética cerca de la región ultravioleta-visible (UV) [16].

4.3.2 Estructuras

El óxido de titanio es un mineral que se encuentra de forma natural en tres estructuras o fases cristalinas conocidas como, anatasa, rutilo (ambas tetragonales) y brookita (romboédrica). La brookita y la anatasa son fases metaestables, mientras

que el rutilo es un material termodinámicamente estable y es la forma más común de TiO_2 que se encuentra en la naturaleza en forma de cristales macroscópicos. Sin embargo, la anatasa es la forma más estable en pequeños nanocristales de entre 10 a 20 nm [13].

A estas fases hay que añadir otras dos, el TiO_2 -II (ortorrómbico) y el TiO_2 -III (hexagonal), obtenidos de manera sintética en condiciones de muy alta presión y que presentan durezas muy elevadas [16]. En la Figura 4 y Tabla 2, presentan las tres estructuras típicas del óxido de titanio y algunos de sus parámetros estructurales junto con algunas aplicaciones.

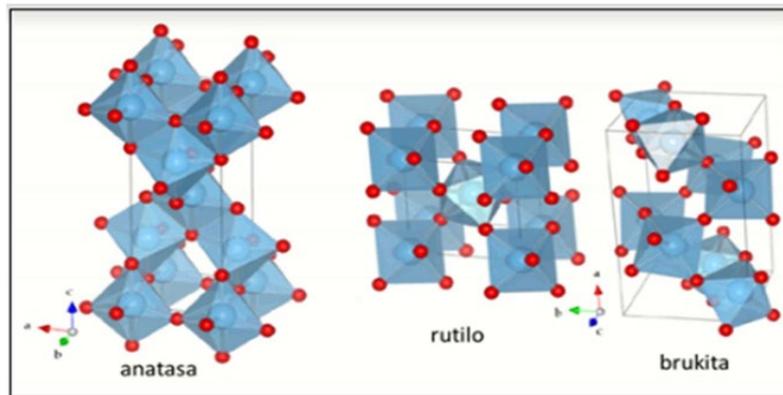


Figura 4. Estructuras típicas de dióxido de titanio [17].

Tabla 2. Parámetros estructurales y aplicaciones de las fases del TiO_2 [18].

Fase	$\beta\text{-TiO}_2$	Brookita	Anatasa	Rutilo
Estructura cristalina	Monoclínica	Ortorrómbica	Tetragonal centrada en el cuerpo	Tetragonal simple
Parámetros reticulares (Å)	a=12.16300 b=3.73500 c=6.51300	a=5.45580 b=9.18190 c=5.14290	a=3.77700 c=9.50100	a=4.59300 c=2.96100
Temperatura de estabilidad (°C)	<500°C	<400°C	300-700°C	500-1200°C
Aplicaciones		Microelectrónica	Fotocatálisis	Pigmentos
			Bactericida	Catalizador
			Celdas solares	Joyería
			Aislante y dieléctrico	

4.3.2.1 Estructura Rutilo

La estructura cristalina del rutilo se describe comúnmente mediante cadenas de octaedros donde el átomo de titanio (catión) se localiza en el centro de la celda unitaria y está rodeado por seis átomos de oxígeno (aniones). En el rutilo, cada octaedro está en contacto con 10 octaedros vecinos, dos compartiendo las caras de los pares de oxígeno y ocho compartiendo las esquinas de los átomos de oxígeno. Tiene seis átomos por celda unitaria y todos los átomos de los mismos elementos son equivalentes por simetrías en las esquinas de un octaedro distorsionado (Figura 5) [19].

La anatasa y el rutilo tienen estructuras tetragonales formando cadenas de octaedros, donde el ión Ti^{4+} es rodeado por un octaedro de seis iones de O^{2-} . El octaedro del rutilo no es regular mostrando una ligera distorsión de los octaedros dentro de la celda unitaria. Las distancias Ti-Ti en la fase Rutilo son de 0.357 nm y 0.296 nm; mientras que las distancias Ti-O son (0.1949 y 0.1980 nm) [20].

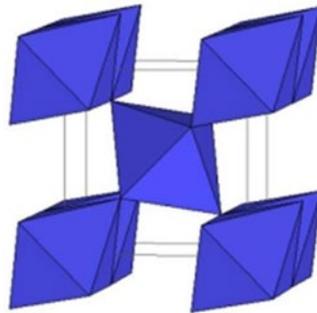


Figura 5. Estructura Rutilo [20].

4.3.2.2 Estructura Anatasa

La anatasa es la fase más usada en la catálisis heterogénea. De aquí que, es importante controlar la transición de fases en el dióxido de titanio. La fase rutilo es más estable en tamaño microscópico, mientras que la estructura de la anatasa es termodinámicamente más estable cuando el tamaño de cristal es menor a 14 nm. Por otro lado, las nanopartículas amorfas de óxido de titanio se transforman en anatasa, una vez que el cristal posee un tamaño superior a 2.5-3 nm. Además, se ha reportado que la transición anatasa-rutilo depende de los reactivos y condiciones de la síntesis, así como la forma y tamaño de las partículas [21].

El dióxido de titanio, especialmente en fase anatasa, es ampliamente utilizado como fotocatalizador por sus propiedades ópticas y electrónicas, bajo costo, estabilidad química y baja toxicidad [22].

En la anatasa la estructura tetragonal es formada por cadenas de octaedros, donde el ion Ti^{4+} es rodeado por un octaedro de seis iones de O^{2-} (Figura 6). El octaedro en la fase anatasa es significativamente más distorsionado en comparación con el de la fase rutilo. Las distancias Ti-Ti en la fase anatasa son de 0.379 nm y 0.304 nm; mientras que las distancias Ti-O son menores en la fase anatasa (0.1934 y 0.1980 nm) [20].

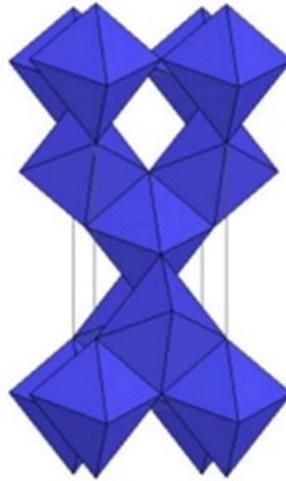


Figura 6. Estructura Anatasa [20].

4.3.2.3 Estructura Brookita

La estructura brookita se organiza con octaedros distorsionados y es más inestable que las estructuras anatasa y rutilo. La fase brookita, tiene estructura cristalina ortorrómbica donde los octaedros TiO_6 comparten tres aristas (Figura 7). La anatasa y la brookita se convierten en rutilo a temperaturas de 400°C a 500°C [20].

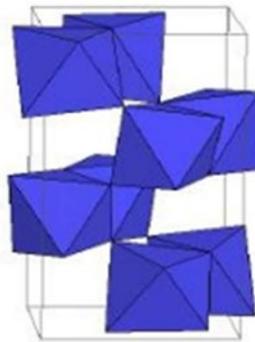


Figura 7. Estructura Brookita [18].

4.3.3 Nanoestructuras de TiO_2

Los nanomateriales basados en TiO_2 presentan prometedoras aplicaciones en áreas emergentes, tales como: aprovechamiento de la energía solar para la producción de hidrógeno a partir de agua; mejora de las propiedades superficiales de implantes biomédicos; aceleración de la degradación fotocatalítica de contaminantes, entre otros. En este sentido, las nanoestructuras de TiO_2 pueden tomar diferentes formas, según el proceso de síntesis utilizado, como previamente mencionado se tienen morfologías 0D (clusters y nanopartículas), 1D (fibras porosas: nanoalambres, nanotubos), 2D (films porosos y solidos) y 3D (estructuras jerárquicas). La Figura 8 muestra esquemas de diferentes morfologías de nanoestructuras de TiO_2 y su correspondiente micrografía electrónica [23].

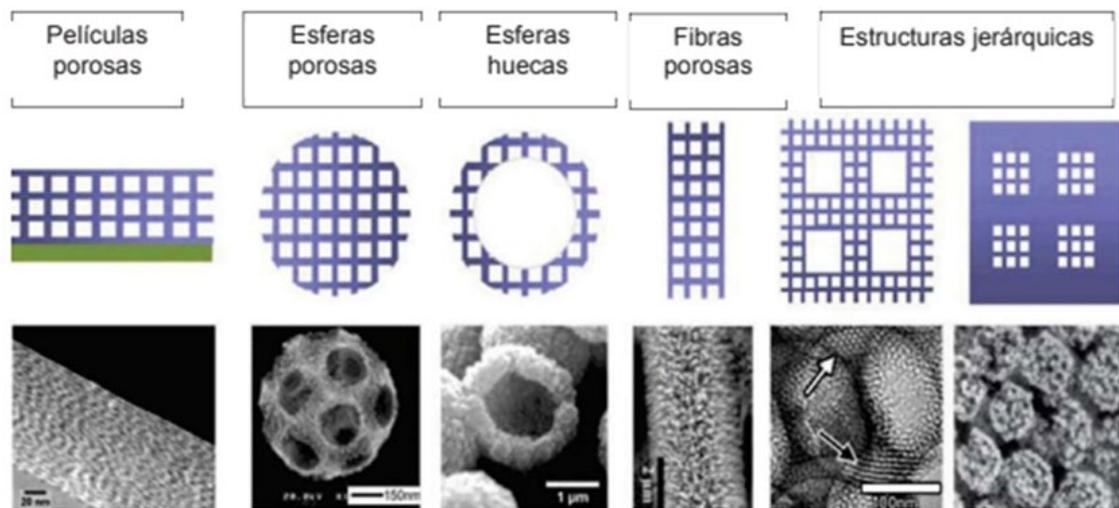


Figura 8. Morfologías de diferentes nanoestructuras de TiO_2 [23].

El actual interés en nanoestructuras unidimensionales inició con la síntesis de nanotubos (NTs) de carbono por lijima (1991). Particularmente, los NTs de TiO_2 son altamente atractivos por la combinación de parámetros como: material, direccionalidad y cualidades mejoradas (respecto al bulk) lo que resulta en: alta área superficial específica, facilidad de transporte de cargas (baja recombinación de electrones y huecos) y actividad fotocatalítica [23].

Para emplear eficientemente los NTs de TiO_2 en diferentes aplicaciones como en la construcción de celdas solares, dispositivos electroluminiscentes, sensores químicos y fotodegradación de contaminantes, es necesario que se sinteticen sobre un sustrato y se orienten como arreglos ordenados, para lo cual, se han desarrollado métodos, tal como la anodización electroquímica. La Figura 9 presenta diferentes

morfologías de arreglos ordenados de NTs de TiO_2 , obtenidos bajo diferentes condiciones de síntesis [23].

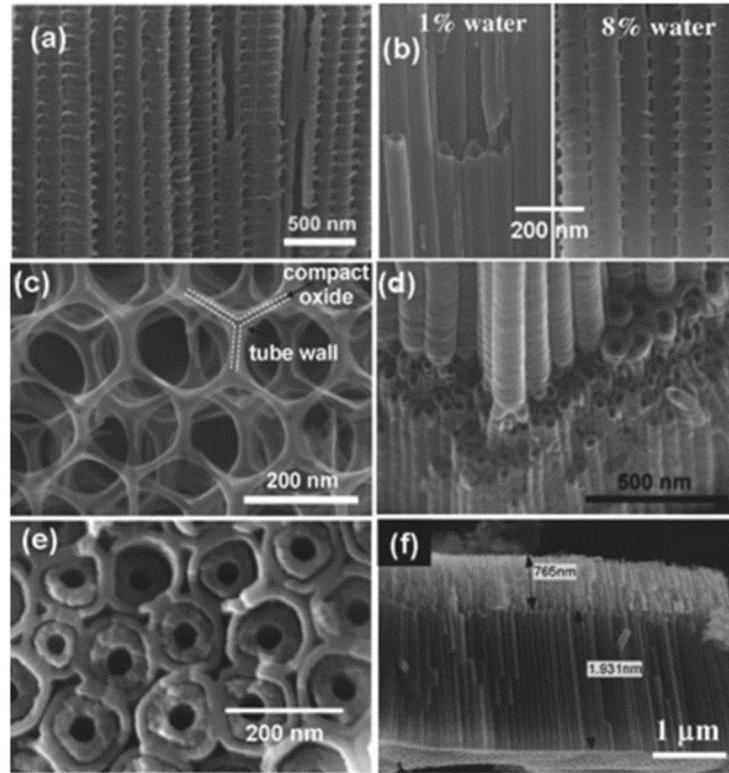


Figura 9. Morfologías avanzadas de nanotubos de TiO_2 : a) NTs tipo bambú, b) transición de la forma nanotubular de paredes suaves a tipo bambú, c) nanocordones, d) NTs ramificados, e) NTs de pared doble, f) tubos antipáticos de doble capa [23].

4.3.4 Nanotubos

Los nanotubos son estructuras cilíndricas asociadas a las propiedades de las Buckyballs primeramente presentadas por estructuras de carbono. Estos se componen de una o varias láminas de grafito u otro material en-rolladas sobre sí mismas [8]. Buckyball es una nano-estructura compuesta de 60 átomos de carbono (su nombre químico es C_{60}) estructurados en un espacio cerrado y perfectamente simétrico, tienen propiedades extraordinarias, especialmente como superconductores [24]. Algunos nanotubos están cerrados esferas medias de fullerenos y otros son de áreas abiertas [8], el origen de los términos “buckyball” y “fullerenos”, se remite al ingeniero y arquitecto Buckminster Fuller quien desarrolló un extenso trabajo sobre esferas geodésicas, fue por lo tanto la inspiración detrás de los nombres de estos compuestos de nanotecnología [24]. Existen nanotubos monocapa (un solo tubo) y multicapa (tubos al interior de otros). Los nanotubos de

una sola capa se llaman se denominan *single wall nanotubes* (SWNTS) y los de varias capas, *multiple wall nanotubes* (MWNT). Esta morfología se caracteriza por tener un diámetro de algunos nanómetros, sin embargo, su longitud puede ser de hasta un milímetro, de acuerdo a los parámetros de síntesis, por lo que dispone de una relación longitud diámetro elevada y lo que destaca sus propiedades [8].

Aunque el mecanismo de la formación de nanotubos de TiO_2 autoorganizados aún no está totalmente explicado. Taveira y su grupo de investigación [25] han identificado una secuencia de eventos en el mecanismo del crecimiento nanotubular, en los que se incluye el desarrollo de una morfología no uniforme, la ruptura de la capa barrera y la evolución de estructuras semejantes a la forma de tubos. En cuanto a los mecanismos de formación de estas nanoestructuras, el más aceptado propone la presencia de cuatro etapas [26]. En la primera etapa, se forma una capa de TiO_2 compacta sobre la interface metal-electrolito, lo cual produce un decremento en la densidad de corriente de corrosión debido a la baja conductividad del TiO_2 . En la segunda etapa, el TiO_2 se empieza a romper o agrietar en forma localizada debido al efecto de disolución que provoca el electrolito, y la densidad de corriente de corrosión empieza a incrementarse. Durante la tercera etapa, comienza la formación de poros y la densidad de corriente permanece constante; la formación de poros y la disolución del TiO_2 son procesos en competencia que tienden a un estado estable. Durante la cuarta etapa, la velocidad de disolución es mayor que la velocidad de formación de poros, de tal modo que la estructura nanoporosa se consume y la corriente de corrosión disminuye [14].

4.3.4.1 Aplicaciones de los nanotubos de óxido de titanio

Las características intrínsecas de los nanotubos de óxido de titanio, tales como, estructura de núcleo hueco, elevada área superficial específica, poros interiores estrechos y actividad fotocatalítica los vuelve atractivos para aplicaciones en diversas áreas emergentes tales como, medicina, energía, biotecnología, entre otras, tal como se muestra en la Figura 10.

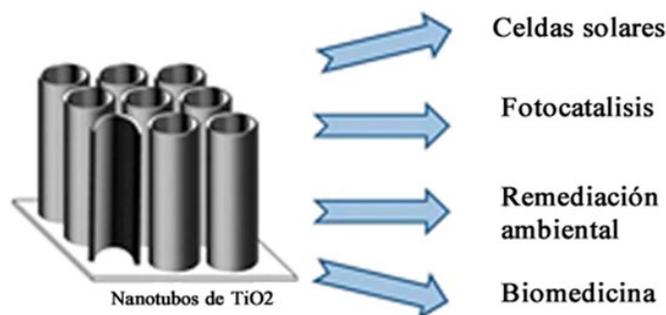


Figura 10. Aplicaciones de los nanotubos de TiO_2 [27].

4.3.4.2 Obtención de nanotubos

En la Figura 11, se presentan algunas de las técnicas de síntesis más representativas para la obtención de nanotubos de TiO_2 con algunas de sus características principales.

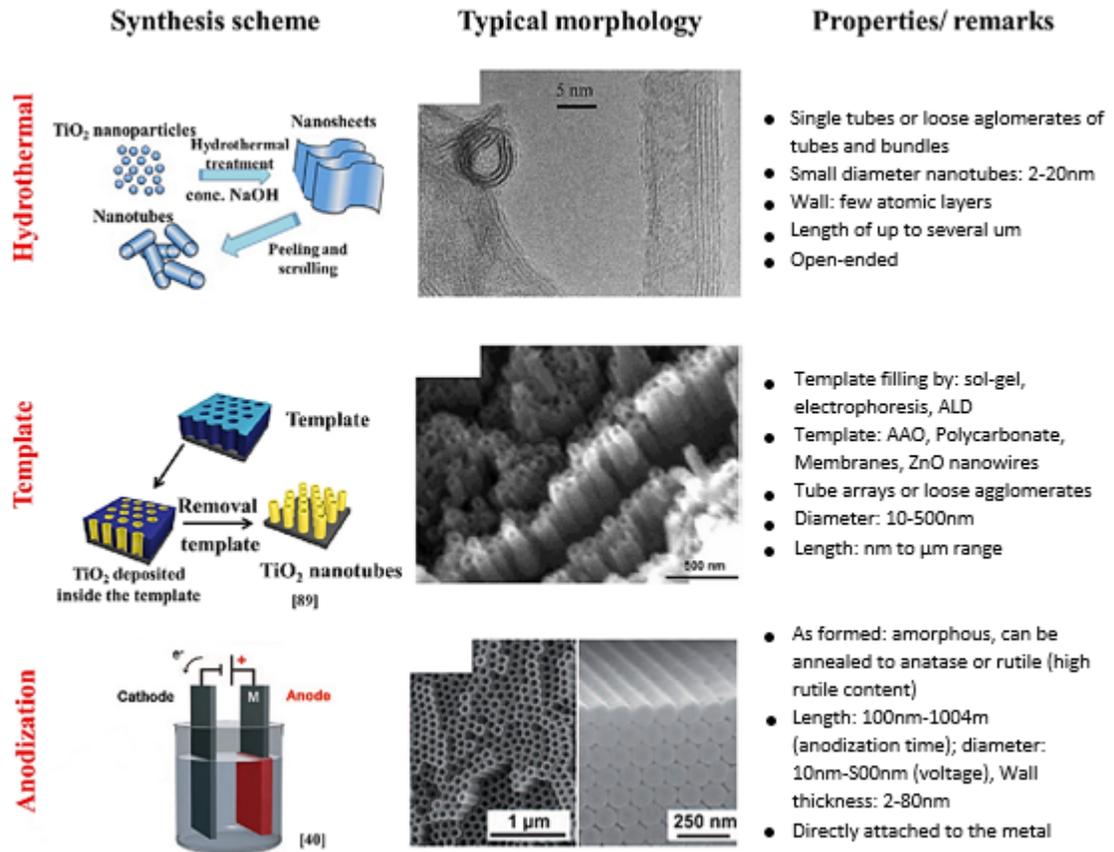


Figura 11. Técnicas para la síntesis de nanotubos de TiO_2 [28].

El método hidrotérmico consiste, en el tratamiento de hojas de Ti o de nanopartículas de TiO_2 en un recipiente cerrado con una disolución alcalina altamente concentrada (5 - 10 M NaOH) para obtener una capa de NTs o nanopartículas dispersas de distribución desordenada. En el caso del *template* se usa una máscara en forma de nanotubos sobre la cual es depositado el TiO_2 formándose aglomerados de nanotubos de TiO_2 [23]. Algunas características de estas técnicas, tales como el uso de reactivos de alta pureza y su costo, así como su arreglo aleatorio, hace que la anodización electroquímica por ser una técnica más versátil, se destaque frente a estas técnicas.

La anodización electroquímica, también conocida como oxidación anódica, es el proceso de formación de un óxido en la superficie de un metal bajo la aplicación de una diferencia de potencial eléctrico a través de una celda electroquímica que consta de dos electrodos: el de trabajo o ánodo, que está constituido por el metal de interés y el contraelectrodo o cátodo, en presencia de un electrolito. Esta oxidación puede efectuarse bajo voltaje o intensidad de corriente constante. De esta manera, es posible obtener capas de óxido de diferentes características de acuerdo con el electrolito y con los parámetros particulares de anodización; lo que se presenta como un método simple y conveniente para la fabricación de capas uniformes de nanoestructuras verticalmente auto-ordenadas [23].

El mecanismo de crecimiento y formación de los NTs de TiO_2 en la superficie del Ti está gobernado por la competencia entre la reacción de formación anódica del óxido y la disolución del mismo como complejo de fluoruro.

La geometría de los nanotubos (longitud, diámetro, espesor de la pared) puede ser controlada por los parámetros de anodización, tales como, campo eléctrico, tiempo de anodización, temperatura de anodización y composición del electrolito. El proceso de formación de nanoporos por anodización electroquímica puede realizarse con una variedad de electrolitos, siendo una característica común la presencia de iones haluros, aunque los más comunes son los iones de flúor. En relación al potencial y tiempo de anodización, generalmente son aplicados voltajes entre 20V - 100 V y tiempos de anodización de más de 5 horas. Como sustratos son usados láminas de titanio o alguna de sus aleaciones con y sin pulido mecánico. La obtención de capas de nanoporos de TiO_2 de forma desordenada o de una capa de nanotubos de TiO_2 auto-organizados depende de los parámetros experimentales aplicados. En general, a altos potenciales ($> 20 \text{ V}$), el diámetro y la longitud del tubo dependen linealmente del potencial y el tiempo de anodización [14].

4.4 PROPIEDADES DE SUPERFICIE

Entre las características a ser destacadas después de un tratamiento de superficie, tal como la anodización electroquímica, se destacan la resistencia a corrosión, la mojabilidad y la energía de superficie. A seguir se describen algunos aspectos relevantes de estas últimas, ya que tienen un efecto directo en el desarrollo de esta investigación.

4.4.1 Mojabilidad

Para medir esta propiedad, se utiliza la coexistencia de tres fases durante el contacto de un líquido con una superficie, en este proceso, se enfrentan fuerzas de interface que definen el comportamiento del material, de esta forma esta

característica puede ser determinada a través de la medida del ángulo de contacto, donde se tratan relaciones entre las diversas fuerzas de tensión en la superficie.

Cuando se coloca una gota sobre una superficie, se encuentran en una delimitación entre tres fases, el vapor, el líquido y el sólido, en este punto, las tres fases en sus límites de interacción presentan fuerzas de tensión, representadas por γ_{LV} , γ_{LS} y γ_{SV} , que son las fuerzas de tensión entre las fases líquido-vapor, líquido-sólido y sólido-vapor respectivamente [22] como se puede observar en la Figura 12.

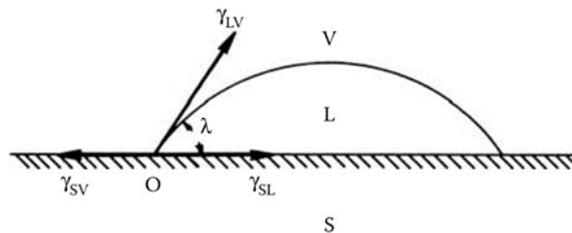


Figura 12. Ilustración de las fases y las fuerzas de tensión presentes en el límite de las tres interfaces. (Adaptado de [9]).

De aquí se denota la ecuación 1 (ecuación de Young), entre el ángulo de contacto y las fuerzas de tensión entre las fases. La aplicación de esta ecuación, requiere la hipótesis de que la superficie del sólido sea lisa, plana, homogénea, inerte, insoluble, no reactiva, no porosa y de calidad indeformable, condiciones que generalmente no se encuentran en los objetos de estudio [23].

$$\cos\lambda = \frac{\gamma_{sv} - \gamma_{sl}}{\gamma_{lv}} \quad (1)$$

Siguiendo este modelo, se puede encontrar 4 tipos de ángulo de contacto, incluyendo el de perfecta mojabilidad ($\lambda=0^\circ$), alta mojabilidad ($0^\circ < \lambda < 90^\circ$), baja mojabilidad ($90^\circ < \lambda < 180^\circ$) y perfecta no mojabilidad ($\lambda=180^\circ$) [29].

La medición del ángulo de contacto se realiza empleando un goniómetro, el cual se describe según la Figura 13. En esta se presenta la cámara como sistema de adquisición de la imagen del plano horizontal para el cálculo del ángulo de contacto, la luz de fondo que permite tomar la imagen para realizar la segmentación de la gota, la jeringa para realizar la deposición del líquido sobre la muestra.

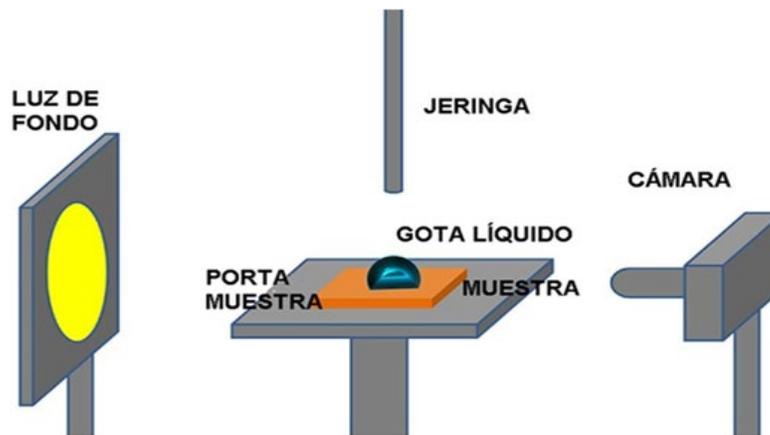


Figura 13. Esquemático de goniómetro.

De acuerdo al modelo ideal, el ángulo de contacto es único para cada superficie, en la práctica, existen dos valores diferentes para el ángulo de contacto, conocidos como ángulo de avance λ_a y el ángulo de retroceso λ_r , la diferencia entre estos ángulos es conocida como histéresis en el ángulo de contacto λ_h [30], ecuación 2. El valor de la histéresis es dependiente del tamaño molecular del líquido y del tiempo que permanecen en contacto.

$$\lambda_h = \lambda_a - \lambda_r \quad (2)$$

La medición de la histéresis del ángulo se realiza mientras se inserta la gota de líquido en el sólido, para el ángulo de avance, y cuando se retira el instrumento de inyección, ángulo de retroceso (Ver Figura 14). Cuando se realiza la deposición, las tensiones aumentan de la fase líquida a la fase de vapor, durante el retroceso ocurre el fenómeno contrario. Para realizar la medición del ángulo de avance y de retroceso se inclina la base donde se coloca el sólido, y los ángulos mínimo y máximo presentes durante la medición, representan los ángulos de avance y retroceso respectivamente.

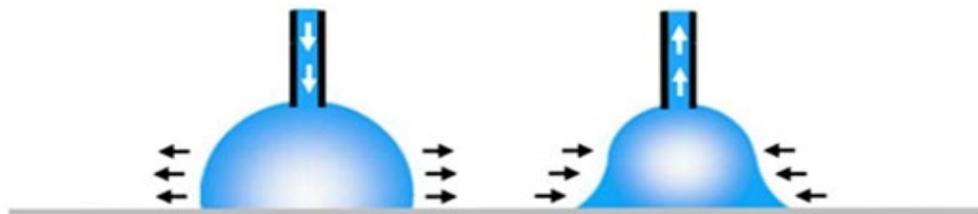


Figura 14. Ángulos de contacto de avance y retroceso (Adaptado de [23]).

4.4.2 Factores que influyen en el método de gota sésil

Entre algunos factores que influyen la medida de la mojabilidad, se encuentran la rugosidad del material, así como el perfil y el volumen de la gota.

En relación a la rugosidad es usual adiciona un factor de rugosidad. En donde se realiza una aproximación desde el punto de vista geométrico de las formas de rugosidades en la superficie del material, planteando factores de corrección para cada medida. Ya en el perfil de la gota, se analizan diferentes factores de la deformación de la gota, y se propone un factor de simetría para compensar los efectos de la heterogeneidad de la superficie.

Por otro lado, la cantidad de líquido depositado en la superficie, se convierte en un factor importante en la medición del método de gota sésil, el volumen de la gota debe estar comprendido entre los valores de 0.5 y 10 μl , para que la gravedad no ejerza mayores efectos en la forma de la gota. Para que las mediciones no se vean afectadas mayormente por el componente gravitacional, se recomienda el empleo de valores por debajo de los 3 μl , por otro lado, para el estudio de los materiales súper-hidrofóbicos se emplean valores de 5 μl .

4.4.3 Energía de superficie

Para determinar la energía superficial de un sólido, se miden los ángulos de contacto de los líquidos de prueba cuyas tensiones superficiales, incluidas sus partes dispersivas y polares, son conocidas. Estas partes dispersivas y polares se utilizan para calcular la tensión interfacial σ_{SL} entre el sólido. El modelo frecuentemente usado es del de Owens, Wendt, Rabel and Kaelble (OWRK) [31], que considera la media geométrica de las partes dispersiva y polar de la tensión superficial del líquido σ_L y de la energía superficial del sólido σ_S (ecuación 3):

$$\sigma_{SL} = \sigma_S + \sigma_L - 2\sqrt{\sigma_S^d \sigma_L^d} - 2\sqrt{\sigma_S^p \sigma_L^p} \quad (3)$$

Sustituyendo esta expresión en la ecuación de Young (ecuación 2), la parte polar y la parte dispersiva de la energía superficial del sólido se pueden determinar a partir de una regresión lineal, tal como se muestra en la Figura 15.

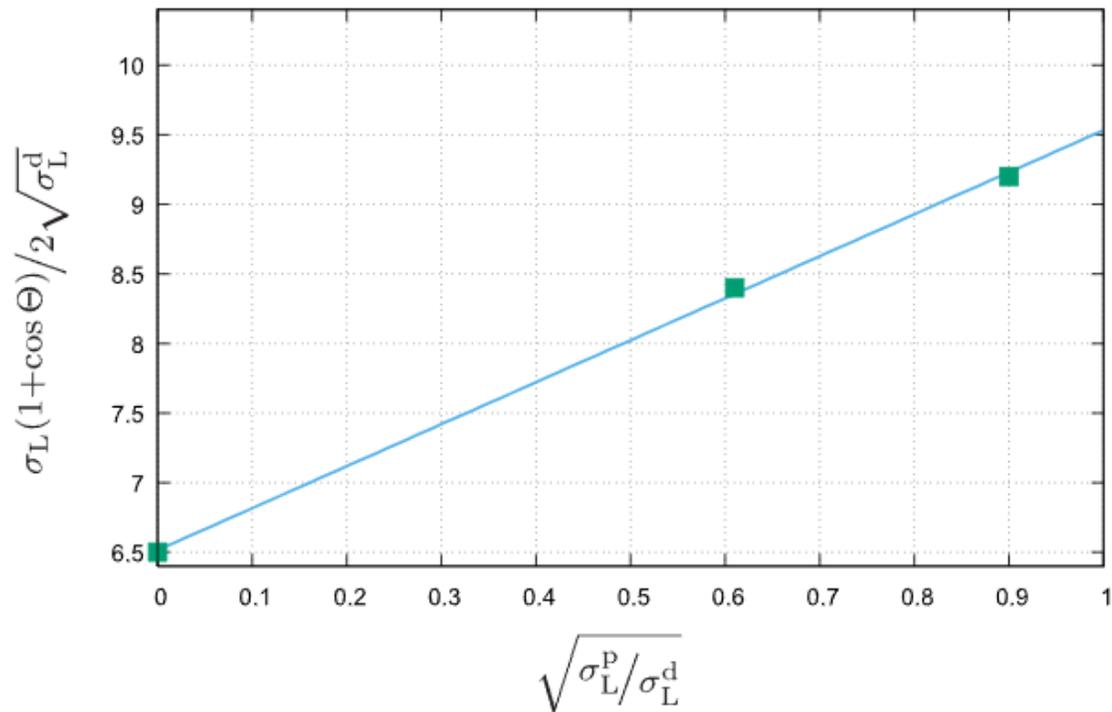


Figura 15. Regresión lineal para determinar la energía de superficie [31].

La regresión lineal requiere mediciones del ángulo de contacto con al menos dos líquidos de prueba diferentes. Sin embargo, como una línea de regresión basada en solo dos puntos no contiene información sobre la precisión del resultado, se recomiendan mediciones del ángulo de contacto con al menos tres líquidos de prueba para la determinación de la energía superficial de los sólidos.

5 METODOLOGÍA

El diseño e implementación del sistema está basado en las etapas básicas del diseño Mecatrónico VDI [32], donde de forma general, se parte de la investigación de las bases teóricas del proceso, especificaciones físicas y estructurales del diseño, con subsecuente definición e implementación de los componentes mecánicos y electrónicos. A seguir se programa el componente software y la interfaz de usuario que va a permitir el análisis y la visualización de los datos, para finalmente proceder con la validación del sistema usando aleaciones de titanio con superficie modificada por anodización electroquímica.

5.1 Sistema para medidas de superficie

ETAPA 1:

En esta etapa se realizó el levantamiento bibliográfico sobre las bases teóricas de las técnicas de caracterización de superficie de materiales, específicamente la técnica de gota sésil en estado estático y dinámico, a través de la consulta de libros, artículos científicos e investigaciones previas. Para así identificar especificaciones físicas y estructurales del montaje experimental que a seguir serán diseñadas usando una herramienta de diseño asistido por computador (CAD) y subsecuente montaje estructural del sistema.

ETAPA 2:

Basados en las bases teóricas de la técnica de gota sésil identificadas en la etapa anterior, se procedió al diseño e implementación de los componentes electrónicos y mecánicos del sistema. Esta etapa incluye el control de un motor de paso para controlar el volumen del líquido que será depositada sobre el material de estudio, bien como de un servomotor para ejecutar la inclinación de la plataforma que soporta el material para realizar los estudios en estado dinámico.

ETAPA 3:

Esta etapa incluye diversas fases: (i) la instrumentación y posicionamiento de los componentes ópticos necesarios para la toma de imágenes frontal y superior a fin de estudiar el comportamiento del líquido en función del tiempo; (ii) la adquisición y procesamiento de las imágenes vía software, lo cual incluye definir gráficamente la línea base, el contorno de líquido depositado y el ángulo formado con la superficie (material de estudio); (iii) la interfaz de usuario donde serán visualizados los resultados en forma de tablas o gráficos, lo que incluye la mojabilidad, ángulo de contacto y energía de superficie.

ETAPA 4:

En esta etapa se valida el sistema diseñado, para el cual se usarán una aleación de titanio sometida el cual tendrá previamente su superficie modificada por el método de anodización electroquímica.

5.2 Sistema de anodización electroquímica

Para la anodización electroquímica, será implementada una celda electroquímica básica como la mostrada en la Figura 16, la cual consta de un cátodo (platina) ánodo (aleación de titanio), fuente de alimentación y un medidor de corriente.

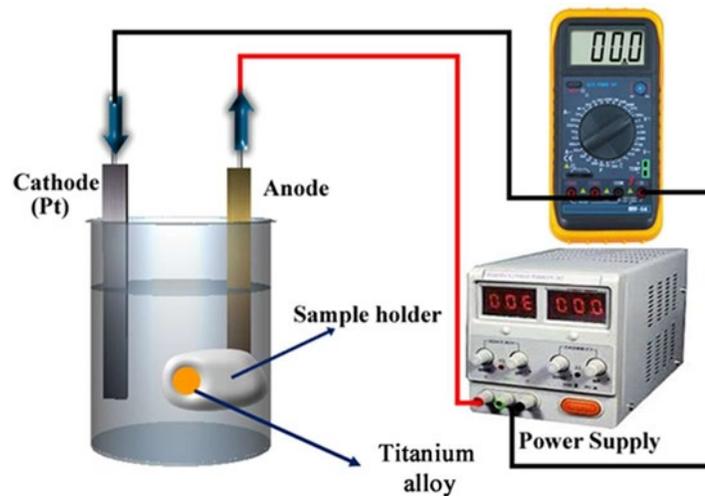


Figura 16. Sistema de anodización electroquímica.

En este sentido, se realizará una caracterización previa de la aleación por medio de técnicas de caracterización estructural tal como difracción de rayos-X. A seguir el material pasará por un proceso de limpieza de superficie con posterior modificación de superficie a través de anodización en la celda electroquímica, usando un electrolito que consta de $\text{NH}_4\text{F} + \text{Glicerol} + \text{H}_2\text{O}$. Aquí se variarán algunos de los parámetros de anodización, a fin de poder evaluar su efecto sobre la rugosidad y las propiedades de superficie.

De esta forma, es esperada tener una relación estructura-propiedades-aplicación del material y/o producto para validar su aplicación en determinadas condiciones, o tener una directriz que oriente sobre mejoras o innovación del mismo.

6 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

6.1 DISEÑO DEL SISTEMA

6.1.1 Bosquejo del sistema

Basados en la metodología de diseño mecatrónico, una vez, consideradas las características identificadas a partir de la revisión bibliográfica del método de gota sésil para medidas de propiedades de superficie, así como, el análisis de sistemas comerciales, (Comprobador de ángulo de contacto óptico LR-SDC-500, Instrumento de medición de ángulo de contacto de inclinación automático LR-SDC-350 y Drop Shape Analyzer DSA100B) [33][34], se realizó un bosquejo a mano alzada del prototipo (ver Figura 17).

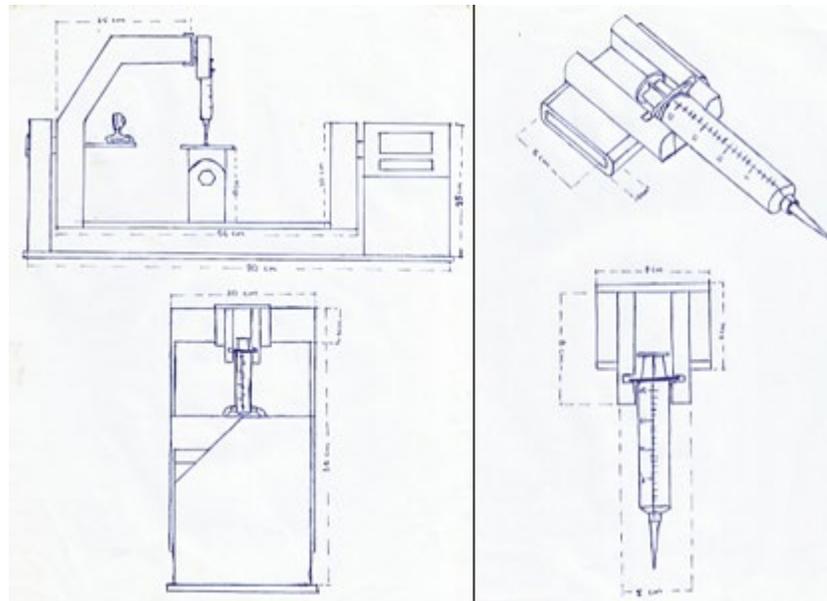


Figura 17. Bosquejo a mano alzada.

A seguir, se realizó, la virtualización del bosquejo por medio del software CAD Solidworks. Este diseño inicial es presentado en la Figura 18. Aquí se pueden identificar algunas partes esenciales del sistema tales como el mecanismo de pipeteo, que sirve para depositar la gota a la muestra, el subsistema para la adquisición de imágenes y el subsistema de la caja de control que tiene como objetivo la verificación de protocolos y funciones del sistema.

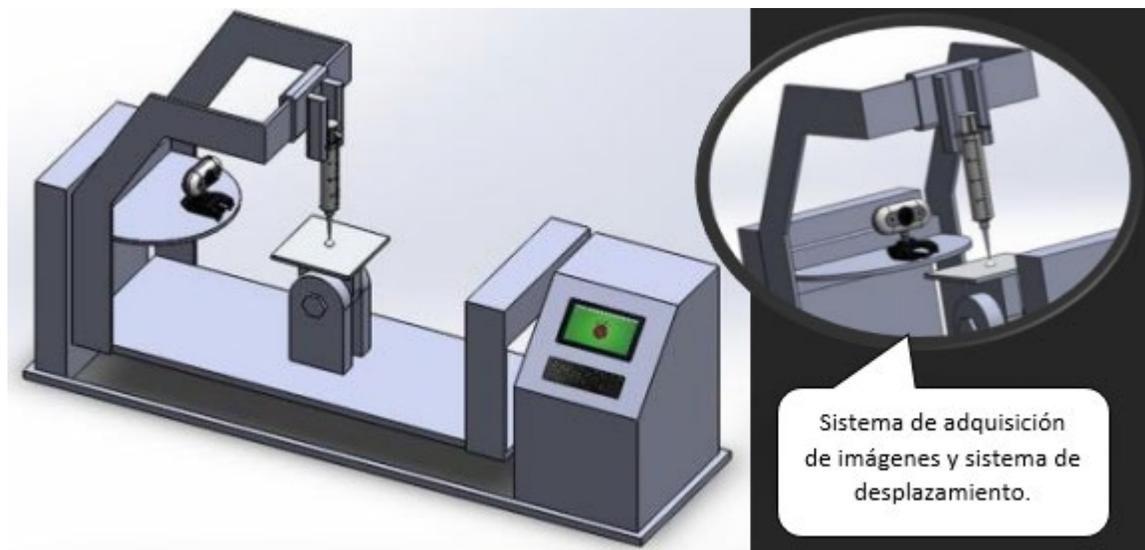


Figura 18. Diseño inicial ensamblado.

6.1.2 Montaje inicial para la adquisición de imágenes

Con el fin de realizar algunos test preliminares para los sistemas de adquisición de imágenes, así como del control del volumen del líquido a ser depositado, se realizó un montaje inicial, haciendo uso de una raspberry pi 3 modelo B, una pantalla de raspberry de 7 pulgadas, una cámara de 5 Mpx y una fuente de luz, tal como se muestra en la Figura 19.

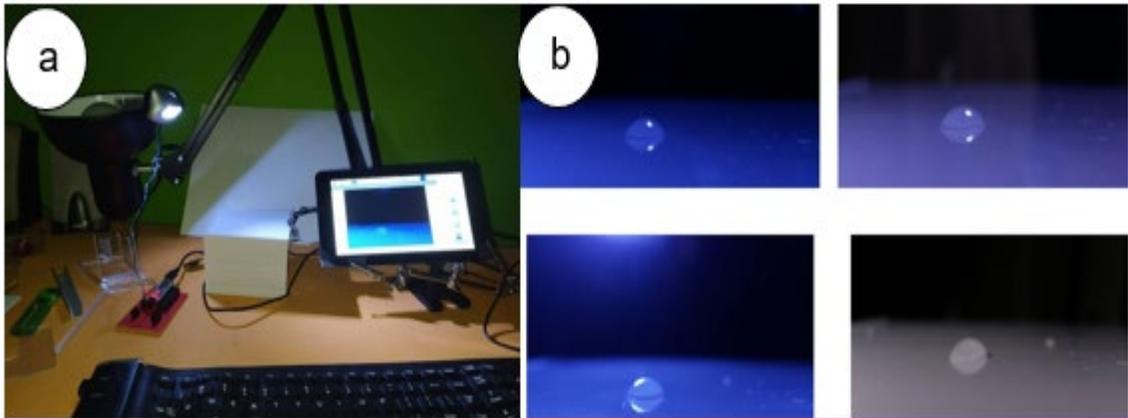


Figura 19.(a) Montaje inicial para test de adquisición de imágenes con deposición por gotero. (b) Resultados obtenidos de la adquisición de las imágenes.

6.1.3 Requerimientos previos para su construcción

De acuerdo al diseño previo (Figura 18), la revisión bibliográfica y los test preliminares se decidió que las medidas generales del sistema serian de aproximadamente, 500mm x 500mm x 300mm (Largo x Alto x Profundidad). Así, sería necesario un motor de un torque mayor de 0.7 N.m, para el pipeteo, un motor para desplazamiento de la plataforma de un torque mayor a 0.9 N.m, un motor para girar la plataforma con un torque mayor a 1.2 N.m y una micropipeta para depositar un volumen de líquido de 2.6 μ L. Una cámara para obtener con buena resolución la captura de la gota 2.6, lo cual está relacionado con la distancia focal.

Las tablas 3 a 6 presentan las principales características de algunos motores comerciales, para su posterior selección y ser usados durante el pipeteo, desplazamiento y giro de la plataforma, así como, las características de la cámara más accesibles.

Tabla 3. Características principales de los motores para pipeteo.

	Motorreductor 352	Nema 17
Torque	8 Kg.cm	4 kg.cm
Alimentación	12 VDC	12 VDC
Dimensiones	70 * 30 mm	42 * 42 * 34 mm
Costo	\$ 60.600	\$ 52.000

Tabla 4. Características principales de los motores para el desplazamiento de la plataforma.

	Motorreductor 160	Nema 17
Torque	16 Kg.cm	4 kg.cm
Alimentación	12 VDC	12 VDC
Dimensiones	70 * 30 mm	42 * 42 * 34 mm
Costo	\$ 60.200	\$ 52.000

Tabla 5. Características principales del motor para giro de la plataforma

	Motorreductor 12V	Motor paso a paso
Torque	13.66 Kg.cm (con caja reductora)	12.2 Kg.cm (sin caja reductora)
Alimentación	12 VDC	24 VDC
Dimensiones	36 * 35.5 mm	47.14 * 47.14 * 58.2 mm
Costo	\$ 50.000	\$ 111.000

Tabla 6. Características principales de la cámara

	Microscopio digital 1600X	RPI Camera V2.1
Resolución	2 Mpx	5 Mpx
Alimentación	5 VDC (puerto USB)	5 VDC
Captura de imágenes	1600 * 1200(2 m pixeles) 1280 * 960(1.3 m pixeles) 800 * 600 y 640 * 480	2592 * 1944 pixeles
Captura de video	640 * 480	1080p a 30 fps
Costo	\$ 85.000	\$ 136.800

De acuerdo con los anteriores requerimientos del sistema, se realizaron algunas modificaciones para el primer diseño presentado. Así, se realizó un diagrama en

bloques para detallar los mecanismos y subsistemas del sistema para medidas de propiedades de superficie, como se muestra en la Figura 20.

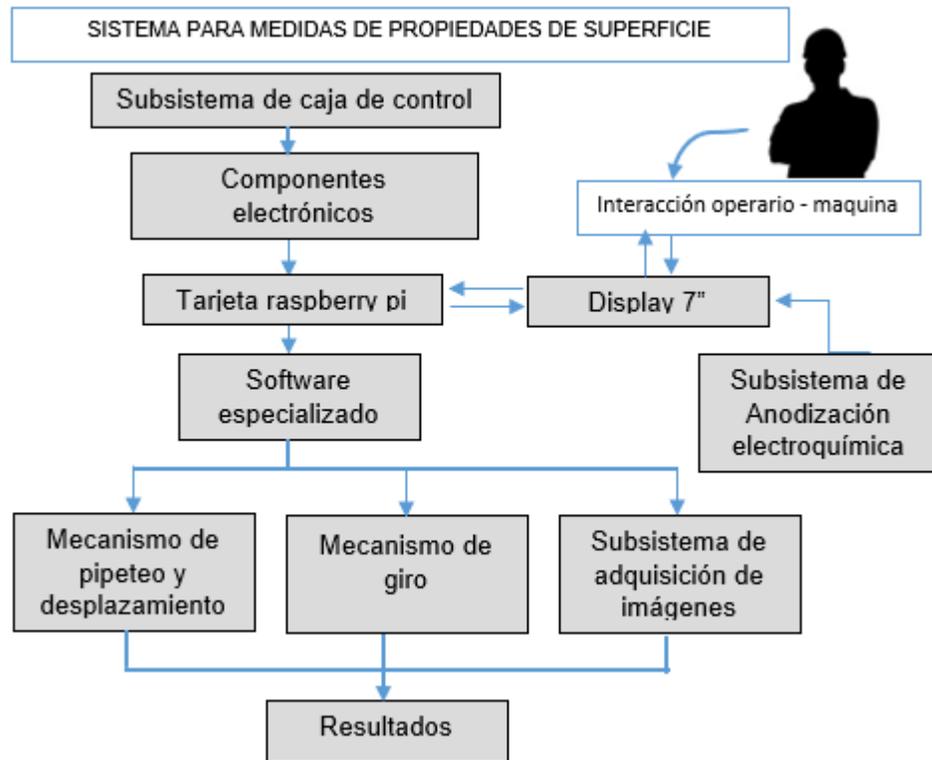


Figura 20. Diagrama en bloques del sistema.

6.1.4 Diseño de la estructura

Se parte del primer diseño, donde se modifica la estructura de acuerdo a los requerimientos y para darle una mejor presentación del sistema. Este diseño se realiza por medio del software Solidworks, el cual también permite hacer un análisis del diseño con las simulaciones de esfuerzos sobre la estructura diseñada, con el fin de verificar si la estructura y el material en el cual se va a realizar el sistema son los adecuados. Estos análisis permitieron realizar modificaciones para optimizar la estructura y obtener su versión final. Las Figuras 21 y 22 muestran los planos en 2d de la estructura.

En la Figura 21 se muestra la estructura donde están el mecanismo de pipeteo y desplazamiento y el subsistema de adquisición de imágenes, lo que conforma el mecanismo de giro, permitiendo así realizar un giro de 90 grados de esta estructura.

En la Figura 22 se muestra la estructura base donde está contenida la estructura anterior del giro y la caja de control, además de otros componentes que se detallan más adelante en cada mecanismo y subsistema.

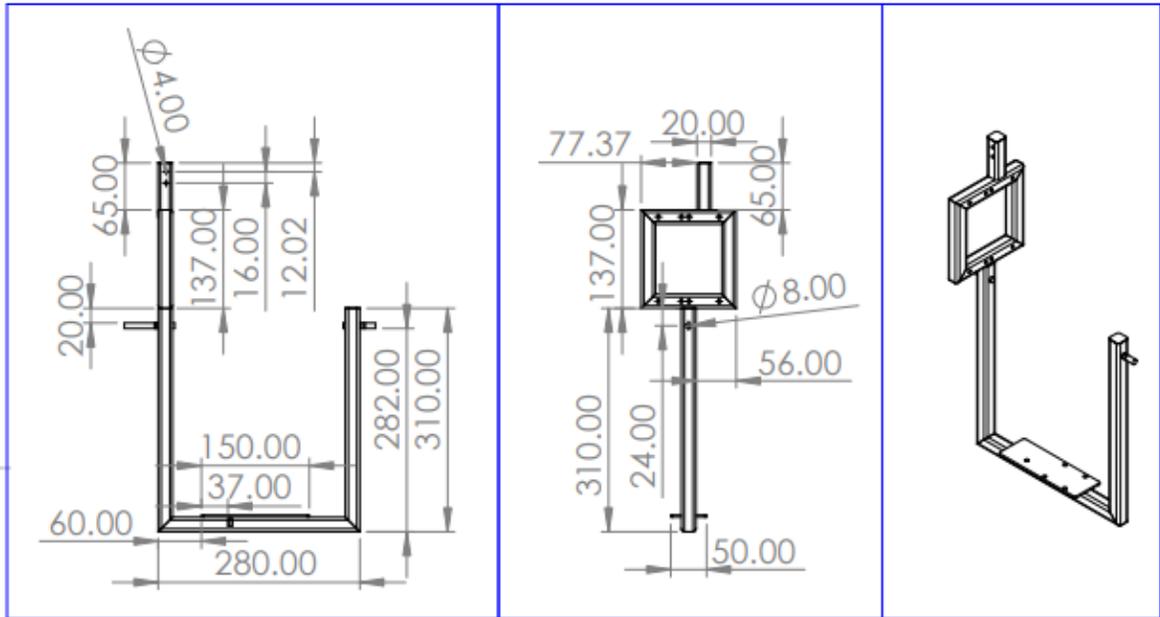


Figura 21. Estructura giratoria.

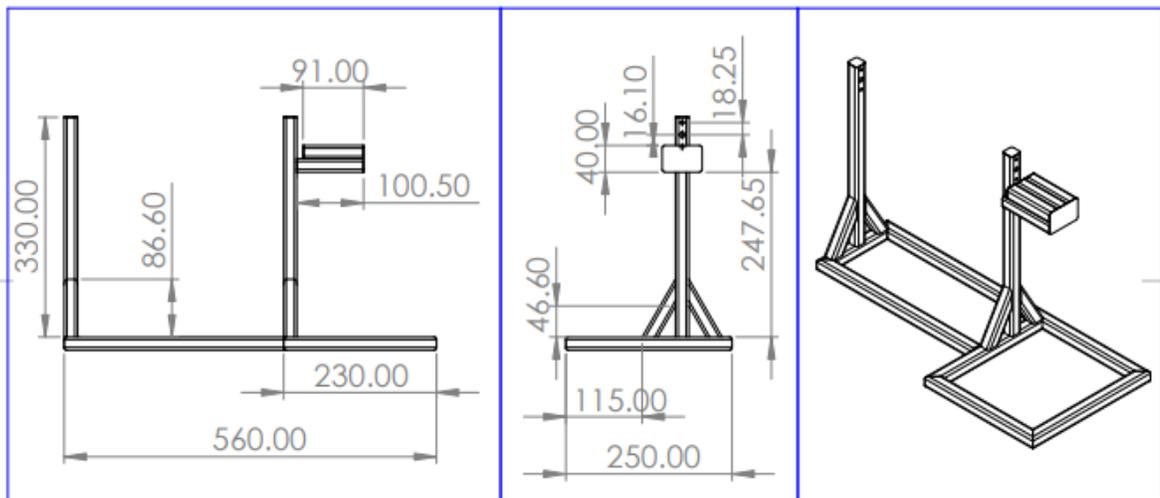


Figura 22. Estructura base.

6.1.5 Mecanismo para pipeteo y desplazamiento

El diagrama de flujo de la Figura 23, muestra de forma resumida los componentes del mecanismo pipeteo y desplazamiento. De forma general, este mecanismo será el encargado de presionar la micropipeta y desplazarse para toma del líquido con el cual se realizará el estudio, y posteriormente depositarlo sobre la superficie del material de prueba.

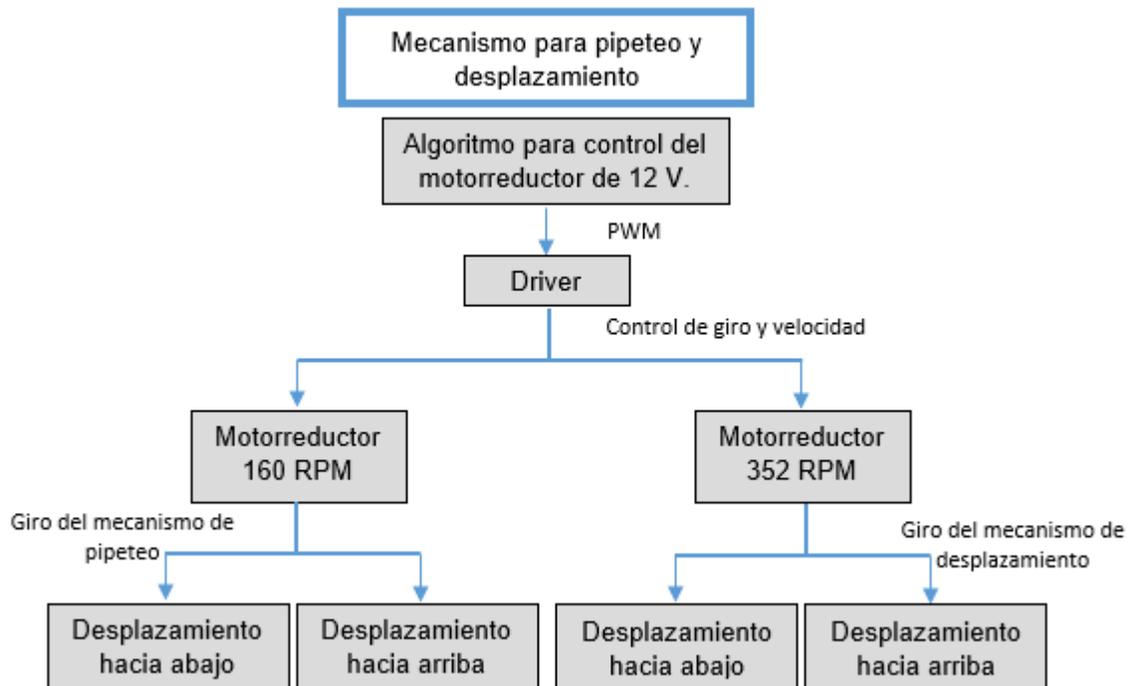


Figura 23. Diagrama del mecanismo de pipeteo y desplazamiento.

Para este sistema se eligió una micropipeta plus autoclavable DLAB de 0,5-10 μ L (microlitros) debido al rango de volumen que tiene el instrumento, además que estudios previos han mostrado la deposición de aproximadamente 2.5 μ L, sin embargo, vale resaltar que este volumen puede ser variable. Otras características de la micropipeta se pueden observar en la Tabla 7, tales como la precisión, la repetibilidad y el volumen de incremento.

De igual manera se elige el motorreductor con encoder de 160 RPM, ya que tiene una relación de transmisión de engranajes 1:74.8, un par de 1.95 Kg.cm y un pulso por vuelta de 13; es un motor de corriente continua, de 12V. Se caracteriza por incluir un encoder o codificador de cuadrante que manda un tren de pulsos cuando gira el eje del motor en una vuelta completa, permitiendo así que un circuito externo pueda saber la velocidad real a la que está girando el eje y cuántas vueltas da. El

encoder está formado por dos sensores de efecto hall que proporcionan un total de pulsos por cada vuelta completa del rotor [35]. Otras características del motorreductor se pueden observar en la Tabla 7.

Ya que el sistema requiere de precisión durante el pipeteo, que incluye la toma y deposición de la gota del líquido, se eligieron un acople de 5x5 mm elástico, además de un mini actuador lineal – eje X – eje Y, comúnmente usado en máquinas CNC, en vista de características tales como, el ángulo de paso de 18° y el diámetro del tornillo de 3 mm.

Para el desplazamiento de la plataforma que contiene la micropipeta se eligen varillas de 8 mm lisa y roscada, con un paso de rosca de 8 mm. Por otro lado, debido al tamaño del eje del motor de 4 mm, se implementaron acoples de 5x8 mm a la varilla trapezoidal que le da movimiento a la tuerca roscada de 8 mm, en conjunto con el cojinete para eje de desplazamiento lineal de 8 mm. Cabe resaltar que los soportes fijos SK8 de la varilla lisa y las chumaceras con rodamiento de 8 mm KP08, son empleados para sujetar la estructura por medio de tornillos de 1/8 de pulgada.

A continuación, se presenta en la Tabla 7 las características de los componentes de este mecanismo con más detalle.

Tabla 7. Características de los componentes del mecanismo de pipeteo y desplazamiento.

Artículo	Cantidad	Referencia	Características
Motorreductor con encoder 160 RPM 1.95 Kg.Cm 1:74.8	1	VIS1933	Relación de transmisión: 1:74.8 Voltaje nominal: 12 VDC Velocidad en el vacío: 160 RPM Corriente Nominal: 100 mA Pulsos por vueltas: 13 Par: 1.95 Kg.cm Potencia: 2.6 w Stall Torque: 16 Kg.cm Corriente con rotor bloqueado: 3.5 A Peso: 99 g

Motorreductor con encoder 352 RPM 1.2 Kg.Cm 1:34	1	VIS845	Relación de transmisión: 1:34 Voltaje nominal: 12 VDC Velocidad en el vacío: 352 RPM Corriente Nominal: 100 mA Pulsos por vueltas: 13 Par: 1.2 Kg.cm Potencia: 2.6 w Stall Torque: 8 Kg.cm Corriente con rotor bloqueado: 3.5 A Peso: 99 g
Acoplamiento elástico 5x8mm	1	VIS327	Material: Aleación de aluminio Dimensiones accesorio: dos 5mm x 8mm x25mm
Acoplamiento elástico 5x5mm	1	VIS507	Material: Aleación de aluminio Dimensiones accesorio: dos 5mm x 5mm x25mm
Cojinete para eje de deslizamiento lineal SC8UU SC8	1	VIS365	Modelo: SC8UU Tipo de rodamiento: lineal Diámetro interior: 8 mm Material: Aluminio Color: Plata
Soporte fijo para eje lineal SK8	2	VIS546	Modelo: SK8 Tipo de artículo: Carril lineal Identificación de asta: 8 mm
Chumacera con rodamiento 8 mm KP08	2	VIS1079	Modelo: KP08 Diámetro: 8 mm Tamaño total: Aprox 55 x 13 x28 mm (L W) Diámetro del agujero: Aprox. 4.6 mm Distancia entre ejes agujeros: Aprox. 42 mm Material: Aleación de zinc Peso neto: 38 g
Tuerca T8 para varilla trapecial 4 hilos	1	VIS1118	Altura: 15 mm Diámetro interior: 8 mm Diámetro exterior: 6 mm Distancia entre orificios: 11 mm Rosca: 8 mm Material: Cobre
Varilla roscada trapecial 8 x 160 mm, 4 hilos	1	VIS671	Material: Acero inoxidable Diámetro: 8 mm Longitud: 160 mm Paso por vuelta: 8 mm

Varilla lisa acero inoxidable 8 mm para eje lineal 160 mm	1	VIS2445	Diámetro: 8 mm Longitud: 160 mm Material: 45/acero rico en carbono, cromado, temple hard shaft
Mini actuador lineal – eje X – eje Y maquina mini CNC	1	MCO5258 24510	Angulo de paso: 18° Paso de rosca del tornillo: 0.5 mm / 0.02" Longitud del tornillo: 90 mm / 3.5" Diámetro del tornillo: 3 mm / 0.1" Ancho del control deslizante: 15 mm / 0.6" Carrera efectiva: 80 mm / 3.1" Tamaño del escenario: 105 x15mm
Micropipeta plus autoclavable 0.5-10 uL	1	DLAB 0,5-10uL	Volumen rango min(uL): 0.5 Volumen rango max(uL):10 Precisión (%/uL): 1.00/1.50/2.50 Repetibilidad (%/uL): 0.80/1.50/1.50 Autoclavable: Si Volumen incremento: 0.1

6.1.5.1 Soportes para los componentes

a). La Figura 24 muestra el soporte diseñado para cada motorreductor, teniendo en cuenta sus dimensiones (70 mm de largo y 30 mm de diámetro). Estos soportes cuentan con un orificio para el eje del motorreductor y dos más para fijarlo a cada motorreductor. El soporte para el motorreductor de 160 RPM como se muestra en la Figura 24(B) se diseñó con una parte para sujetar al tubo cuadrado de la estructura por medio de dos tornillos de un tamaño de 1/8 de pulgada. El soporte para el motorreductor de 352 RPM como se muestra en la Figura 24(C) se diseñó con una parte plana para sujetar por medio de cuatro tornillos de 1/8 de pulgada al otro soporte.

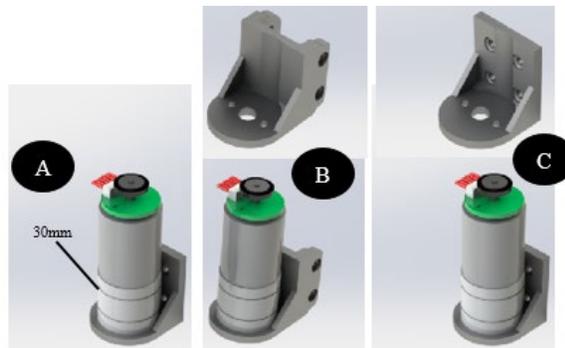


Figura 24. Soportes para los motorreductores, (A) Medidas del motorreductor, (B) soporte para motorreductor 160 RPM, (C) soporte para motorreductor 352 RPM.

- b). Para el mini actuador, se diseñó un soporte (Figura 25) con el fin de hacer un desplazamiento lineal a través de la varilla roscada y lisa, el cual tiene la función de ejercer presión sobre el boton superior de la micropipeta.

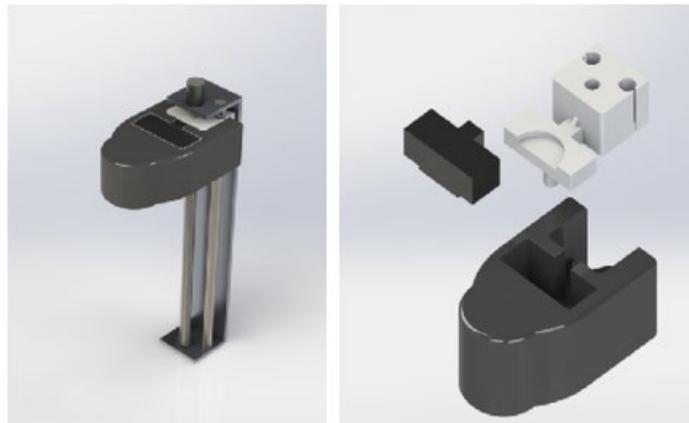


Figura 25. Soporte para el mini actuador lineal que presiona la micropipeta

- c). La Figura 26, muestra el diseño de los soportes para la Micropipeta, los cuales son unidos a través de las aberturas que tiene cada pieza y hacen parte del sistema que se acopla con la estructura del giro.

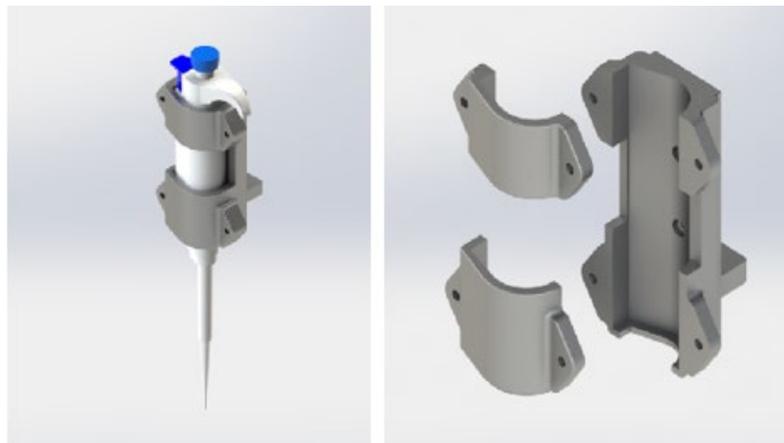


Figura 26. Soporte de Micropipeta plus autoclavable.

- d). Finalmente, se diseñó un soporte para la sujeción de la tuerca roscada trapezoidal de 8 mm, junto con un soporte para unir el cojinete y el soporte de la tuerca roscada. Este es fijado por medio de cuatro tornillos de 1/8 de pulgada. Adicionalmente, se diseñó un soporte para sujetar la micropipeta al soporte del motor y al mini eje lineal. Estos componentes se muestran en la Figura 27.

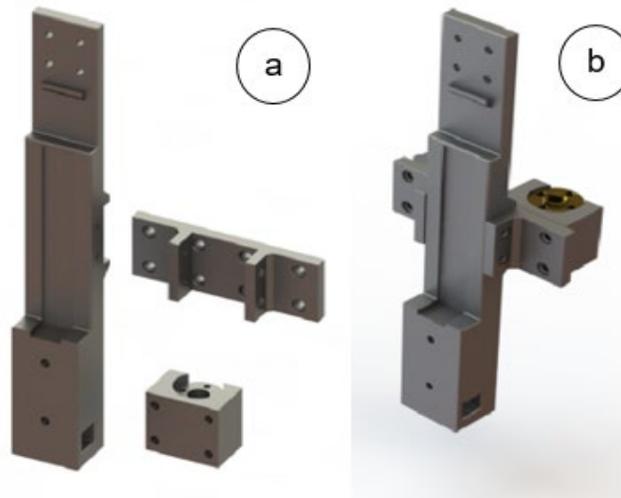


Figura 27. Soportes para sujeción (a) de varilla roscada trapezoidal de 8 mm y de la tabla de soporte de la micropipeta, (b) Ensamble de los soportes.

La Figura 28 muestra el ensamble de los mecanismos de pipeteo y desplazamiento.

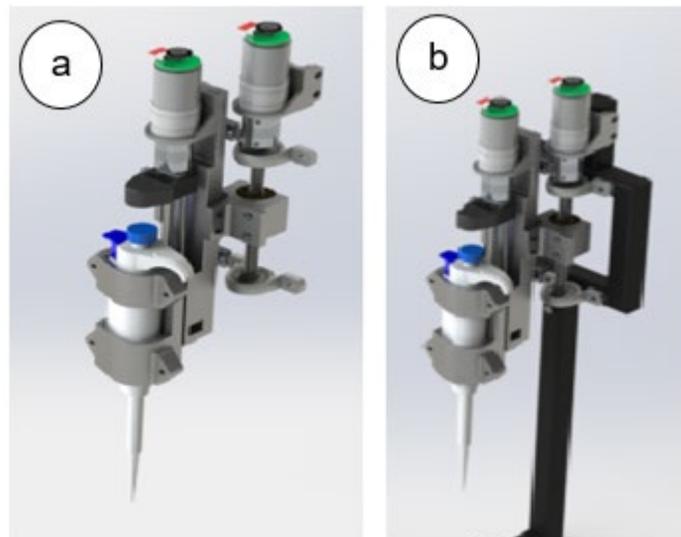


Figura 28. (a) Mecanismo de pipeteo y desplazamiento. (b) Acoplado a la estructura de giro.

6.1.6 Mecanismo de giro

El diagrama de flujo de la Figura 29, resume los componentes del mecanismo de giro. Una vez depositada la gota sobre el material de estudio, este mecanismo será el encargado de girar la estructura que contiene junto con mecanismo de pipeteo y

desplazamiento, con el objetivo de realizar estudios dinámicos de la mojabilidad del material.

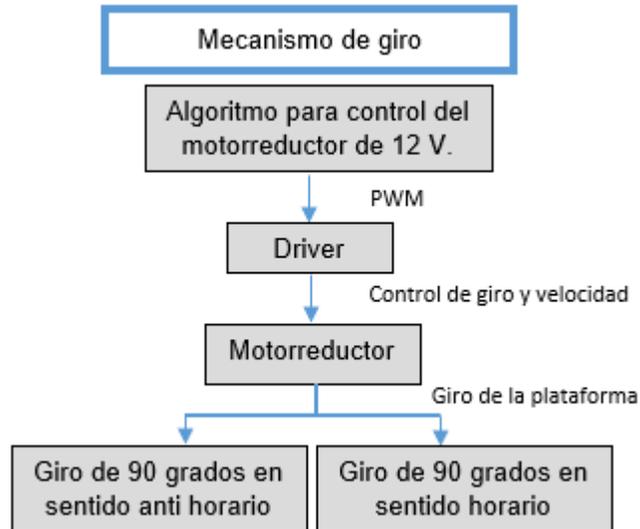


Figura 29. Diagrama del mecanismo de giro.

El mecanismo está compuesto por un motorreductor de 12V cuyas principales características son: la velocidad sin carga 12 RPM, un par de 14 Kg.cm y una relación de reducción de 240; un acople flexible de 6.35 * 8 mm el cual es el encargado de enlazar el motorreductor con la estructura; Cabe destacar que esta estructura, que contiene el mecanismo de pipeteo y desplazamiento, es sujeta por una chumacera KFL08 de 8 mm de diámetro interno en cada extremo de la estructura base, como se muestra en la Figura 30.

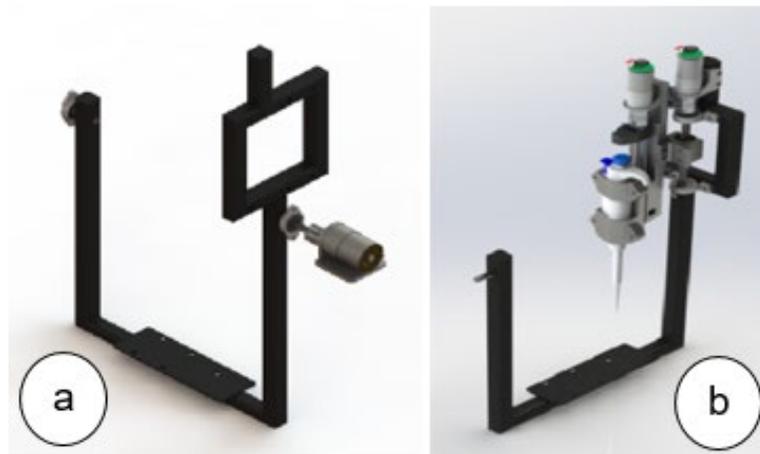


Figura 30. Mecanismo de giro (a) Estructura. (b) Ensamble de los componentes.

En la Tabla 8 se detallan las características de los componentes de este mecanismo.

Tabla 8. Características de los componentes del mecanismo de giro.

Artículo	Cantidad	Referencia	Características
Motorreductor 12V, 12 RPM 14 Kg.cm	1	DFGA37RG -240	Longitud del motor (sin engranaje): 36 mm. Diámetro del motor: 35.5 Relación de reducción: 240 Longitud del engranaje: 28.5 mm. Diámetro del engranaje: 37mm- Longitud del eje de salida: 15.5mm. Diámetro del eje de salida: 6mm. Motor de 12 Volts DC. Velocidad sin carga: 12 RPM. Potencia: 1,1 Watts. Consumo Aprox. de 0,169/0,309 Amp. Torque: 1340 mN.m
Acoplamiento elástico 6.35x8mm	1	VIS724	Material: Aleación de aluminio Dimensiones accesorio: dos 5mm x 8mm x 25mm
Chumacera con rodamiento 8 mm KFL08	2	VIS1241	Material: Aleación de zinc Diámetro interno: 8 mm Longitud: 48 mm Espesor: 27 mm Altura: 12.5 mm Orificio de fijado: 4.8 mm Peso: 27 g

6.1.6.1 Soportes para los componentes

Se diseñó un soporte para el motorreductor, como se muestra en la Figura 31 teniendo en cuenta 36 mm de longitud (sin engranajes), y 35.5 mm de diámetro, basado en las medidas del motorreductor, además cuenta con el orificio para el eje del motorreductor y cuatro más para fijarlo a la base metálica.

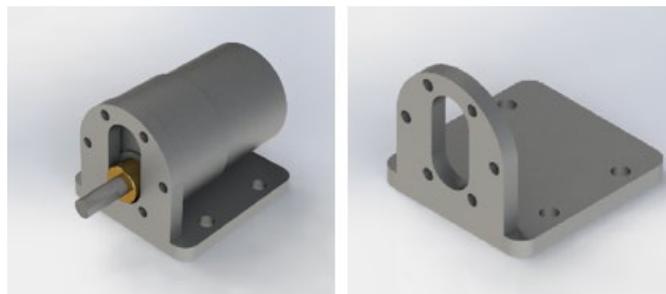


Figura 31. Soporte para motorreductor de 12V.

6.1.7 Subsistema de adquisición de imágenes

Los componentes y funcionamiento del subsistema de adquisición de imágenes, se pueden resumir de acuerdo al diagrama de flujo de la Figura 32.

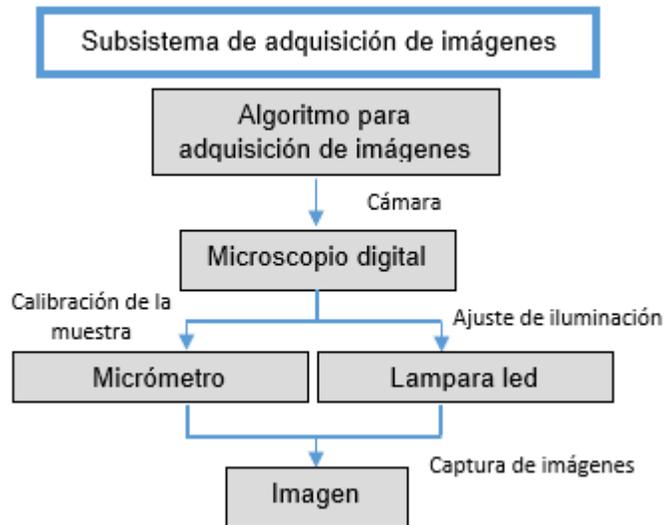


Figura 32. Diagrama del subsistema de adquisición de imágenes.

Este subsistema será el encargado de la adquisición de imágenes por medio de un microscopio capilógrafo digital con una ampliación de 1600X y un rango de enfoque manual de 15 – 44 mm; se utilizará un calibrador micrómetro empleado para conseguir una mejor precisión en la altura del material estudiado [36]. Para una correcta visualización del material y la gota, se emplea un panel led con una potencia máxima de 9 w y un flujo luminoso de 500 lúmenes. La virtualización de este subsistema de observa en la Figura 33. Otras características de los elementos se pueden observar en la Tabla 9.



Figura 33. Subsistema de adquisición de imágenes.

Tabla 9. Características del subsistema de adquisición de imágenes.

Artículo	Cantidad	Referencia	Características
Microscopio capilógrafo digital 1600x electrónico	1	OEM 1600x	Sensor de imagen: Sensor CMOS HD de 0.3M Resolución: 1920x1080 en Pc Resolución de captura de video: 640x480 Rango de enfoque: enfoque manual de 15 – 44 mm Velocidad de fotogramas: Max. 30f /s Ampliación: 1600X Formato de video: AVI Iluminación ajustable: 8 diodos LED incorporados Formato de toma instantánea: JPEG / BMP Fuente de alimentación: Puerto USB (5 VCC)
Panel led 9W luz blanca de sobreponer	1	P24611-30	Vida útil: 30.000 horas Temperatura del color de la luz: 3000K Color de luz: luz blanca Consumo (watts): 9 w Flujo luminoso: 500 lúmenes Peso: 0.3 Kg Voltaje: 120 v Potencia máxima: 9 w
Calibrador micrómetro para exteriores de 0-25 x 0.01 mm	1	CME025	Tipo de micrómetro: de exterior Tecnología: mecánico

6.1.7.1 Soporte para los componentes

Se diseñó un soporte para la fijación del microscopio digital (Figura 34), por medio de un tornillo de 1/8 de pulgada que realiza la unión de ambos extremos, además cuenta con un orificio en la parte inferior para la posterior sujeción con la base lo cual permite un ajuste del mismo.



Figura 34. Soporte para el microscopio digital 1600X

6.1.8 Subsistema de la caja de control

El diagrama del subsistema de la caja de control se presenta en la Figura 35.

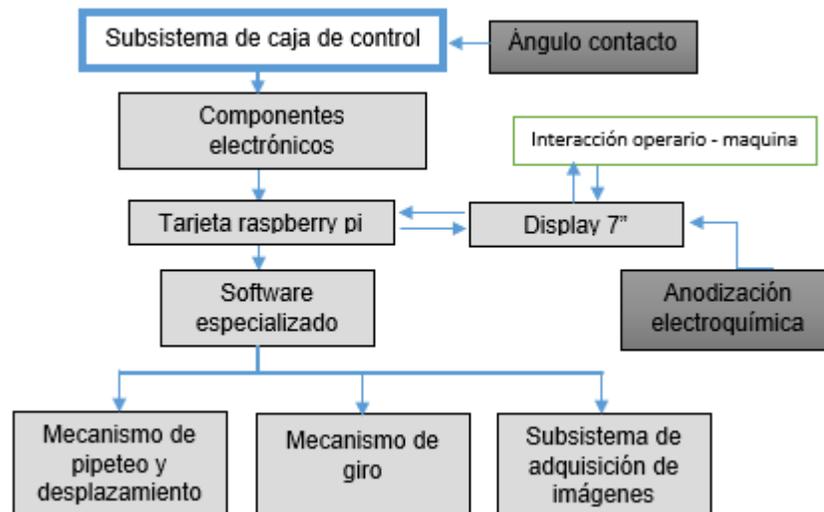


Figura 35. Diagrama del subsistema de la caja de control.

Este subsistema será el encargado de controlar los sistemas mediante un ordenador de placa reducida raspberry Pi 4B, el cual posee un procesador Broadcom BCM2711, quad-core Cortex-A72 (ARM v8) 64-bit SoC, y una cantidad de 40 pines (GPIO); una fuente conmutada como dispositivo electrónico que transforma la energía eléctrica alterna a continua con un voltaje de salida de 12Vdc; un módulo L298N para el control por medio de ancho de pulso (PWM) de los motores de pipeteo y desplazamiento lineal de 160 y 352 RPM respectivamente; un módulo relé de 1 canal empleado para la conmutación del panel led de 9w. Además, se utilizará un display HDMI de 7" dedicado a la interacción mediante una interfaz gráfica del usuario (GUI) y la máquina. Otras características de los elementos se pueden observar en la Tabla 10.

La Figura 36 muestra el diseño de la caja de control, la cual está conformada por siete tapas en acrílico de 3 mm, que se implementaran usando una maquina cortadora laser (Macrolaser) perteneciente al laboratorio de fabricación digital de Unicomfacauca. Esta caja cuenta con un espacio para incrustar el display de 7", tiene dimensiones de 230 mm de ancho, 250 mm de largo y 200 mm de alto, y su función principal es salvaguardar los diferentes componentes electrónicos.

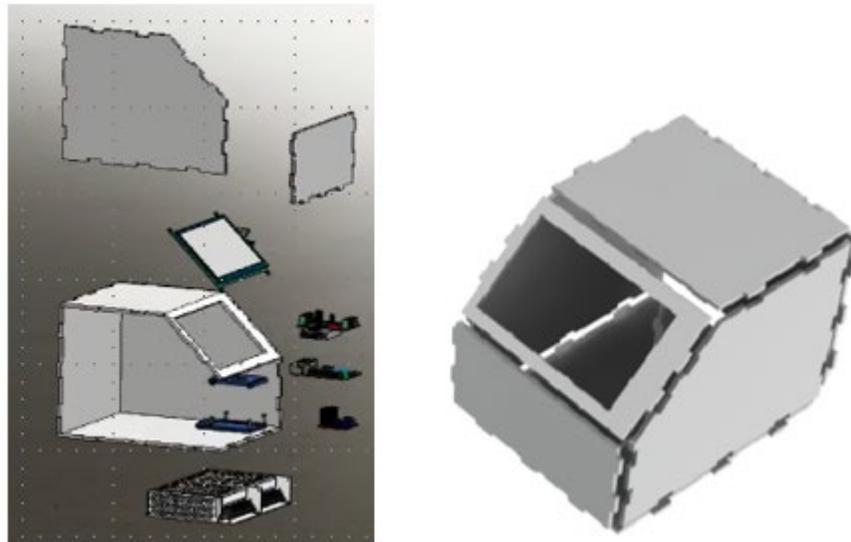


Figura 36. Subsistema de la caja de control.

Tabla 10. Características de los componentes del subsistema de la caja de control

Artículo	Cantidad	Referencia	Características
Tarjeta raspberry Pi 4B 2GB	1	RPI4-2GB	Procesador: Broadcom BCM2711, quad-core Cortex-A72(ARM v8) 64-bit SoC Memoria: 2GB Conectividad: 2.4GHz y 5 GHz IEEE 802.11b/g/n/ac wireless LAN, Bluetooth 5.0, BLE Gigabit Ethernet 2 puertos USB 3.0 y 2 puertos USB 2.0 2 puertos micro HDMI (soporta hasta 4Kp60) 1 display port MIPI DSI 1 camera port MIPI CSI 1 puerto para audio estéreo GPIO: header GPIO estándar 40-pin (compatible con versiones anteriores) Multimedia: H.265 (4Kp60 decode); H.264 (1080p60 decode, 1080p30 encode) OpenGL ES, 3.0 graphics Máxima resolución: 4k, 60Hz1080P o 4K, 30Hz

Memoria micro SD 32GB clase 10 SanDisk	1	SD-32GB-C10	Capacidad: 32GB Formato de la tarjeta: MicroSDXC Resolución máxima de video: Full HD Velocidad de lectura: 80 MB/s
Módulo L298N para control de motores	2	VIS36	Controlador: L298/ doble puente H Interfaz de potencia: 7V-46V Corriente máxima: 2A por canal Voltaje de control: 5V Corriente de control: 36mA Potencia de salida: 25W Temperatura de operación: -20°C ~ +135°C
Fuente suicheada 12V 5A 60w	1	S-60-12-M	Protecciones: corto circuito, sobrecarga, sobrevoltaje, sobre-temperatura Voltaje de salida: 12V Corriente de salida: 5A Potencia: 60W
Cable vehicular AWG20	1	CA-VH20N	Diámetro: 0.8118mm Sección: 0.52 mm*2 Numero de espiras: 11.6 cm Resistencia: 32.69 OHM Corriente: 1.6A
Módulo relé, 1 canal 5V	1	SRD-5VDC	Tensión de bobina: 5 volts TTL Diodo de protección en cada bobina Diodo Led indicador de estado para cada canal Soporta tensiones de 250VAC a 10A Consumo de cada bobina aproximado a 40mA Se activa por pulso bajo
Display LCD 7" HDMI/IPS Capacitivo + Audio	1	WS-14628	Pantalla de 7" Resolución: 1024x600 Touch capacitivo Jack de audio 3.5mm y conector para parlantes El backlight puede ser apagado Compatible con mini-PCs como Raspberry Pi, BB Black, etc. Soporta Raspbian, Ubuntu, WIN10 IoT

6.1.9 Diseño del subsistema de anodización electroquímica

Con el fin de hacer estudios sobre las propiedades de superficie usando el sistema previamente descrito, se diseñó un sistema de anodización electroquímica que permite la modificación de superficie de metales. Este sistema cuenta con una celda electroquímica, tal como se muestra en la Figura 37. En general, está conformada por una fuente regulable de 30 voltios y 10 amperios, una lámina de base en acero inoxidable de 200mm * 150mm y de un calibre 22 (1.5mm), un beaker con una capacidad de 250 mL como recipiente para contener el líquido (electrolito). Este

beaker cuenta con una tapa donde están ubicados otros componentes, tales como la termocupla para monitorear la temperatura del electrolito, una vareta de latón con un soporte al extremo para poder introducir la muestra (aleación de titanio) en el líquido y que a su vez es el ánodo donde se conecta el positivo de la fuente, un segundo soporte como cátodo (hilo de platina) donde se conecta el negativo de la fuente.

Para este sistema, se diseñó una caja de 100mm * 100mm * 1000mm, la cual será fabricada en acrílico a través de corte laser, junto con dos piezas (placas cuadradas) como soporte para el beaker. Las piezas para fijar el beaker son sujetadas por medio de unos soportes metálicos en cada una de sus esquinas. En la caja serán contenidos los componentes electrónicos para medir corriente y voltaje, principalmente se encuentra la tarjeta Arduino nano V3.0 FT232 que controla este subsistema y envía los datos a la raspberry pi para mostrar los resultados en pantalla. La Tabla 11 muestra algunas características de los componentes del sistema.

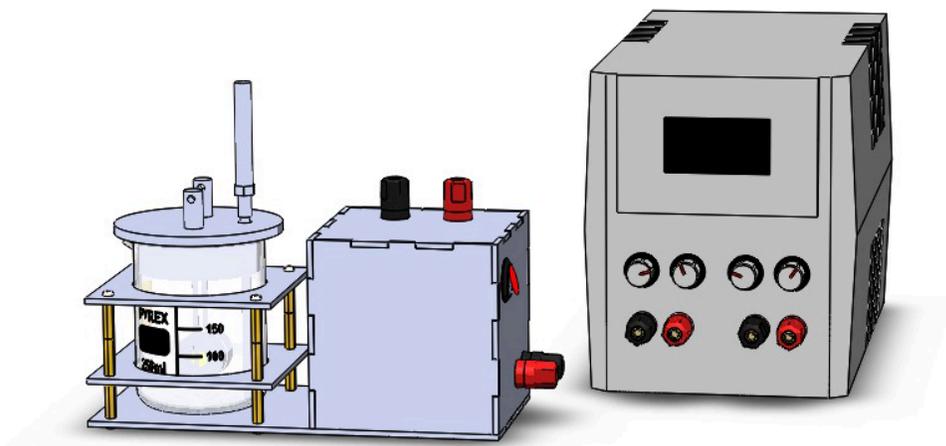


Figura 37. Subsistema de anodización electroquímica

Tabla 11. Características de los componentes del subsistema de anodización electroquímica

Artículo	Cantidad	Referencia	Características
Modulo sensor de voltaje.	1	VIS104	Voltaje de entrada: 0v – 25v Voltaje de detección de gama: 0.02445v – 25v Resolución de voltaje analógico: 0.00489v
Modulo para termocupla	1	VIS726	Resolución de 12 bits, 0.25 grados centígrados.

MAX6675			<p>Precisión: $\pm 1.5^{\circ}\text{C}$ Medición hasta 1024 grados centígrados Alimentación de 3.3 a 5 volts Temperatura de medición: 0°C a 1024°C Consumo máximo de 1.5 mA Dimensiones: 25mm * 15mm * 13mm Compatible con termocuplas tipo K</p>
Voltiamperímetro 7Seg rojo/azul.	1	VIS1616	<p>Pantalla: 3 displays de 0.8 pulgadas Iluminación: Voltaje (rojo) superior Corriente (azul) inferior Voltaje de entrada mínimo: 3.5V Voltaje de entrada máximo: 30V Rango de voltímetro: 0V – 100Vdc Rango de amperímetro: 0A- 10Adc Precisión: $\pm 1\%$ Frecuencia de actualización: 500ms</p>
Sensor de temperatura PT100 100MM	1	VIS56	<p>Longitud de la sonda: 100mm Diámetro de la sonda: 5mm Rosca fijación de la sonda: M8 Rango de medición: 0°C a 400°C</p>
Modulo sensor de corriente ACS712 de 20A	1	VIS686	<p>Voltaje de alimentación: 5V Máximo voltaje inverso: 0.1V Corriente de salida: 3mA (fuente) 10mA (inversa) Voltaje de salida: 0V – 5V Rangos disponibles (capacidad de corriente) 20A Sensibilidad: 20A (a una salida de 180mV/A) Salida cuando no detecta corriente: VCC/2 Aislamiento eléctrico total: entre el sensor de efecto Hall y la salida del voltaje Error máximo de linealidad a la salida: 1.5% a 25°C</p>
Arduino nano V3.0 FT232	1	VIS892	<p>Microcontrolador: ATMEGA328 Voltaje de operación: 5V Voltaje de entrada: 7V-12V Voltaje de entrada máximo: 6V/20V Pines digitales entradas/salidas: 14 (6 pines para señal PWM a la salida) Pines analógicos de entrada: 8 Corriente de salida DC total de todas las líneas de entradas/salidas: 40mA Memoria Flash: 32KB (2KB para el arranque) SRAM: 2KB EEPROM: 1KB Frecuencia de reloj: 16MHz</p>

Fuente de alimentación DC YIHUA-3010D	1	YIHUA-3010D	<p>Tensión nominal: AC220V 50Hz Potencia de toda la máquina: 380W Condiciones de trabajo: 0 ~40 °C humedad relativa < 80 % Temperatura de almacenamiento: -20 ~80 °C humedad relativa < 80 % Dimensiones: 255*130*150mm Peso: 7.6KG Tensión de salida: 0 ~ 30V, ajustable Corriente de salida: 0 ~10A ajustable. (más de 0,2A pueden limitar la regulación de corriente) Potencia de salida: 300W Efecto fuente: 1mV Efecto de carga: ≤0.33% Ruido y rizado: ≤3mVrms (5Hz ~ 1MHz) / ≤3mArms Precisión de la medición: 0.1V/0.1A/1mA Tipo de protección: Sobre corriente, cortocircuito, protección contra sobre temperatura Método de enfriamiento: Refrigeración por aire</p>
Vaso de precipitado forma baja en vidrio 250mL	1	Glassco 229.202.07	<p>Capacidad: 250 mL Diámetro: 70 mm Altura: 95 mm</p>

6.1.10 Simulaciones del diseño CAD

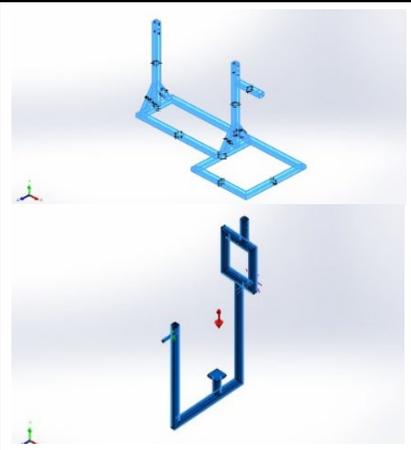
Las simulaciones del diseño de las diferentes partes y piezas fueron simuladas en el software Solidworks (SOLIDWORKS Simulation), el cual permite obtener resultados comparables a una situación de operación real. Este proceso se realiza con el fin de establecer posibles modificaciones a una temprana etapa del diseño y reducir así los costos al momento de la construcción e implementación en físico, al igual que para tener una mejor viabilidad del diseño del sistema.

Este software permite realizar diferentes estudios, en este caso se realizó un análisis estático del sistema, que permite calcular desplazamientos, fuerzas de reacción, tensiones y la distribución del factor de seguridad que se basa en el criterio de fallas. Este estudio también permite verificar en que parte el material pueda fallar debido al exceso de ciertos niveles de carga.

6.1.10.1 Simulación de la estructura

Se realizó este estudio a la estructura para verificar si el diseño cumple con la finalidad y con un factor de seguridad adecuado. Para este elemento se utilizó como material un acero aleado que tiene módulo de elasticidad de 210000 MPa y una resistencia máxima de $723,826 \text{ MPa}$, en la Tabla 12 se encuentran especificadas las demás propiedades del material incluidas en la biblioteca del programa.

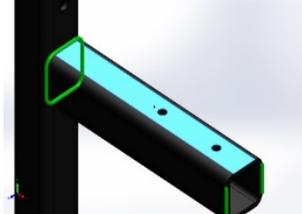
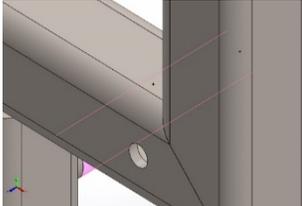
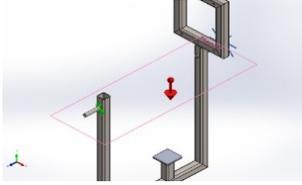
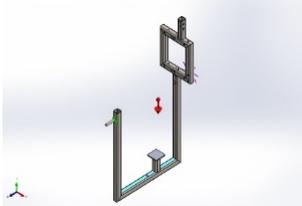
Tabla 12. Propiedades del material

Modelo	Propiedades
	<p>Nombre: Acero aleado</p> <p>Tipo de modelo: Isotrópico elástico lineal</p> <p>Criterio de error predeterminado: Tensión de von Mises máx.</p> <p>Límite elástico: $6,20422e+08 \text{ N/m}^2$</p> <p>Límite de tracción: $7,23826e+08 \text{ N/m}^2$</p> <p>Módulo elástico: $2,1e+11 \text{ N/m}^2$</p> <p>Coefficiente de Poisson: 0,28</p> <p>Densidad: 7.700 kg/m^3</p> <p>Módulo cortante: $7,9e+10 \text{ N/m}^2$</p> <p>Coefficiente de dilatación térmica: $1,3e-05 \text{ /Kelvin}$</p>

La simulación se realizó usando diferentes cargas, como se observa en la Tabla 13 para la estructura base se aplicó una fuerza de gravedad de $9,8 \text{ m/s}^2$, dos masas distribuidas de 4 Kg y $0,5 \text{ kg}$ respectivamente; para la estructura de giro se aplicó una fuerza de tensión de $1,2 \text{ N.m}$, una masa distribuida de 2 kg y de igual manera, una fuerza de gravedad.

Tabla 13. Cargas aplicadas a las estructuras para el estudio

Nombre de carga	Cargar imagen	Detalles de carga
Gravedad		<p>Referencia: Planta</p> <p>Valores: 0 0 -9,81</p> <p>Unidades: m/s^2</p>

Nombre de carga	Cargar imagen	Detalles de carga	
Masa distribuida-1		Entidades: Tipo: Sistema de coordenadas: Masa remota:	8 cara(s) Desplazamiento (Transferencia directa) Coordenadas cartesianas globales 4 kg
Masa distribuida-2		Entidades: Tipo: Sistema de coordenadas: Masa remota:	1 cara(s) Desplazamiento (Transferencia directa) Coordenadas cartesianas globales 0.5 kg
Torsión		Entidades: Referencia: Tipo: Valor:	1 cara(s) Cara < 1 > Aplicar momento torsor 1,2 N.m
Gravedad		Referencia: Valores: Unidades:	Planta 0 0 -9,81 m/s^2
Masa distribuida		Entidades: Tipo: Sistema de coordenadas: Masa remota:	21 cara(s) Desplazamiento (Transferencia directa) Coordenadas cartesianas globales 2 kg

De esta manera se puede observar que se obtuvo un factor de seguridad de 3 para asegurar que la estructura pueda soportar tres veces los valores del estudio, garantizando el material y el diseño; así mismo se realizó un análisis de soldadura con un electrodo E60, un tamaño de 3mm y una fuerza de $273,0324\text{MPa}$ garantizando una buena sujeción en la estructura, como se observa en la Figura 38 y 39, donde se encuentran los resultados de tensiones obtenidos por el método de Von Mises.

En la Figura 38 los puntos más críticos del análisis de la estructura de la base, se ubican en la parte donde se encuentra el motor para realizar el giro. La tensión máxima que se obtuvo es de $0,9831MPa$ con lo que se puede garantizar que la estructura no va a producir deformaciones permanentes debido a que no sobrepasa el límite elástico de $620,4 MPa$.

En la Figura 39 los puntos más críticos del análisis de la estructura de giro se ubican en la varilla de 8mm que están soldados con la estructura, donde se aplica la fuerza de torsión del motor para realizar un giro de 90° . La tensión máxima que se obtuvo es de $154MPa$, así mismo se garantiza que el diseño de la estructura no sobrepase el límite elástico del material.

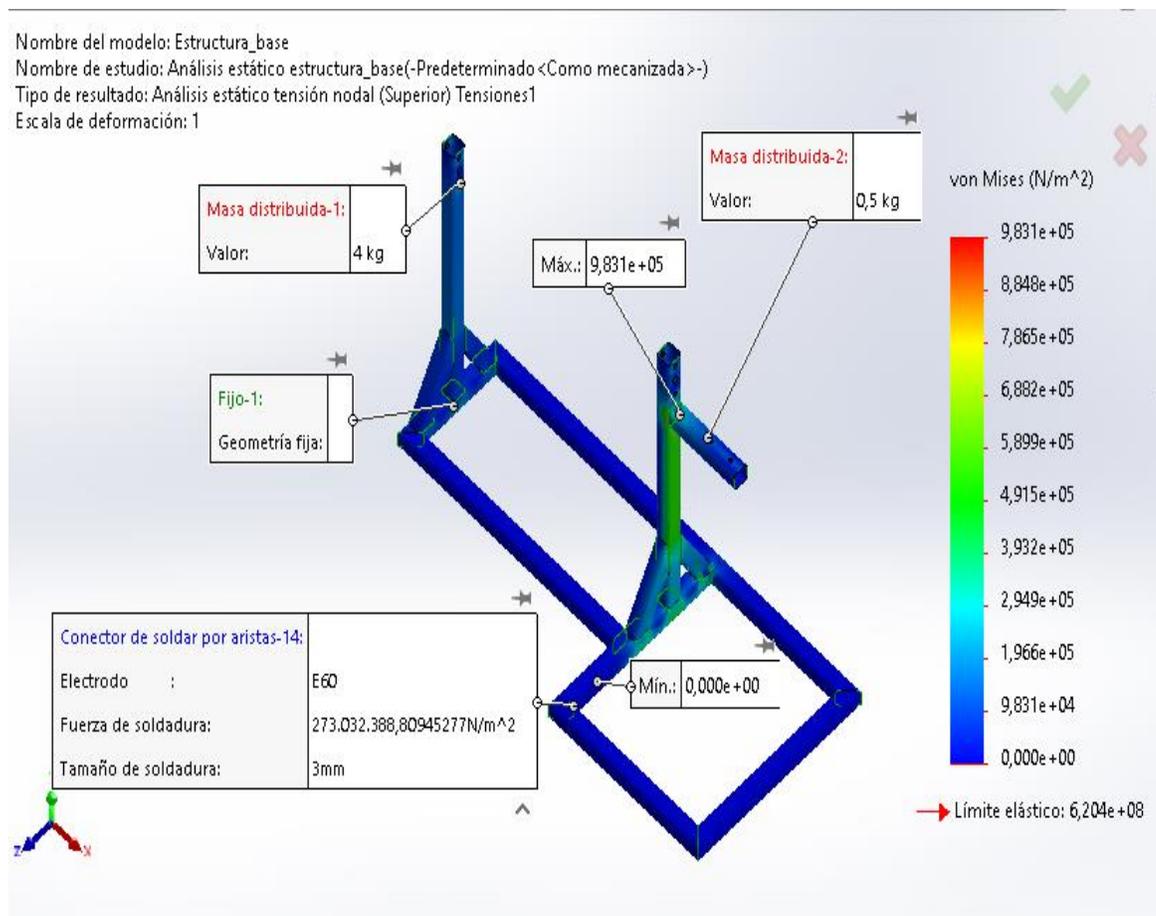


Figura 38. Resultados del analisis estatico para la estructura base.

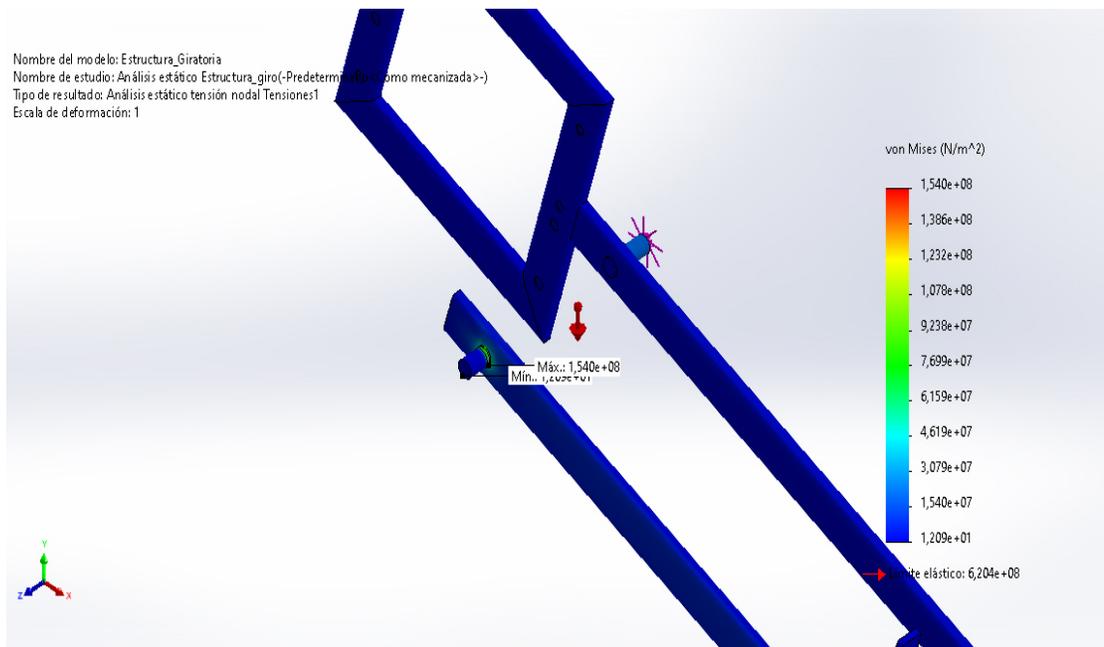


Figura 39. Resultados del análisis estático para la estructura de giro.

6.1.10.2 Simulación para piezas y soportes

Para las diferentes piezas también se realizó un estudio, de manera que los resultados puedan satisfacer el diseño y la finalidad para el sistema. Al igual que con la estructura, se realiza siguiendo ciertos pasos hasta obtener los resultados que se muestran a continuación. Estas piezas serán realizadas en el material PLA que tiene un módulo de elasticidad de 2000 MPa y una resistencia máxima de 53 MPa , las demás propiedades se especifican en la Tabla 14; dichas piezas serán fabricadas en impresión 3d usando una impresora 3D PEGASUS Standard ubicada en el laboratorio de fabricación digital - FabLab Unicomfacauca.

Tabla 14. Propiedades del material

Propiedades	
Nombre:	PLA
Tipo de modelo:	Isotrópico elástico lineal
Criterio de error predeterminado:	Desconocido
Límite elástico:	4,8e+07 N/m²
Límite de tracción:	5,3e+07 N/m²
Módulo elástico:	2e+09 N/m²
Coefficiente de Poisson:	0,394
Densidad:	1.020 kg/m³
Módulo cortante:	3,189e+08 N/m²

El análisis del diseño de las piezas y soportes se realizó de igual manera con un trazado de factor de seguridad igual a 3 con el material de PLA. Se obtuvo como resultado que las tensiones no sobrepasan el límite elástico de 48 MPa .

En la Figura 40 los puntos más críticos del análisis de la pieza para presionar la micropipeta se ubican en el contorno del orificio de la varilla roscada, la tensión máxima que se obtuvo es de 0.7193 MPa , al aplicar una presión de 909 Pa y una presión de 10.737 Pa en sentido opuesto. Los demás resultados de las piezas y soportes se encuentran en anexos al final del documento.

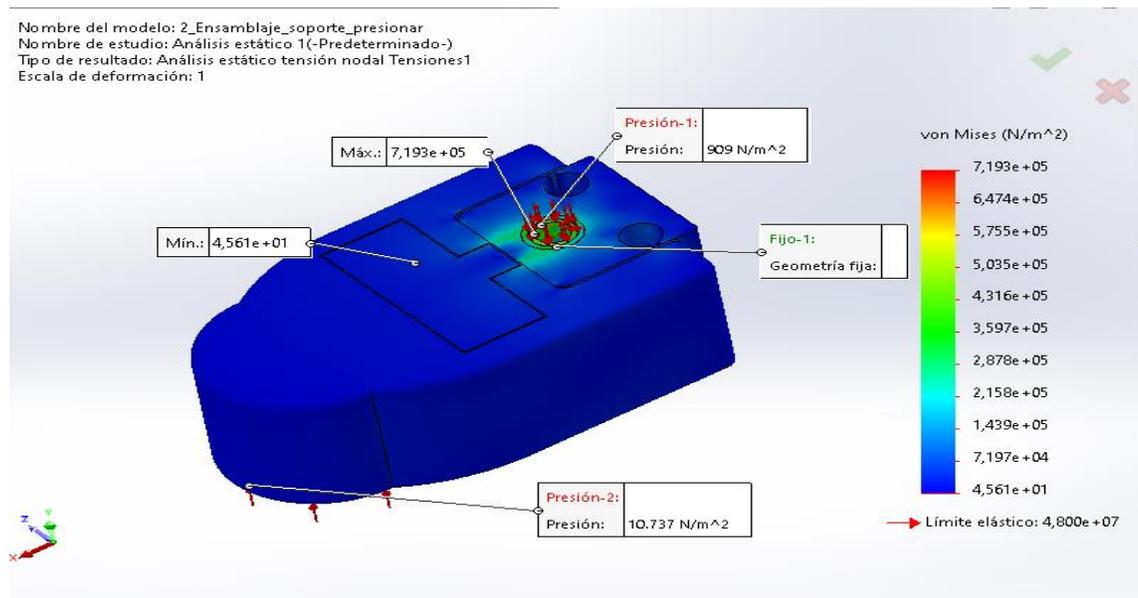


Figura 40. Resultados del análisis estático del soporte para presionar la micropipeta.

6.1.11 Diseño de la interfaz humano-maquina (HMI)

Basados en la metodología para el desarrollo de interfaces gráficas centradas en el usuario [37], que trabaja bajo los principios del Pensamiento del Diseño, Desarrollo Ágil, Usabilidad y Experiencia de Usuario, se realizó la interfaz de usuario del sistema. Esta interfaz permite el manejo del sistema por el usuario, el análisis y la visualización de los datos. Esta interfaz se implementa medio de GUIs (del inglés graphical user interface) con software Qt y Python.

6.1.11.1 Arquitectura de las GUIs en la HMI

En la HMI (del inglés Human Machine Interface) se implementó diferentes GUIs para aumentar las capacidades de visualización. Esta HMI cuenta con una arquitectura

donde se refleja la organización de las ventanas de la GUI para cumplir con el proceso como se detalla en la Figura 41:

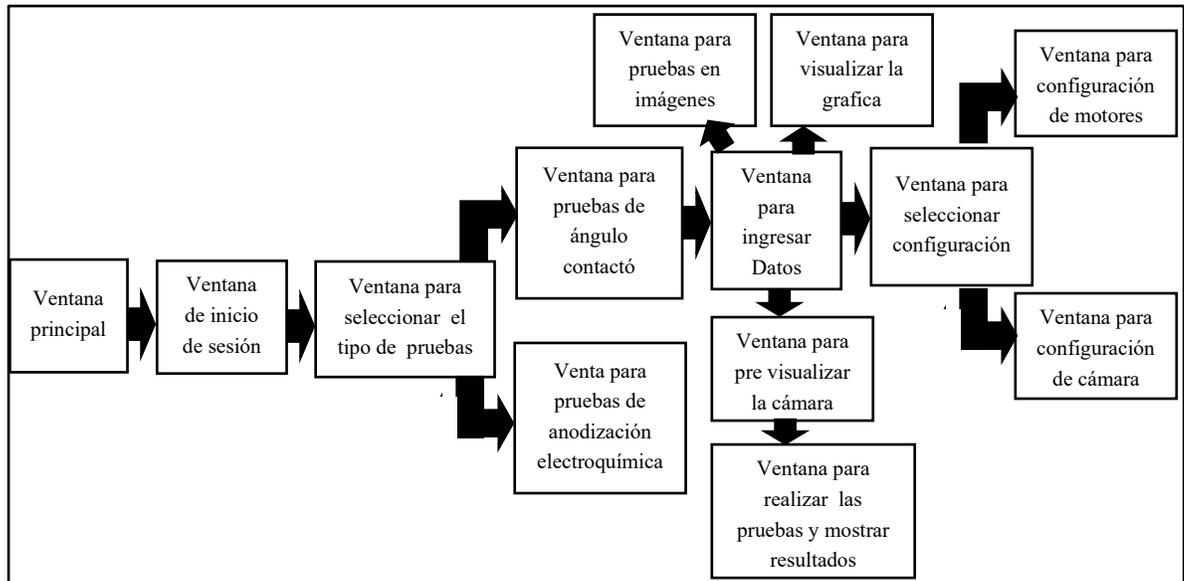


Figura 41. Arquitectura de las GUIs en la HMI.

6.1.11.2 Distribución de las ventanas implementadas en las GUIs

La HMI cuenta con diferentes ventanas implementadas en las GUIs para que el usuario pueda navegar por un entorno agradable y que le sea de fácil manejo, es decir, que las ventanas sean simples e intuitivas. Se espera que se pueda poder realizar un buen control interactuando con los botones, adquirir datos y visualizar los resultados como las imágenes, los datos de las pruebas y las gráficas correspondientes.

A continuación, se detalla el diseño de cada una de las ventanas:

- a). Una ventana principal, donde está el nombre del proyecto, el logo institucional, el logo del semillero de investigación y el logo de la rama estudiantil IEEE pertenecientes a la carrera, nombres de autores del proyecto, botón para acceder a la ventana de inicio de sesión y un botón para salir del programa (Figura 42).

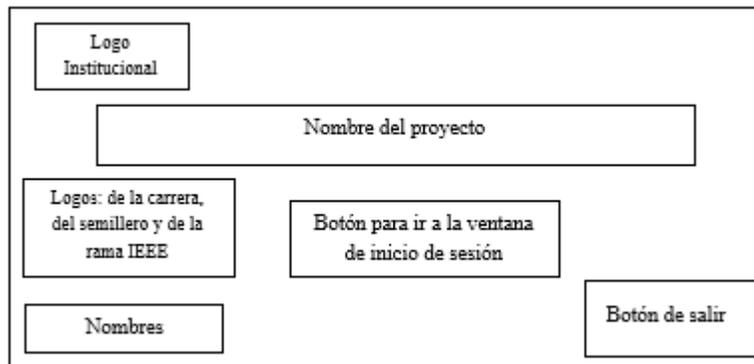


Figura 42. Ventana principal

- b). Una ventana para el inicio de sesión (“Login”) (Figura 43), esta consta de un espacio para una imagen referente a la universidad, un espacio para introducir un usuario y la contraseña, un botón de ingreso que verifica si los datos son correctos y así acceder a la siguiente ventana, un botón de inicio para ir a la ventana principal y un botón atrás para regresar a la anterior ventana.

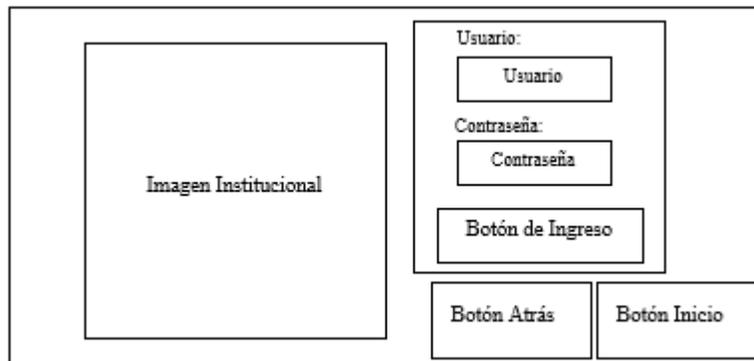


Figura 43. Ventana de inicio de sesión.

- c). Una ventana para seleccionar una de las dos configuraciones (motores o cámara), como se muestra en la Figura 44(A), la cual cuenta con un espacio para el logo, los botones de inicio y atrás, además de un botón acceder a la configuración de motores y otro botón para acceder a la configuración de la cámara microscópica.
- d). Una ventana para seleccionar el tipo de pruebas, como se muestra en la Figura 44(B), cuenta con un espacio para el logo, los botones de inicio y atrás, un botón acceder a las pruebas de ángulo contacto y otro botón para acceder a las pruebas de anodización electroquímica.

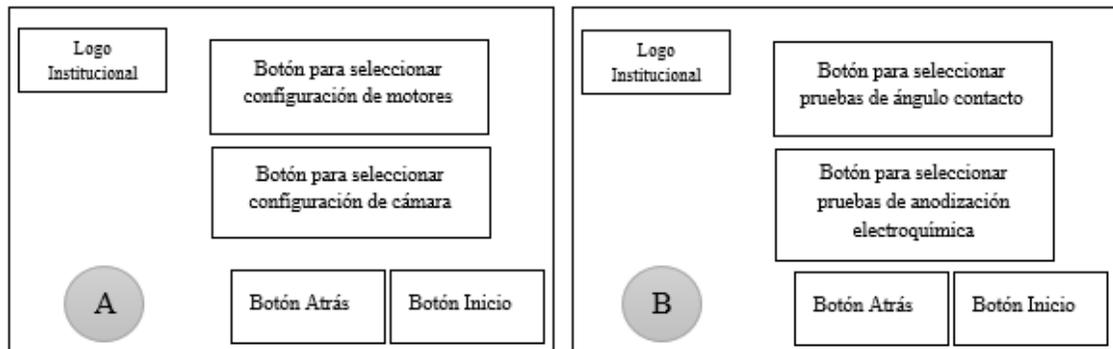


Figura 44. (A) Ventana para seleccionar configuración de cámara o de motores, (B) Ventana para seleccionar el tipo de pruebas.

- e). Una ventana para pruebas de ángulo contacto donde se guardarán los datos del estudio como se muestra en la Figura 45. Esta contiene el logo institucional, los botones de inicio y atrás, un espacio para ingresar el nombre de la muestra, el nombre del líquido y la cantidad de líquido en μl (microlitros), un botón para guardar los datos, un botón para limpiar los espacios donde se ingresan los datos, radio botones para seleccionar entre realizar una prueba estática o dinámica (con el giro la plataforma), un botón para ir a la ventana de configuración, un botón para indicar el líquido con el cual se va a realizar la prueba, un botón para dar comienzo a la realización de la prueba, desplazando la micropipeta a través del eje (eje z) y depositando el líquido sobre la muestra, finalmente un botón para acceder a la ventana donde se visualiza la gráfica energía de superficie.

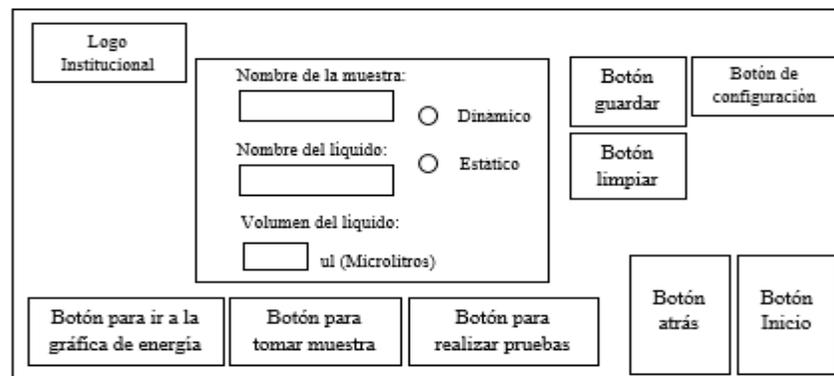


Figura 45. Ventana para guardar los datos de las pruebas de angulo contacto.

- f). Una ventana para la configuración de los motores (Figura 46). Aquí el usuario puede accionarlos de forma manual, cuenta con los botones de inicio y atrás para navegar en la GUI. Para el motor base cuenta con un botón para subir, lo que desplazará a la micropipeta hacia la parte superior y un botón para bajar,

desplazando la micropipeta hacia la parte inferior. Para el motor pipeta, cuenta con un botón para presionar y otro botón para soltar la micropipeta. A los dos motores anteriormente mencionados se implementará unos botones para cambiar la velocidad de avance. Finalmente, para el motor de giro se tiene un botón que permite desplazar la plataforma 90° y otro botón para regresar la plataforma al punto de origen (cero grados).

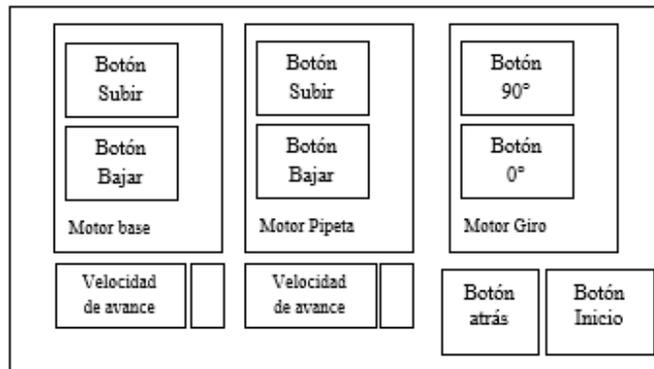


Figura 46. Ventana para el control de motores

- g). Una ventana para visualizar la cámara y realizar ajustes de los diferentes parámetros como se muestra en la Figura 47. Tiene disponibles espacios para el logo, para visualizar el tiempo durante el cual está activa la cámara y para visualizar la imagen adquirida por la cámara microscópica en tiempo real. También consta de un botón para iniciar y otro para parar la cámara dejando de capturar imágenes, unos deslizadores para ajustar la altura de la línea base y ajustar los parámetros de los dos filtros; un espacio para modificar el tiempo que va a estar activa la cámara, un botón para visualizar los resultados, un botón para ir a la anterior imagen y un botón para ir a la siguiente imagen, de tal forma que el usuario pueda mirar en pantalla las diferentes imágenes capturadas.

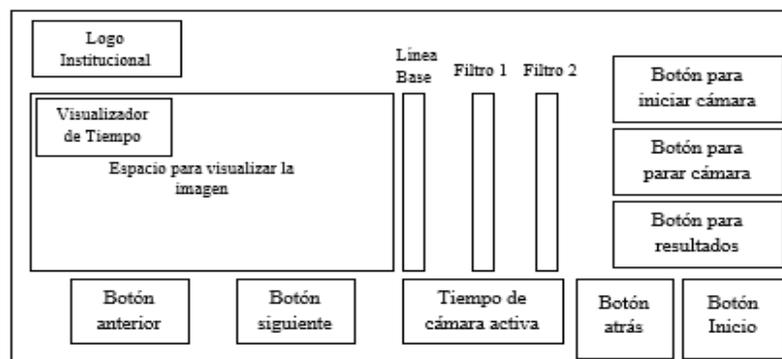


Figura 47. Ventana de visualización y ajustes de cámara.

- h). Una ventana para realizar las pruebas de ángulo contacto como se muestra en la Figura 48. En esta ventana se tienen espacios para el título, para el logo institucional, para visualizar las imágenes de la cámara en tiempo real y para mostrar los datos de la prueba realizada. Unos botones de inicio y atrás, un botón para ver los resultados, botones anterior y siguiente para navegar entre las imágenes capturadas durante el proceso, un botón para agregar cinco imágenes con sus ángulos calculados, promediar esos ángulos y obtener el ángulo contacto, un botón para guardar toda la información y un botón para limpiar el espacio donde se agregaron los ángulos, por si se requiere modificar alguno de estos.

Para la parte de resultados también se implementan unos radio botones para seleccionar entre imágenes capturadas con los ángulos e imágenes capturadas sin ángulos; en la primera opción el usuario ya puede visualizar directamente la imagen de la gota con sus respectivos ángulos que serán capturados durante el proceso en tiempo real (procesamiento en los fotogramas); en la segunda opción las imágenes sin ángulo son las que se pasan a procesar (procesamiento en imágenes capturadas) para mostrar al usuario en pantalla, las imágenes de la gota con sus respectivos ángulos.

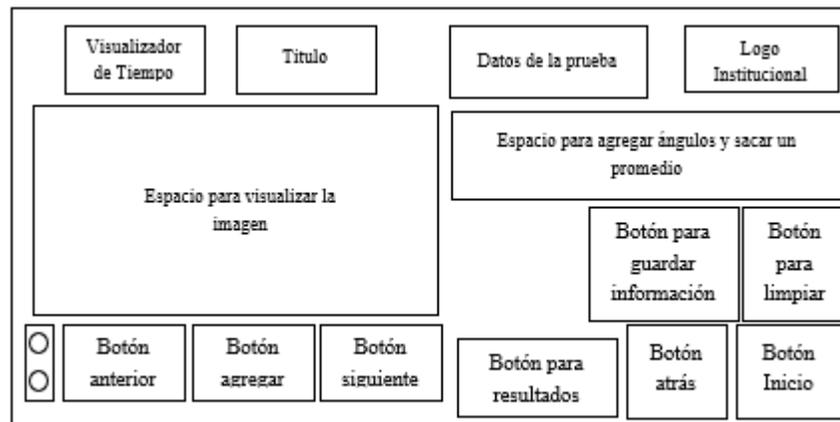


Figura 48. Ventana para las pruebas de ángulo contacto.

- i). Finalmente, se tiene una ventana para visualizar la gráfica de energía de superficie, tal como la que se muestra en la Figura 49. Tiene un espacio para el logo, botones de inicio y atrás, tres botones para buscar en el almacenamiento interno los datos de la prueba 1, prueba 2 y prueba 3 respectivamente, para mostrar en pantalla, un botón para graficar con las tres pruebas abiertas y el espacio donde se visualizará la gráfica de energía de superficie.

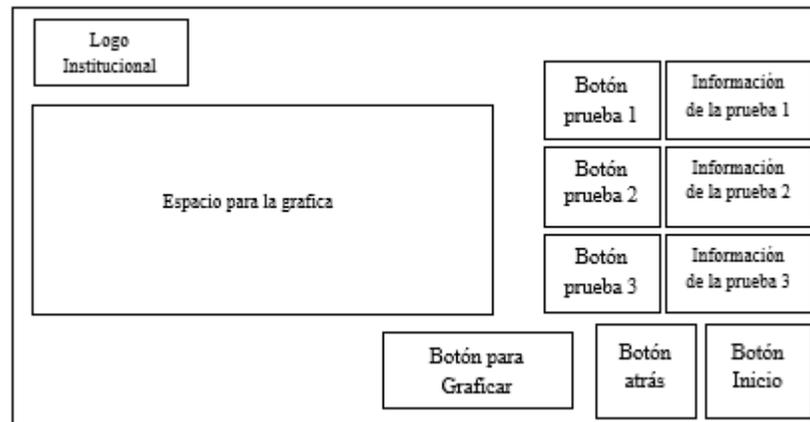


Figura 49. Ventana para visualizar la gráfica de energía.

6.1.12 Diseño del software

Para el diseño de software se tiene en cuenta el diseño HMI donde se encuentran las diferentes GUIs con determinados botones y las diferentes secciones para visualización de la cámara, graficas, datos de las pruebas, como se detalló en la sección anterior. Principalmente busca cumplir con el objetivo principal de obtener el ángulo contacto a través del procesamiento de imágenes.

El procesamiento de imágenes se realiza en dos partes: (i) en tiempo real con los fotogramas adquiridos por la cámara, (ii) con imágenes capturadas por la cámara durante el proceso. Las dos partes están sujetas a una receta con una función para calcular los ángulos, esta función trabaja en un segundo plano como un subproceso.

Para poder realizar el procesamiento de imágenes y determinar el ángulo de la gota se debe tener una imagen legible, esto depende del subsistema de adquisición de imágenes y de la correcta iluminación para extraer la información necesaria, de lo contrario, el software se ve limitado para identificar ciertas zonas requeridas de la imagen o el fotograma.

La programación del software y el procesamiento de imágenes se realizará a través del lenguaje de programación Python en conjunto con la biblioteca OpenCV para cumplir con requerimientos de software libre, con el fin de determinar el ángulo contacto formado por el líquido al entrar en contacto con el sólido [38][39].

Este diseño está dividido en dos etapas: procesamiento de imágenes y el control de motores, los cuales se detallan a continuación.

6.1.12.1 Procesamiento de imágenes

En esta sección fue necesario realizar un programa que cumpla con las etapas presentadas en los algoritmos (A) y (B) mostrados en la Figura 50. De esta forma, se espera que el sistema sea capaz de identificar los contornos de la gota (separando el fondo y la muestra) en los fotogramas o imágenes adquiridas por la cámara y posteriormente permita calcular el ángulo contacto.

En particular el algoritmo (A) es usado para una previsualización y ajustes de algunos parámetros para la adquisición de imágenes. Este debe iniciar con un reconocimiento de la cámara microscópica conectada a través de un puerto USB y habilitando la luz led, para lograr una correcta visualización de la gota en tiempo real y pasar a procesar los fotogramas, así mismo, que permita modificar los diferentes filtros desde la HMI, ajustar la línea base y capturar las imágenes cada segundo y almacenarlas en el equipo; el programa guarda tanto las imágenes con ángulos como las imágenes sin ángulos y los ajustes realizados. Cuando el usuario accede a los resultados puede visualizar las imágenes capturadas durante el proceso con sus respectivos ángulos, pero también puede procesar las imágenes capturadas para determinar el ángulo en estas.

Por otro lado, el algoritmo (B) cuenta con parte del código del algoritmo (A), pero este va a permitir cargar los ajustes de los contrastes y la altura de la línea base preconfigurados anteriormente, además de poder introducir, visualizar y guardar los datos de las pruebas a través de la pantalla HMI.

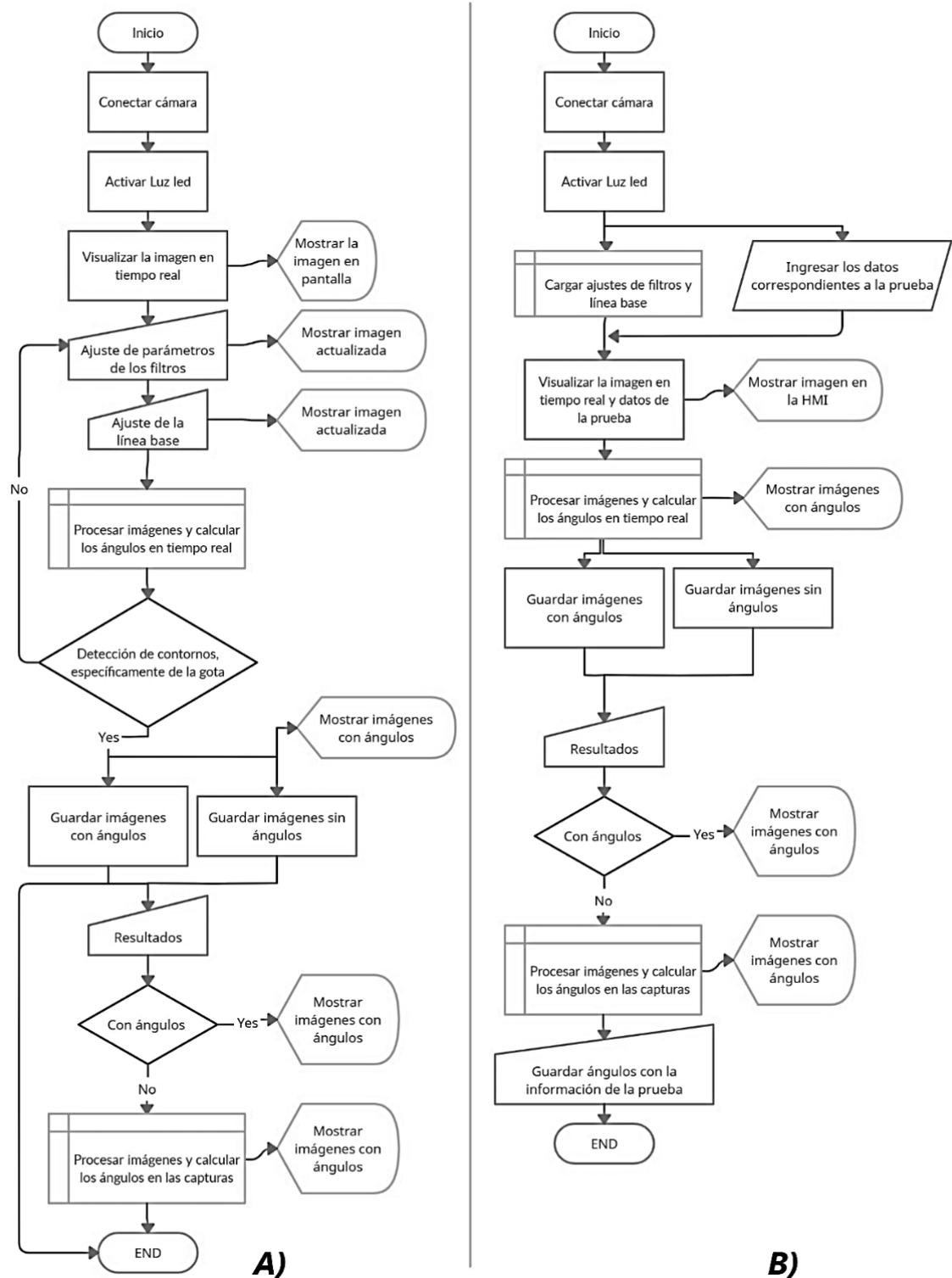


Figura 50. Diagramas de flujo para procesar las imágenes. A) Diagrama de ajustes y previsualización, B) Diagrama de pruebas y visualización.

6.1.12.1.1 Detección de bordes

Una parte muy importante dentro de este procesamiento de imágenes es la detección de bordes, que debe cumplir con el algoritmo que se detalla en la Figura 51.

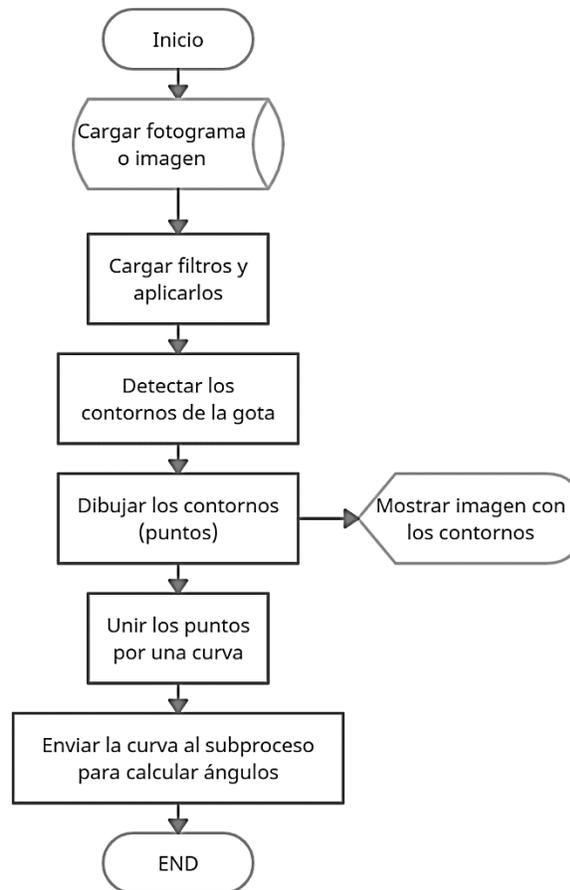


Figura 51. Algoritmo para detectar bordes.

Como se mencionó anteriormente se deben aplicar unos filtros a los fotogramas capturados por la cámara microscópica cada segundo, o a las imágenes capturadas durante el proceso (imágenes sin ángulos), esto con el fin de mejorar y hacer más eficiente la detección de bordes. Cabe aclarar que para llevar a cabo este proceso se requiere que la imagen este en una escala de grises, por lo que hay que realizar su correspondiente conversión.

Con los bordes obtenidos específicamente de la gota, que son los pixeles importantes representados como puntos, se dibujan sobre la imagen para que el

usuario pueda visualizarlos en pantalla. Por consiguiente, se ajustan los bordes a una curva, siendo la base para calcular los ángulos. Así, se envía esa curva almacenada en una matriz al subproceso denominado cálculo del ángulo contacto.

6.1.12.1.2 Cálculo del ángulo contacto

El cálculo del ángulo contacto es la parte final de este procesamiento de imágenes, a continuación, se detalla las diferentes etapas que debe cumplir este proceso (Figura 52) y es donde se obtiene finalmente el ángulo contacto de la gota.

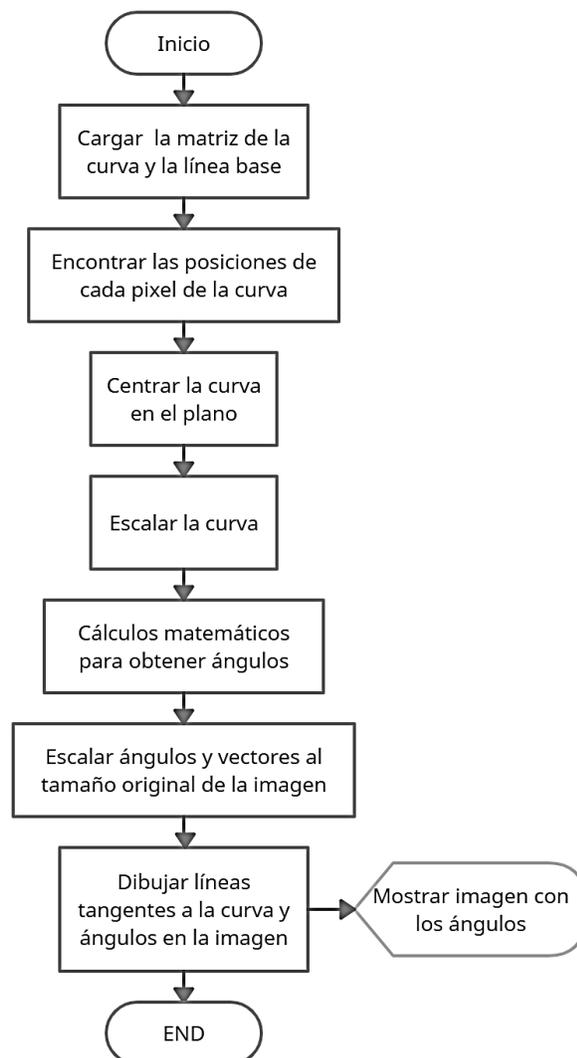


Figura 52. Diagrama para el cálculo de angulo contacto.

Aquí se parte de la matriz que contiene la curva que representa los contornos de la gota junto con la línea base. Este programa debe ser capaz de encontrar las posiciones de cada pixel que representan la curva, de tal manera que se puedan ver como coordenadas en el plano. Se puede mover dicha curva, de tal forma que quede centrada y sea escalada para facilitar los cálculos matemáticos.

Los cálculos que se realizan para identificar los ángulos, tanto del ángulo del lado derecho como del izquierdo son: el cálculo de la derivada de la curva en el punto donde se intercepta la línea base, el cálculo del arco tangente de esta derivada y finalmente promediar los ángulos, para obtener el ángulo contacto que es el objetivo del programa.

También se debe calcular los vectores, para dibujar las líneas tangentes a la curva. Para esto, cada vector debe partir de la intersección de la curva con la línea base (extremos de la curva), que son los puntos donde la gota entra en contacto con el sólido. Estos vectores cuentan con la dirección de los ángulos calculados respectivamente, los cuales se pueden multiplicar por un escalar para ajustar a la imagen original y conocer las coordenadas donde finalizan cada uno y así poder dibujar las líneas tangentes a la curva.

Una vez que se dibujen los ángulos, las líneas tangentes a la gota y se muestre el valor de cada uno en la imagen, esta se muestra en pantalla para que el usuario la pueda visualizar.

6.1.12.2 Control de motores

Para el control de motores se diseñó un controlador digital RST, el cual es un algoritmo sofisticado basado en el método de colocación de polos que explota muchos recursos numéricos. El método utilizado para determinar las ganancias del controlador PI es el método de compensación de los polos; se observa aquí que el interés de la compensación de los polos ocurre sólo si los parámetros del sistema se identifican con precisión, como las ganancias k_p y k_i se basan en estos mismos parámetros [40].

El control de motores es para el motorreductor de 160 RPM que se implementa para el desplazamiento de la estructura y para el motorreductor de 352 RPM que se implementa para el pipeteo. Así se realiza un control para cada motor debido a que cada uno tiene características diferentes.

Como primer paso para diseñar este controlador, se debe conocer el modelo matemático de la planta (función de transferencia del sistema dinámico). Para ello se deben tomar datos de manera experimental, estos datos hacen referencia a las variables de entrada y salida en el lazo de control. Al tratar de controlar la velocidad del motor, la variable de entrada o variable controlada es el voltaje a través de la modulación del ancho de pulso (PWM) y la variable de salida o variable a controlar es la velocidad a través de las revoluciones por minuto (RPM).

Para obtener los datos experimentales se realizó un programa en Python para hacer uso de los pines GPIO (del inglés General Purpose Input/Output) de la raspberry pi, que permite activar el motor a un determinado valor de PWM a través del driver, y realizar el conteo de vueltas por medio del encoder.

Para el conteo de vueltas, el encoder tiene dos canales con una separación de 90° , canal A y canal B. Para enviar los pulsos detectados con un valor en alto (1) y un valor en bajo (0) cuando no se detecta, el encoder usa una señal digital de cuadratura como se observa en la Figura 53. Por lo tanto, se implementó en código para la detección de interrupciones cuando haya un cambio detectado en los dos pines GPIO; por cada canal se reciben 2 pulsos, donde la función para el conteo ira incrementando el valor en la variable denominada "contA", que luego se divide entre los 4 pulsos (total de pulsos de los dos canales), dicha variable se reinicia cada 30 milisegundos para el motorreductor de 160 RPM y cada 20 milisegundos para el motorreductor de 352 RPM, con el fin de garantizar que las interrupciones se realizan con este periodo de muestreo.

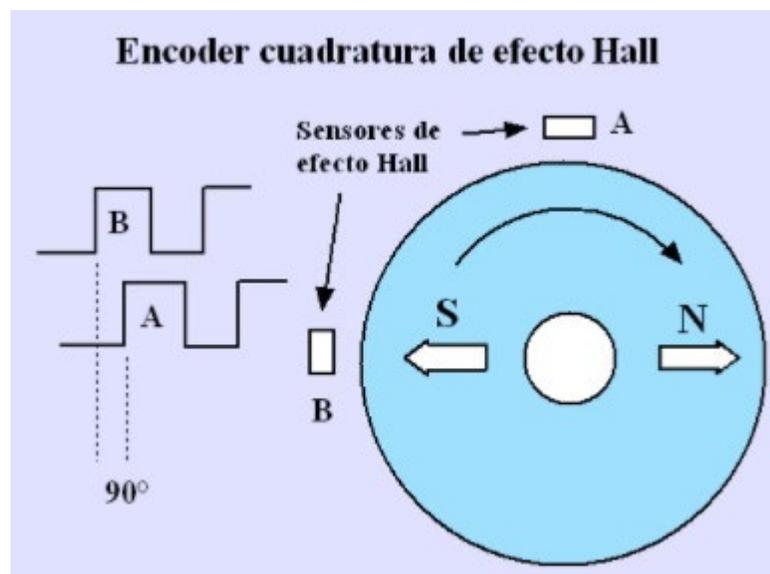


Figura 53. Encoder [41].

Se identificó que los dos motorreductores completan una vuelta con 13 pulsos, pero esta cambia por la caja reductora. El motorreductor de 160 RPM tiene una reducción de 1:74.8, por lo tanto, para calcular las RPM se usó la ecuación 4; para el motorreductor de 352 RPM que tiene una reducción de 1:34, las RPM se calcularon a partir de la ecuación 5.

$$rpm = \frac{contA}{4} * \frac{60}{13 * 74.8 * 0.03} \quad (4)$$

$$rpm = \frac{contA}{4} * \frac{60}{13 * 34 * 0.02} \quad (5)$$

Para eliminar el ruido y mantener la señal de las RPM, se utilizó un filtro digital pasa bajos, denominado de filtro EMA (Media móvil exponencial) el cual es representado por la ecuación (6). En esta ecuación el coeficiente α (alpha) es el que permite dar importancia al nuevo valor de RPM respecto al anterior, para luego hacer la media de los dos valores teniendo en cuenta el peso de cada uno.

$$A_n = \alpha * M + (1 - \alpha) A_n - 1 \quad (6)$$

Siendo A_n el valor filtrado, $A_n - 1$ el valor filtrado anterior, M es el valor muestreado de las RPM a filtrar, y α (alpha) es un factor entre 0 y 1.

En la ecuación (7) se muestra la ecuación aplicada para el filtro de las revoluciones por minuto, donde rpm_f son los nuevos valores de RPM filtrados, rpm es el valor anterior de las revoluciones por minuto y α (alpha) toma un valor de 0.05. Vale destacar que a menores valores de α se obtiene un mejor ajuste de la señal.

$$rpm_f = (0.05 * rpm) + ((1 - 0.05) * rpm_f) \quad (7)$$

A continuación, se detalla el proceso para el motorreductor de 160 RPM, para el motorreductor de 352 RPM se realiza de igual manera, pero con sus respectivos datos.

a). Identificación de la planta (función de transferencia) en tiempo continuo

Se requiere tomar los datos con un valor de PWM para obtener la función de transferencia (PWM = 30) como se muestra en la Figura 54A y otros con un valor diferente de PWM para validar la función (PWM = 22) como se muestra en la Figura 54B. Los datos experimentales fueron almacenados en un archivo de Excel para ser exportados al software de Matlab y ser cargados en la función Ident (System Identification Toolbox) Figura 54C, donde también se ingresa el tiempo de muestreo (30 ms) y así continuar con la identificación de la función de transferencia, así mismo se puede graficar los datos ingresados como se muestra en la Figura 54D para observar su comportamiento.

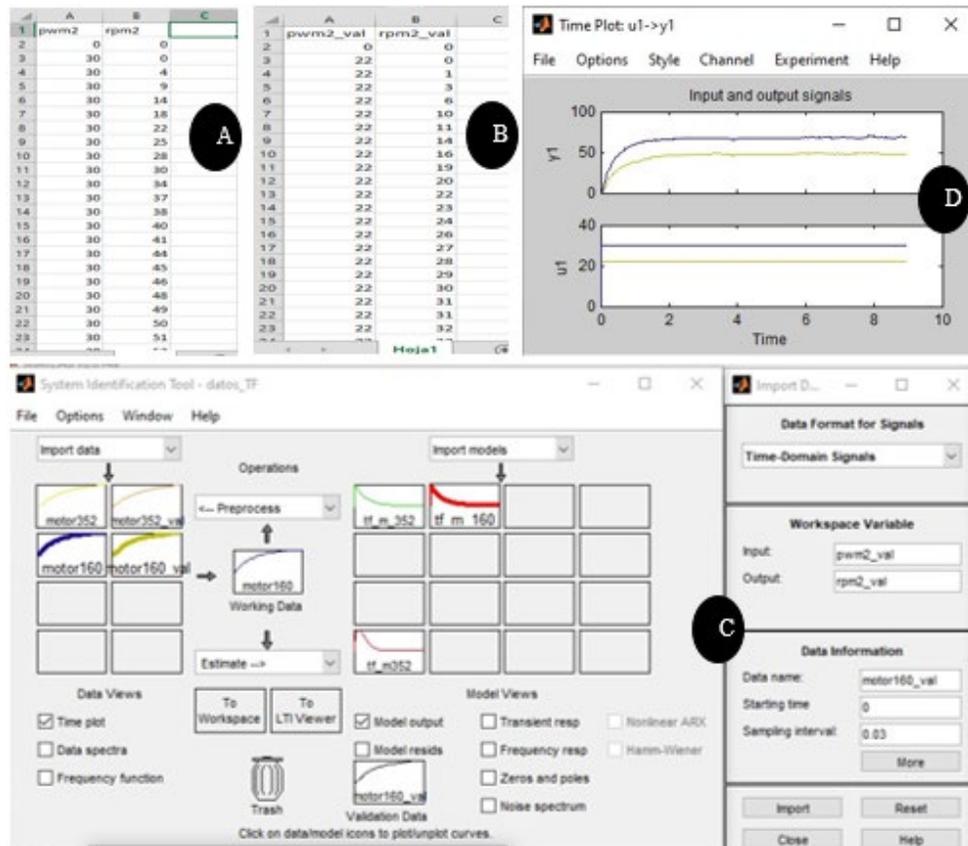


Figura 54. Ingreso de datos a la función Ident de Matlab.

Una vez ingresados los datos se procede a calcular la función de transferencia, donde se despliega una nueva ventana para seleccionar el número de polos, en este caso dos polos y el orden de la función donde se eligió de primer orden, ya que se trata de una planta lenta que no presenta sobrepaso máximo, pero se puede modelar como una planta de segundo orden, y finalmente se le da la opción para

que calcule la función de transferencia. Así se obtiene una función de transferencia que se ajusta a los datos con un porcentaje de un 77.36%, el cual es un valor adecuado para esta planta, como se observa en la Figura 55.

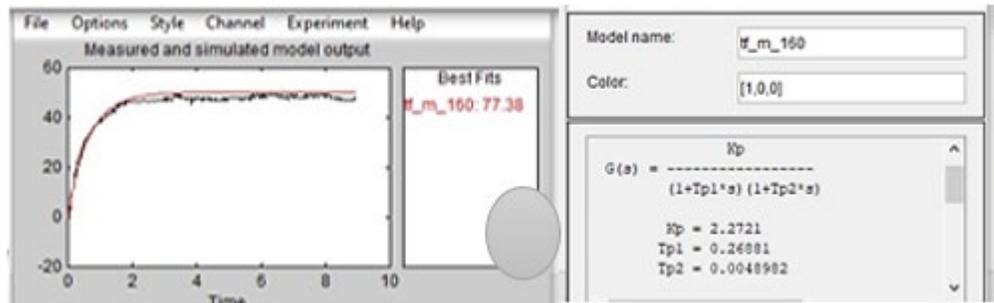


Figura 55. Identificación de la función de transferencia con la función *Ident* de Matlab.

En la ecuación 8 se muestra la función de transferencia de la planta en tiempo continuo en el espacio de Laplace obtenida a través de la función *Ident* de Matlab, donde Kp es una ganancia proporcional, $Tp1$ y $Tp2$ son las constantes de tiempo de los dos polos reales. Para continuar con el diseño se requiere pasar la función de transferencia a la forma general de un sistema de segundo orden, representada en la ecuación 9, donde Wn es la ganancia natural no amortiguada y ξ (zita) es el coeficiente de amortiguamiento, variables que serán identificadas más adelante. En la ecuación 10 se reemplazan los valores de cada variable y por medio de la factorización y otros procesos matemáticos se obtiene la función de transferencia en su forma general, representada en la ecuación 12.

$$G(s) = \frac{Kp}{(1 + Tp1 * s)(1 + Tp2 * s)} \quad (8)$$

$$G(s) = \frac{Y(s)}{U(s)} = Kp * \frac{Wn^2}{s^2 + 2 * \zeta * Wn * s + Wn^2} \quad (9)$$

$$G(s) = \frac{2.2721}{(1 + 0.26881 * s)(1 + 0.0048982 * s)} \quad (10)$$

$$G(s) = \frac{2.2721}{0.001317 s^2 + 0.2737 s + 1} \quad (11)$$

$$G(s) = \frac{1726}{s^2 + 207.9s + 759.5} \quad (12)$$

b). Discretización y simulación de la función de transferencia

El siguiente paso es la discretización de la función de transferencia, obteniendo así una nueva función en tiempo discreto, representada por la ecuación 13. Aquí fue usado un tiempo de muestreo de 30 milisegundos ($T_s = 30$), obteniéndose una función idéntica a la función en tiempo continuo como se muestra en la Figura 57.

$$G(z) = \frac{0.2023z + 0.0371}{z^2 - 0.8966z + 0.001957} \quad (13)$$

A seguir, se realizó la simulación de la planta en tiempo continuo y en tiempo discreto por medio de Simulink, el cual es un entorno de programación visual (bloques) que trabaja en Matlab y permite simular estos sistemas. Aquí se crean los bloques que representan a la función de las ecuaciones 12 y 13 respectivamente y se aplica un escalón unitario para visualizar su comportamiento gráficamente como se muestra en la Figura 56 y Figura 57 en un lazo abierto de control.

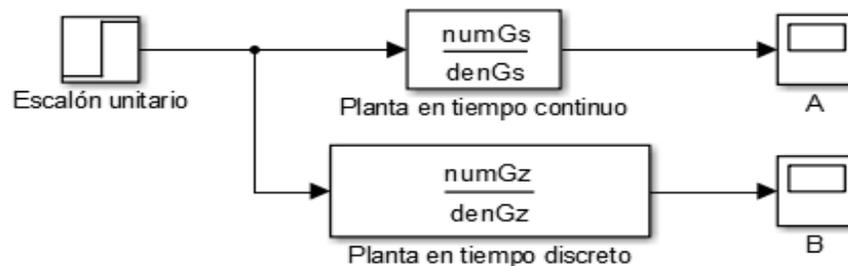


Figura 56. Simulación de la planta en tiempo continuo y discreto.

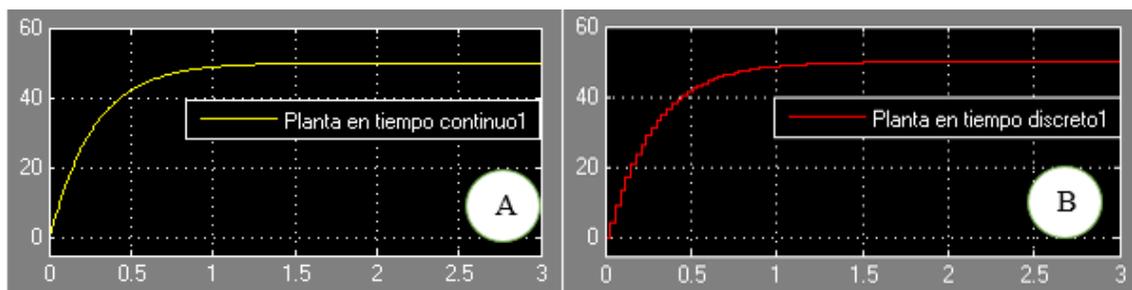


Figura 57. Grafica de la función de transferencia, A) en tiempo continuo y B) en tiempo discreto.

c). Controlador (PI analógico) de la planta

A continuación, se diseña el controlador para la planta, por medio de PID Tuner de Matlab como se muestra en la Figura 58, donde se importa la planta en tiempo continuo (ecuación 12) y se elige entre las opciones el tipo, para este caso se diseña con un PI (del inglés Proportional Integral), debido a que las constantes que se requieren para realizar el controlador están en el PI. Solo queda ajustar el tiempo de respuesta para que la función responda más rápida o más lenta, y el comportamiento transitorio para controlar el sobrepaso máximo. Una vez que se obtiene la gráfica de la función con las características deseadas, se obtienen los valores de K_p y K_i ; donde K_p es la ganancia proporcional y K_i la ganancia integral.

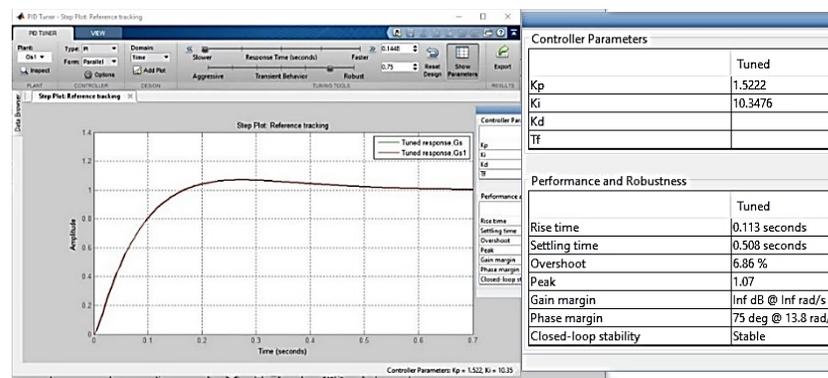


Figura 58. Diseño de controlador PI analógico.

Con un $K_p = 1.5222$ y un $K_i = 10.3476$, se calcula el T_i (constante de tiempo integral) que es la división entre los dos parámetros por medio de la ecuación 14, y así poder obtener el controlador de la planta con la ecuación 15. Se reemplazan los datos y se simplifica hasta obtener el controlador de la planta como se muestra en la ecuación 17.

$$T_i = \frac{K_p}{K_i} \quad (14)$$

$$G_c(s) = K_p * \left(1 + \frac{1}{T_i * s} \right) \quad (15)$$

$$G_c(s) = 1.5222 * \left(1 + \frac{1}{0.1471 * s} \right) \quad (16)$$

$$G_c(s) = \frac{1.522s + 10.35}{s} \quad (17)$$

En la Figura 60 se puede observar al controlador PI (de color rojo) que se ajusta muy bien a la planta (de color amarillo) en tiempo continuo.

d). Discretización y simulación del controlador (PI analógico)

El siguiente paso es la discretización del controlador de la planta, obteniendo así la nueva función en tiempo discreto, representada por la ecuación 18, con el tiempo de muestreo de 30 milisegundos ($T_s = 30$).

$$G_c(z) = \frac{1.522z - 1.212}{z - 1} \quad (18)$$

Para la simulación se realiza el diagrama en Simulink, aplicando el álgebra de bloques para obtener este diagrama como se muestra en la Figura 59. Aquí se implementa la planta en lazo abierto con un escalón unitario, al igual que la planta con el controlador (PI analógico) en tiempo continuo (ecuaciones 12 para la planta y 17 para el controlador) y en tiempo discreto (ecuaciones 13 para la planta y 18 para el controlador), en lazo cerrado de control con realimentación. Finalmente, se le aplica un escalón unitario para observar en la gráfica la respuesta obtenida como se muestra en la Figura 60, donde el controlador y la planta también se ajustan acertadamente en tiempo discreto.

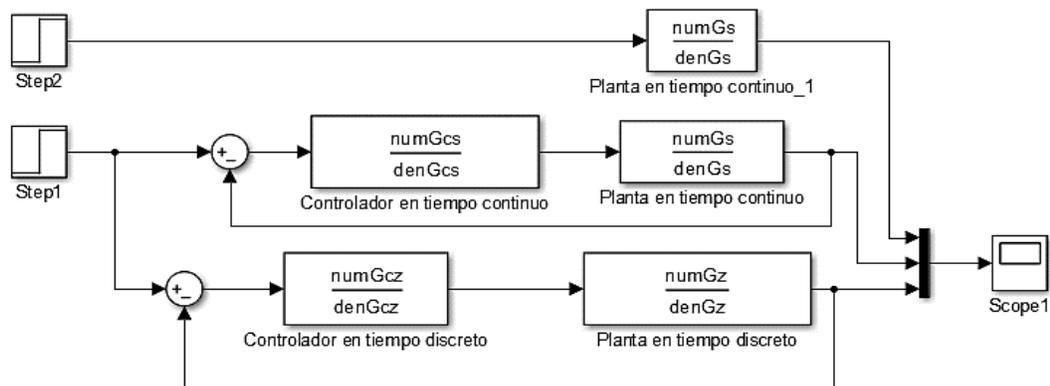


Figura 59. Diagrama de bloques de la planta y el controlador (PI analógico) en tiempo continuo y discreto.

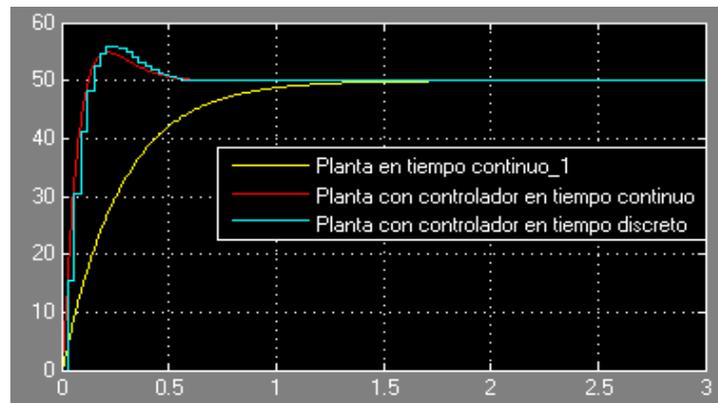


Figura 60. Simulación de la planta y el controlador (PI analógico) en tiempo continuo y discreto.

e). Identificación de los parámetros de la planta en lazo abierto sin control

Para esta identificación se recurre a la ecuación 12 y a la gráfica de la Figura 57(A), que representa a la planta en lazo abierto, de donde se puede obtener los siguientes parámetros:

- El tiempo de la planta, también denominado tiempo de muestreo (T_s), que es igual a 30 milisegundos ($T_s = 30$).
- La frecuencia natural (W_n), que se obtiene de solucionar la ecuación 19 donde se conoce su equivalencia, obteniéndose el valor de la frecuencia natural en la ecuación 20.

$$W_n^2 = 759.5 \quad (19)$$

$$W_n = 27.5587 \quad (20)$$

- El tiempo equivalente (T_{eq}), que depende del factor de amortiguamiento (ζ). Para calcular este parámetro se conoce su equivalencia en la ecuación 21, con este dato se despeja ζ (zita) para obtener su valor (ecuación 22). Una vez se conoce el valor de ζ se somete a la condición de: si $0 < \zeta < 1$ y la cumple, se aplica la ecuación 23; de lo contrario somete a la condición de: si $\zeta \geq 1$ y la cumple, se aplica la ecuación 24. Para este caso $\zeta = 3.7715$, por lo tanto, se hace uso de la ecuación 24, reemplazando con los valores de la ecuación 20 y 22 para obtener el tiempo equivalente (ecuación 25).

$$2 * \zeta * Wn = 207.9 \quad (21)$$

$$\zeta = 3.7715 \quad (22)$$

$$T_{eq} = \frac{1}{\zeta * Wn} \quad (23)$$

$$T_{eq} = \frac{2}{\zeta * Wn} \quad (24)$$

$$T_{eq} = 0.0192 \quad (25)$$

f). Se definen los criterios de diseño

Aquí se determina la dinámica del sistema con control en lazo cerrado, pero se considera la respuesta en lazo abierto sin control.

Hay dos dinámicas dentro del controlador RST, está la dinámica de seguimiento que es una respuesta dinámica de la planta ante una variación del setpoint (valor deseado), y la dinámica de regulación que es una respuesta dinámica de la planta ante una perturbación en la variable controlada. Para diseñar estas dinámicas se requieren de unos criterios:

- El Tiempo de establecimiento (t_{ss}) se obtiene de la gráfica de la Figura 57(A), este valor se identifica cuando se observa en la gráfica que la planta ya no presenta variaciones y está en estado estable, siendo este valor igual a 49.9862 *RPM*. Adicionalmente, se deben tener en cuenta los criterios del 2% y del 5% para encontrar el t_{ss} . Este proceso consiste en tomar los valores por encima o por debajo del valor estable pero que estén dentro de la banda de los porcentajes. Se elige el criterio del dos por ciento por debajo del valor estable debido a que el sistema no presenta sobrepaso máximo, y se obtiene un valor de 98.8862 *RPM*, este valor se busca nuevamente en la gráfica y el valor que corresponda en el eje del tiempo (eje x) es el tiempo de establecimiento, donde se obtuvo un valor de t_{ss} en segundos $t_{ss} = 1.0565$.
- El tiempo de establecimiento de diseño (t_{ssd}) se decide dentro de un rango de $1.1 * t_{ss}$ y un $1.5 * t_{ss}$, para cumplir que el t_{ssd} debe ser mayor entre el 10% y el 50% al tiempo de establecimiento en lazo abierto (t_{ss}). Así, se reemplaza el valor de $t_{ss} = 1.0565$ en la ecuación 26 donde se obtiene un valor de t_{ssd} que

está entre 1.1612 y 1.5835 segundos, donde se elige el valor de 1.1622 segundos representado en la ecuación 27.

$$tssd = (1.1 - 1.5) * tss \quad (26)$$

$$tssd = 1.1622 \quad (27)$$

- Para ajustar el sobrepaso máximo (MP%) se realiza modificando el factor de amortiguamiento con el valor de ζ (zita), donde se sigue las recomendaciones de tomar un valor dentro del rango $0.7 < \zeta < 1$, donde se parte de un 0.8 y se simula hasta obtener el comportamiento deseado.
- Para la dinámica de seguimiento se elige $\zeta = 0.7$ y para la dinámica de regulación se elige $\zeta = 0.95$.
- Para ajustar la frecuencia del sistema (Wd) en lazo cerrado, están los dos criterios: del 2% y del 5%. Para el criterio del 2% se elige la ecuación 28 y para el criterio del 5% la ecuación 29. Como anteriormente se había elegido el criterio del dos por ciento para el tiempo de establecimiento, se continúa con el mismo.

$$Wd = \frac{3}{tssd * \zeta} \quad (28)$$

$$Wd = \frac{4}{tssd * \zeta} \quad (29)$$

- Para la dinámica de seguimiento se obtuvo $Wd = 5$ y para la dinámica de regulación $Wd = 3.623$.
- Para calcular el tiempo de muestreo de diseño (Ts) se tiene un rango que está determinado por la ecuación 30 para este sistema de segundo orden.

$$0.2 * (Teq + Td) < Ts < 0.6 * (Teq + Td) \quad (30)$$

Donde Teq es el valor calculado en la ecuación 26 y Td es el tiempo muerto en la planta, para este caso es igual a cero.

g). Identificación de los polinomios A y B

Los polinomios A y B se identifican de la función de la planta discretizada, a partir de la ecuación 13, donde hay que pasar a variables de z^{-n} , donde n representa el grado del polinomio (ecuación 31), y finalmente hacer un cambio de variable a q^{-n} para tener la planta de segundo grado (ecuación 32) y así identificar los dos polinomios A y B . Se conoce que el polinomio A corresponde al denominador de la planta (ecuación 33) y el polinomio B corresponde al numerador de la planta (ecuación 34), solo queda reemplazar los valores de los coeficientes en estas dos ecuaciones para tener el polinomio $B(q^{-1})$ en la ecuación 35 y el polinomio $A(q^{-1})$ en la ecuación 36.

$$H(z^{-1}) = \frac{0.2023z^{-1} + 0.0371z^{-2}}{1 - 0.8966z^{-1} + 0.001957z^{-2}} \quad (31)$$

$$H(q^{-1}) = \frac{b_1q^{-1} + b_2q^{-2}}{1 - a_1q^{-1} + a_2q^{-2}} \quad (32)$$

$$B(q^{-1}) = b_1q^{-1} + b_2q^{-2} \quad (33)$$

$$A(q^{-1}) = 1 - a_1q^{-1} + a_2q^{-2} \quad (34)$$

$$B(q^{-1}) = 0.2023q^{-1} + 0.0371q^{-2} \quad (35)$$

$$A(q^{-1}) = 1 - 0.8966q^{-1} + 0.001957q^{-2} \quad (36)$$

h). Obtención del polinomio P

El polinomio P es un polinomio que resulta de discretizar una función de transferencia de segundo orden con los parámetros deseados en lazo cerrado, estos parámetros son los que se detallaron en el numeral (f) de esta sección para la dinámica de regulación (ζ y Wd), A partir de la ecuación 9, se crea la ecuación 37 donde se reemplaza con los valores de los parámetros deseados. A continuación, se hace la discretización y se obtiene la ecuación 38, en función de z^{-n} (ecuación 39). El polinomio P es igual al denominador de la ecuación 39, estos valores se representan en un vector como se muestra en la ecuación 40, y se reemplazan en la ecuación 41 donde se completa con dos cero para tener el

polinomio de orden 4, debido a que el polinomio de la ecuación con parámetros de diseño es de orden 2.

$$G(s) = \frac{3.623}{s^2 + 6.884s + 13.13} \quad (37)$$

$$G(z) = \frac{0.001522z + 0.001421}{z^2 - 1.803z + 0.8134} \quad (38)$$

$$G(z^{-1}) = \frac{0.001522z^{-1} + 0.001421z^{-2}}{1 - 1.803z^{-1} + 0.8134z^{-2}} \quad (39)$$

$$p^T = [1, p_1, p_2, p_3, p_4] \quad (40)$$

$$P^T = [1, -1.803, 0.8134, 0, 0] \quad (41)$$

i). Solución de la ecuación diofántica para obtener los polinomios S y R

La ecuación diofántica es cualquier ecuación algebraica en varias variables, cuyas variables son números enteros y solo admite soluciones que pertenecen al conjunto de estos números [42]. Esta ecuación diofántica es aplicada a la ecuación con el polinomio característico de la planta con controlador, como se muestra en la ecuación 42. De donde se conocen los polinomios $P(q^{-1})$, $A(q^{-1})$ y $B(q^{-1})$, donde q^{-d} es considerado un retraso y es igual a cero si no lo tiene, y las incógnitas son los polinomios $S(q^{-1})$ y $R(q^{-1})$ que se encuentran solucionando matricialmente la ecuación diofántica.

En la Figura 61 se muestra las matrices que representan a la ecuación 43, la cual representa la expresión matricial para resolver la ecuación diofántica, donde dados los valores de la matriz M y de la matriz columna P , queda como incógnita los valores de la matriz columna X , que se muestran en la ecuación 44. Así, la solución de la ecuación 43 está dada por la ecuación 45.

$$P(q^{-1}) = A(q^{-1}) * S(q^{-1}) + q^{-d} * B(q^{-1}) * R(q^{-1}) \quad (42)$$

$$M.X = P \quad (43)$$

$$x^T = [1, S'_1, r_0, r_1, r_2] \quad (44)$$

$$X = M^{-1}.P \quad (45)$$

$$\begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ a'_1 & 1 & b_1 & 0 & 0 \\ a'_2 & a'_1 & b_2 & b_1 & 0 \\ a'_3 & a'_2 & 0 & b_2 & b_1 \\ 0 & a'_3 & 0 & 0 & b_2 \end{pmatrix} \times \begin{pmatrix} 1 \\ s'_1 \\ r_0 \\ r_1 \\ r_2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 1 \\ p_1 \\ p_2 \\ p_3 \\ p_4 \end{pmatrix}$$

Figura 61. Matrices para solucionar la ecuación diofántica

Una vez solucionado la ecuación diofántica matricialmente se obtienen los polinomios $S(q^{-1})$ y $R(q^{-1})$, ecuaciones 46 y 47 respectivamente.

$$R(q^{-1}) = r_0 + r_1 * q^{-1} + r_2 * q^{-2} \quad (46)$$

$$S(q^{-1}) = 1 + s_1 * q^{-1} + s_2 * q^{-2} \quad (47)$$

j). Obtención del polinomio P

Para obtener el polinomio $T(q^{-1})$ se debe verificar que el polinomio B evaluado en 1 sea igual a cero, tal que el polinomio T sea igual al polinomio P ; pero si da como resultado un valor diferente de cero, el polinomio $T(q^{-1})$ va a ser igual al cociente del polinomio P y el polinomio B evaluado en 1. Como se muestra en la Figura 62.

$$T(q^{-1}) = \begin{cases} \frac{P(q^{-1})}{B(1)} & \text{Si } B(1) \neq 0 \\ P(q^{-1}) & \text{Si } B(1) = 0 \end{cases}$$

Figura 62. Polinomio $T(q^{-1})$

k). Obtención de los polinomios B_m y A_m

Para obtener estos polinomios, se implementa una nueva función de transferencia con los parámetros deseados del numeral (f) de esta sección (W_d y ζ), para la dinámica de seguimiento. La ecuación 48 representa la función de transferencia, a la cual se realiza la discretización (ecuación 49), de esta se puede identificar que el polinomio B_m corresponde al numerador y el polinomio A_m corresponde al denominador de la ecuación.

$$G(s) = \frac{5}{s^2 + 7s + 25} \quad (48)$$

$$G(z) = \frac{0.002097z + 0.001955}{z^2 - 1.79z + 0.8106} = \frac{B_m}{A_m} \quad (49)$$

Una vez que se obtienen todos los polinomios se realiza la simulación en Simulink aplicando el álgebra de bloques como se muestra en la Figura 63. Aquí se realiza la simulación, tanto de la dinámica de seguimiento como de la dinámica de regulación, para la función de transferencia de la planta con el controlador RST. Después de haber hecho los correctos ajustes de los parámetros de diseño y obtenida una respuesta deseada, con buenos resultados en la simulación (Figura 64 y Figura 65 aplicando disturbios), se realiza la implementación de este controlador en código a través del software Python.

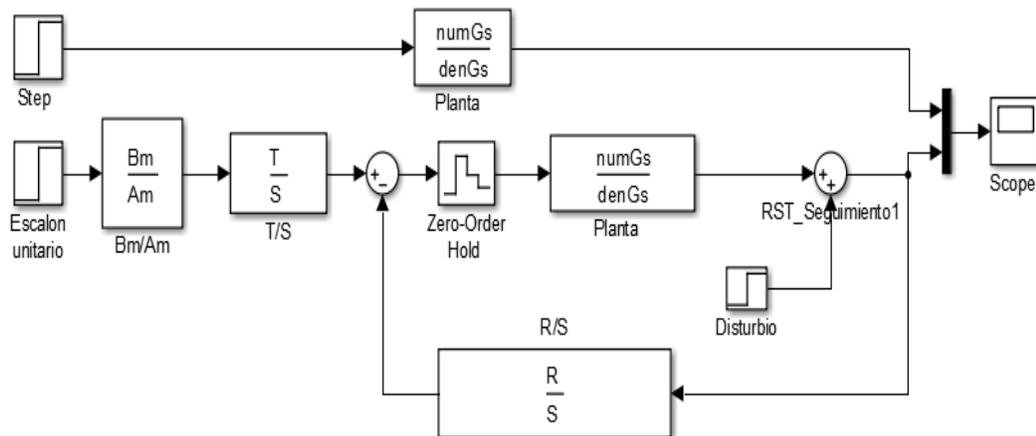


Figura 63. RST en bloques de Simulink

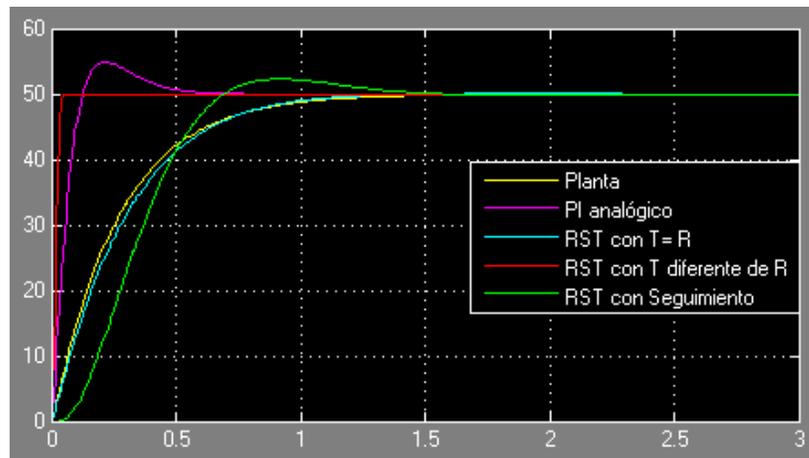


Figura 64. Simulación del control RST

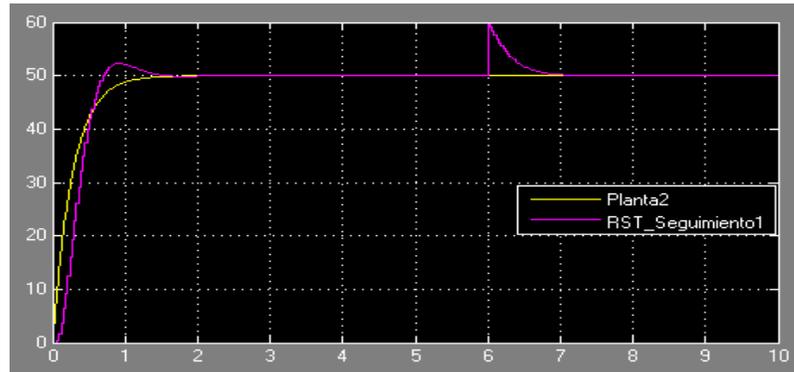


Figura 65. Simulación del controlador RST frente a disturbios

6.1.13 Diseño Electrónico

El diagrama esquemático del diseño electrónico se muestra detalladamente en la Figura 66, indicando sus conexiones, así como, los elementos utilizados para su elaboración. Básicamente el sistema electrónico consta de diferentes componentes, en el que podemos destacar la Raspberry Pi 4B que es la encargada de manejar todo el proceso de instrucciones de la máquina.

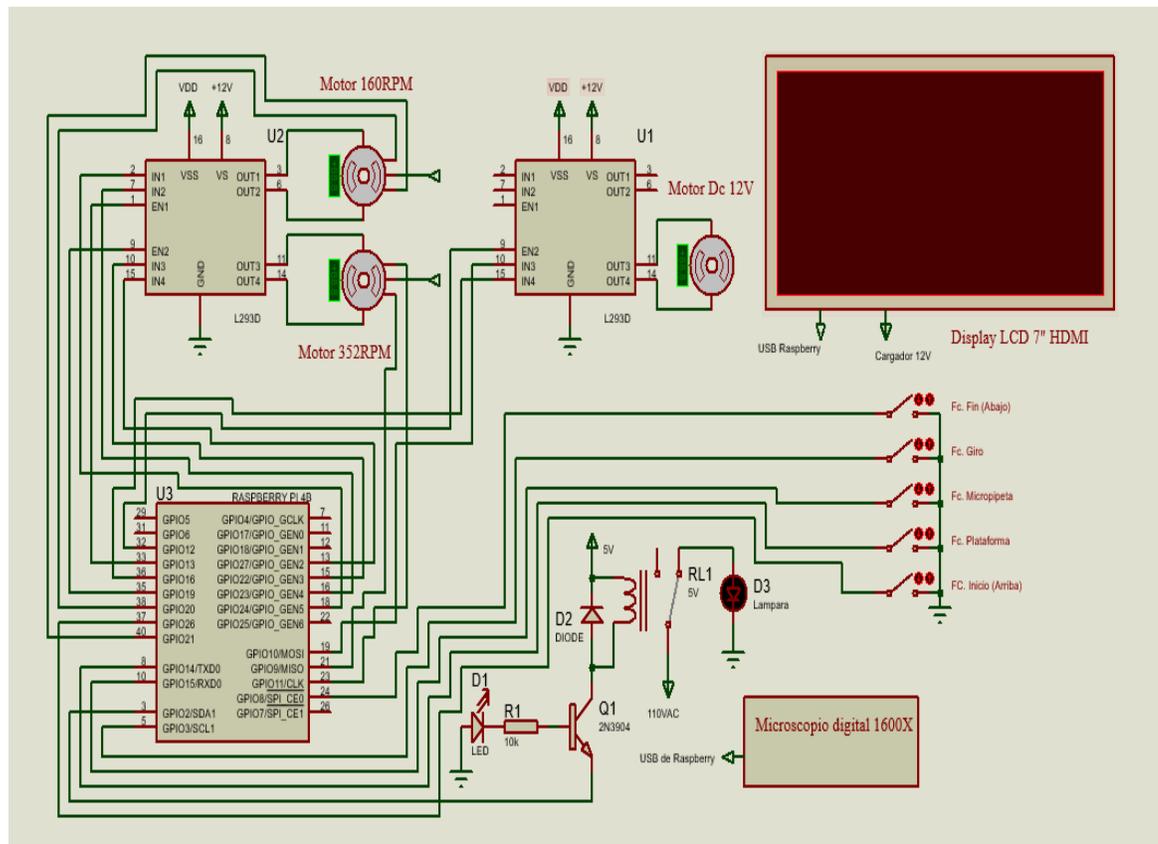


Figura 66. Diseño electrónico del subsistema de ángulo contacto.

En la Figura 67 se presenta el diseño electrónico del mecanismo de pipeteo y desplazamiento, el cual se implementará de la siguiente forma: el motorreductor de pipeteo (352 RPM) el cual posee seis pines, dos de los cuales serán alimentados con un voltaje de 3.3v (positivo y negativo respectivamente, un pin que se conectara al pin OUT3 y un pin del motor hacia el pin OUT4 del módulo L298N, de igual modo se conectarán dos cables a los pines GPIO de la raspberry los cuales son el GPIO 9 y el GIO 11 encargados del encoder A y B del motor; del mismo modo el GPIO 19 de la raspberry se conectara al pin EN2 del módulo L298N con el propósito de permitir o habilitar el canal del mismo. Es de agregar que el motorreductor debe de poseer una dirección la cual es ordenada por el GPIO 22 y el GPIO 27 a los pines IN3 y IN4 del control del motor.

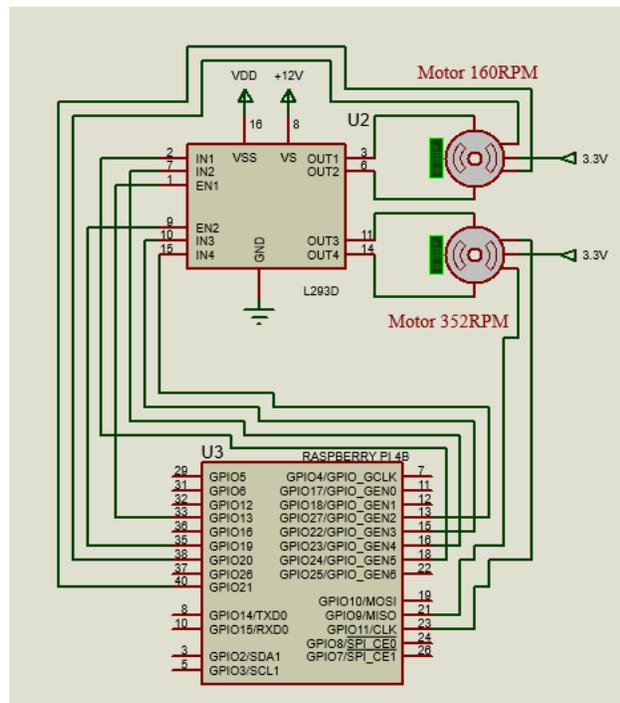


Figura 67. Diseño electrónico del mecanismo de pipeteo y desplazamiento

Por otro lado, es posible visualizar el mecanismo de desplazamiento el cual consiste de un motorreductor con encoder (160 RPM) el cual tiene seis pines, dos de los cuales serán alimentados con un voltaje de 3.3v (positivo y negativo respectivamente), un pin que conectara al pin OUT1 y un pin del motor hacia el pin OUT2 del módulo L298N; de igual modo se unirán dos cables a los pines GPIO de la raspberry los cuales son el GPIO 20 y el GPIO 21 encargados del encoder A y B del motor, del mismo modo el GPIO 13 de la raspberry se conectara al pin EN1 del módulo L298N con el propósito de permitir o habilitar el canal del mismo. Además, el motorreductor debe de poseer una dirección la cual es ordenada por el GPIO 24 y el GPIO 23 a los pines IN1 y IN2 del control del motor.

En el mecanismo de giro se encuentra un motor DC de 12v el cual posee dos entradas conectadas a los pines OUT3 y OUT4 del módulo de control de los motores; la dirección o sentido del motor se realiza a través del GPIO 10 y el GPIO 16 de la raspberry hacia los pines del módulo, tales como, el IN3 y el IN4; para habilitar el canal del módulo es indispensable la conexión del pin EN1 al GPIO 12, tal como se observa en la Figura 68.

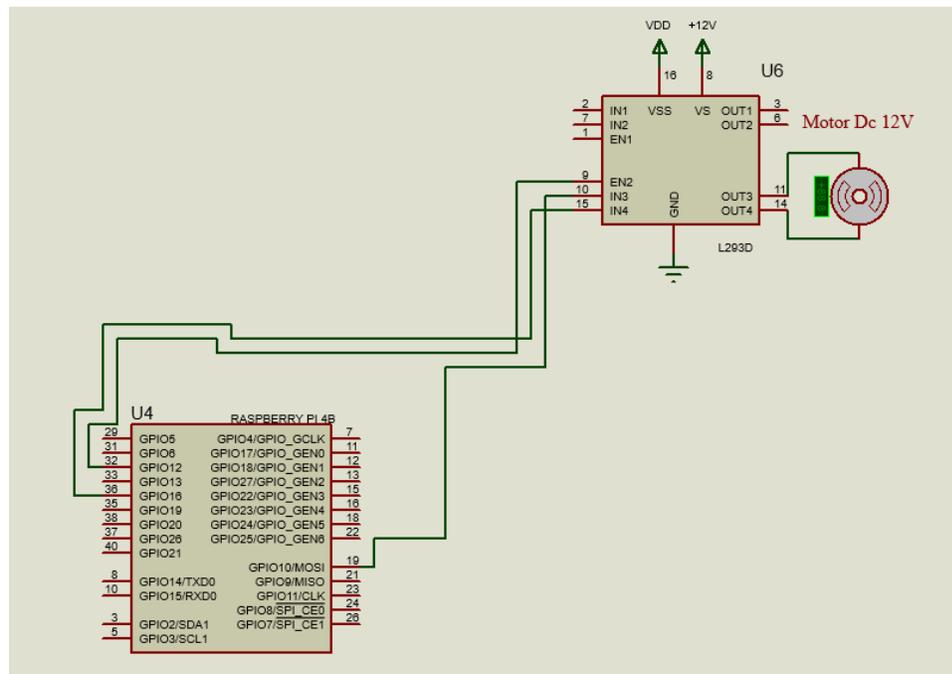


Figura 68. Diseño electrónico del mecanismo de giro.

Para el subsistema de adquisición de imágenes se encuentra en el diseño electrónico un módulo relé de un canal, utilizado para controlar una lámpara led de 9w, el cual posee conexión a voltaje (5v y Gnd) y la señal al GPIO 2 de la raspberry el cual será el encargado de modificar el estado de la lámpara (encendida o apagada). Cabe destacar que el microscopio digital se alimenta y se comunica con la raspberry a través de un cable USB. (Ver Figura 69).

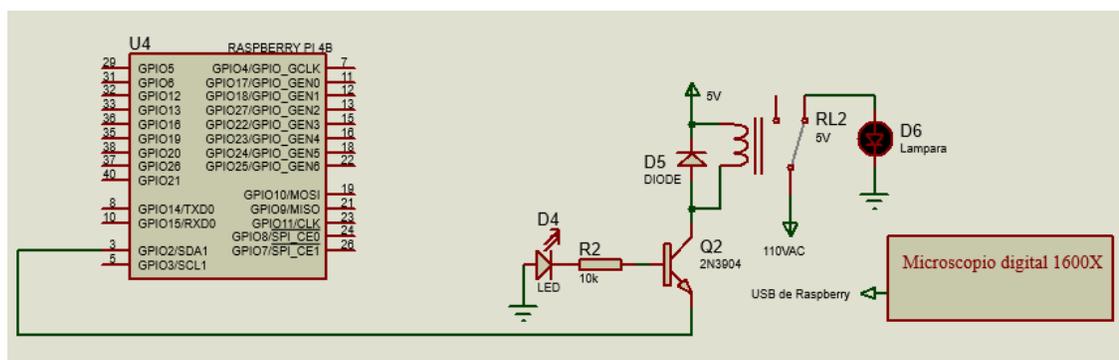


Figura 69. Diseño electrónico del subsistema de adquisición de imágenes.

Para el diseño de visualización y control del sistema mediante la interfaz gráfica de usuario, se utiliza una pantalla de 7 pulgadas la cual va conectada a la raspberry

mediante un cable HDMI, la cual permite la comunicación entre el usuario y la raspberry (Ver Figura 70).

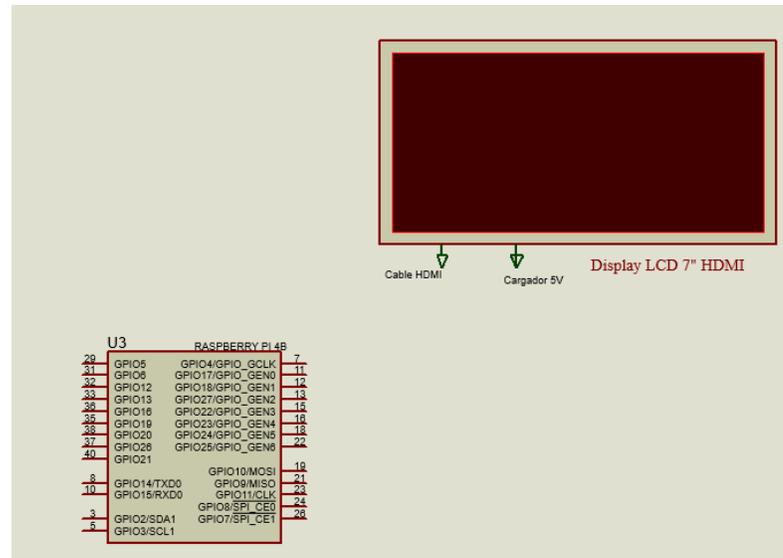


Figura 70. Diseño electrónico de visualización del sistema.

Es de suma importancia añadir que los diferentes sistemas anteriormente dichos, necesitan de mecanismos de activación. Así, para la seguridad del motor con encoder de 352 RPM se utilizan dos finales de carrera, uno en la parte superior y otro en la parte inferior del sistema de desplazamiento conectados al GPIO 8 y GPIO 26 de la raspberry; se utiliza un final de carrera empleado para darle la posición de inicio y fin del motor de giro, el cual se encuentra en el GPIO 3; además, un final de carrera para darle la posición a la plataforma a través del GPIO 14; por último, un final de carrera para darle la posición a la plataforma a través del GPIO 15, tal como lo indica la Figura 71.

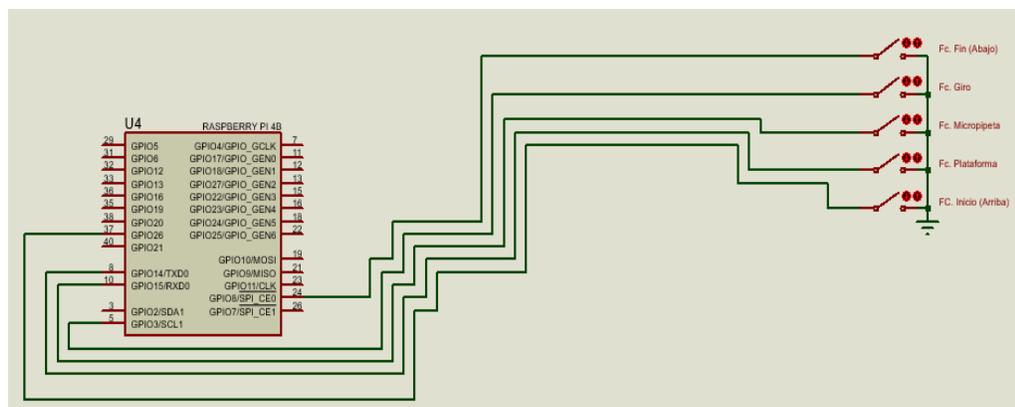


Figura 71. Diseño del mecanismo de activación y seguridad de los sistemas.

6.2 IMPLEMENTACION DEL SISTEMA

Teniendo en cuenta el diseño CAD previo, además de la definición completa de materiales estructurales y componentes electrónicos se procedió a realizar el ensamblaje del sistema, el cual se detalla a continuación. Cabe destacar que la elaboración de algunos componentes estructurales, especialmente, soportes para los motores, microscopio y micropipeta, así como, del panel de control se realizó usando la infraestructura del Laboratorio de Fabricación Digital - Fablab Unicomfauca.

6.2.1 Implementación del mecanismo de pipeteo y desplazamiento

Así como se especificó en el diseño de este mecanismo, la implementación se realiza, tal que, se cumpla con la función de presionar y soltar la micropipeta y realizar el desplazamiento de esta plataforma, para hacer la adquisición y deposición de la gota en la muestra, como se observa en la Figura 72.



Figura 72. Mecanismo de pipeteo y desplazamiento.

Para el pipeteo, el motor se establece con un valor de setpoint igual a 120 para presionar la micropipeta, este valor permite ajustar el motor a una velocidad de 120 RPM por medio del control RST donde se establece a un valor correspondiente de PWM; una vez esta presionada la micropipeta, se realiza una inversión de giro al motorreductor y se establece un valor de setpoint igual a 90 para soltar el botón superior de la micropipeta, ajustándolo a una velocidad de 90 RPM con el control RST, este valor para soltar es menor debido a que el botón cuenta con un resorte que en ese momento se está liberando de su compresión, acción que favorece al motorreductor. El soporte que se desplaza a través del eje accionado por el motorreductor para presionar y soltar la micropipeta, recorre una distancia de 8 mm, esta distancia se controla por medio del conteo de vueltas del encoder, y es requerida para no sobrepasar un tope al momento de presionarla y depositar la cantidad de líquido determinado de 2.5 μL .

Para el desplazamiento de la plataforma por medio del segundo motor, se establece un valor de setpoint igual a 50, para que el control RST asigne un valor de PWM y obtener una velocidad de 50 RPM para este desplazamiento; una vez que llegue al final de carrera denominado "plataforma" ubicado a una distancia de 45 mm del extremo inferior de este eje, se realiza un cambio de velocidad a 40 RPM, permitiendo que la plataforma se desplace más lentamente al introducir la punta de la micropipeta al líquido, tal que, pueda tomar una determinada cantidad de este especificado en la micropipeta. Una vez tomado el líquido, se sube la plataforma a una velocidad de 45 RPM y se espera que el usuario de la orden para depositar la gota. El desplazamiento a partir de este final de carrera (plataforma) es de una distancia de 35 mm hasta donde toma el líquido, ya que la distancia total que permite el eje es de 120 mm.

La deposición la gota se realiza con las mismas velocidades anteriores, pero una vez alcanza los 35 mm, se desplaza 10 mm más para alcanzar a topar la superficie de la muestra con la gota, este desplazamiento se realiza con una velocidad menor igual a 30 RPM, y sube nuevamente la plataforma con la misma velocidad de 45 RPM para ubicarse en el punto de inicio para una nueva prueba.

6.2.2 Implementación del mecanismo de giro

El mecanismo de giro se implementó como se detalla en el diseño de este (sección 6.6) y como se muestra en la Figura 73. Para realizar los estudios dinámicos del sistema por medio de la inclinación de la plataforma, se acciona el motorreductor dc con un valor de PWM igual a 85; el cual es controlado por el driver para la inversión de giro y depende de un final de carrera denominado "giro" el cual es el encargado de darle la posición de inicio y fin, al motor. El giro establecido para el desplazamiento es de 90 grados a partir de su posición inicial de 0 grados.

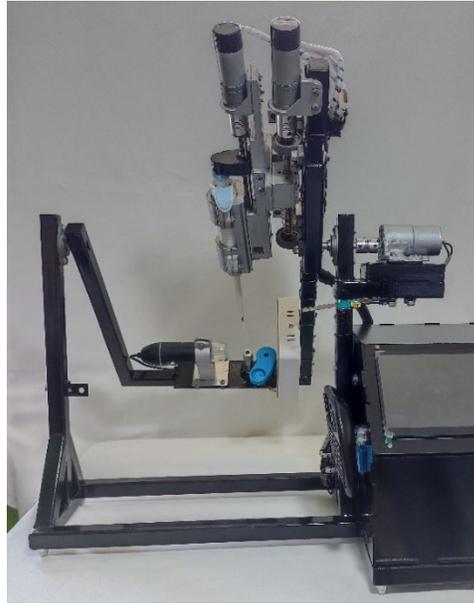


Figura 73. Mecanismo de giro

6.2.3 Implementación del subsistema de adquisición de imágenes

El subsistema de adquisición de imágenes, se implementó con referencia al diseño detallado anteriormente, teniendo como partes principales: un microscopio capilógrafo con un alcance del foco de 1600X conectado directamente a la raspberry pi; la iluminación por medio de una lámpara con potencia de 9w y 500 lúmenes, la cual proyecta una luz blanca adecuada para tornar la gota de color negro y definir mejor el fondo; un micrómetro para ubicar y manipular fácilmente la altura de la muestra donde se va a depositar la gota con una precisión de 0.01 mm (ver Figura 74). Con este subsistema se garantizan las condiciones necesarias para la obtención de una buena imagen.

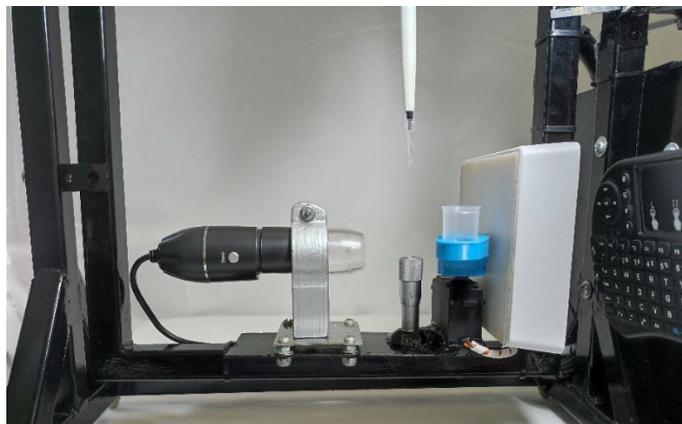


Figura 74. Subsistema de adquisición de imágenes

6.2.4 Implementación del subsistema de la caja de control

Con base en el diseño de la caja de control, se realizó la implementación. Esta estructura en acrílico contiene los elementos para controlar los otros subsistemas y mecanismos. Principalmente la raspberry pi en la cual se ha desarrollado el software, la pantalla para la interacción humano-máquina, los drivers para el control de los motores y la fuente de poder para realizar la respectiva alimentación de los diferentes elementos la cual se conecta por medio de un cable a la red de 110VAC y tiene un switch ON/OFF para el control de la fuente y otro para el control general de alimentación, ver Figura 75.

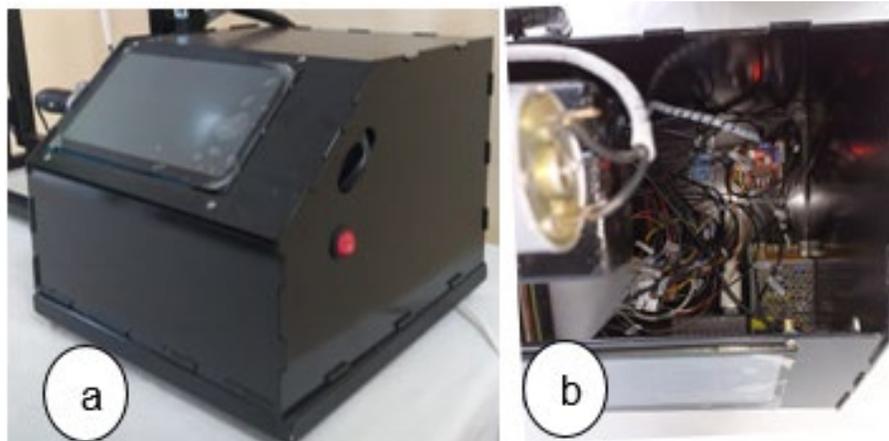


Figura 75. Caja de control: a) vista exterior, b) vista interior.

6.2.5 Implementación del hardware: Integración de los mecanismos, subsistemas e integración del diseño electrónico

Una vez se realizada la implementación de los mecanismos y subsistemas anteriores, se integran para formar el componente hardware del sistema. En la Figura 76, se observa el mecanismo de pipeteo y desplazamiento, al igual que el subsistema de adquisición de imágenes, que están contenidos en el mecanismo de giro más específicamente en la estructura de giro, y éste a su vez, está soportado en la estructura base junto con la caja de control. Estos subsistemas y mecanismos están conjuntamente relacionados con la caja de control, donde los componentes se conectan por medio de cables para ser energizados, para enviar o recibir información e interactuar como un sistema completo, de acuerdo al diseño electrónico detallado previamente.



Figura 76. Implementación del hardware del sistema

6.2.6 Implementación de la interfaz humano-maquina (HMI)

Como se propuso en la sección de diseño, las GUIs para la HMI fueron diseñadas con el software Qt Designer y Python como se muestra en la Figura 77. Qt Designer es un software que permite desarrollar interfaces gráficas de usuario (GUI), permitiendo crear y personalizar las ventanas que se requiera [43]. Esta HMI permite que el usuario pueda interactuar con el sistema de una manera agradable; permitiendo accionar botones, radio botones y sliders (elementos deslizadores para modificar valores numéricos). También le permite al usuario visualizar en pantalla en tiempo real las imágenes de la gota con los ángulos, al igual que los resultados en imágenes y la información de las pruebas y finalmente las gráficas obtenidas con los datos almacenados en el sistema.

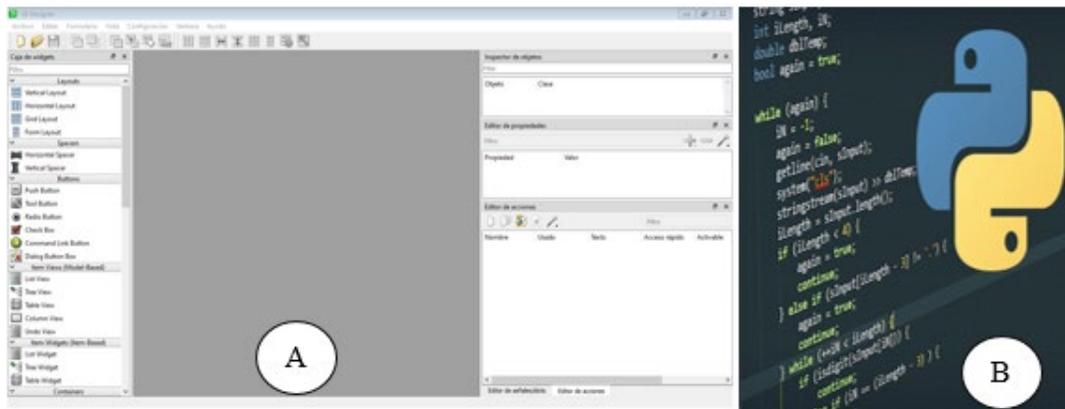


Figura 77. Software para diseño de GUIs para la HMI. (A) Qt Designer y (B) Python.

Como se detalló en el diseño en la sección 9.11.2, se diseñó las diferentes GUIs para la HMI como se muestra en Figura 78 y que se describen a seguir:

- i). La ventana principal donde está la portada, con los datos del sistema y un botón que permite acceder a la ventana para iniciar sesión (“Login”).
- ii). La ventana del login que permite controlar el acceso a las siguientes ventanas, por medio del botón acceder y así proceder a realizar las pruebas.
- iii). La ventana para seleccionar entre los dos tipos de pruebas, donde el primer botón permite acceder a las pruebas de ángulo de contacto y el segundo botón permite acceder a las pruebas de anodización electroquímica.
- iv). La ventana para guardar los datos del estudio por medio de diferentes cajas de texto, donde el usuario puede introducir los materiales utilizados para la prueba, por medio de un teclado. Así también, se implementó los botones que permiten tomar el líquido y realizar la prueba depositando la gota en la muestra; también está el botón de configuración para acceder a esa ventana y el botón que permite acceder a la ventana de la gráfica.
- v). La ventana de configuración cuenta con los dos botones, donde el primero permite acceder a la configuración de los motores y el segundo para la configuración de la cámara microscópica.
- vi). La ventana de configuración de motores, donde están los botones que permiten accionarlos de forma manual, además de los espacios para poder modificar la velocidad de los motores.
- vii). La ventana para la configuración de la cámara microscópica, donde se visualiza la cámara en tiempo real y se realizan los ajustes de los filtros, tanto del kernel (o mascara) como del umbral mínimo; el ajuste de la altura de la línea base, con la finalidad de detectar específicamente el contorno de la gota. Así también están los botones que permiten activar y desactivar la cámara y la opción para guardar los datos.
- viii). La ventana para graficar, donde están los 3 botones que permiten buscar en el almacenamiento interno, los datos de las tres pruebas respectivamente y a continuación el usuario pueda visualizar la gráfica de energía de superficie, una vez presione el botón de graficar.



Figura 78. Ventanas de la GUI en la HMI, (i) ventana principal, (ii) ventana de inicio de sesión, (iii) ventana para elegir el tipo de prueba, (iv) ventana para guardar datos, (v) ventana para elegir una de las dos configuraciones, (vi) ventana de configuración de motores, (vii) ventana de configuración de cámara y (viii) ventana para graficar.

Una GUI adicional, de gran importancia, la cual permite visualizar la adquisición de la gota, datos correspondientes a la prueba y resultados de la misma, como se muestra en la Figura 79. Esta cuenta con un espacio para visualizar la gota, con sus respectivos ángulos (ángulo derecho e izquierdo) calculados en vivo; otro para visualizar los datos de la prueba, como nombre del líquido, nombre de la muestra, tipo de estudio (dinámico o estático) y cantidad de líquido. Aquí también se

visualizan los resultados en forma de imágenes con sus respectivos ángulos y datos de la prueba. Además, posee una lista a la cual se podrán agregar cinco ángulos seleccionados por el usuario, por medio del comando agregar, a medida que navega por las diferentes imágenes, a fin de obtener sus promedios y finalmente encontrar el ángulo contacto, que es un objetivo de este sistema. Este valor será guardado en el almacenamiento interno junto con los datos de la prueba por medio del botón guardar.



Figura 79. Ventana para realizar las pruebas de ángulo contacto y visualizar los resultados.

6.2.7 Implementación del software

Se logró implementar los diferentes programas que componen este software con las GUIs, logrando una HMI que permite el control del sistema con un entorno amigable, además de presentar la información de las pruebas, permitir una visualización del proceso y mostrar unos resultados como imágenes, texto y gráficas.

6.2.7.1 Procesamiento de imágenes

Como se mencionó en la parte de diseño, el procesamiento de imágenes se realizó con el software Python y la biblioteca de OpenCV. Esta biblioteca es una librería de código abierto utilizada en el procesamiento de imágenes en tiempo real [44]. Aquí, fue utilizada para visualizar y calcular el ángulo contacto como secuencia en directo (en fotogramas); pero también para procesar imágenes capturadas con la gota durante las pruebas y así determinar el ángulo contacto.

Durante el procesamiento con OpenCV todo el tiempo se está trabajando con un arreglo de NumPy (librería de Python), por lo tanto, cada imagen está contenida en una matriz [45], como se muestra a continuación en la Figura 80.



Figura 80. Imagen contenida en una matriz.

Así, la imagen es capturada en formato de color RGB (color rojo, verde y azul), de ahí que cada pixel puede tener un rango de 0 a 255 con cada color. Para el procesamiento, en primer lugar, se convierte la imagen a una escala de grises para conseguir una mejor nitidez, con el fin de obtener selectivamente cierta información necesaria para el estudio, en este caso los bordes de la gota.

Una vez que la imagen está en escala de grises se aplica un filtro Gaussiano, para eliminación de ruido con la función `cv2.GaussianBlur`. Este filtro es igual a un promedio ponderado, donde esta ponderación se hace siguiendo la Campana de Gauss, para dar más importancia a ciertos pixeles de la imagen [38], [46]. Además, se cuenta con el parámetro kernel (o mascara) del filtro en un rango de 1 a 21 con números impares, que se modifican desde la HMI para conseguir una mejor detección de los bordes. En la Figura 81 se muestra la imagen con un filtro gaussiano, donde el kernel se estableció con un tamaño de 7; se puede detectar el contorno de la gota, pero también se observa que detecta contornos en la muestra, en el fondo y en el interior de la gota. Así que se procede a aplicar otro filtro para eliminar esos contornos no deseados.

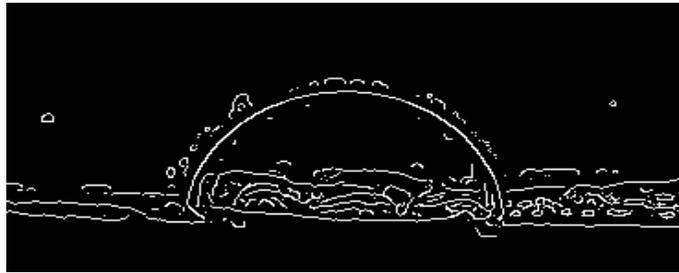


Figura 81. Imagen Aplicando filtro Gaussiano con un kernel de 7.

A continuación, se usó la función Canny, implementada como `cv2.Canny` [38], [47]. Esta función reduce aún más el ruido de la imagen y principalmente detecta bordes. Los bordes hacen referencia a los píxeles donde hay un cambio de intensidad, en este caso hace referencia a los contornos de la gota depositada.

Este proceso se divide en tres etapas: (i) en primera instancia, se basa en el cálculo de la primera derivada, así, a través de esta operación matemática se miden las evoluciones y los cambios de una variable, para detectar cambios de intensidad; (ii) a seguir, se busca eliminar ciertos bordes y quedarse con los que cumplen las condiciones; (iii) finalmente, se aplica un umbral por histéresis que se centra en establecer un umbral mínimo con un rango de 1 a 200 y un umbral máximo que se establece al doble del valor de umbral mínimo, modificables desde la HMI. Este proceso tiene como finalidad, determinar si un pixel forma parte del borde de la gota o por el contrario forma parte del fondo o del interior de la gota o de la muestra.

En la Figura 82 se muestra la imagen con el segundo filtro Canny con un valor de 90 y conservando el primer filtro gaussiano con el valor de kernel igual a 7. Se puede observar que reduce el ruido y los contornos diferentes a los de la gota, pero aun así se tiene algunos contornos detectados en la muestra, debido a que la gota y la muestra tienen un color similar (negro).

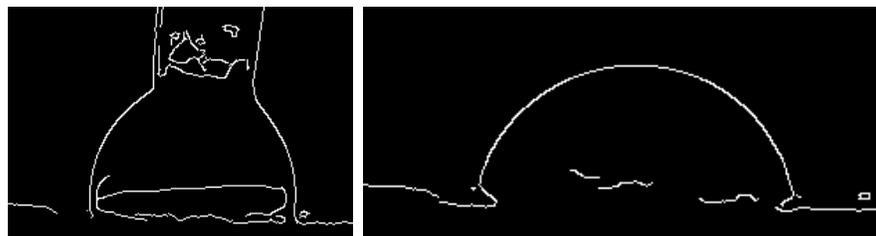


Figura 82. Aplicando el filtro Canny con un valor de 90.

Para filtrar más el contorno de la gota, se eliminan los bordes de la punta de la micropipeta (parte superior) y los bordes que pertenecen a la muestra (parte

inferior), por medio de la línea base, hasta obtener solo el contorno de la gota. En la Figura 83(A) se puede observar los resultados de aplicar un filtro gaussiano con un valor de kernel igual a 17 y un filtro canny con un valor de umbral mínimo igual a 127, con esto se obtuvo un contorno específicamente del borde de la gota.

Por consiguiente, se puede aplicar la función `cv2.findContours` para encontrar esos contornos y agregarlos a una matriz, que sirve de base para calcular el ángulo de contacto. Una vez obtenidos los contornos, se procede a dibujarlos con `cv2.drawContours` [38] en la imagen original para ser visualizados como se observa en la Figura 83(B).

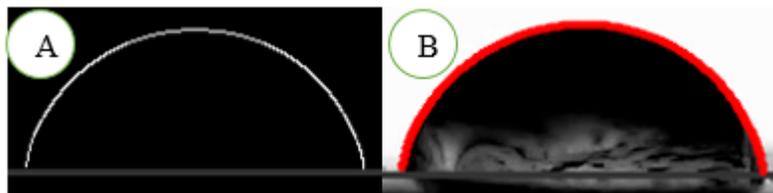


Figura 83. Resultados de aplicar los filtros en la imagen, A) contornos con los filtros correctos, B) contornos dibujados en la imagen.

A partir de la matriz que contiene los bordes, con la librería NumPy se obtiene una nueva matriz con los puntos como coordenadas para encontrar la posición de cada pixel. Seguidamente, se transforman los valores enteros de posición a valores de punto flotante, para obtener la posición de los puntos del borde de la gota; para mayor comodidad se centra los bordes en el plano y se procede a escalar las coordenadas.

Para trazar la curva uniendo los puntos de los contornos, se utiliza la librería Scipy, con la función `scipy.interpolate.UnivariateSpline`, que permite ajustar diferentes tipos de datos.

Aquí, los ángulos de contacto derecho e izquierdo de la gota, son los ángulos formados entre la curva ajustada y la línea base; por lo tanto, son igual a la arcotangente de la derivada de la curva en cada punto extremo (inicio de la curva y final de la curva). Para calcular las derivadas se agregó la función `scipy.misc.derivative`.

Finalmente, después de haber obtenido los ángulos, nuevamente se hace una escala de los vectores para dibujar los ángulos en la imagen original y poder visualizar al usuario como se muestra en la Figura 84.

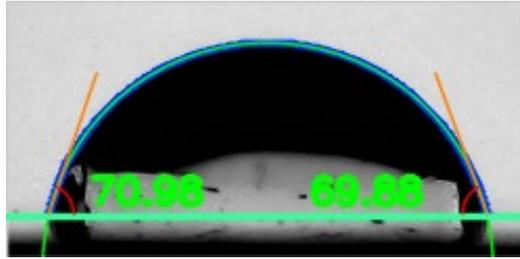


Figura 84. Ángulos contacto en la gota depositada, con la línea base, las líneas tangentes y el contorno.

6.2.7.2 Control de motores

Para controlar los motores se diseñó anteriormente el control RST con dinámica de seguimiento y regulación, este control se pasa a código para ser implementado en el software de Python y que pueda trabajar en conjunto con el resto de código del sistema. Cabe aclarar que para cada motor se diseñó un control RST y son implementados de manera independientes, pero trabajan conjuntamente en el software.

A continuación, se especifica la implementación del control RST para el motorreductor de 160 RPM, que es el que se detalló en la parte de diseño, para el otro motorreductor se realiza de la misma manera.

a). *Declarar variables del controlador*: se declaran los estados, los estados desplazados y la entrada y salida de control para cada bloque de acuerdo al diseño de la Figura 63. En la Tabla 15 se especifican las variables para cada bloque de control, estas son de tipo double:

Tabla 15. Variables del controlador

	Variables de los bloques de control:		
	Para seguimiento (Bm/Am)	Para regulación (R/S)	Para asegurar independencia en las dinámicas (T/S)
Estados sin desplazar	X1b, X2b	X1, X2	X1t, X2t
Estados desplazados	X1sb, X2sb	X1s, X2s	X1st, X2st
Entradas y salidas del bloque de control	ekb, ukb	ek, uk	ekt, ukt

- b). *Establecer el tiempo de muestreo*: esto se realiza por medio de una función denominada *ConteoA*, que permite hacer el conteo por medio de la lectura de interrupciones externas en dos pines GPIO de la raspberry pi, de los pulsos de dos canales del encoder del motorreductor (canal A y B) y se almacenan en la variable (*contA*), reiniciándose cada 30 milisegundos esta variable. También permite tener un control de una segunda función (*rpm_160*), para calcular las RPM del motorreductor con el mismo intervalo de tiempo (30 ms), garantizando así el tiempo de muestreo.
- c). *Establecer las condiciones iniciales de los estados*: para esto se debe configurar las condiciones iniciales de todos los estados en cero, esto se realiza al iniciar el algoritmo que requiera del control RST (pipeteo y desplazamiento) y al cambiar el Setpoint.

$$x1 = 0, \quad x2 = 0, \quad x1t = 0, \quad x2t = 0, \quad x1b = 0, \quad x2b = 0$$

- d). *Establecer la ley de control, obtener la salida y ajustar la saturación*: se establece por medio de una función denominada *Control* que permite generar la ley de control y activar o desactivar a las funciones complementarias de las interrupciones y el cálculo de las RPM.

Aquí se tiene en cuenta el valor deseado (Setpoint), las revoluciones por minuto (rpm) y la modulación por ancho de pulso (pwm) como salida del controlador, esta salida está sujeta a una saturación para evitar que el controlador sobrepase los límites mínimos y máximos:

$$\begin{aligned} ekb &= \text{Setpoint} \\ ekt &= ukb \\ ek &= rpm \\ pwm &= ukt - uk \end{aligned}$$

En la Figura 85 se muestra el código implementado para el bloque de control Bm/Am de seguimiento; en la Figura 86 se muestra el código implementado para el bloque de control R/S de regulación; en la Figura 87 se muestra el código implementado para el bloque de control T/S para asegurar independencia en las dinámicas. En cada bloque se establece la entrada, se escribe las ecuaciones del controlador y se actualiza los estados.

```

1 #Entrada al bloque de control
2 ekb = setpoint
3
4 #ecuaciones de estado
5 x1sb = x2b
6 #x2sb = ekb - b1*x2b - b2*x1b
7 x2sb = ekb + 1.7903 * x2b - 0.8106 * x1b
8
9 #salida de control del bloque
10 #ukb = a0 * ekb + c1*x2b + c2*x1b
11 ukb = 0 * ekb + 0.0105 * x2b + 0.0098 * x1b
12
13 #Actualizacion de estados
14 x2b = x2sb
15 x1b = x1sb

```

Figura 85. Código para el bloque de control para dinámica de seguimiento

```

1 #Entrada al bloque de control
2 ek = rpm
3
4 #ecuaciones de estado
5 x1s = x2;
6 #x2s = ek - b1*x2 - b2*x1
7 x2s = ek + 0.9839 * x2 + 0.0161 * x1
8
9 #salida de control del bloque
10 #uk = a0 * ek + c1*x2 + c2*x1
11 uk = 0.3845 * ek + 0.0375 * x2 + 0.0070 * x1
12
13 #Actualizacion de estados
14 x2 = x2s
15 x1 = x1s

```

Figura 86. Código para el bloque de control para dinámica de regulación

```

1 #Entrada al bloque de control
2 ekt = ukb
3
4 #ecuaciones de estado
5 x1st = x2t
6 #x2t = ekt - b1*x2t - b2*x1t
7 x2st = ekt + 0.9839 * x2t + 0.0161 * x1t
8
9 #salida de control del bloque
10 #ukt = a0 * ekt + c1*x2t + c2*x1t
11 ukt = 4.1769 * ekt - 3.4201 * x2t + 3.4646 * x1t
12
13 #Actualizacion de estados
14 x2t = x2st
15 x1t = x1st

```

Figura 87. Código para el bloque de control para asegurar independencia en las dinámicas

6.2.8 Implementación de hardware y software del sistema

Como último paso en la implementación se tiene la integración de los componentes software y hardware (Figura 88), donde se consiguió tener un enlace entre ellos para controlar los mecanismos y subsistemas, enviar o recibir información de los sensores, del microscopio y del subsistema de anodización electroquímica a través de la HMI, y mostrar dicha información al usuario una vez es procesada por el software.

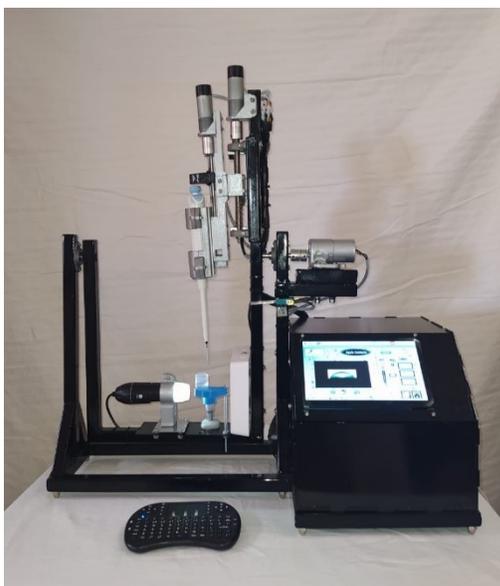


Figura 88. Prototipo automatizado para la determinación de ángulo de contacto

6.3 Pruebas de funcionamiento del sistema

Para el funcionamiento del sistema, se realizaron diferentes pruebas de ensayo previas, con el fin de verificar los diferentes mecanismos y subsistemas en la parte mecánica, eléctrica, en la deposición de la gota y en la toma de imágenes por el microscopio, a fin de garantizar buenos resultados al momento de realizar una prueba para analizar los datos obtenidos.

A continuación, se detallarán los pasos que se siguieron para el sistema de anodización electroquímica:

- Se prepara el beaker con el líquido donde se adicionan los compuestos químicos necesarios.
- Se coloca la muestra en el soporte incrustado en el ánodo (platina)

- Se asegura la muestra con la tapa del soporte
- Se tapa el beaker con los elementos anteriormente mencionados.
- Se conecta los caimanes a las borneras de la tapa del beaker (ánodo y cátodo)
- Se conecta los caimanes a la fuente de alimentación
- Se conecta la fuente de alimentación al tomacorriente de 110 VAC
- Se enciende la fuente de alimentación
- Se presiona el interruptor para el paso de corriente hacia el sistema.
- Esperar el resultado obtenido durante un determinado lapso de tiempo

Una vez se tienen los resultados, las muestras están listas para llevarlas al siguiente sistema donde se deposita la gota sobre estas.

A continuación, se detallarán los pasos que se siguieron para encontrar el ángulo contacto de una gota:

- Se ubica la punta en la micropipeta previamente.
- Se posiciona la muestra sobre el micrómetro para ajustar la altura correspondiente.
- Se pone el líquido en un recipiente y se incrusta en el soporte.
- Se ajusta el recipiente a la altura de diez milímetros de la muestra.
- Se conecta la fuente de poder al tomacorriente de 110 VAC.
- Se presiona el interruptor que enciende la fuente suicheada de 110 VAC a 12 VDC.
- Se enciende la pantalla.
- Se accede al programa realizado para el sistema.
- Se loguea como usuario.
- Se selecciona el tipo de prueba.
- Se accede a configuración de motores.
- Se ajusta la altura correspondiente para la muestra accionando el motor para el desplazamiento.
- Se ubica la posición inicial de los motores.

- Se ingresa a la configuración de la cámara.
- Se ajusta la altura de la línea base de acuerdo a la muestra.
- Se accede a la ventana donde permite tomar el líquido.
- Se presiona el botón para la toma del líquido.
- Se presiona el botón para realizar la prueba, se tiene una vista previa y ajustes.
- Se presiona el botón para realizar la prueba.
- Se verifica que se deposite correctamente el líquido sobre la muestra.
- Se realiza los ajustes de los filtros y de la línea base para obtener los contornos de la gota y calcular el ángulo de contacto.

6.4 Validación inicial del sistema

Finalmente, se realizó la validación del sistema de ángulo de contacto, sobre muestras de Ti-15Mo (% peso) cedidas por parte del grupo de investigación de Processamento e funcionalização de materiais para aplicações biomédicas – Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho – UNESP. Este material tuvo su superficie modificada por medio de anodización electroquímica con subsecuente tratamiento térmico. Para esto se obtuvieron discos de 4 mm de espesor de la aleación Ti15Mo, las cuales después de ser pulidas y limpiadas se usaron como sustratos para la modificación de superficie.

Vale destacar que el proceso de anodización electroquímica sobre aleaciones de titanio es ampliamente estudiado y su ejecución lleva al crecimiento de nanotubos de óxido de titanio (TiO_2) los cuales presentan diversas características de acuerdo a los parámetros de anodización [48][49].

El proceso de anodización se llevó a cabo en una celda electroquímica, a temperatura ambiente, con un potencial constante de 20 V durante 24 h en un electrolito que contenía glicerol (90%) en combinación con fluoruro de amonio (2,5 g NH_4F) y agua destilada (10%). Con el fin de promover cambios estructurales en los nanotubos formados, las muestras se sometieron a tratamientos térmicos entre 200 y 800 °C durante 1 h. Las muestras tratadas se denominaron de TiMoNT200, TiMoNT400, TiMoNT500, TiMoNT 600 y TiMoNT -800.

Los cambios microestructurales de las muestras fueron analizados a través de microscopía electrónica de barrido (SEM). Las medidas de ángulo de contacto se realizaron usando el promedio de por lo menos 5 medidas de gotas de 2,4 μL de agua destilada depositada sobre las muestras tratadas.

La Figura 89 muestra las micrográficas de la superficie de las muestras de Ti-15Mo usadas para la validación del sistema. La Figura 89a presenta la muestra de Ti-15Mo sin tratamiento de anodización (control), mostrando una estructura de granos equiaxiales, típico de este biometal [50]. Con el tratamiento de anodización es posible observar una capa de nanoestructuras de TiO_2 sobre la aleación de titanio, la cual presenta una nanoestructura porosa, la cual a medida que se incrementa la temperatura de anodización se va debilitando, siendo observado un cierre de los poros. En altas temperaturas los procesos de difusión del material se activan, llevando a un colapso total de la nanoestructura y formación de partículas arredondeadas [51], [52].

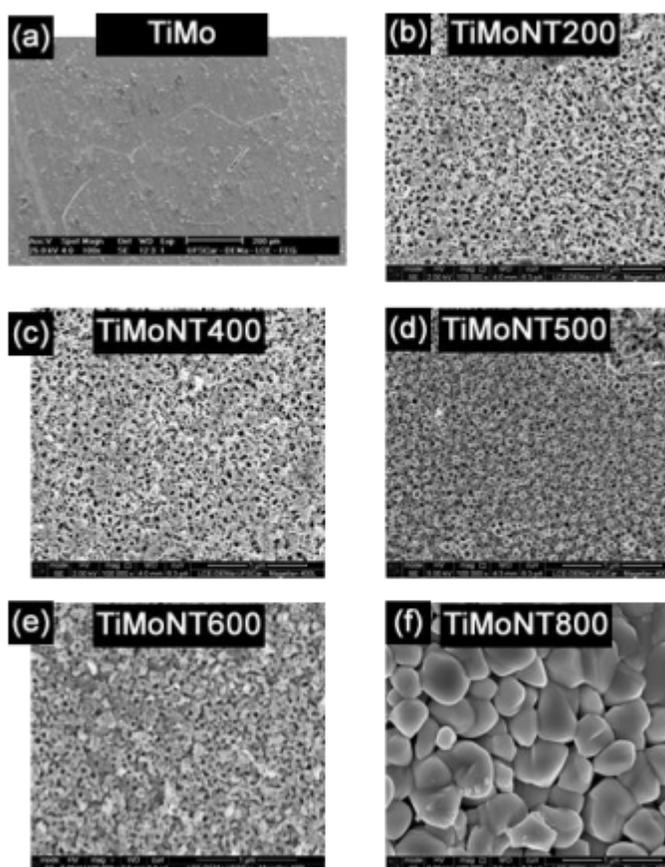


Figura 89. Microestructuras de las aleaciones de Ti-15Mo sometidas a diferentes tratamientos térmicos.

En estas muestras, usando un Goniómetro comercial Krüss DSHAT HTM Reetz GmbH se obtuvieron los valores de las mediciones del ángulo de contacto, evaluados mediante el método de la gota sésil. Para ello, se depositó $2.4 \mu\text{L}$ de agua destilada sobre la superficie de la muestra. Una cámara digital recogió la forma

de las gotas, y los valores del ángulo de contacto se calcularon a partir del valor medio de al menos cinco mediciones.

Estas mismas muestras se sometieron a medidas de ángulo de contacto usando el sistema diseñado. La Figura 90 presenta las imágenes de los ángulos de contacto derecho e izquierdo, formados sobre las diferentes muestras de Ti-15Mo analizadas con el sistema diseñado. Aquí se puede observar claramente el efecto del tratamiento de superficie con subsecuente tratamiento térmico, el cual incrementa el ángulo de contacto cuando comparada con la muestra de control, tornando las muestras un poco más hidrofóbicas.

Para temperaturas entre 200 y 400°C el cierre de los nanoporos lleva a un leve incremento en los valores de ángulo de contacto. Entre 400 y 500°C se observa nuevamente un decremento de estos valores, siendo más relevante para la muestra tratada a 600°C. Este hecho puede estar asociado a que a estas temperaturas ocurre una transformación de fase de la estructura del TiO₂, haciendo presencia las denominadas fases anatasa y rutilo, que por tener estructuras cristalinas diferentes pueden captar más los líquidos sobre su superficie. Estos resultados están en concordancia con previos estudios realizados sobre otras aleaciones de titanio [51] – [54].

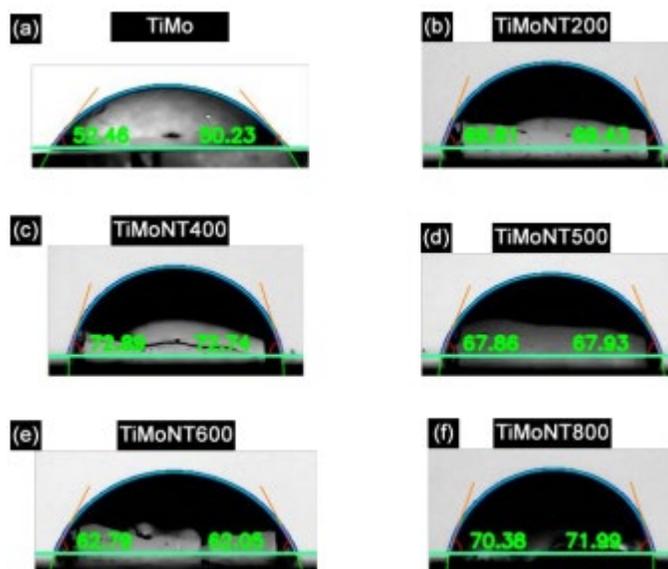


Figura 90. Ángulos de contacto de la superficie de la aleación Ti15Mo (control) y de las muestras con la superficie modificada y tratadas a diferentes temperaturas.

La Tabla 16, presenta los valores de ángulo de contactos obtenidos por el sistema comercial Goniómetro Krüss DSHAT HTM Reetz GmbH, así como los valores obtenidos por el sistema desarrollado. Aquí es fácil observar que existe una buena concordancia entre los valores del sistema diseñado, siendo que el error relativo no supera el 10%.

Tabla 16. Valores de ángulo de contacto usando un equipo comercial (Goniómetro Krüss DSHAT HTM Reetz GmbH)

MUESTRA	ANGULO DE CONTACTO	
	Goniómetro Krüss	Sistema desarrollado
TiMo	48.8 ± 1.2	51.34±1.15
TiMoNT200	71.3 ± 1.8	69.32±1.13
TiMoNT400	74.7 ± 1.5	72.81±1.13
TiMoNT500	65.2 ± 1.1	67.89±1.14
TiMoNT600	63.5 ± 1.9	62.42±1.12
TiMoNT800	72.2 ± 1.8	71.18±1.11

El error puede ser asociado a que los grupos hidroxilo presentes, resultado del proceso de anodización, favorecen la formación de los enlaces de hidrógeno en la superficie haciendo que la interface sólido-líquido tenga una alta actividad lo cual modifica las interacciones con el líquido depositado [55]. En ese sentido el sistema implementado cumple con las características de diseño y se reportan valores adecuados para las muestras de titanio con su superficie modificada y tratada térmicamente.

Vale resaltar que, dadas las características de los diversos materiales, este sistema puede ser usado para caracterización no solo de metales modificados, sino de materiales cerámicos y poliméricos.

6.5 Aplicación a una nueva aleación: Titanio-Niobio-Estaño (Ti-28Nb-4Sn)

En relación a las aleaciones usadas como implantes, una de las principales preocupaciones es la escasa correspondencia en términos de propiedades mecánicas entre el hueso y su sustituto, así como su compatibilidad química. Este efecto se conoce como apantallamiento por tensión, y es asociado a una grave pérdida de masa ósea dada la gran diferencia que existe entre el hueso con un módulo elástico de 20 GPa y los materiales disponibles en el mercado, como Ti-6Al-4V con módulo de elasticidad de 110 GPa que posee elementos tóxicos (Al: asociado a Alzheimer y V: Altamente alérgico y tóxico), así como las aleaciones de Co-Cr también altamente tóxicas y con módulo de elasticidad de alrededor de 220 GPa [56][57].

Así, este estudio se realizó sobre una aleación Ti-28Nb-4Sn la cual es reportada en la literatura como con potencial para aplicaciones biomédicas [58], dado que es compuesta de elementos no tóxicos y además posee un módulo de elasticidad relativamente bajo (70 GPa), si se consideran las actuales aleaciones disponibles en el mercado.

La Figura 91, presenta el difractograma de rayos-X de la aleación Ti-28Nb-4Sn, que presenta una estructura compuesta de las fases α'' y β con estructuras ortorrómbica y cubica centrada en el cuerpo. Vale destacar que la asignación de fases se realizó por comparación directa de difractogramas en la base de datos JCPD. La Figura 92, ratifica la microestructura bimodal, siendo observada la fase α'' con morfología en forma de agujas inmersa en granos de la fase β .

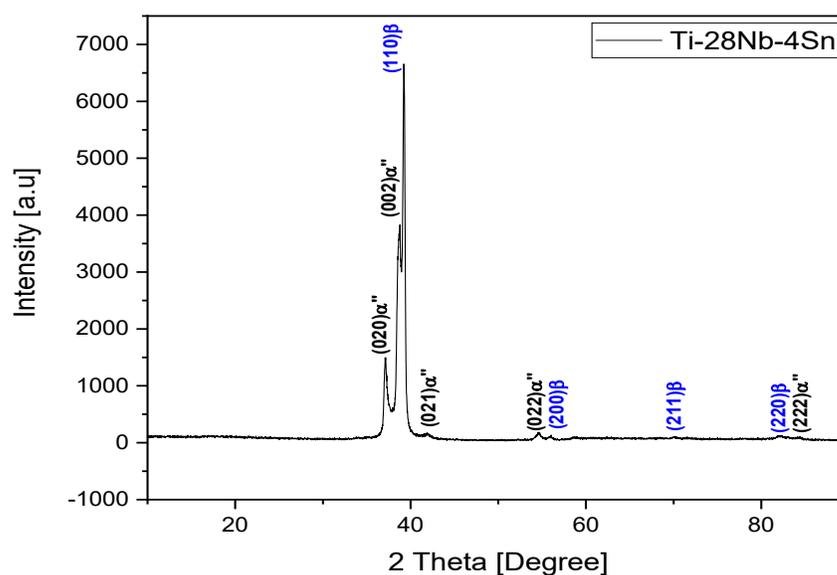


Figura 91. Difractograma de rayos X de la aleación Ti-28Nb-4Sn sin anodización.

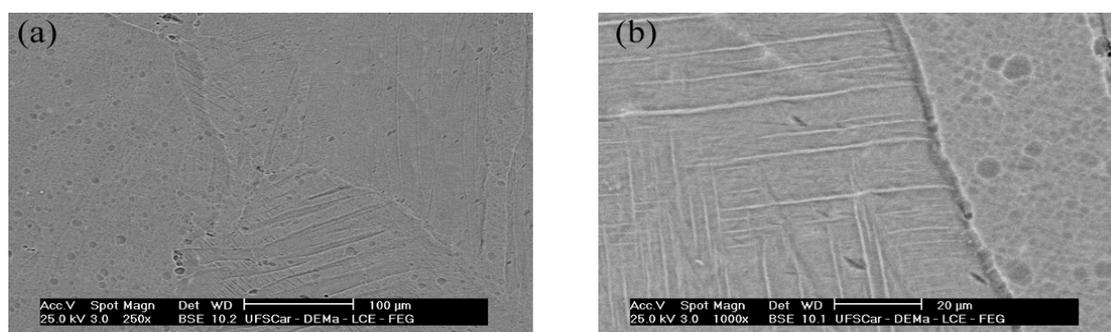


Figura 92. Micrografías de la superficie de la aleación Ti-28Nb-4Sn mostrando, a) Granos de la fase β y b) Agujas de la fase α'' .

A seguir, estas muestras fueron sometidas a modificación superficial a través de anodización electroquímica sobre un área de 28 mm². La solución usada fue a base de glicerol (90%) y agua destilada (10%) en combinación con fluoruro de amonio (0,2 wt% NH₄F). La anodización se realizó en dos fases, en primer lugar, se sometieron las muestras a un voltaje fijo de 24V y se varió el tiempo de anodización de cada una, así: 20 minutos, 6 horas, 24 horas y 48 horas; en segundo lugar, se sometieron las muestras con un tiempo fijo de 24 horas a diferentes voltajes de 10V, 15V, 20V y 24V. Esto se realizó para estudiar el efecto de las condiciones de anodización sobre las nanoestructuras formadas.

Una vez que, las muestras no cuentan con un tratamiento de temperatura como las anteriormente mencionadas en las pruebas de validación, con base en la literatura estas muestras solo poseen una estructura totalmente amorfa [51], [52].

Sobre las muestras anodizadas, se determinaron los valores de ángulo de contacto usando el promedio de por lo menos 5 medidas de gotas de 2,4 μL de agua destilada depositada sobre las muestras tratadas. En la Figura 93 se visualiza los ángulos derecho e izquierdo de cada muestra con la superficie modificadas con un voltaje fijo y tiempo variable

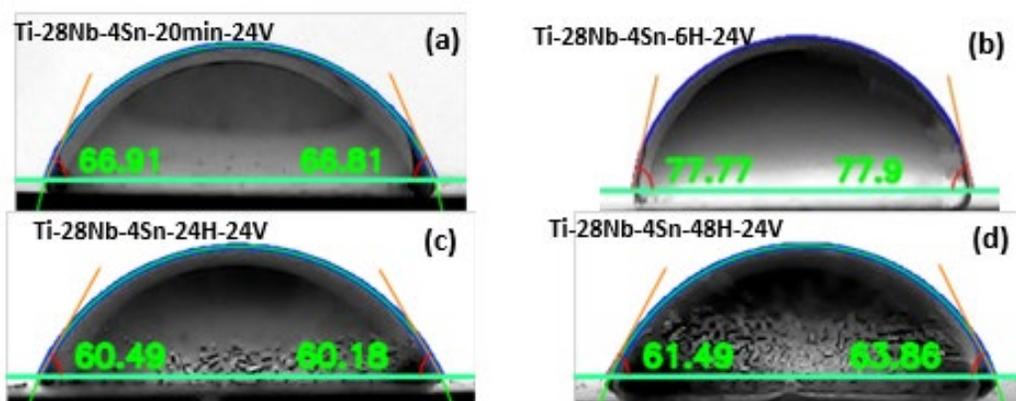


Figura 93. Ángulos de contacto de la superficie de la aleación Ti-28Nb-4Sn y de las muestras con la superficie modificadas con un voltaje fijo y tiempo variable.

En la Figura 94 se visualiza los ángulos derecho e izquierdo de cada muestra con la superficie modificadas con un tiempo fijo y voltaje variable.

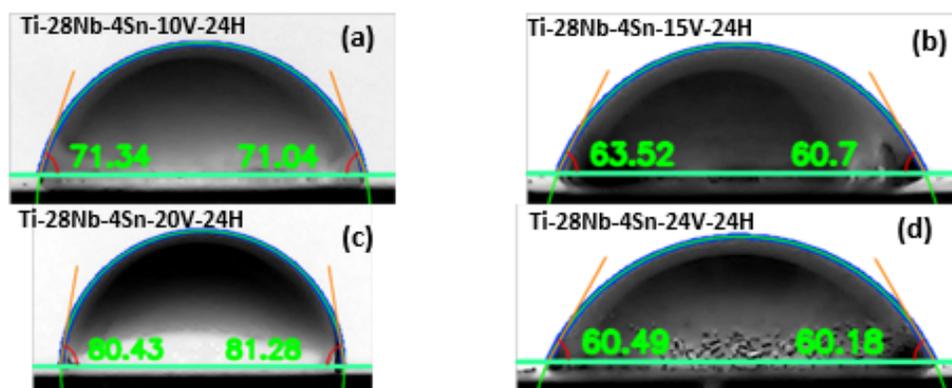


Figura 94. Ángulos de contacto de la superficie de la aleación Ti-28Nb-4Sn y de las muestras con la superficie modificadas con un tiempo fijo y voltaje variable.

La caracterización de la superficie modificada de estas muestras se llevó a cabo en un Microscopio de barrido TESCAN VEGA3 (Figura 95) del laboratorio de nanotecnología de Tecnoparque SENA para observar las estructuras nanotubulares que tiene cada muestra luego de pasar por el proceso de anodización (Figuras 96 a 99). Cabe destacar que el microscopio mencionado no cuenta con una óptima resolución para poder observar los nanotubos desde la parte superior.

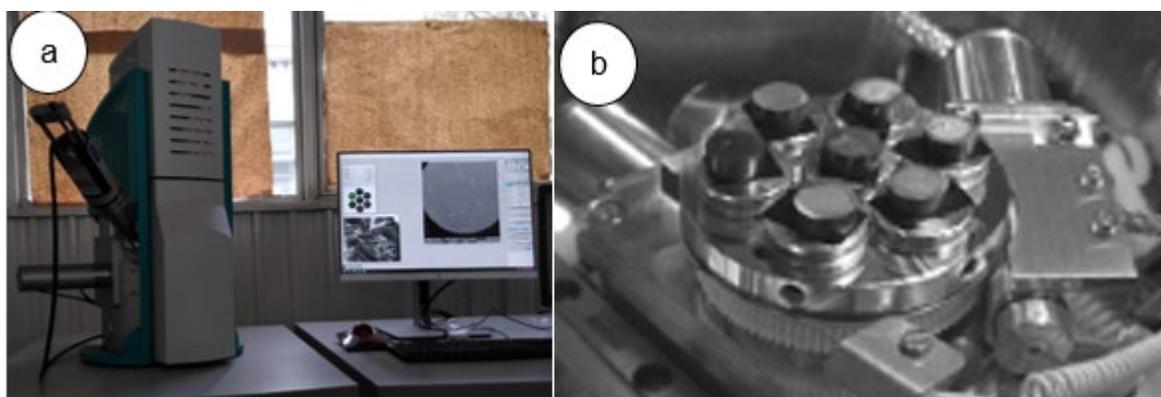


Figura 95. A) Microscopio de barrido TESCAN VEGA3, b) Análisis de las muestras en el microscopio.

La Figura 96 presenta la vista superior de las muestras después del proceso de anodización, donde se observa en la muestra de control (Figura 96a) el efecto del pulido sobre la superficie antes de anodizar. En este se aprecia, que manteniendo un voltaje fijo (24V) y variando el tiempo de anodización la superficie evidentemente cambia, mostrando una superficie más suave para 20min, 6horas y 24 horas de anodización y una superficie con fisuras en la capa de TiO₂ depositado, debido probablemente a largo tiempo de anodización. Vale destacar que, sobre la muestra

con 20 minutos de anodización, no se pudieron apreciar los nanotubos debido a que la capa de recubrimiento no ha crecido lo suficiente.

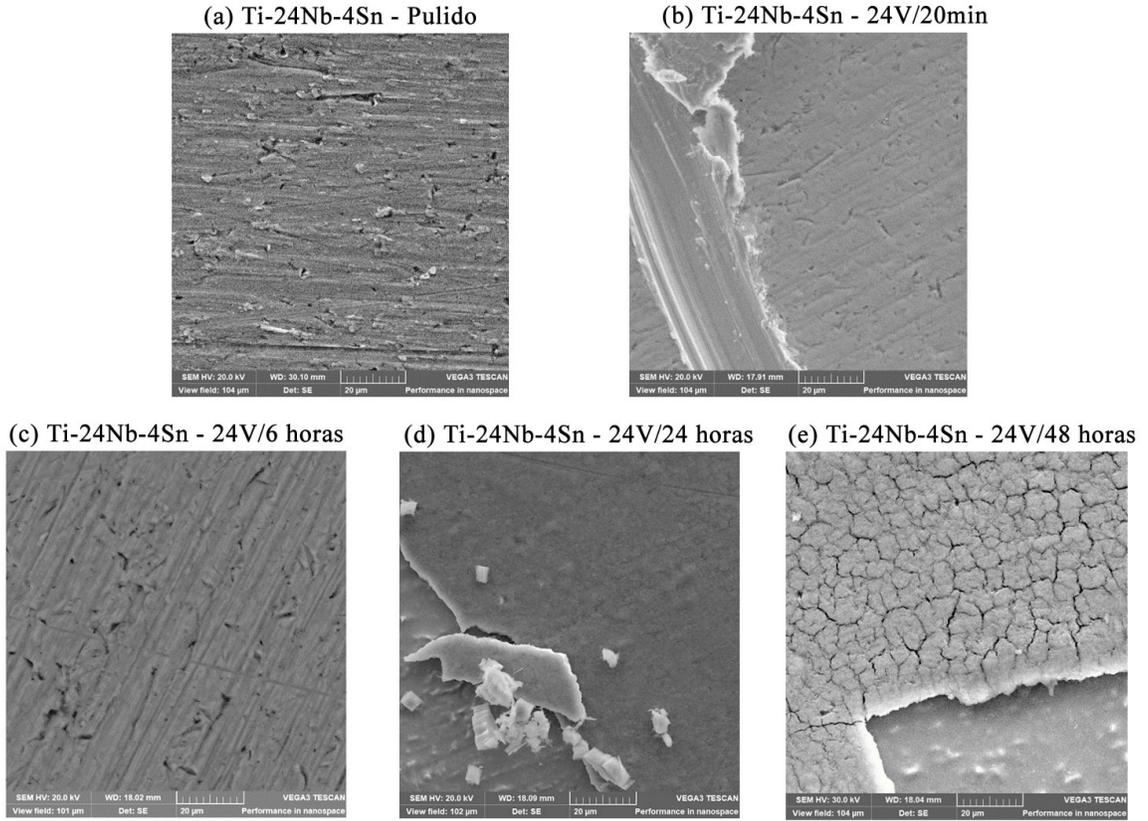


Figura 96. Vista superior de la superficie de la aleación de Ti-28Nb-4Sn anodizada con un voltaje fijo y tiempo variable.

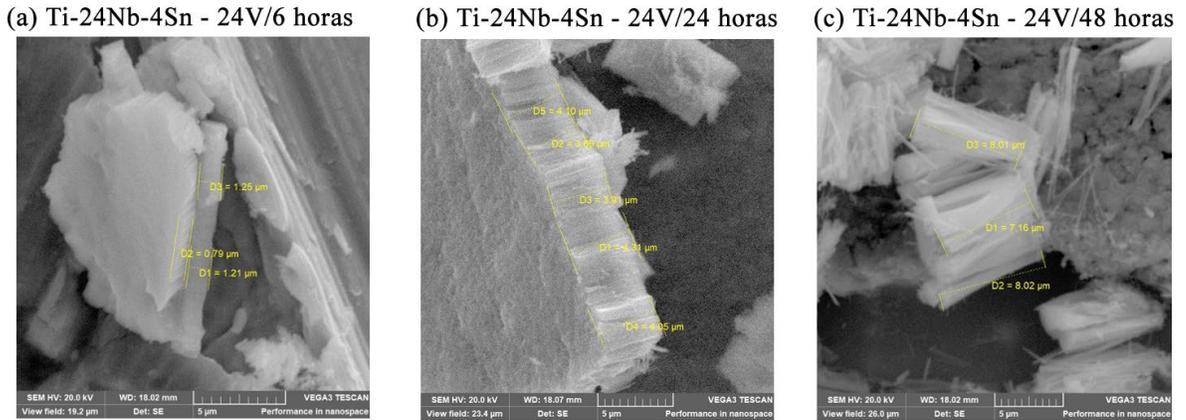
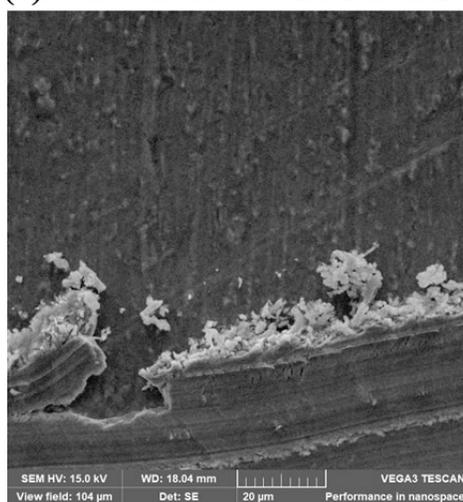


Figura 97. Detalle de los nanotubos crecidos sobre la aleación de Ti-28Nb-4Sn anodizadas con un voltaje fijo y tiempo variable.

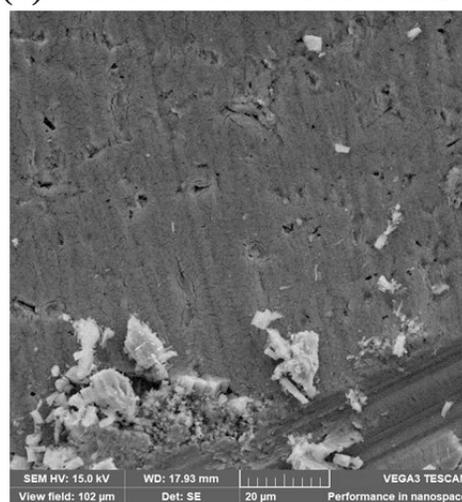
En la Figura 97 se puede apreciar que en la capa de anodización los nanotubos tuvieron un crecimiento de aproximadamente $1.08\ \mu\text{m}$ para 6 horas de anodización y de $4.01\ \mu\text{m}$ y de $7.73\ \mu\text{m}$ para tiempos de 24 y 48 horas respectivamente, siendo observado una proporcionalidad entre el crecimiento y el tiempo del proceso de anodización.

Una vez que la superficie a 24 horas de anodización presentó una superficie más uniforme se procedió a variar el voltaje de anodización para observar su efecto sobre la nanoestructura formada (ver Figura 98).

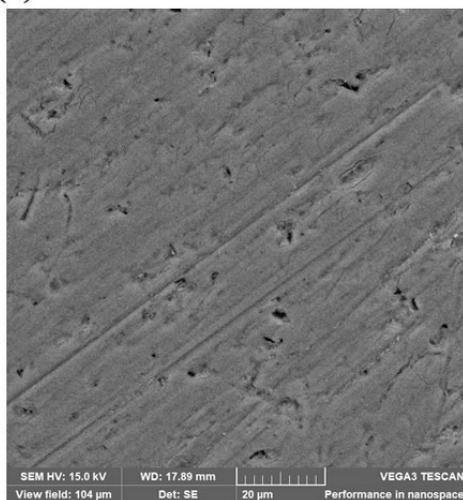
(a) Ti-24Nb-4Sn - 10V/24 horas



(b) Ti-24Nb-4Sn - 15V/24 horas



(c) Ti-24Nb-4Sn - 20V/24 horas



(d) Ti-24Nb-4Sn - 24V/24 horas

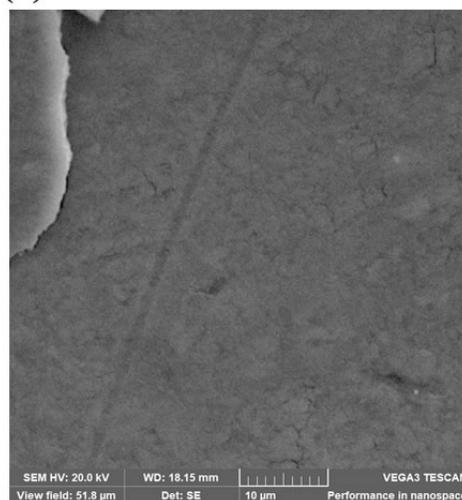


Figura 98. Vista superior de la superficie de la aleación de Ti-28Nb-4Sn anodizada con un tiempo fijo y voltaje variable.

De forma similar fue observada una superficie con tendencia a suavizarse con el incremento del voltaje de anodización, donde en la muestra anodizada con 10V durante 24 horas, no se pudieron apreciar los nanotubos debido al bajo voltaje, pues no tuvieron un crecimiento suficiente para observarse en el microscopio.

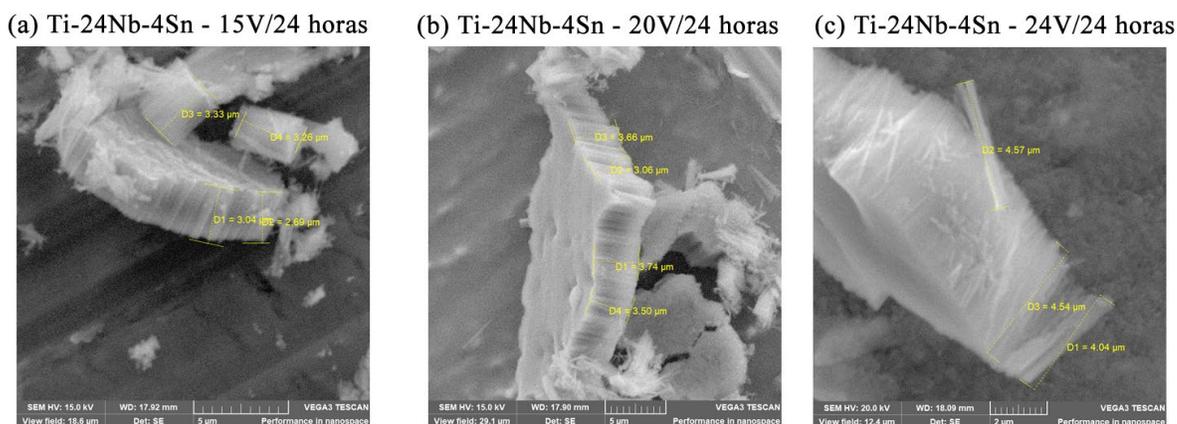


Figura 99. Detalle de los nanotubos crecidos sobre la aleación de Ti-28Nb-4Sn anodizadas con un tiempo fijo y voltaje variable.

En la Figura 99a se puede apreciar que en la capa de anodización los nanotubos tuvieron un crecimiento de $3.08 \mu\text{m}$ por el aumento de voltaje; en la Figura 99b se puede apreciar que en la capa de anodización los nanotubos tuvieron un crecimiento de $3.49 \mu\text{m}$; y finalmente en la Figura 99c se encontró que los nanotubos tuvieron un mayor crecimiento de $4.40 \mu\text{m}$, debido a un aumento de voltaje del proceso de anodización.

La Figura 100, presenta la relación que existe entre los cambios nanoestructurales (altura de los nanotubos) debido a las condiciones de anodización y el ángulo de contacto. De forma general se puede observar que todas las muestras presentan un comportamiento hidrofílico, pues su ángulo de contacto es menor que 90° . En este sentido es reportado que la variación del tiempo de anodización afecta la longitud de los nanotubos, y no su espesor, por lo que el ángulo de contacto permanece casi constante.

Los puntos atípicos para las muestras anodizadas a 20V/20min anodización (Figura 100a) y 20V/24 horas (Figura 100b) puede estar relacionado con una superficie no homogénea de nanotubos, en el primer caso debido al poco tiempo de anodización y en el segundo caso por la presencia de regiones con grietas o donde los nanotubos estaban despegados del sustrato, como se presenta en la Figura 101. Por otro lado, la variación del voltaje tiende a incrementar el diámetro de los

nanotubos, así que se espera una tendencia a decrecer el ángulo de contacto pues el líquido se va depositando al interior de estos.

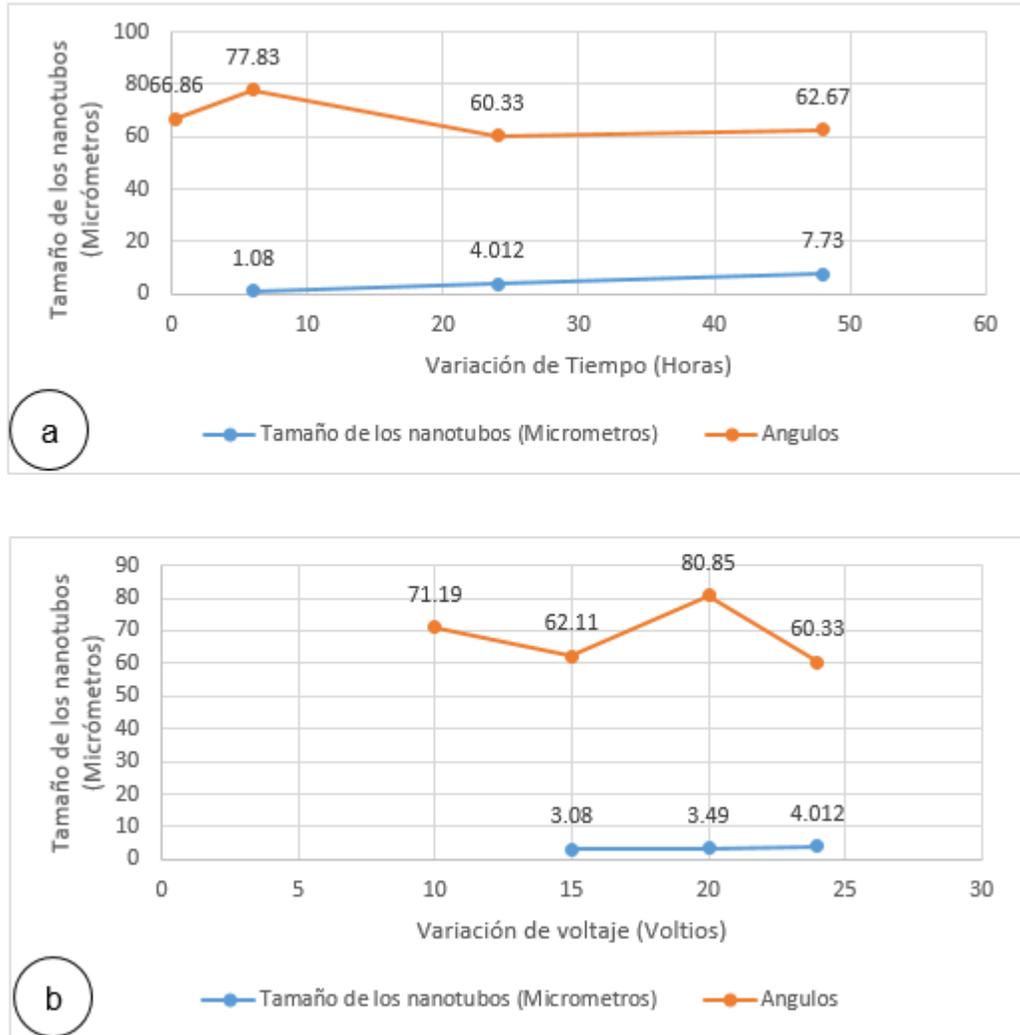
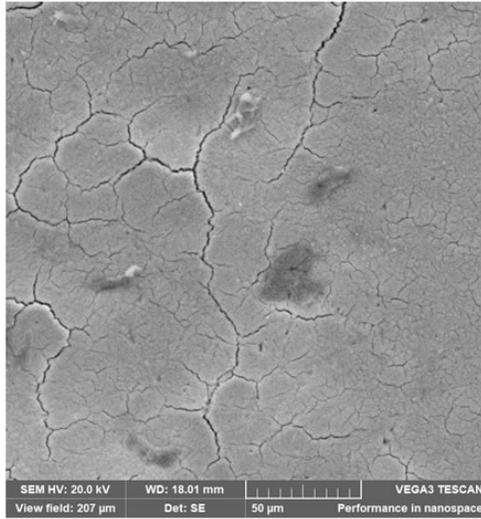


Figura 100. Relación entre ángulos de contacto, la variación de la altura para las muestras anodizadas (a) con un voltaje fijo (24V) y tiempo variable (b) con un tiempo fijo (24h) y voltaje variable.

(a) Ti-24Nb-4Sn - 20V/24 horas



(b) Ti-24Nb-4Sn - 24V/48 horas

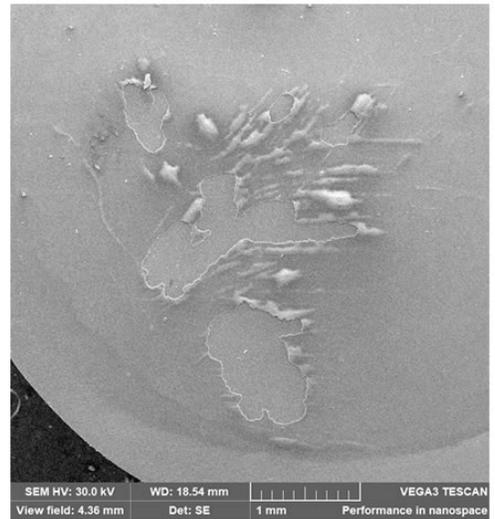


Figura 101. Presencia de inhomogeneidades en la superficie de algunas muestras de la aleación de Ti-28Nb-4Sn anodizadas

En términos generales, en relación a aplicación, de este tipo de estudios, algunos autores [59], [60] sugieren que, entre los factores que pueden favorecer la bioactividad y el crecimiento óseo en materiales para aplicaciones biomédicas, se encuentran la rugosidad, las fases cristalinas y su hidrofiliidad. En este sentido, estructuras nanoporosas pueden servir como puentes para el anclaje de las estructuras celulares favoreciendo la fijación y el crecimiento óseo alrededor de un material implantado.

7 CONCLUSIONES

- En particular, con base en la metodología de diseño mecatrónico fue posible la implementación del sistema para medidas de propiedades de superficie, (ángulo de contacto) con un error relativo de aproximadamente 10% considerando las medidas realizadas sobre la aleación Ti15Mo tomadas con un sistema comercial.
- En el sistema desarrollado el parámetro de hidrofobicidad fue evaluado a partir del método de gota sésil, el cual fue posible automatizar a través de procesamiento digital de imágenes usando lenguaje de programación Python en conjunto con la biblioteca OpenCV. De esta forma, se logró obtener el ángulo de contacto de manera exitosa; con la aplicación de diferentes filtros para obtener específicamente los bordes de la gota y crear una curva sobre puesta sobre esta. Así, se trazaron la línea base y las tangentes a la curva, para finalmente calcular los ángulos de contacto entre el sólido y la gota depositada.
- Se logró la implementación del sistema de anodización electroquímica, el cual fue validado a través del crecimiento de nanotubos de TiO_2 sobre la aleación Ti-28Nb-4Sn, siendo observado que existe una relación proporcional entre los parámetros de anodización (tiempo y voltaje) y el tamaño de los nanotubos crecidos.
- El tratamiento de anodización electroquímica sobre la aleación Ti28Nb4Sn, llevó a la formación de nanotubos de TiO_2 , que presentan un comportamiento hidrofílico, donde se evidenció que los parámetros de anodización afectan la propiedades de superficies, pues al encontrarse un incremento de tamaño de los nanotubos con el voltaje y el tiempo de anodización, el ángulo de contacto también se ve afectado, una vez que la rugosidad de la superficie cambia al existir cambios nanoestructurales en la superficie anodizada.
- Con base en los resultados encontrados, los cuales están en concordancia con lo reportado en la literatura, se espera que la hidrofílicidad, así como la rugosidad, y las características nanoestructurales del TiO_2 formado, puedan favorecer la bioactividad y el crecimiento óseo en materiales para aplicaciones biomédicas llevando a la adhesión y proliferación celular, aspectos claves para el crecimiento óseo alrededor de un material implantado.

8 RECOMENDACIONES Y TRABAJOS FUTUROS

Algunas recomendaciones para la mejora de los sistemas de anodización y caracterización de la superficie son:

- Implementar una plataforma que permita posicionar diversas muestras así como la posición donde se desea depositar el líquido.
- Realizar el sistema de adquisición de la curva de corriente de anodización en función del tiempo para establecer relaciones entre esta y las características nanoestructurales.
- Ampliar el estudio en relación a voltajes y tiempos de anodización, así como realizar imágenes de la parte superior de los nanotubos para estimar los diámetros internos y externos de los nanotubos crecidos.
- Realizar estudios de deposición, por medio anodización electroquímica u otra técnica, de otros materiales biocompatibles, por ejemplo, hidroxiapatita, nanopartículas de plata, cobre, etc, para evaluar corrosión, adhesión celular y/o capacidad antibacterial.

9 BIBLIOGRAFÍA

- [1] R. Hurtado, J. Charum, Á. Rivera, S. Daza, A. Silva, E. Llanos, C. Murcia, J. Lucio, D. Usgame, D. ChavaiTo y A. Bernal, "Evaluación Programa Nacional de desarrollo científico y tecnológico BID Etapa III (1995-2003).(BID/CO-134-Contrato 085/0C-00). República de Colombia (1995)," Bogotá, 2016.
- [2] J. H. Gallego, "Sistemas Regionales de Ciencia, Tecnología e Innovación en Colombia: componentes institucionales y organizacionales.," Bogotá, 2017.
- [3] A. J. Bohórquez, H. P. Quiroz, and A. Dussan, "Propiedades estructurales y ópticas de nanoestructuras de TiO₂ depositadas por el método de deposición en baño químico para aplicaciones en Sensores UV," *Inf. Tecnol.*, vol. 27, no. 6, pp. 185–192, 2016, doi: 10.4067/S0718-07642016000600019.
- [4] L. Gregorio Vázquez, C. Cuevas Arteaga, G. Hernández, and E. del Ángel Meraz, "Formación de nanoestructuras porosas de TiO₂ mediante la exposición en soluciones de hf-h 2 o aplicando la técnica electroquímica de anodización Enero/Marzo, 2013. Accessed: Jun. 04, 2020. [Online]. Available: http://www.exeedu.com/publishing.cl/av_cienc_ing/85.
- [5] F. Ángela and V. Cuadros, "Estudio comparativo de la estructura y actividad fotocatalítica de nanoestructuras de dióxido de titanio soportadas sobre láminas de titanio, preparadas por los métodos de dip-coating, tratamiento hidrotérmico y anodización electroquímica," 2017.
- [6] B. Núñez Mendoza, "Síntesis y estudio de nanotubos de TiO₂ injertados con quitosano.," México, 2018.
- [7] V. A. Sugiawati, F. Vacandio, A. Galeyeva, A. P. Kurbatov and T. Djenizian, "Enhanced electrochemical performance of electropolymerized self-organized TiO₂ nanotubes fabricated by anodization of Ti grid.," *Frontiers in Physics*, vol. 7, p. 179, 2019, doi: 10.3389/fphy.2019.00179.
- [8] F. Chaparro Chaparro and R. Quintero Reyes, "La Revolución Industrial del Siglo XXI," Aug. 2018.
- [9] A. A. Morán Reyes, "Las tecnologías convergentes (nanotecnología, biotecnología y las ciencias cognitivas) y su relación con la bibliotecología," *e-Ciencias la Inf.*, vol. 9, no. 2, pp. 121–140, Jun. 2019, doi: 10.15517/eci.v9i2.35897.
- [10] M. Blázquez, A. Tutor, and P. B. Papantonakis, "Facultad de farmacia universidad complutense trabajo fin de grado título: nanotecnología en dermofarmacia."
- [11] O. F. Garate, "Introducción a los fenómenos ópticos de nanopartículas metálicas a través simulaciones computacionales en línea," *Educ. Química*, vol. 30, no. 1, p. 31, Feb. 2019, doi: 10.22201/fq.18708404e.2019.1.64777.
- [12] L. Cornejo, «Nuevas Tecnologías y Materiales,» 14 07 2015. [En línea]. Available: <https://nuevatecnologiasymateriales.com/clasificacion-de-los-nano-materiales/>. [Último acceso: 15 08 2020].
- [13] R. Silva, "Eficiencia de las células fotovoltaicas nanoestructuradas a base de dióxido de titanio, sensibilizadas con pigmentos nativos peruanos, en chaclacayo -

- 2018,” Lima-Peru, 2018.
- [14] M. O. C. Guzmán, A. G. R. Morales, C. Cuevas Arteaga, and M. E. Rincón González, “Crecimiento de nanoestructuras de TiO_2 obtenidas a bajo potencial por reacción anódica en soluciones ácidas $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{HF}$,” 2010.
- [15] A. G. Rincón Alfaro and U. Morales Muñoz, “Síntesis de nanopartículas de TiO_2 -Fe por métodos de sol-gel, y su caracterización,” *Jóvenes En La Cienc.*, no. 1, pp. 1928–1932, 2014.
- [16] C. Patricia Betancur Henao, V. Hernández Montes, and R. Buitrago Sierra, “Nanopartículas para materiales antibacterianos y aplicaciones del dióxido de titanio Nanoparticles for antibacterial materials and titanium dioxide applications,” 2016. Accessed: Oct. 7, 2020. [Online]. Available: <http://scielo.sld.cu>.
- [17] S. Guerrero López, “Síntesis y caracterización de materiales base óxido de zinc-óxido de cobre/dióxido de titanio,” México, 2017.
- [18] A. F. Giraldo García y V. A. Marroquín Mesa, “Síntesis y refinamiento de la estructura de dióxido de titanio dopada con Cromo ($\text{Ti}_{1-x}\text{Cr}_x\text{O}_2$),” Pereira, 2014.
- [19] D. Pacheco, J. Rico, J. H. Díaz, and M. J. Espitia, “Estudio DFT de propiedades estructurales y electrónicas del óxido de titanio en sus fases: rutilo, anatasa y brookita,” 2014.
- [20] H. P. Quiroz Gaitán, “Preparación y estudio de las propiedades estructurales, ópticas y morfológicas de nanotubos de TiO_2 para su aplicación en sensores ópticos,” Bogotá, 2014.
- [21] L. M. Torres Martínez and M. A. Ruiz Gómez, “Estudio de las propiedades estructurales, texturales y catalíticas de TiO_2 dopado con indio y níquel,” 2011.
- [22] Y. Ochoa, Y. Ortegón, and J. E. Rodríguez Páez, “Síntesis de TiO_2 , fase anatasa, por el método sol-gel: estudio del efecto de la presencia de AcacH en el sistema Synthesis of TiO_2 , anatase phase by the sol-gel method: study of the effect of the presence of AcacH in the system,” Marzo, 2010.
- [23] M. C. Nevárez Martínez, “Síntesis de nanotubos de dióxido de titanio modificados con óxidos metálicos para su uso como fotocatalizadores,” Quito, 2017.
- [24] R. Ruppin, «Euroresidentes,» 31 01 2019. [En línea]. Available: <https://www.euroresidentes.com/futuro/nanotecnologia/diccionario/Buckyballs.htm>. [Último acceso: 28 09 2020].
- [25] L. V. Taveira, J. M. Macak, H. Tsuchiya, L. F. P. Dick, and P. Schmuki, *J. Electrochem. Soc.*, 152, 405 (2005).
- [26] Que Anh S. Nguyen, Yash V. Bhargava, and Thomas M. Devine, *Journal of The Electrochemical Society*, 156, E55 (2009).
- [27] Subramanian, V., Sarker, S., Yu, B., Kar, A., Sun, X., & Dey, S. (2013). TiO_2 nanotubes and its composites: Photocatalytic and other photo-driven applications. *Journal of Materials Research*, 28(3), 280-293. doi:10.1557/jmr.2012.392.
- [28] K. Lee, A. Mazare, and P. Schmuki, (2014). One-Dimensional Titanium Dioxide Nanomaterials: Nanotubes, *Chemical Reviews*, 114(19), 9385-9454

- [29] K. L. Mittal, *Advances in contact angle, wettability and adhesion*, vol. 112, no. 483. New York: Scrivener, 2015.
- [30] C. N. C. Lam, R. Wu, D. Li, M. L. Hair, and A. W. Neumann, "Study of the advancing and receding contact," pp. 169–191, 2002.
- [31] H. Rau, "DataPhysics," 01 03 2017. [En línea]. Available: <https://www.dataphysics-instruments.com/>. [Último acceso: 05 10 2020].
- [32] J. Gausemeier, S. Moehringer, "VDI 2206- A new guideline for the design of mechatronic systems," *IFAC Proceedings Volumes*, 35(2), 785-790, 2002.
- [33] "LONROY," Instrumento de medicion de angulo de contacto de inclinacion automatico LR-SDC-350, [En línea]. Available: <https://www.lonroy.com/es/product/lr-sdc-350-automatic-tilt-contact-angle-measuring-instrument>. [Último acceso: 11 04 2021].
- [34] "KRÜSS," DSA100B, [En línea]. Available: <https://www.kruss-scientific.com/en/products-services/products/dsa100b>. [Último acceso: 11 04 2021].
- [35] E. R. Carranza, "Laboratorio de corte de materiales, Manual de practicas," Mexico, 2021.
- [36] Vistronica, "Vistronica Tienda Virtual De Electrónica," [En línea]. Available: <https://www.vistronica.com/>. [Último acceso: 23 06 2021].
- [37] S. Sastoque, C. Narváez, and G. Garnica, "Metodología para la construcción de Interfaces Gráficas Centradas en el Usuario," pp. 314–324, 2016.
- [38] R. Antonello, *Introdução a Visão Computacional com Python e OpenCV*. Santa Catarina, 2018.
- [39] S. Monk, *Raspberry Pi cookbook: Software and hardware problems and solutions*. "O'Reilly Media, Inc.," 2016.
- [40] B. Hamane, D. Mamadou, C. Hicham, Bouhamida M., Cheriti A. and B. Mustapha, "PI and RST Control Design and Comparison for Matrix Converters Using Venturini Modulation Strategy," *Journal of Power and Energy Engineering*, vol. 3, n° 8, pp. 38 - 54, 2015.
- [41] Punto Flotante, S.A., "Punto Flotante, S.A.," 1982. [En línea]. Available: <https://www.puntoflotante.net/ENCODER-CUADRATURA-1.jpg>. [Último acceso: 28 06 2021].
- [42] C. Forero, *Algoritmos genéticos en la solución de ecuaciones diofánticas lineales*, RIMCI, vol. 1, n.º 1, ene. 2014.
- [43] B. Harwani, "Qt5 Python GUI Programming Cookbook: Building responsive and powerful cross-platform applications with PyQt," BIRMINGHAM - MUMBAI: Packt Publishing, 2018.
- [44] A. F. Villán, *Mastering OpenCV 4 with Python: A practical guide covering topics from image processing, augmented reality to deep learning with OpenCV 4 and Python 3.7*, Birmingham Mumbai: Packt Publishing, 2019.
- [45] S. Van Der Walt, S. C. Colbert, and G. Varoquaux, "The NumPy array: a structure

- for efficient numerical computation,” *Comput. Sci. Eng.*, vol. 13, no. 2, pp. 22–30, 2011.
- [46] H. Singh, “Advanced image processing using opencv,” in *Practical Machine Learning and Image Processing*, Springer, 2019, pp. 63–88.
- [47] Z. Xu, X. Baojie, and W. Guoxin, “Canny edge detection based on Open CV,” in *2017 13th IEEE international conference on electronic measurement & instruments (ICEMI)*, 2017, pp. 53–56.
- [48] D. Regonini, A. Satka, A. Jaroenworarluck, D. W. E. Allsopp, C. R. Bowen, and R. Stevens, “Factors influencing surface morphology of anodized TiO₂ nanotubes,” *Electrochim. Acta*, vol. 74, pp. 244–253, 2012, doi: 10.1016/j.electacta.2012.04.076.
- [49] W. Zhang, Y. Liu, F. Guo, J. Liu, and F. Yang, “Kinetic analysis of the anodic growth of TiO₂ nanotubes: Effects of voltage and temperature,” *J. Mater. Chem. C*, vol. 7, no. 45, pp. 14098–14108, 2019, doi: 10.1039/c9tc04532e
- [50] J. R. S. Martins Júnior et al., “Preparation and characterization of Ti15Mo alloy used as biomaterial,” *Mater. Res.*, vol. 14, pp. 107–112, 2011.
- [51] A. L. R. Rangel, J. A. M. Chaves, A. L. A. Escada, R. T. Konatu, K. C. Popat, and A. P. R. Alves Claro, “Modification of the Ti15Mo alloy surface through TiO₂ nanotube growth—an in vitro study,” *J. Appl. Biomater. Funct. Mater.*, vol. 16, no. 4, pp. 222–229, Oct. 2018, doi: 10.1177/2280800018782851.
- [52] J. M. Chaves, A. L. A. Escada, A. D. Rodrigues, and A. P. R. Alves Claro, “Characterization of the structure, thermal stability and wettability of the TiO₂ nanotubes growth on the Ti–7.5Mo alloy surface,” *Appl. Surf. Sci.*, vol. 370, pp. 76–82, May 2016, doi: 10.1016/j.apsusc.2016.02.017.
- [53] A. L. A. Escada, J. A. Muñoz Chaves, and A. P. Rosifini Alves Claro, *Surface modification of the alloy Ti-7.5Mo by anodization for biomedical applications*, vol. 869. 2016.
- [54] J. P. A. Carobolante, K. B. da Silva, J. A. M. Chaves, M. F. Dias Netipanyj, K. C. Popat, and A. P. R. Alves Claro, “Nanoporous layer formation on the Ti10Mo8Nb alloy surface using anodic oxidation,” *Surf. Coatings Technol.*, vol. 386, p. 125467, Mar. 2020, doi: 10.1016/j.surfcoat.2020.125467.
- [55] D. H. Shin, T. Shokuhfar, C. K. Choi, S. H. Lee, and C. Friedrich, “Wettability changes of TiO₂ nanotube surfaces,” *Nanotechnology*, vol. 22, no. 31, 2011, doi: 10.1088/0957-4484/22/31/315704.
- [56] Kazemi, Maryam, et al. "Investigation on the corrosion behavior and biocompatibility of Ti-6Al-4V implant coated with HA/TiN dual layer for medical applications." *Surface and Coatings Technology* 397 (2020): 126044
- [57] Brizuela, A., Herrero-Climent, M., Rios-Carrasco, E., Rios-Santos, J. V., Pérez, R. A., Manero, J. M., & Gil Mur, J. (2019). Influence of the elastic modulus on the osseointegration of dental implants. *Materials*, 12(6), 980.
- [58] D. Aguilera Sánchez, “Caracterización microestructural y mecánica de aleaciones Ti-Nb-Sn obtenidas por pulvimetalurgia,” *Universitat Politècnica de València*,

Valencia, 2014-06-06.

- [59] B. Voltrova et al., "In vitro evaluation of a novel nanostructured Ti36Nb-6Ta alloy for orthopedic applications," *Nanomedicine*, vol. 15, no. 19, pp. 1843–1859, 2020, doi: 10.2217/nnm-2020-0123.
- [60] Y. Y. Khrunyk et al., "Surface-dependent osteoblasts response to TiO₂ nanotubes of different crystallinity," *Nanomaterials*, vol. 10, no. 2, 2020, doi: 10.3390/nano10020320.

10 ANEXOS

Tabla 17. Presupuesto

RUBROS	JUSTIFICACION	FUENTES EN (PESOS)			TOTAL
		RECURSOS PROPIOS	CONVOCATORIA INTERNA	CONVOCATORIA PARTIDA EXTERNA	
MATERIALES Y SUMINISTROS	Perfil estructural acero		100 000		100 000
	Lamina aluminio		100 000		100 000
	Computador Raspberry Pi 3		220 000		220 000
	Pantalla táctil 7"		220 000		220 000
	Teclado/Mouse		100 000		100 000
	Motores Nema		220 000		220 000
	Micropipeta/Punteras		370 000		400 000
	Sistema óptico		500 000		500 000
	Pulsadores	40 000			40 000
	Acrílico 25 *52	50 000			50 000
	Kit de accesorios electrónica	50 000			50 000
	Preparación muestras (Corte y pulido)		250 000		250 000
	Caracterización propiedades de volumen		400 000		400 000
	Filamento PLA		100 000		100 000
	Reactivos/Vidriera		300 000		300 000
TOTAL				3 010 000	

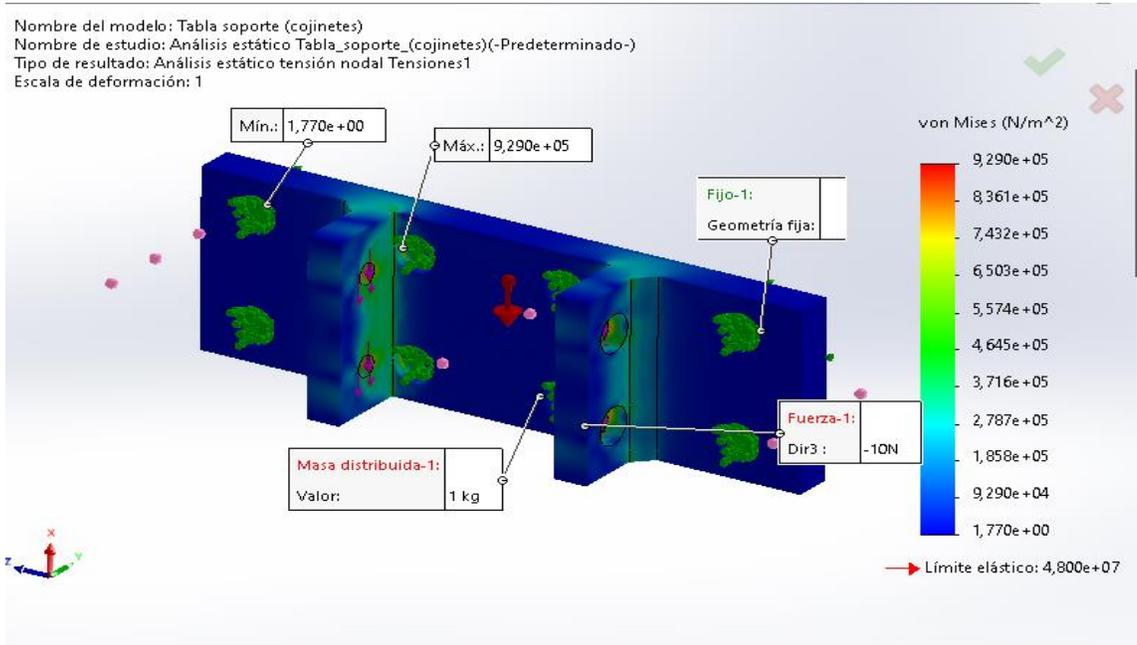


Figura 102. Resultados del analisis estatico del soporte para cojinetes.

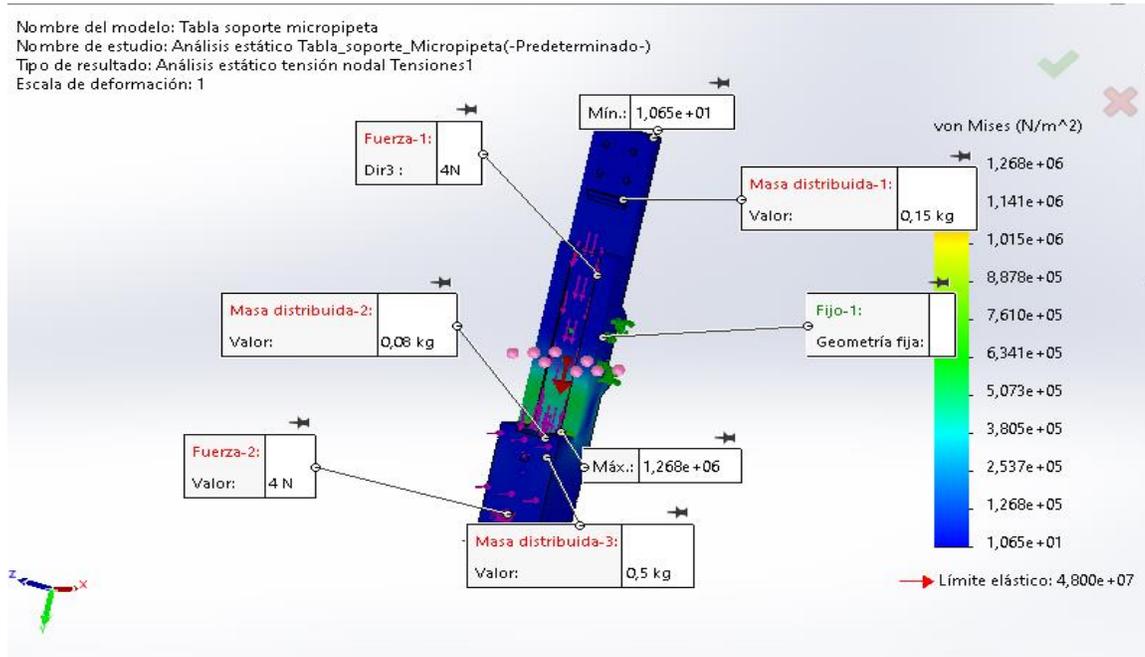


Figura 103. Resultados del analisis estatico del soporte para la micropipeta.

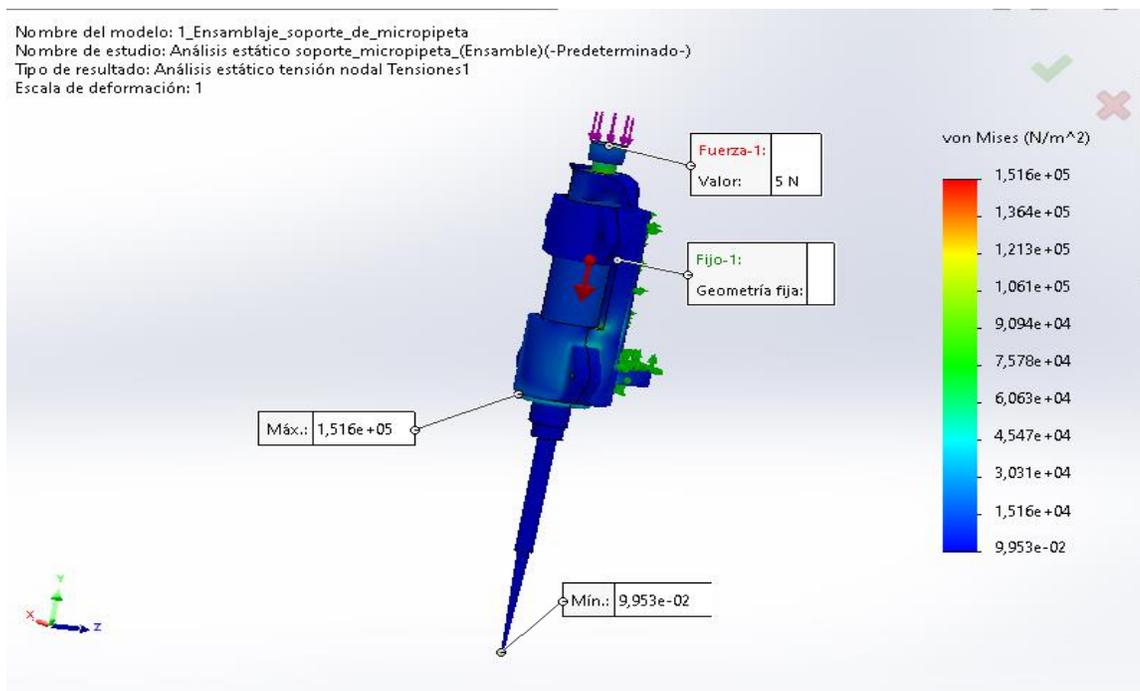


Figura 104. Resultados del análisis estático de los soportes y la micropipeta.

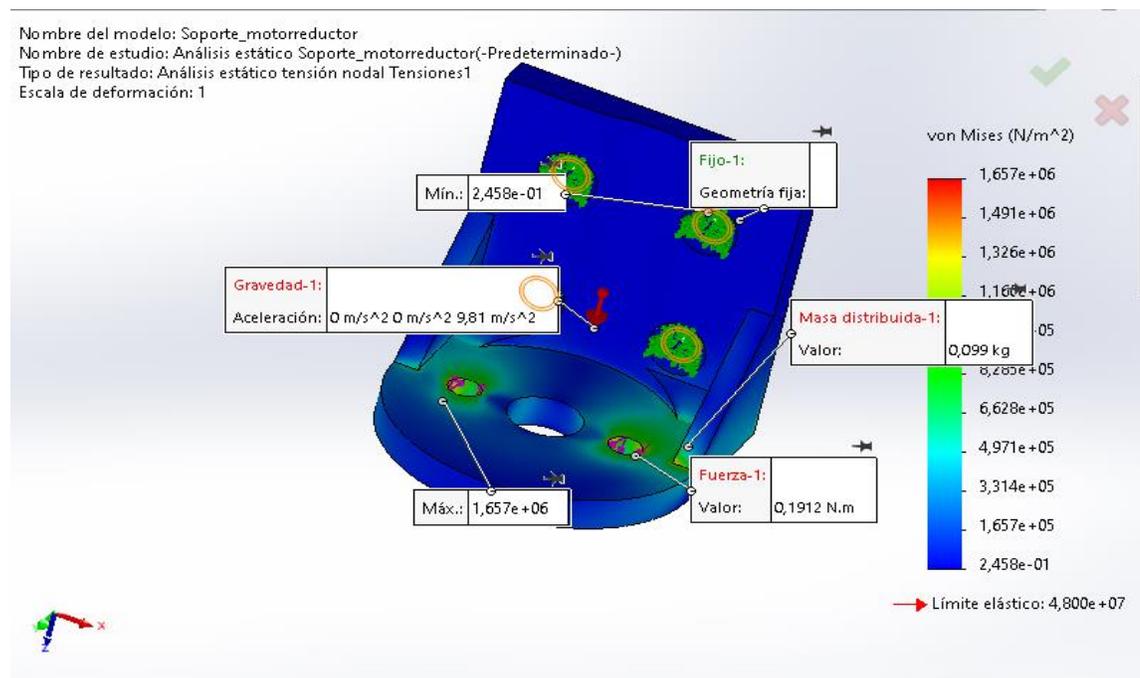


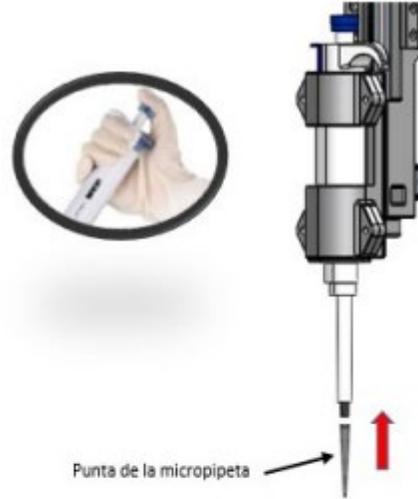
Figura 105. Resultados del análisis estático del soporte para motorreductores.

DISEÑO E IMPLEMENTACIÓN DE UN SISTEMA PARA MEDIDAS DE PROPIEDADES DE SUPERFICIE DE NANOESTRUCTURAS FUNCIONALES DE ÓXIDO DE TITANIO OBTENIDAS POR ANODIZACIÓN ELECTROQUÍMICA.

Manual de Usuario



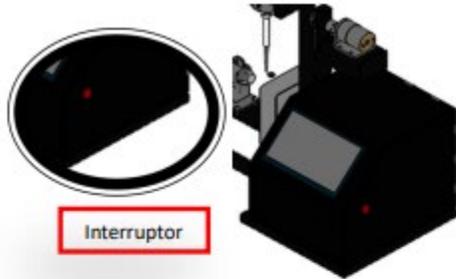
Paso 1. Se ubica la punta en la micropipeta previamente.



Paso 2. Se conecta la fuente de poder al tomacorriente de 110 VAC.

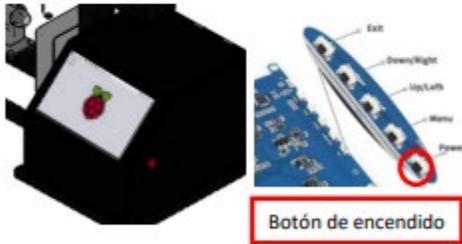


Paso 3. Se presiona el interruptor que enciende la fuente suicheada de 110 VAC a 12 VDC.



Interruptor

Paso 4. Se verifica si la pantalla esta encendida de lo contrario se presiona el botón de encendido



Botón de encendido

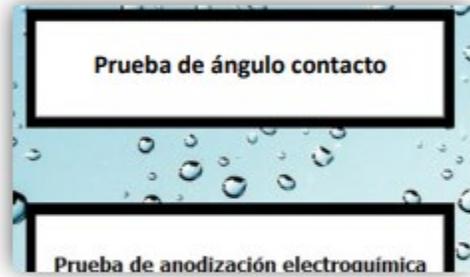
Paso 5. Se verifica si la pantalla esta encendida de lo contrario se presiona el botón de encendido



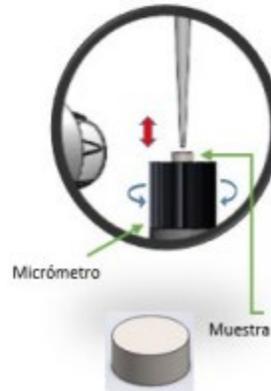
Paso 6. Se loguea como usuario.



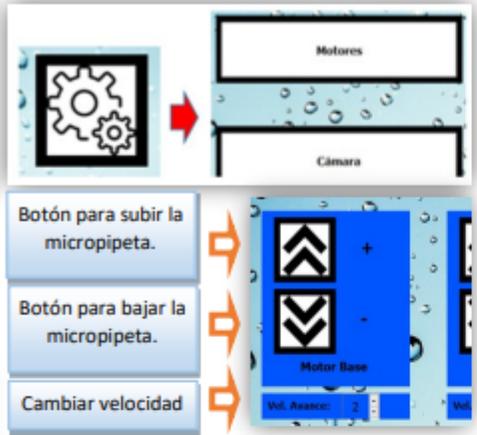
Paso 7. Se selecciona el tipo de prueba (prueba de ángulo de contacto).



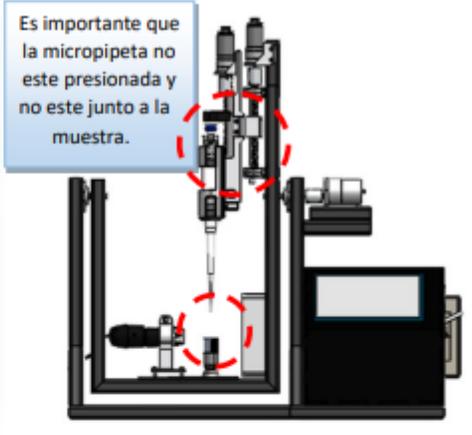
Paso 8. Se posiciona la muestra sobre el micrómetro para ajustar la altura correspondiente



Paso 9. Se accede a configuración de motores.

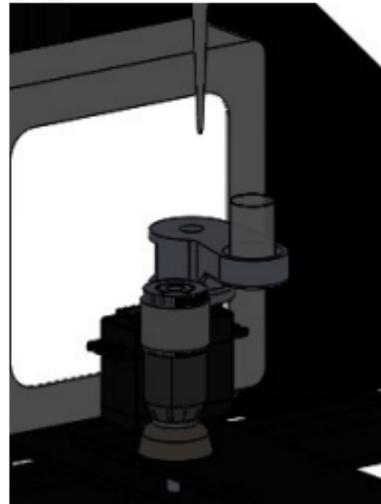
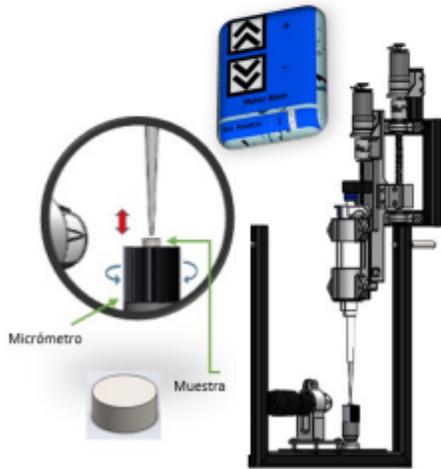


Paso 11. Se ubica la posición inicial de los motores.

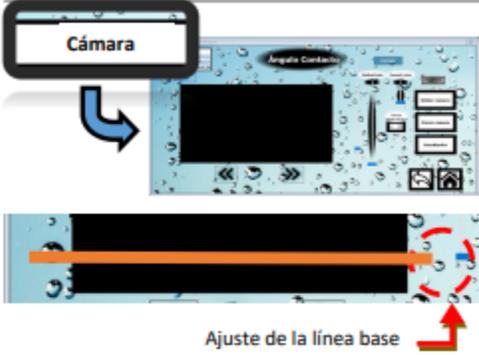


Paso 10. Se ajusta la altura correspondiente para la muestra accionando el motor para el desplazamiento .

Paso 12. Se pone el liquido en un recipiente y se incrusta en el soporte.

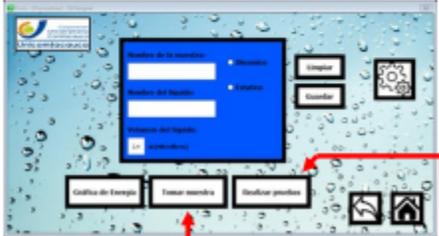


Paso 13. Se ingresa a la configuración de la cámara donde se puede ajustar la altura de la línea base de acuerdo a la muestra, tener una visión previa de la gota y ajustar los filtros, (depositando una gota).



Paso 14. Se accede a la ventana donde permite tomar el líquido. (con el botón atrás).

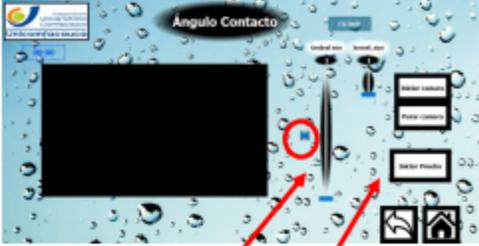
Se deben completar todos los campos con la información de la prueba para ser guardados.



Paso 15. Se presiona el botón para la toma de líquido.

Paso 16. Se presiona el botón para realizar la prueba.

Paso 17. En la ventana de visualización previa se verifica la línea base para que se deposite correctamente el líquido sobre la muestra.



Ajuste de la línea base Iniciar prueba

Solo si se requiere se ajusta nuevamente los filtros o la línea base para obtener los contornos de la gota y calcular el ángulo de contacto.

Paso 17. En Se realizo la prueba con el botón "Iniciar prueba", donde se abre una ventana que permite visualizar la prueba, mostrar resultados, sacar un promedio agregando 5 ángulos para obtener el ángulo contacto. Además permite guardar los resultados obtenidos.

Visualización de la imagen Datos de la prueba

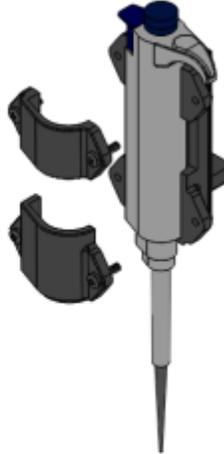
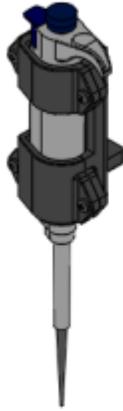


Agregar ángulos Mostrar resultados Guardar resultados

MANUAL

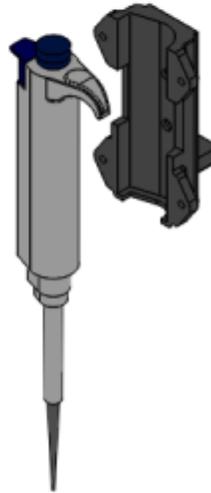
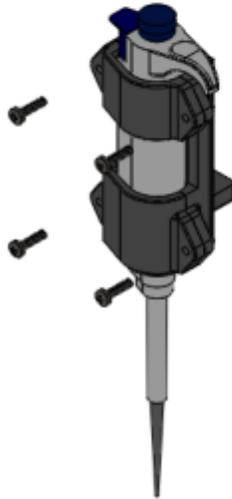
Retiro de la micropipeta para limpieza y calibración de la cantidad a depositar.

Paso 2. Se procede a retirar las piezas realizadas en impresión 3D.

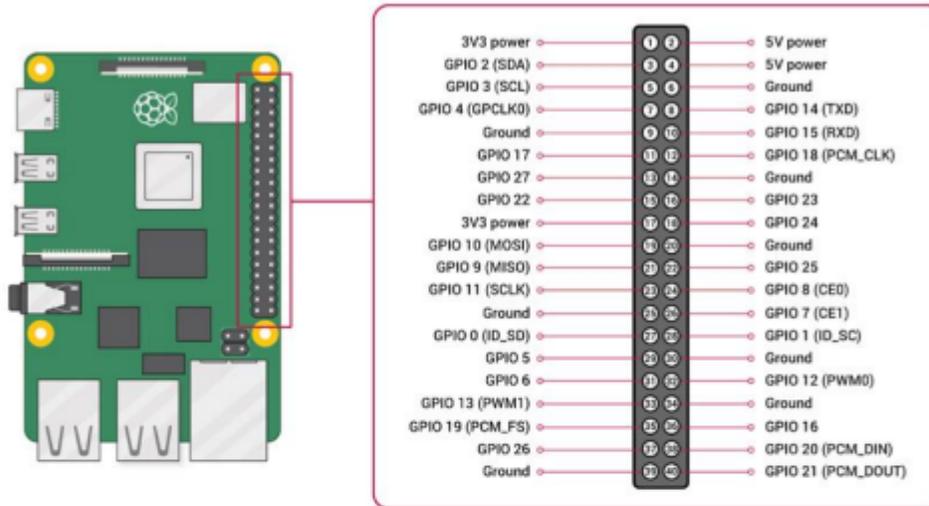


Paso 1. Se procede a retirar los tornillos de la pieza.

Paso 3. Se procede a retirar la micropipeta para su limpieza y calibración deseada.



Pines GPIO de la Raspberry Pi 4B



Pines del mecanismo de pipeteo y desplazamiento

GPIO 24	IN1 driver L293D U2
GPIO 23	IN2 driver L293D U2
GPIO 13	EN1 driver L293D U2
GPIO 19	EN2 driver L293D U2
GPIO 22	IN3 driver L293D U2
GPIO 27	IN4 driver L293D U2
GPIO 20	Pin 1 de motor de 160 RPM
GPIO 21	Pin 2 de motor de 160 RPM
GPIO 11	Pin 1 de motor de 352 RPM
GPIO 9	Pin 2 de motor de 352 RPM

Pines del subsistema de adquisición de imágenes

GPIO 2	Pin NC de Relé para activación de lampara.
--------	--

Pines del mecanismo de activación y seguridad de los sistemas

GPIO 26	Final de carrera Inicio (Arriba)
GPIO 8	Final de carrera Fin (Abajo)
GPIO 3	Final de carrera Giro
GPIO 14	Final de carrera Plataforma
GPIO 15	Final de carrera Micropipeta

Pines del mecanismo de giro

GPIO 12	EN2 driver L293D U1
GPIO 10	IN3 driver L293D U1
GPIO 16	IN4 driver L293D U1