

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA

"JULIO DE MESQUITA FILHO"

FACULDADE DE CIÊNCIAS FARMACÊUTICAS

CÂMPUS DE ARARAQUARA

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE BIOMATERIAIS E BIOPROCESSOS

MESTRADO PROFISSIONAL

**DESENVOLVIMENTO DE UM EQUIPAMENTO MEDIDOR DE
ÂNGULO DE CONTATO COM SOFTWARE INTEGRADO**

BRUNO HENRIQUE VEDOVATTO

ORIENTADOR: Prof. Dr. WILLIAM DE MELO SILVA

COORIENTADOR: Prof. Dr. RONDINELLI DONIZETTI HERCULANO

ARARAQUARA - SP

2020

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"JULIO DE MESQUITA FILHO"
FACULDADE DE CIÊNCIAS FARMACÊUTICAS
CÂMPUS DE ARARAQUARA

DESENVOLVIMENTO DE UM EQUIPAMENTO MEDIDOR DE
ÂNGULO DE CONTATO COM SOFTWARE INTEGRADO

BRUNO HENRIQUE VEDOVATTO

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Biomateriais e Bioprocessos (Mestrado Profissional), Área de Biomateriais, Bioprocessos, Bioprodutos da Faculdade de Ciências Farmacêuticas, UNESP, como parte dos requisitos para obtenção do Título de Mestre em Engenharia de Biomateriais e Bioprocessos.

ORIENTADOR: Prof. Dr. WILLIAM DE MELO SILVA
COORIENTADOR: Prof. Dr. RONDINELLI DONIZETTI HERCULANO

ARARAQUARA - SP

2020

V416d Vedovatto, Bruno Henrique.
Desenvolvimento de um equipamento medidor de ângulo de
contato com software integrado / Bruno Henrique Vedovatto. –
Araraquara: [S.n.], 2020.
116 f. : il.

Dissertação (Mestrado Profissional) – Universidade Estadual
Paulista. "Júlio de Mesquita Filho". Faculdade de Ciências Farmacêuticas.
Programa de Pós Graduação em Engenharia de Biomateriais e
Bioprocessos. Área de Biomateriais, Bioprocessos, Bioprodutos.

Orientador: William de Melo Silva.
Coorientador: Rondinelli Donizetti Herculano.

1. Ângulo de contato. 2. Molhabilidade. 3. Hidrofobicidade. 4.
Hidrofilicidade. 5. Superfícies. 6. Young-Laplace. I. Silva, William de Melo,
orient. II. Herculano, Rondinelli Donizetti, coorient. III. Título.

CERTIFICADO DE APROVAÇÃO

TÍTULO DA DISSERTAÇÃO: Desenvolvimento de um equipamento medidor de ângulo de contato com software integrado

AUTOR: BRUNO HENRIQUE VEDOVATTO

ORIENTADOR: WILLIAM DE MELO SILVA

COORIENTADOR: RONDINELLI DONIZETTI HERCULANO

Aprovado como parte das exigências para obtenção do Título de Mestre em ENGENHARIA DE BIOMATERIAIS E BIOPROCESSOS, área: Biomateriais, Bioprocessos, Bioprodutos pela Comissão Examinadora:

Prof. Dr. WILLIAM DE MELO SILVA

Departamento de Bioprocessos e Biotecnologia / Faculdade de Ciências Agrônômicas de Botucatu - UNESP

Prof^a. Dr^a. CARLA DOS SANTOS RICCARDI

Departamento de Bioprocessos e Biotecnologia / Faculdade de Ciências Agrônômicas de Botucatu - UNESP
(por meio de videoconferência)

Prof. Dr. GUILHERME PEIXOTO

Departamento de Engenharia de Bioprocessos e Biotecnologia / Faculdade de Ciências Farmacêuticas - UNESP - Araraquara

Araraquara, 29 de maio de 2020

Dedico essa dissertação aos meus pais José e Lucila, ao meu padrinho Marcos Micocci, a minha companheira da vida Amanda Ricci e aos meus amigos por todo apoio, carinho e companheirismo durante essa jornada.

AGRADECIMENTO

Primeiramente agradeço a Deus e a Nossa Senhora Aparecida por todo conhecimento adquirido, por toda amizade formada e por toda experiência obtida. Aos meus pais José Roberto Vedovatto e Lucila Galvin Vedovatto por sempre apoiarem os meus estudos e os meus projetos de vida.

Agradeço ao meu padrinho Marcos Cléber Micocci por todo ensinamento passado e por todo incentivo colocado.

À minha namorada por todo apoio, compreensão e companheirismo nas horas em que mais precisei.

Ao meu orientador Prof. Dr. William de Melo Silva, agradeço pela compreensão e planejamento que juntos realizamos, por todo conhecimento passado e acima de tudo pela confiança, respeito e companheirismo.

Ao meu Coorientador e coordenador do curso Prof. Dr. Rondinelli Donizetti Herculano, agradeço pela oportunidade de aprender com o Senhor e por ter aberto a minha visão durante toda a dissertação a fim de agregar arduamente na minha formação.

Ao meu amigo e colaborador Diego Ballador, agradeço por todo conhecimento passado, por todo apoio no desenvolvido, companheirismo depositado, e acima de tudo o agradeço pela nossa amizade.

Agradeço à Instituição UNESP de Araraquara – SP, ao IBTEC da Unesp - Campus Botucatu – SP e ao CAPES pela estrutura e apoio fornecidos.

“Se cheguei até aqui foi porque me apoiei no ombro dos gigantes.”

Sir Isaac Newton

RESUMO

Pesquisas sobre a capacidade de molhabilidade de superfícies são importantes em diversas aplicações tecnológicas como aumento de resistência à corrosão, aumento de lubrificação, adesão e proliferação de células e ações anti-microbianas. No desenvolvimento de biomateriais, por exemplo, ensaios de molhabilidade auxiliam na identificação de possíveis melhorias de ancoragem de células em tecidos humanos. Verifica-se atualmente que não existe no Brasil um fabricante de um equipamento medidor de ângulo de contato auto ajustável acoplado de um software. Assim, foram desenvolvidos neste trabalho: uma revisão bibliográfica sobre a teoria de molhabilidade de superfícies; os desenhos técnicos das plataformas de embarcação dos aparatos: suporte de amostra, suporte de câmera de alta resolução, torre de iluminação e gotejador automatizado por meio do software; um software responsável em realizar a aquisição da imagem e calcular o ângulo de contato entre uma gota e um substrato através do método de gota sêssil desenvolvida no LabView®. Os resultados obtidos através dos relatórios emitidos pelo software desenvolvido foram comparados estatisticamente com os resultados provenientes de um equipamento utilizado como referência. Neste sentido, verificou-se uma diferença de 1,4% dos resultados calculados no software desenvolvido neste trabalho em relação à média dos resultados do equipamento de referência. Por fim, estão sendo apresentadas as conclusões sobre as funcionalidades e a exequibilidade deste equipamento.

Palavras-chave: Ângulo de contato, Molhabilidade, Hidrofobicidade, Hidrofilicidade, Superfícies, Young-Laplace.

ABSTRACT

Research on the wettability of surfaces is important in several technological applications such as increased corrosion resistance, increased lubrication, adhesion and proliferation of cells and anti-microbial actions. In the development of biomaterials, for example, wettability tests help to identify possible improvements in the anchoring of cells in human tissues. Currently, it turns out that in Brazil there is no manufacturer of an automatic contact angle measuring device for software. Thus, we developed in this work: a bibliographic review on a theory of surface wettability; the technical drawings of the device boarding platforms: sample holder, high resolution camera support, lighting tower and automated dripper using software; a software responsible for taking an image capture and calculating the contact angle between a drop and a substrate using the serious drop method developed in LabView. The results obtained through the reports issued by the developed software were statistically compared with the results from an equipment used as a reference. In this sense, there was a difference of 1.4% of the results calculated in the software developed in this work in relation to the average of the results of the reference equipment. Finally, the conclusions on the functionalities and feasibility of this equipment are being presented.

Keywords: contact angle, humidity, hydrophobia, hydrophilia, surfaces, Young-Laplace.

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1 - ILUSTRAÇÃO DO ÂNGULO DE CONTATO Θ FORMADO ENTRE UMA GOTA E UMA SUPERFÍCIE SÓLIDA.	18
FIGURA 2 - GRAUS DE MOLHABILIDADE	20
FIGURA 3 – REVESTIMENTO SUPEROMNIFÓBICO.....	22
FIGURA 4–MEDIÇÃO DO ÂNGULO DE CONTATO PARA CARACTERIZAR GEL FABRICADO ...	22
FIGURA 5 – EXEMPLO DA CAPILARIDADE	24
FIGURA 6 - ILUSTRAÇÃO DAS FORÇAS ENTRE AS MOLÉCULAS DE UM LIQUIDO	25
FIGURA 7 - ILUSTRAÇÃO DAS FORÇAS INTERMOLECULARES	26
FIGURA 8 - ILUSTRAÇÃO DAS TENSÕES SUPERFICIAIS	27
FIGURA 9 - MÉTODO WILHELMY	28
FIGURA 10 - ÂNGULO AGUDO	30
FIGURA 11 - ÂNGULO OBTUSO	30
FIGURA 12 - SOFTWARE SCA 20.....	32
FIGURA 13 - MÉTODO DA GOTA SÉSSIL.....	34
FIGURA 14 - TÉCNICA TANGENCIAL PARA GOTA SÉSSIL	35
FIGURA 15 - MÉTODO DA GOTA PENDENTE	36
FIGURA 16 - GOTA PENDENTE.....	37
FIGURA 17 - FLUXOGRAMA DA METODOLOGIA	38
FIGURA 18 - OCA 15.....	39
FIGURA 19 - ESBOÇO PLATAFORMA MECÂNICA.....	40
FIGURA 20 - FLUXOGRAMA DA ARQUITETURA LÓGICA DO SOFTWARE DESENVOLVIDO....	41
FIGURA 21 – PARTE DA INTERFACE GRÁFICA DO SOFTWARE.....	42
FIGURA 22 – PARTE DA PROGRAMAÇÃO DO SOFTWARE	43
FIGURA 23– (A) PROCESSAMENTO E MAPEAMENTO DA IMAGEM E (B) CONTORNO DA GOTA BASEADO NO VALOR DE CADA PIXEL MAPEADO.....	43
FIGURA 24 – GRÁFICO RESULTANTE DO CONTORNO DA GOTA	44
FIGURA 25 – DADOS APRESENTADOS NO TEST-T	45
FIGURA 26 - CURVA GAUSSIANA COM DISTRIBUIÇÃO NORMAL, (A) BI-CAUDAL E (B) UNI-CAUDAL	45
FIGURA 27 - EQUIPAMENTO DESENVOLVIDO.....	47
FIGURA 28 - TORRE DA CÂMERA	48
FIGURA 29 - TORRE DA AMOSTRA	49

FIGURA 30 - CONTROLE DE AJUSTE DO GOTEJADOR	49
FIGURA 31 - CONTROLE DE VAZÃO DA SERINGA UTILIZADA	50
FIGURA 32 – INTERFACE GRÁFICA DO SOFTWARE	51
FIGURA 33 - HISTOGRAMA DA DISTRIBUIÇÃO DOS ÂNGULOS DE CONTATOS MEDIDOS NA MEMBRANA 1	53
FIGURA 34 - HISTOGRAMA DA DISTRIBUIÇÃO DOS ÂNGULOS DE CONTATOS MEDIDOS NA MEMBRANA 2	55
FIGURA 35 - PROGRAMAÇÃO EM BLOCOS	56
FIGURA 36 – MAPEAMENTO DA IMAGEM A SER CALCULADA O ÂNGULO DE CONTATO NO SOFTWARE DESENVOLVIDO	57
FIGURA 37 - ÂNGULO OBTIDO PELO SCA 20.....	58
FIGURA 38 - ÂNGULO DE CONTATO OBTIDO PELO SOFTWARE DESENVOLVIDO	59
FIGURA 39 - GRÁFICO COMPARATIVO DA MEMBRANA 1 ENTRE O SOFTWARE DE REFERÊNCIA E O DESENVOLVIDO.....	60
FIGURA 40 - GRÁFICO COMPARATIVO DA MEMBRANA 2 ENTRE O SOFTWARE DE REFERÊNCIA E O DESENVOLVIDO.....	60
FIGURA 41 -ÂNGULO DE CONTATO E ENERGIA SUPERFICIAL DOS FILMES DE POLI(ESTIRENO-B-(ETILENO-CO-BUTILENO)-B-ESTIRENO) (SEBS)	63
FIGURA 42 - EVOLUÇÃO DO RAIO DE CONTATO NORMALIZADO R/R_i EM FUNÇÃO DO TEMPO T/T_F NORMALIZADO MEDIDO PARA AS SUPERFÍCIES NR E NR-CAP A 37°C.	64
FIGURA 43 – ERRO NO CONTORNO DA GOTA.....	66
FIGURA 44 - AUSÊNCIA DE ILUMINAÇÃO NA IMAGEM PROCESSADA.....	67

LISTA DE TABELAS

TABELA 1 - COMPARATIVO ENTRE O SOFTWARE DE THAKKER E UM SOFTWARE PADRÃO	33
TABELA 2 - RELAÇÃO DE CUSTOS PARA PRODUÇÃO DA PLATAFORMA MECÂNICA.....	47
TABELA 3 - DADOS MEDIDOS NA AMOSTRA MEMBRANA 1 ONDE APRESENTA-SE O ÂNGULO DE CONTATO -CA(M)[°], TENSÃO DE SUPERFÍCIE – IFT [N/M], ERRO DE MEDIÇÃO – ERR[μM] E O VOLUME – VOL[μL]	52
TABELA 4 – DADOS MEDIDOS NA AMOSTRA MEMBRANA 2 ONDE APRESENTA-SE O ÂNGULO DE CONTATO -CA(M)[°], TENSÃO DE SUPERFÍCIE – IFT [N/M], ERRO DE MEDIÇÃO – ERR[μM] E O VOLUME – VOL[μL]	54
TABELA 5 - RESULTADOS OBTIDOS NOS ENSAIOS DE MOLHABILIDADE REALIZADOS NO SOFTWARE DE REFERÊNCIA.....	61
TABELA 6 - RESULTADOS OBTIDOS NOS ENSAIOS DE MOLHABILIDADE REALIZADOS NO SOFTWARE DESENVOLVIDO	62
TABELA 7 - TESTE-T APLICADO AOS DADOS REFERENTE A MEMBRANA 1 OBTIDOS NO SOFTWARE DESENVOLVIDO E NO DE REFERÊNCIA	65
TABELA 8 - TESTE-T APLICADO AOS DADOS REFERENTE A MEMBRANA 2 OBTIDOS NO SOFTWARE DESENVOLVIDO E NO DE REFERÊNCIA	65

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABS - Acrilonitrilabutadieno estireno

CA – *ContactAngle*

CAD 3D - *Computer-Aided Design*

HA – Hidroxiapatita

HAP – Hidroxiapatitasintética

Labview® - *Laboratory Virtual Instrumentation Engineering Workbench*

L - Litros

mm – Milímetros

n – Nano

OCA – *opticalcontactangle*

PEG-b-PCL - *Poly(ethyleneglycol) methylether-block-poly(Epsilon-caprolactone)*

PU – Poliuretano

PNVP – Poly(N-vinyl pyrrolidone)

μ– Micro

SEBS - Estireno-Etileno-Butileno-Estireno

Txt – Arquivo de texto

TiO₂ – Dióxido de titânio

VI – *Virtual instrument*

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO.....	15
2.	OBJETIVOS.....	17
3.	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	18
3.1	Ângulo de contato.....	18
3.2	Tensão superficial.....	23
3.3	Técnicas para obter o ângulo de contato e tensão superficial	28
3.3.1	Método da placa de Wilhelmy	28
3.3.2	Técnica do Meio – ângulo	29
3.3.3	Análise da forma da gota	31
3.3.3.1	Método da gota séssil	33
3.3.3.2	Método da gota pendente	35
4.	MATERIAIS E MÉTODOS.....	38
4.1	Equipamento de referência.....	39
4.2	Elaboração das estruturas mecânicas.....	39
4.3	Elaboração do software	40
5	RESULTADOS	46
5.1	Estruturas do equipamento medidor de ângulo de contato	46
5.2	Desenvolvimento do software.....	50
5.3	Testes iniciais em equipamento de referência.....	51
6	DISCUSSÃO.....	56
6.1	Desempenho do software	56
7	CONCLUSÕES.....	68
	REFERÊNCIAS	70

1. INTRODUÇÃO

A molhabilidade de superfícies foi primeiramente apresentada por Thomas Young em 1804 que explicou os princípios fundamentais; a curvatura formada por um fluido sobre a superfície, a análise geométrica da forma de um fluido em repouso e as forças de atração e repulsão entre os meios e os fundamentos físicos envolvidos nas leis de forças de coesão entre os meios (COSTA *et al.*, 2016). A partir de seu trabalho, vários artigos como: Neumann *et al.*, (2017), Alvarez *et al.*, (2009), Chini *et al.*, (2011), Gu *et al.*, (2016) e Berry *et al.*, (2015), demonstraram que as relações de molhabilidade poderiam ser descritas através do cálculo do ângulo de contato, assim desde então técnicas específicas até equipamentos sofisticados têm sido utilizados para o cálculo do ângulo formado entre um líquido, uma superfície sólida e o meio gasoso no chamado ponto trifásico.

Assim, diversas pesquisas para o desenvolvimento de filmes finos, revestimentos, tratamentos térmicos e modificações de superfícies em geral, têm necessitado de medidas de molhabilidade. Como exemplo de superfícies revestidas ou modificadas superficialmente têm-se: aços, titânios, ligas metálicas, cerâmicas, compósitos, polímeros e etc. (SILVA *et al.*, 2016).

Na ponta do desenvolvimento tecnológico de superfícies, tem-se o desenvolvimento de superfícies superhidrofóbicas. Esta condição tem despertado grande interesse no mercado, de acordo com dados do *Derwent Innovation Index*, mais de 7500 patentes foram depositadas e grande parte dessas patentes pertencem aos grupos como: Nissan Motor CO LTD, Canon KK, Honda Motor CO LTD entre outros (BURKARTER *et al.*, 2010). Desta forma no mercado estão presentes equipamentos sofisticados para determinar a molhabilidade de um material de forma automatizada, com o auxílio de servos motores programados para realizar o controle do gotejamento e softwares com algoritmos afim de processar as imagens obtidas realizando o cálculo automático do ângulo.

Diante das razões apresentadas, este trabalho desenvolveu uma plataforma mecânica para a realização de ensaios de molhabilidade integrada a uma interface gráfica que mede o ângulo de contato a partir da imagem de uma gota com volume pré-definido. Esta interface foi construída em ambiente computacional de lógica de programação por blocos onde foi desenvolvida uma rotina capaz de obter os dados

da imagem e a definição dos ângulos de contatos a partir da média dos pontos trifásicos existentes entre a gota, superfície e o ar. Por fim, a interface é capaz de reunir cada ângulo de contato medido em uma tabela para as respectivas análises estatísticas.

2. OBJETIVOS

Este projeto teve como objetivo o desenvolvimento de um equipamento com software integrado para realizar ensaios de molhabilidade.

- I. Desenvolvimento de uma plataforma mecânica ajustável para realizar ensaios de molhabilidade, onde todo desenvolvimento foi destinado a facilidade na montagem e a versatilidade para realizar o setup do ensaio subdividindo a plataforma nas seguintes partes: Torre da câmera, torre da amostra, suporte ajustável do gotejador, torre da lâmpada e gotejador automatizado;
- II. Elaboração de um software em LabView® responsável em processar a imagem obtida, afim de mensurar o ângulo de contato com base no ponto trifásico entre os dois elementos ensaiados (líquido-sólido), afim de gerar um relatório dos dados obtidos com a versatilidade de exportar os dados para a plataforma Excel®, tornando possível o tratamento dos dados de forma estatística.

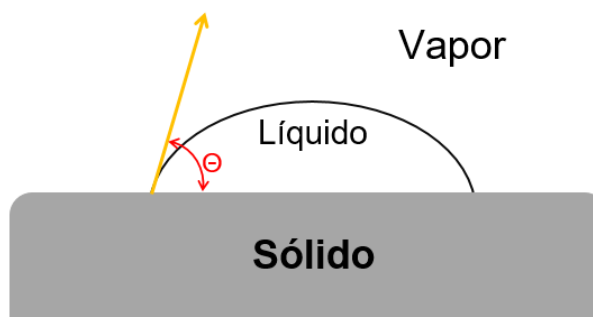
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Ângulo de contato

Todo material está em contato com outro elemento seja ele sólido, líquido ou gasoso (KALIN; POLAJNAR, 2014). O espalhamento dos líquidos em superfícies sólidas é normalmente quantificado através do ângulo de contato (CA). Vafaei *et al.*, (2011) atribuem que a molhabilidade da superfície depende diretamente de vários fatores: (I) propriedades físicas do sólido, líquido e gasoso; (II) homogeneidade do substrato sólido e líquido; (III) rugosidade da superfície sólida. As propriedades físicas do sólido, líquido e gás, tais como as suas respectivas tensões superficiais possuem um papel significativo no equilíbrio de forças na linha tríplice (VAFAEI *et al.*, 2011).

Assim sendo, o formato de uma gota de água depende da energia de superfície, apresentando um formato específico para cada situação de acomodação, pois, a maneira com que o volume da gota se acomoda depende diretamente das interações entre a água e a superfície do material (OGEDA *et al.*, 2010). Com base no formato da gota é possível medir o ângulo entre a gota e a superfície sólida, determinando assim a molhabilidade da superfície. Este ângulo pode ser determinado pela geometria formada entre uma reta tangente ao ponto trifásico de uma gota sobre um plano como pode ser observado na Figura 1 (STALDER *et al.*, 2010).

Figura 1 - Ilustração do ângulo de contato Θ formado entre uma gota e uma superfície sólida.



Fonte: O Autor (2020).

Thomas Young afirma que para cada combinação de um sólido e de um fluído existe um ângulo de contato apropriado no ponto trifásico. Analisando o vidro e o mercúrio puro, como exemplo, tem-se que o ângulo de contato é de 140° aproximadamente, a temperaturas de $25^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ (YOUNG, 1804).

Com base nisso, a molhabilidade de uma superfície está correlacionada ao equilíbrio termodinâmico presente nas interfaces: sólido, líquido e gasoso e, caracterizada pelo ângulo de contato cujo qual define a taxa de molhabilidade em um determinado substrato (SHAW, 1975).

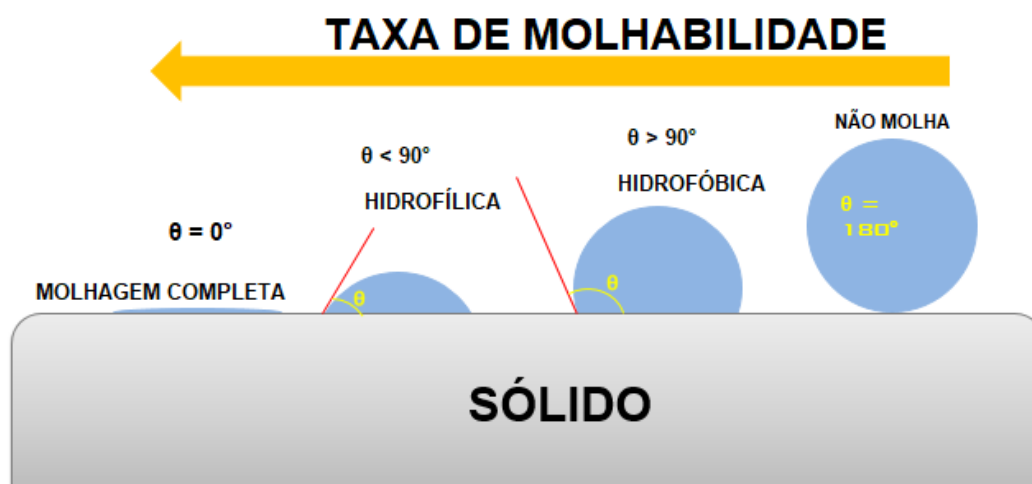
Segundo Hansen *et al.*, (2016), a molhabilidade é frequentemente obtida de medições indiretas que representam a afinidade dos meios porosos para adsorver água, ou seja, de acordo com Hansen *et al.*, a molhabilidade é uma grandeza indireta obtida por derivação matemática de outras grandezas medidas diretamente (HANSEN *et al.*, 2016). Essas grandezas são mensuradas por meio da técnica convencional do goniômetro, ascensão capilar em uma placa vertical (placa de Wilhelmy), análise simétrico ao eixo da forma da gota-diâmetro (adsa-D) e forma simétrico ao eixo da gota análise-perfil (ADSA-P) (RÍO; NEUMANN, 1996).

De acordo com Stalder *et al.*, (2010) o ângulo de contato pode ser medido diretamente com o auxílio de um goniômetro ou calculado com base em um ajuste polinomial, utilizando uma abordagem de contorno ativo ou por uma aproximação esférica. De acordo com a literatura, devido a sua simplicidade, o método de queda séssil é o procedimento mais utilizado para se obter o ângulo de contato, cujo processo depende diretamente da utilização de um goniômetro e um microscópio. Porém, deve se ter um treinamento específico para o operador realizar os procedimentos adequados, pois o mesmo pode manipular os resultados com operações incorretas (NEUMANN *et al.*, 2017).

De acordo com a literatura, nos últimos anos muitos estudos foram dedicados ao desenvolvimento de novos materiais com determinadas características de superfície. Uma das características mais relevantes é a hidrofobicidade onde a variável molhabilidade é ligada a quantidade com que uma superfície pode aderir ou repelir um líquido (Figura 2) (GUILIZZONI, 2011). Desta forma com base no ângulo de contato (AC) é possível caracterizar a capacidade de molhabilidade da superfície, quando AC for menor que 90° , caracteriza-se esta superfície como

hidrofílica, ou seja, ela foi molhada pelo líquido. Quando a superfície de deposição não for molhada pela gota, caracteriza-se a mesma como hidrofóbica e o AC será maior que 90° resultando no formato esférico da gota (Figura 2).

Figura 2 - Graus de molhabilidade



Fonte: O Autor (2020)

Em uma pesquisa recém-publicada foi comprovada a utilização de membranas à base de PU/TiO₂/HA em cirurgia oral e maxilofacial afim de melhorara capacidade de osseointegração em pacientes. Para investigar as propriedades hidrofílicas das membranas foram realizados testes de molhabilidade com o auxílio do equipamento OCA 15 CE – DataPhysics® afim de determinar as suas funções biológicas (WATCHARAJITTANONT *et al.*, 2020).

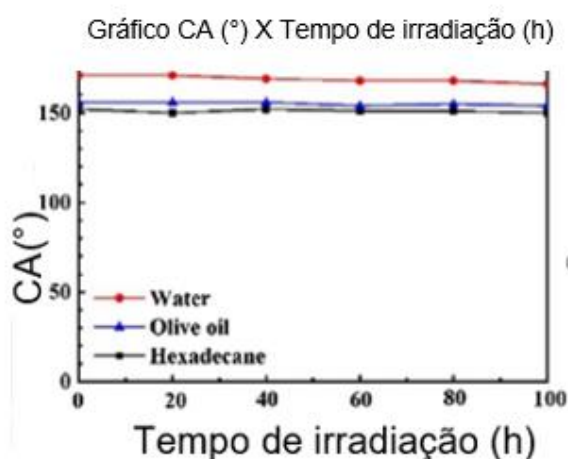
Em um outro estudo realizado para melhorar os filmes utilizados em embalagens, Deng *et al.*, (2020) realizaram um estudo em um filme nano-fibroso de gelatina com eletrofiação (*electrospun*) por incorporação de nano-hidroxiapatita (n-HAP). Utilizando o método de gota séssil, Deng *et al.*, determinaram que a exposição superficial de n-HAP sobre as fibras resultou um aumento da rugosidade dos filmes levando ao aumento da hidrofilicidade, obtendo como resultado a aplicação dos filmes anti-incrustantes em embalagens de alimentos (DENG *et al.*, 2020).

Em um estudo sobre a biocompatibilidade e a eficiência na aplicação de PEG-b-PCL/hidroxiapatita com revestimento de uma camada dupla sobre a liga de Nitinol. Etminanfar *et al.*, (2020) utilizaram o método da gota séssil para

comprovar a hidrofobicidade do PEG-b-PCL com aumento no teor de polímero comparado com o revestimento de HA. Concluindo-se que o ângulo de contato pode ser afetado pela diminuição da porosidade após a aplicação do copolímero (ETMINANFAR *et al.*, 2020). Assim como Etminanfar *et al.*, (2020) e Mu *et al.*, (2020) realizaram um estudo a fim de desenvolver membranas ultra filtrantes altamente permeáveis e anti-incrustantes. Mu *et al.*, (2020) também realizaram ensaios de molhabilidade do método da gota séssil em suas amostras modificadas com HAP afim de analisar a hidrofiliidade de cada uma delas com a água (MU *et al.*, 2020).

Além das pesquisas com ênfase no desenvolvimento de substratos hidrofílicos e hidrofóbicos, existem hoje estudos a fim de desenvolver um revestimento superomnifóbico de modo que todo material envolvido por esse revestimento seja capaz de repelir tanto a água como também óleos e até determinados ácidos. Apesar desse progresso em revestimentos, a durabilidade tem sido um obstáculo devido a sua ampla aplicação. Em sua pesquisa Zhao *et al.*, (2020) propõem um revestimento a base de água utilizando partículas de látex de poli (fluoreto de vinilideno) (PVDF) modificado com um surfactante catiônico de fluorcarbono (Zonyl 321) e um fluoroalquilsilano(FAS). O revestimento apresentou aderência a vários substratos como: tecido, esponja, madeira e papel filtro. Foram realizados testes expondo as amostras à irradiação UV (ultravioleta) a fim de analisar a durabilidade do revestimento. Após exposição foram mensurados os ângulos de contato de cada líquido sobre o substrato por meio do método da gota séssil a fim de analisar a sua eficiência (Figura 3)(ZHAO *et al.*, 2020).

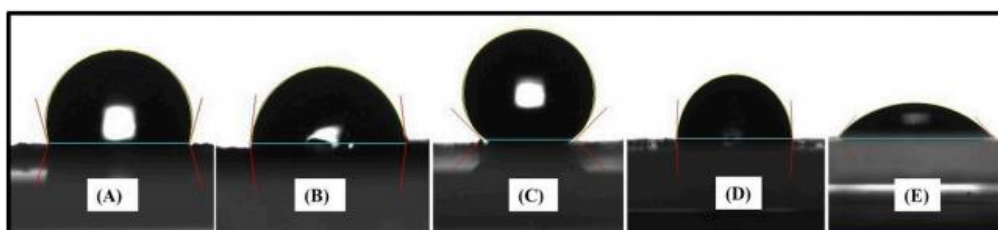
Figura 3 – Revestimento superomnifóbico



Fonte: Adaptado de Zhao *et al.*, (2020)

Em um estudo visando a melhoria da estabilidade proteolítica e as atividades antibacterianas dos géis de peptídeos auto-sustentáveis, Malhotra *et al.*, (2020) fabricaram géis auto-sustentáveis por meio da complexação do dipeptídeos com quitosana e com a utilização do método de gota séssil comprovou a diminuição da hidrofobicidade após aplicar a complexação com quitosana (Figura 4).

Figura 4—Medição do ângulo de contato para caracterizar gel fabricado



Fonte: Malhotra *et al.*, (2020)

A interação entre um fluido e uma superfície sólida tem grande importância em muitos campos, variando de sistemas de combate a incêndios, sistemas de transferência de calor, torres de resfriamento, lubrificantes para sistemas mecânicos e tanto para a área agrícola (irrigação e pulverização de pesticidas) (SANTINI *et al.*, 2013).

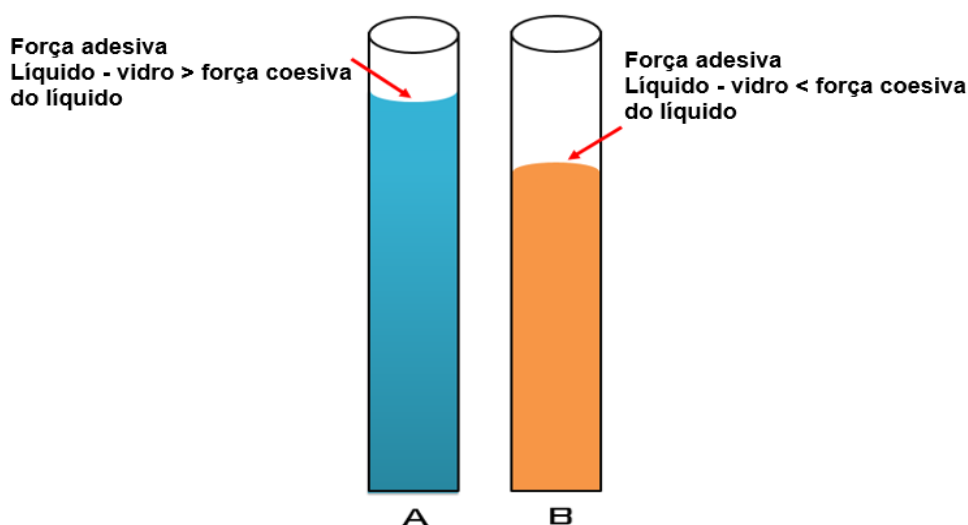
De acordo com Vogler (1998), o efeito hidrofóbico é agora devidamente entendido como um fenômeno dominado pela forte auto-associação das moléculas de água que excluem a associação e solubilização de solutos não polares. Hildebrand (1979), afirma que não há hidrofobia entre água e alcanos, só não há hidrofilia suficiente para separar as ligações de hidrogênio presentes na água para que os alcanos possam entrar em solução sem o auxílio de grupos polares ligados, ou seja, as moléculas de alcanos não tem energia suficiente para interagir com as moléculas de água a ponto de separar as ligações de hidrogênio (VOGLER, 1998).

3.2 Tensão superficial

Basicamente, forças intermoleculares estão relacionadas com ligações químicas responsáveis pela coesão das moléculas de um fluido (ATKINS *et al.*, 2011).

Essas interações intermoleculares, também chamadas de forças secundárias, ditam a interação entre diferentes substâncias, se elas possuem ou não afinidade. Um bom exemplo, é o efeito da capilaridade entre líquidos e o vidro: sendo as forças adesivas entre o líquido e o vidro mais fortes do que as forças coesivas do líquido, ocorre uma curvatura ascendente formando um menisco, aumentando o contato com o vidro (A); Analogamente, quando ocorre o contrário, ou seja, as forças coesivas são maiores que as adesivas, o líquido se curva no sentido descendente, diminuindo o contato com o vidro (B) (Figura 5)(ATKINS *et al.*, 2011).

Figura 5 – Exemplo da capilaridade

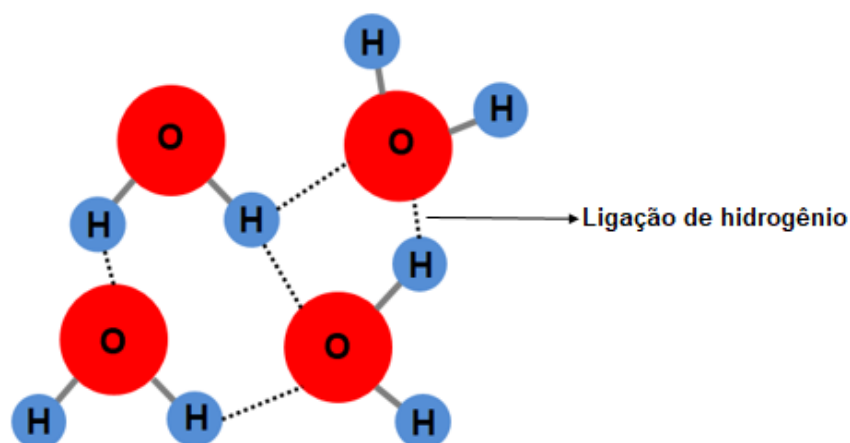


Fonte: O Autor (2020)

Nos líquidos ocorre um desequilíbrio entre as forças das moléculas que estão na superfície com as que estão localizadas no interior (núcleo) da solução. Essas forças são determinadas como interações intermoleculares, portanto, as moléculas que se encontram na interfase líquido-ar realizam um número menor de interações comparando-se com as que se encontram no interior (SHAW, 1975).

Geralmente, para melhor compreensão sobre a interação intermolecular que ocorre em um líquido, utiliza-se água ultrapura. A água é conhecida por ser composta por dois átomos de hidrogênio e um de oxigênio em ligações covalentes (Figura 6). Devido ao campo eletromagnético onde o elemento com carga negativa “-” se atrai com o de carga positiva “+”, ocorre uma deformação de ângulo entre os átomos, dando à molécula uma característica de dipolo, sendo então considerada uma molécula polar (ATKINS *et al.*, 2011).

Figura 6 - Ilustração das forças entre as moléculas de um líquido

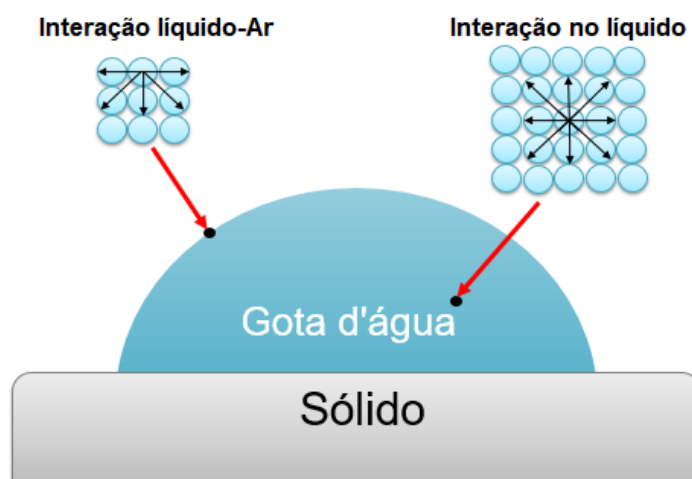


Fonte: O Autor (2020)

Segundo Shaw (1975), o oxigênio exerce maior eletronegatividade sobre os átomos de hidrogênio resultando em uma ligação covalente polar entre as moléculas, ou seja, os elementos de oxigênio exercem maior força de atração aos elétrons que compartilham com o hidrogênio, além dessa força exercida pelo oxigênio em relação ao hidrogênio, o mesmo exerce também o que chamamos de forças intermoleculares, ou seja, o oxigênio também pode exercer atração com os hidrogênios das moléculas vizinhas, resultando em uma ligação de hidrogênio (SHAW, 1975).

Essas forças são direcionadas para ambos os sentidos onde acabam se anulando, por sua vez, observando a superfície da gota amostrada podemos analisar que as moléculas que se encontram na superfície do líquido direcionam suas forças de atração apenas para o núcleo ocasionando a não anulação das forças exercidas, onde a mesma tende a um formato esférico tendendo a uma área com menor volume (Figura 7). O sólido geométrico correspondente a essa condição é a esfera, determinando então esse fenômeno que ocorre entre duas fases químicas como tensão superficial (VOGLER, 1998).

Figura 7 - Ilustração das forças intermoleculares



Fonte: O Autor (2020)

O ângulo de contato está diretamente relacionado com a tensão de superfície caracterizando a superfície como hidrofóbica ou hidrofílica. No mesmo sentido que o efeito hidrofóbico é predominantemente devido à auto associação de moléculas de água, a hidrofobicidade da superfície também é predominantemente devido ao estado de auto associação da água em contato com uma superfície não polar.

Levando em consideração a teoria de Hildebrand, não há hidrofobia entre a água e hidrocarbonetos: simplesmente não há hidrofília suficiente para quebrar as interações auto associativas das moléculas de água, e consequentemente molhar a superfície (VOGLER, 1998).

Na equação do ângulo de contato podemos ver a relação das tensões entre o líquido, sólido e o vapor (Equação 1) (ZHAO; JIANG, 2018).

$$\gamma_{LV} \cdot \cos \theta = \gamma_{SV} - \gamma_{SL} \quad (\text{Eq. 1})$$

Onde:

γ_{SV} : Tensão Sólido – Vapor;

γ_{SL} : Tensão interfacial sólido – líquido;

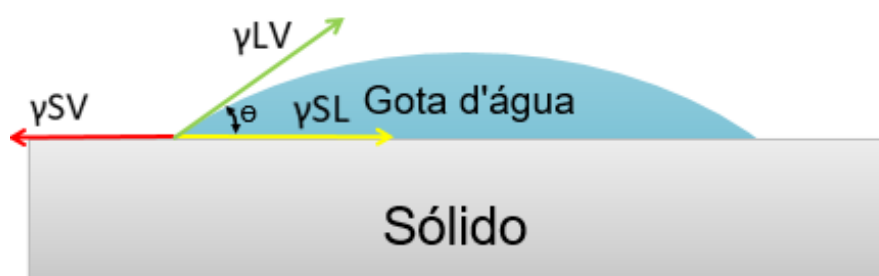
γ_{LV} : Tensão superficial do liquido em equilíbrio com o vapor;

Quando $\theta = 0^\circ$ ($\cos 0^\circ = 1$) o líquido é espalhado e adsorvido pelo sólido espontaneamente, como observado na Equação 2:

$$\gamma_{SV} > \gamma_{SL} + \gamma_{LV} \quad (\text{Eq. 2})$$

Esse fenômeno acontece pelo fato da tensão superficial sólido-vapor ser forte o suficiente para romper a tensão superficial do líquido fazendo então o rompimento das interações moleculares da água resultando no umedecimento da superfície (Figura 8) (SHAW, 1975).

Figura 8 - Ilustração das tensões superficiais



Fonte: O Autor (2020)

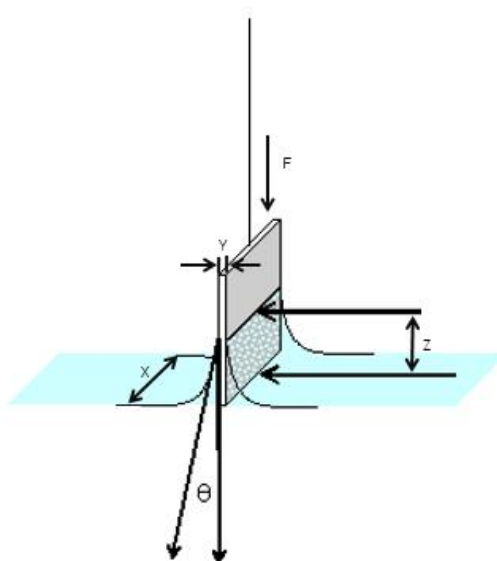
Sendo assim, o molhamento realizado pelos líquidos nos substratos ocorre por meio da dissociação parcial ou completa das ligações interatômicas presentes nos sólidos, ou seja, na ausência de reação ou deslocamento de massa na interface sólido-líquido, a energia atrativa para o molhamento proporciona uma interação física reversível das forças de Van der Waals (LUZ et al., 2008). Desta forma o ângulo de contato θ representado pela equação de (Eq. 1), e sob condições análogas ângulo de contato ocorre quando $\gamma_{SV} > \gamma_{SL} > \gamma_{LV}$ (LUZ et al., 2008).

3.3 Técnicas para obter o ângulo de contato e tensão superficial

3.3.1 Método da placa de Wilhelmy

Stalder *et al.*, (2010), relatam o método da placa de Wilhelmy onde uma pequena placa é suspensa por um braço de uma balança e mergulhada em um recipiente com líquido, a tensão superficial é medida indiretamente conforme o recipiente vai se deslocando gradativamente para baixo até o desligamento entre o líquido e a placa analisando o peso de destacamento, aplicando um ajuste polinomial pode-se obter a tensão superficial. Na Figura 9 é mostrado o método em uma lâmina de comprimento X e largura Y , onde a mesma encontra-se parcialmente imersa na água.

Figura 9 - Método Wilhelmy



Fonte: Adaptado de Shaw (1975)

De acordo com Çengel e Cimbala (2007), a Equação 3 expressa o trabalho realizado sobre a superfície do líquido.

$$\Delta W = F \cdot \Delta Z \quad (\text{Eq.3})$$

Onde F é a força resultante para deslocar a lâmina verticalmente para cima e ΔZ é o deslocamento realizado pela lâmina. Considerando que a lâmina possui duas faces, pode-se expressar que a área deslocada pela superfície do líquido é resultante do comprimento X pelo deslocamento vertical ΔZ multiplicado por 2 (Equação 4).

$$\Delta S = 2 \cdot X \cdot \Delta Z \quad (\text{Eq.4})$$

Define-se tensão superficial, γ , como a razão entre o trabalho ΔW pela área ΔS (Equação 5) (ISRAELACHVILI, 2011).

$$\gamma = \Delta W / \Delta S \quad (\text{Eq.5})$$

Substituindo as Equações 3 e 4 na Equação 5, considerando a espessura da lâmina Y e adotando que a placa esteja em direção vertical (ângulo de contato $\theta = 0^\circ$). Na Equação 6 tem-se que:

$$\gamma = F / 2(X+Y). \quad (\text{Eq.6})$$

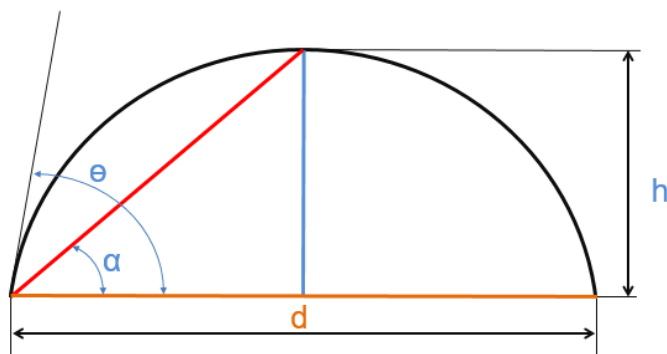
Sendo assim, para se determinar a tensão superficial de um determinado líquido utilizando o método Wilhelmy é preciso ter o conhecimento das dimensões e peso da amostra utilizada (ÇENGEL; CIMBALA, 2007).

3.3.2 Técnica do Meio – ângulo

De acordo com o trabalho de Gu *et al.*, (2016), o ângulo de contato foi obtido através da aplicação do algoritmo de meio ângulo (*Half – angle*), onde que uma gota sessil é parte de uma esfera ideal. Gu *et al.*, (2016) construíram todo o aparato experimental utilizando um suporte de amostra central, torre de iluminação, suporte de câmera de alta resolução e gotejador. Este método é aplicável de duas maneiras, a primeira para ângulos agudos e a segunda para ângulos obtusos, ambas possuem um algoritmo independente. Aplicando esse método para ângulo agudo, o ângulo de contato (θ) é calculado com base na altura

(h), no diâmetro (d) da gota e no ângulo de osculação da superfície sólida (α) (GU *et al.*, 2016). A Figura 10 demonstra um exemplo com ângulo agudo.

Figura 10 - Ângulo agudo



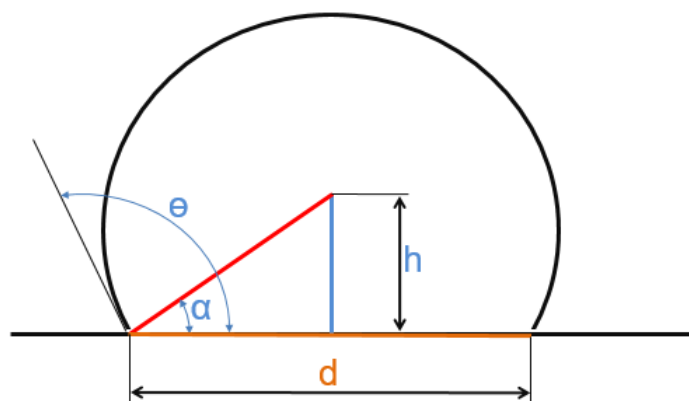
Fonte: Adaptado de Gu *et al.*, (2016)

Com a suposição da esfera ideal pode-se expressar o ângulo de contato (θ) para o método do ângulo agudo conforme a Equação 7 nos mostra (GU *et al.*, 2016).

$$\theta = 2\alpha = 2\tan^{-1}\left(\frac{h}{\frac{d}{2}}\right) \quad (\text{Eq.7})$$

Desta mesma forma pode-se adotar este mesmo método para gotas com ângulo obtuso (Figura 11).

Figura 11 - Ângulo obtuso



Fonte: Adaptado de Gu *et al.*, (2016)

Adotando o mesmo método, porém com as relações distintas, na Equação 8 observa-se como obter o ângulo de contato com base no método para ângulos obtusos.

$$\theta = 90^\circ + \alpha = 90^\circ + \tan^{-1}\left(\frac{h}{\frac{d}{2}}\right) \quad (\text{Eq.8})$$

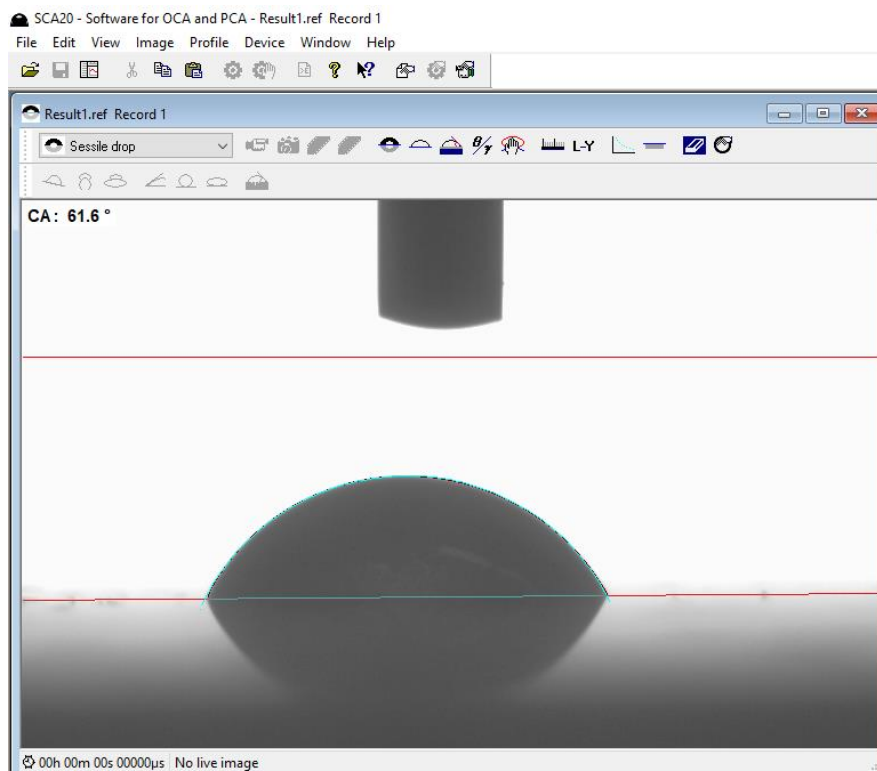
Porém para que a suposição da esfera ideal seja válida, o volume da gota não pode ser muito excessivo. De acordo com Extrand e Moon (2010), o volume máximo da gota sésil para que o valor do ângulo de contato obtido seja confiável não pode exceder a 10 µL. Esse método só se aplica para obter ângulos de contato entre 10° e 140° (EXTRAND; MOON, 2010).

3.3.3 Análise da forma da gota

A palavra goniometria na sua etimologia tem origem em duas palavras gregas: *gonia* que significa ângulo e *metron*, medida, resultando no goniômetro, uma ferramenta para medir ângulo. Com isso aplica-se o método de goniometria para determinar o ângulo de intersecção entre as três fases: sólido, líquido e gasoso (STALDER *et al.*, 2010).

Com o auxílio de um gotejador e uma câmera, goteja-se uma gota sobre a superfície da amostra e captura-se uma imagem. Com base na imagem capturada aplica-se o método goniométrico para obter o ângulo resultante entre uma superfície e uma gota, ou seja, se determina uma tangente no ponto de intersecção entre três fases, (líquido, sólido e gasoso). Uma funcionalidade imprescindível de um goniômetro está no controle do volume de aplicação dessa gota, em geral em mililitros ou microlitros, e na aquisição digitalizada da imagem da gota. Esse método é aplicado então a partir do perfil em duas dimensões dessa interação superfície *versus* gota. Como exemplo, observa-se na Figura 12 uma interface gráfica de um software com uma imagem obtida por meio de um goniômetro.

Figura 12 - Software SCA 20



Fonte: O Autor (2020)

Neste sentido, Thakker *et al.*, (2013) desenvolveram uma interface gráfica para o cálculo do ângulo de contato na qual foram comparados os resultados obtidos com valores obtidos em um equipamento de referência. Na Tabela 1 pode se observar o comparativo realizado por Thakker *et al.*, (2013) entre os valores obtidos pelo seu software e os valores reais do ângulo.

Tabela 1 - Comparativo entre o software de Thakker e um software padrão

Ângulo de contato obtido por software padrão	Ângulo de contato obtido por software desenvolvido	Erro
109.52°	109.10°	+0.42°
31.50°	32.20°	-0.70°
22.50°	22.20°	+0.30°
33.00°	32.50°	0.50°
83.25°	83.00°	0.25°

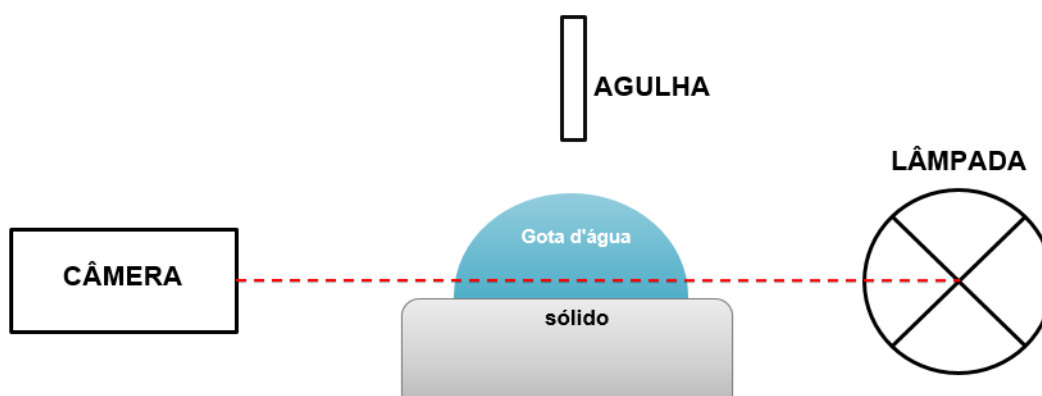
Fonte: Adaptado de Thakker *et al.*, (2013)

3.3.3.1 Método da gota séssil

De acordo com a literatura um dos métodos específicos e mais utilizados para mensurar o ângulo de contato entre um líquido e um substrato é o método de gota séssil “*sessile drop*” (BAEK *et al.*, 2012). A vantagem da análise de gotículas está presente no processo de operação “*aneasy*”, ou seja, adequação a vários materiais e a baixa necessidade de líquidos (ZHAO; JIANG, 2018).

A análise da forma de gota por imagens permite medir diretamente o ângulo de contato a partir da captura da imagem da gota, seja ela simétrica ou não (CHINI *et al.*, 2011). Esse método pode ser realizado com a utilização de um goniômetro, o qual normalmente é composto por três partes: luz de fundo, um estágio de amostra e uma câmera (Figura 13) (ZHAO; JIANG, 2018).

Figura 13 - Método da gota séssil



Fonte: O Autor (2020)

O processo de medição do ângulo de contato estático pelo método de gota séssil é determinado da seguinte forma:

- I. A amostra a ser ensaiada deve ser posicionada no seu devido lugar de acordo com o equipamento a ser utilizado;
- II. Um certo volume de gota d'água deve ser cuidadosamente depositado na amostra a ser ensaiada;
- III. Após o contato entre a gota e a amostra ser realizado a imagem então é capturada;

De acordo com a literatura o volume da gota a ser ensaiada deve estar entre 0,5 – 10 μ L. O uso de pequenas gotas evita a deformação da gota d'água causada pela gravidade (ZHAO; JIANG, 2018).

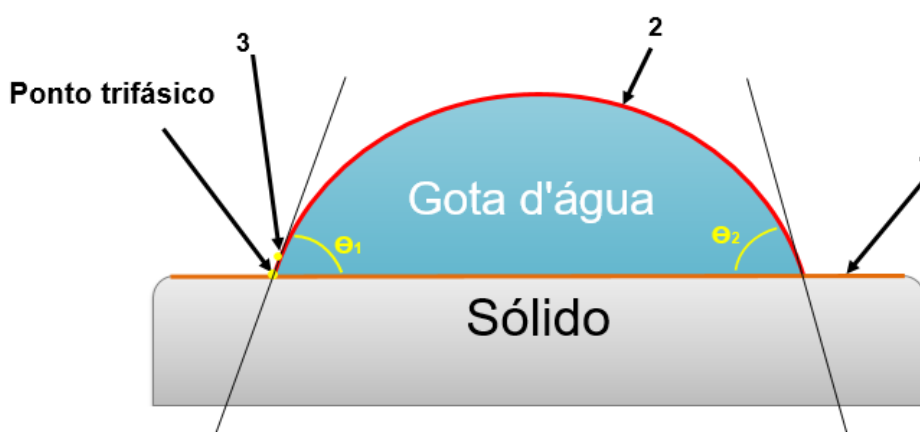
Zhao e Jiang (2018) afirmam que para se realizar a comparação dos fenômenos de molhabilidade em diferentes substratos o volume para todas as gotas devem ser o mesmo, pois a medição do ângulo de contato pode ser influenciada pelo volume da gota. Com base na literatura o ângulo de contato deve ser medido logo após a deposição da gota no substrato, garantindo assim que a evaporação seja minimizada (ZHAO; JIANG, 2018). Porém, é necessário determinar um tempo suficiente para que a gota se espalhe na superfície e reaja com ela, caso o ensaio for replicado o tempo deve ser constante em todas as repetições (ZHAO; JIANG, 2018).

A preparação da superfície sólida a ser ensaiada também possui efeito direto na medição do CA como por exemplo, as substâncias que se cristalizam na

presença de água apresentam frequentemente um ângulo de contato menor do que se a substância que se cristalizasse em contato com o ar apenas (SHAW, 1975).

A técnica aplicada para obtenção do ângulo de contato neste método está presente na detecção da linha base (1), contorno da gota (2) e o ponto de intersecção que tangencia a gota com o ponto trifásico entre a gota, a amostra e o ar (3). Na Figura 14 pode-se observar que a medida do ângulo de contato é realizada nas duas pontas da gota onde o valor real do CA é definido como a média do valor de Θ_1 e Θ_2 .

Figura 14 - Técnica tangencial para gota séssil

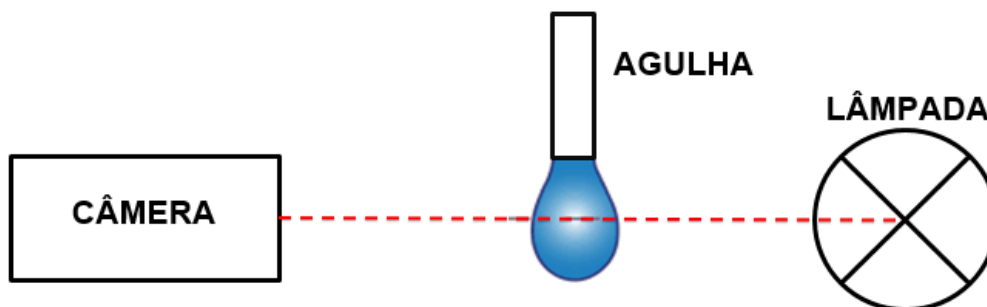


Fonte: O Autor (2020)

3.3.3.2 Método da gota pendente

O método de análise de imagens pode ser aplicado para mensurar a tensão interfacial de um determinado líquido. A determinação da tensão interfacial permite que sejam realizadas inferências em relação às características líquidas de adsorção de solutos ativos em superfícies (BERRY *et al.*, 2015). Dentre vários métodos para determinar a energia de tensão interfacial dos líquidos, o método de gota pendente “*pendant drop*” é o mais utilizado (DEMARQUETTE *et al.*, 1997). Similar ao método da gota séssil, o método da gota pendente também necessita da utilização de um goniômetro, porém, a técnica aplicada neste método é diferente. A captura da imagem é realizada no momento em que a gota pende sobre uma agulha e não quando ela é depositada em uma superfície (Figura 15).

Figura 15 - Método da gota Pendente



Fonte: O Autor (2020)

A análise da forma da gota é realizada com base na Equação 9 (DATAPHYSICS INSTRUMENTS, 2019). Nessa equação é possível analisar a diferença de pressão entre as áreas dentro e fora de uma interface líquida curva com base nas suas principais curvaturas (BERRY *et al.*, 2015).

$$\Delta P = (P_{int} - P_{ext}) = \gamma \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right) \quad (\text{Eq. 9})$$

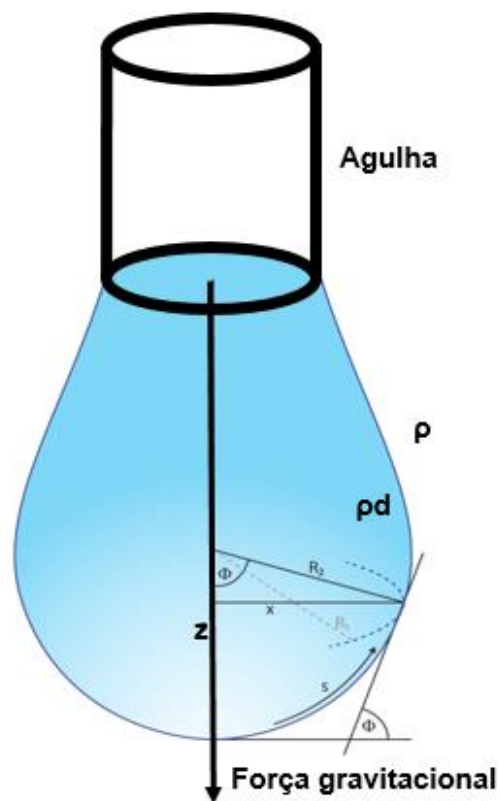
Sendo R_1 e R_2 os raios principais de curvatura; ΔP a pressão de Laplace através da interface (interno e externo) e γ a tensão interfacial do líquido.

As forças que determinam a queda da gota são, a tensão superficial e a gravitação. A tensão superficial tende a minimizar a área da superfície e tender a gota a um formato esférico, já a gravitação por sua vez tende a alongar a gota fazendo com que a mesma tenda a se esticar para o lado oposto da agulha. Desta forma a gravitação causa uma diferença de pressão através do eixo z , sendo assim, a pressão de Laplace ΔP em função do deslocamento z em um plano de referência arbitrário com pressão de Laplace ΔP_0 é apresentado na Equação 10.

$$\Delta P(z) = \Delta P_0 \pm \Delta \rho g z \quad (\text{Eq. 10})$$

Sendo $\Delta \rho$ é a diferença de densidade (ρ_d e ρ são a densidade da fase de queda e densidade de fase contínua) (Figura 16).

Figura 16 - Gota Pendente



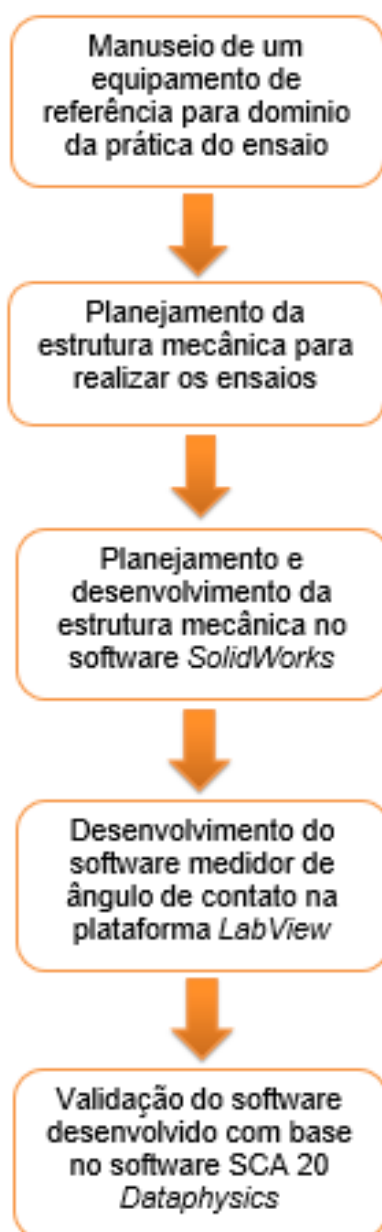
Fonte: Adaptado de DataPhysics® (2020)

Desta forma de acordo com a literatura, Berry *et al.*, (2015) e Alvarez *et al.*, (2009) utilizaram um algoritmo computacional associando às Equações 9 e 10 com a fórmula do número de Bond onde ambos determinaram então a tensão superficial interfacial do líquido – ar.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

A seguir, são apresentados o equipamento utilizado como referência neste estudo, o programa para a elaboração dos desenhos técnicos para a construção das estruturas mecânicas e a plataforma para o desenvolvimento do software medidor de ângulo de contato (Figura 17).

Figura 17 - Fluxograma da metodologia



Fonte: O Autor (2020)

4.1 Equipamento de referência

Para um conhecimento específico sobre como se obter o ângulo de contato, foram realizados ensaios de molhabilidade com a utilização do equipamento OCA 15 da DataPhysics® no Laboratório EngBio-IBTEC da Unesp - Campus Botucatu – SP (Figura 18).

Figura 18 - OCA 15

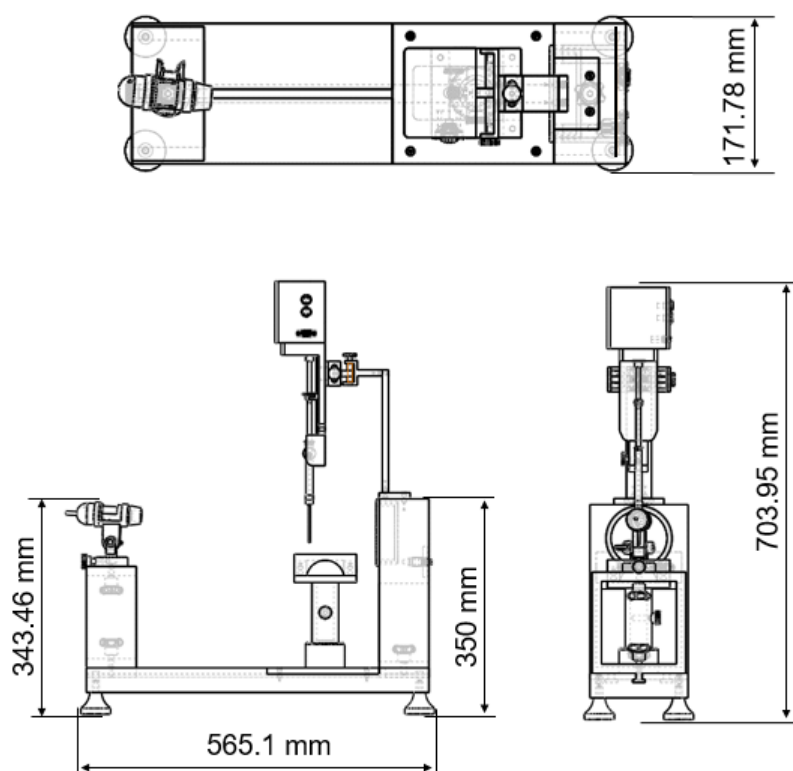


Fonte: O Autor (2020)

4.2 Elaboração das estruturas mecânicas

Todo modelo foi desenvolvido visando a facilidade do processo de fabricação e o custo benefício. Também foi levada em consideração a questão do peso e locomoção do equipamento, facilitando a montagem e a troca de ambientes. Toda a estrutura mecânica foi projetada visando imprimir as peças plásticas em ABS na impressora 3D. Todo projeto foi desenhado e simulado em um software CAD 3D, SolidWorks® (Figura 19).

Figura 19 - Esboço plataforma mecânica

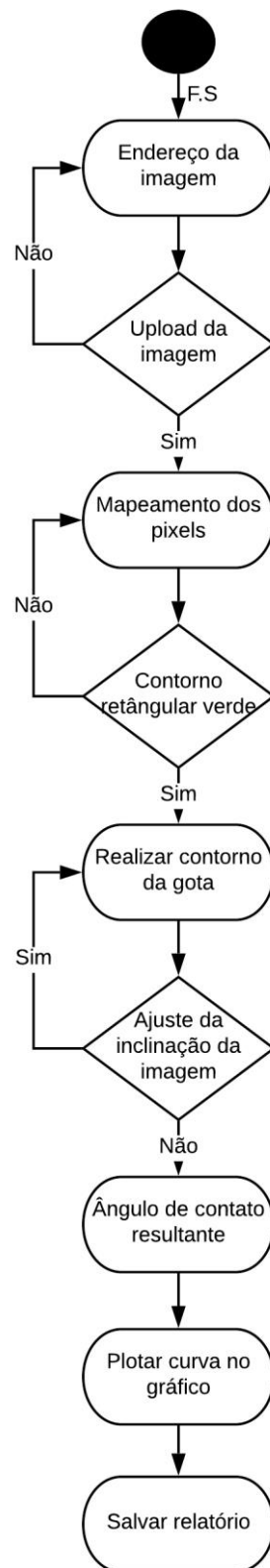


Fonte: O Autor (2020)

4.3 Elaboração do software

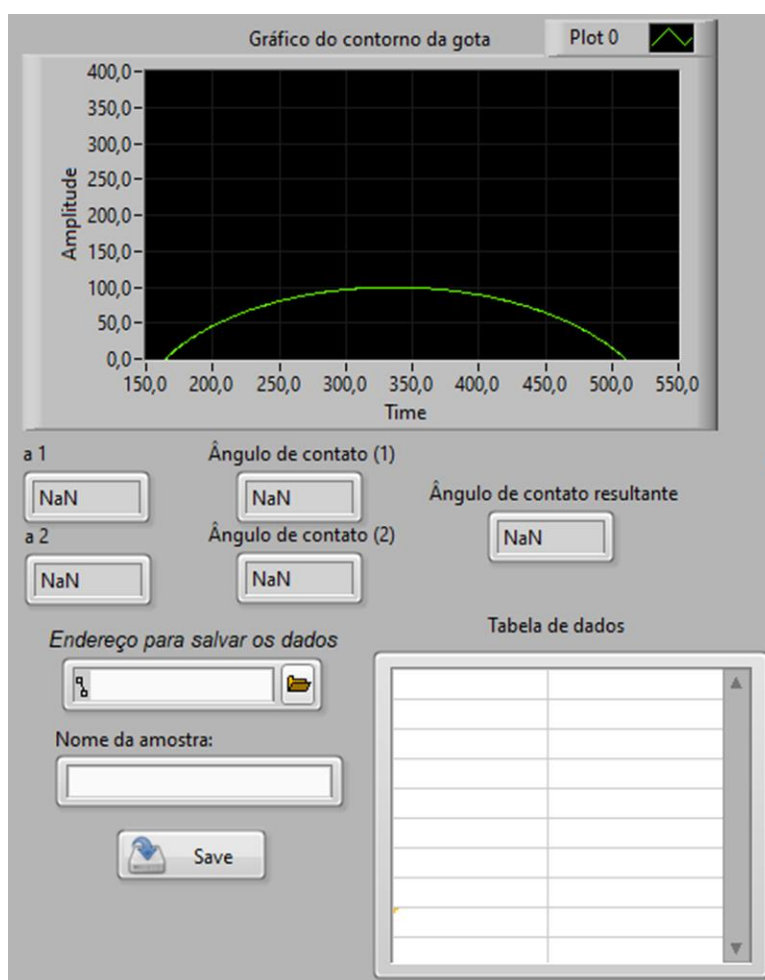
Com base na literatura do método da gota séssil para aferir o ângulo de contato entre dois materiais: sólido e líquido, foi desenvolvido um software responsável por processar a imagem da gota a fim de obter os dados necessários para calcular o CA automaticamente. Na Figura 20 pode-se observar o fluxograma contendo a arquitetura lógica do software desenvolvido.

Figura 20 - Fluxograma da arquitetura lógica do software desenvolvido



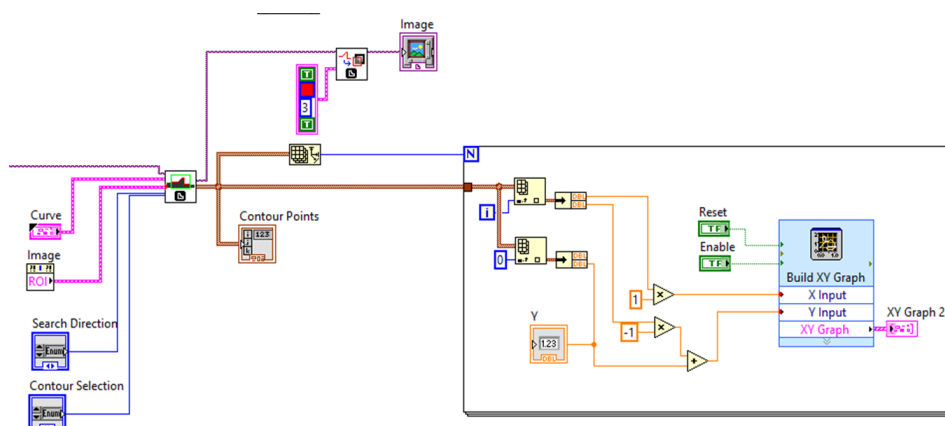
O software foi desenvolvido em uma linguagem de programação gráfica originária da National Instruments®. O LabView® é um software que possui várias bibliotecas destinadas a aquisição de dados, processamento de imagens, leitura de sinais, tratamento de dados, etc., sua versatilidade nos permite gerar relatórios e estabelecer comunicação com a Microsoft Office para exportar dados e entre outros serviços de nuvem. Seus programas ou mais conhecidos como instrumentos virtuais (IVs) são compostos pelo painel frontal que contém toda interface do software (indicadores e comandos) (Figura 21) e pelo diagrama de blocos onde está presente toda programação desenvolvida (controle) (Figura 22).

Figura 21 – Parte da interface gráfica do software



Fonte: O Autor (2020)

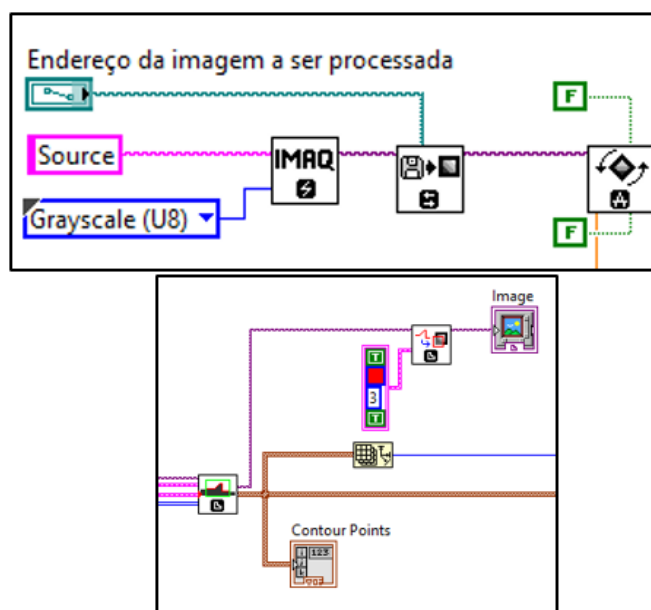
Figura 22 – Parte da programação do software



Fonte: O Autor (2020)

Para realizar a aquisição de imagem e a detecção do valor de cada pixel presente nela, foi utilizada uma VI (*virtual instrument*) onde o software recebe o endereçamento da imagem e realiza um mapeamento da mesma salvando em uma memória. Com base nos dados salvos foi realizada uma sub-rotina responsável por traçar o contorno na imagem a partir da diferença dos valores mapeados em cada pixel (CHINI *et al.*, 2011) (Figura 23).

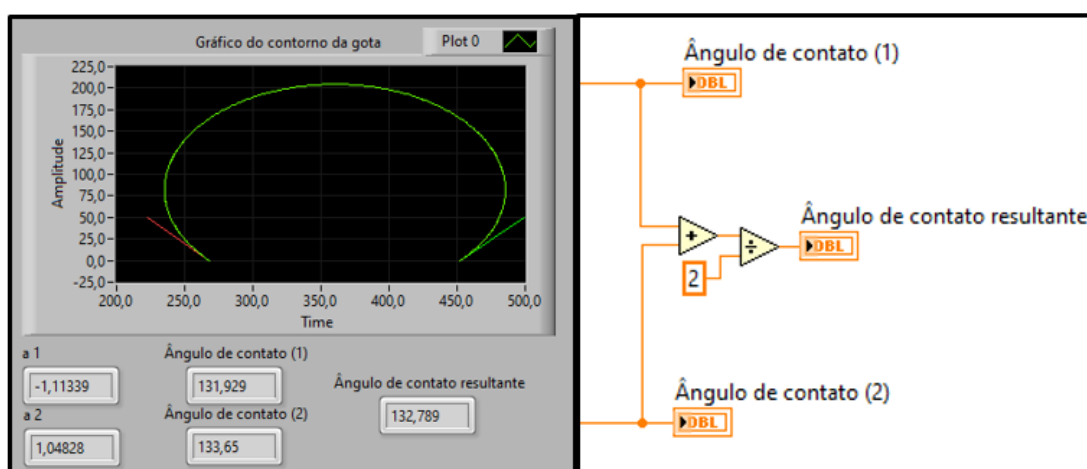
Figura 23– (A) Processamento e mapeamento da imagem e (B) Contorno da gota baseado no valor de cada pixel mapeado



Fonte: O Autor (2020)

Para determinar o ângulo de contato entre a linha base e o contorno da gota, foi utilizada uma VI para transcrever os pontos coletados pelo mapeamento do contorno em um gráfico, afim de se obter a função inversa da tangente entre o ponto que tangencia a curva e o ponto tríplice. Para obter uma maior confiabilidade no ângulo apresentado entre a gota e o substrato, foi desenvolvida uma sub-rotina a fim de replicar os cálculos nos dois lados da gota, determinando-se a média entre esses valores como ângulo de contato resultante (Figura 24).

Figura 24 – Gráfico resultante do contorno da gota



Fonte: O Autor (2020)

Sendo assim, o software possibilita a versatilidade da exportação dos dados para o Excel® a fim de realizar uma análise estatística de hipóteses a fim de determinar a característica da superfície da amostra ensaiada. Dentre as análises aplicadas, de acordo com a literatura, foi utilizado o Teste-F a fim de determinar a taxa de variância no grupo amostral para determinar se as amostras possuem variâncias equivalentes ou não, caracterizando o Teste-T de hipóteses a ser realizado, se o mesmo presumirá variâncias equivalentes ou não (MONTGOMERY; RUNGER, 2012) (Figura 25).

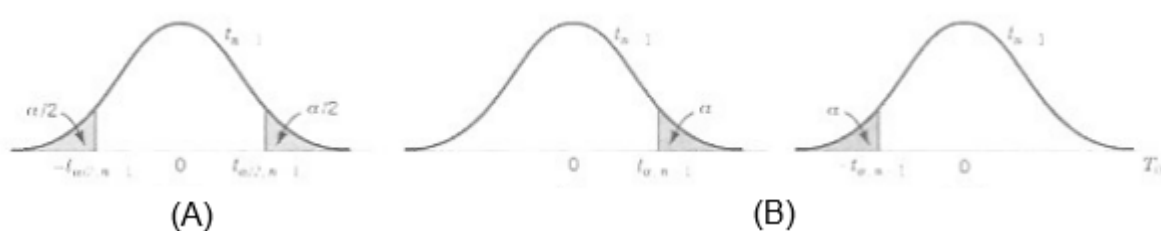
Figura 25 – Dados apresentados no Test-T

Teste-t
Média
Variância
Observações
Variância agrupada
Hipótese da diferença de média
gl
Stat t
$P(T \leq t)$ uni-caudal
t crítico uni-caudal
$P(T \leq t)$ bi-caudal
t crítico bi-caudal

Fonte: O Autor (2020)

Desta forma é possível determinar o grau de confiabilidade da análise a ser realizada nos dois grupos amostrais. Para determinar se as médias são equivalentes o valor de P deve ser maior do que 0,01 e aplicado de acordo com as necessidades da análise a ser realizada, podendo analisar de forma uni-caudal ou bi-caudal (MONTGOMERY; RUNGER, 2012) (Figura 26).

Figura 26 - Curva gaussiana com distribuição normal, (A) bi-caudal e (B) uni-caudal



Fonte: Adaptado de Montgomery; Runger (2012)

5 RESULTADOS

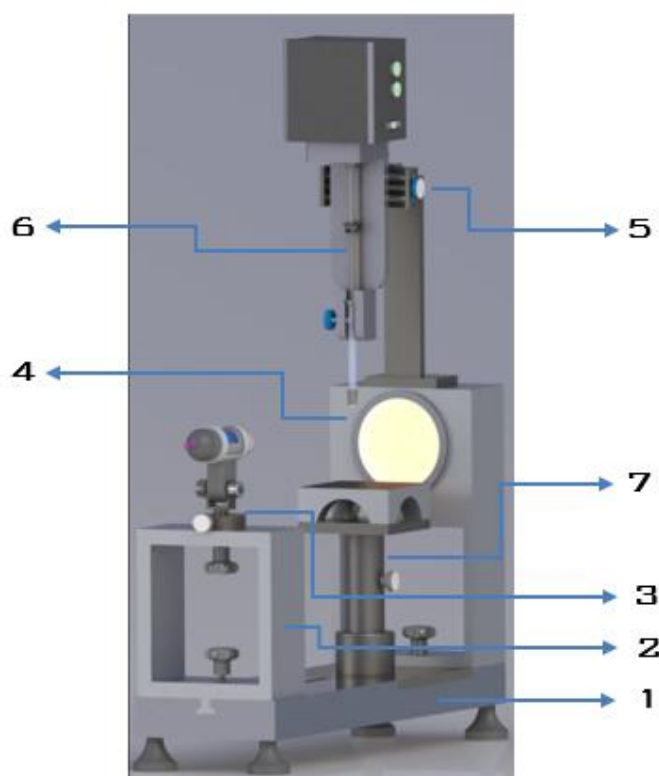
São apresentados os resultados referentes aos testes feitos em equipamento de referência, ao planejamento da plataforma mecânica, relação de custos para a fabricação e, os resultados referentes ao software.

5.1 Estruturas do equipamento medidor de ângulo de contato

O desenvolvimento do equipamento foi realizado em subdivisões para facilitar a montagem e a troca de peças caso necessite (Figura 27). A subdivisão foi realizada com base na ordem de montagem a seguir:

1. Chapa Base;
2. Torre da câmera;
3. Suporte X-Y-Z da câmera;
4. Torre da lâmpada;
5. Suporte para alinhamento do gotejador;
6. Gotejador automatizado;
7. Torre da amostra;

Figura 27 - Equipamento desenvolvido



Fonte: O Autor (2020)

Conforme abordado no capítulo anterior, o planejamento da plataforma mecânica foi desenvolvido para minimizar os custos. A Tabela 2 ilustra uma relação do custo das peças fabricadas por meio do processo de usinagem com relação no custo hora - máquina utilizada. Todos esses dados foram obtidos com base em consultoria nas empresas de usinagem localizadas na cidade de São Carlos - SP.

Tabela 2 - Relação de custos para produção da plataforma mecânica

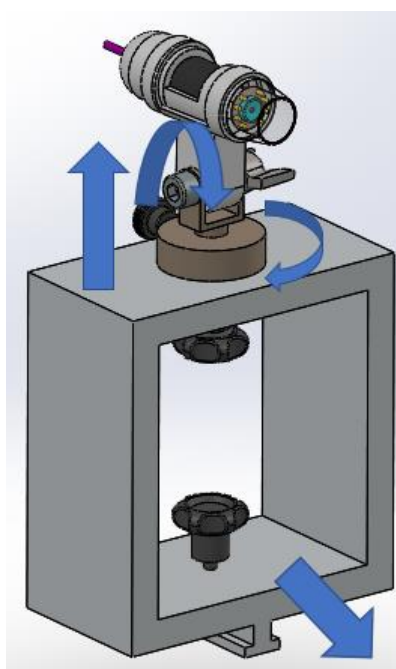
Peças usinadas	Hora máquina	Custo do processo
Chapa base	1,5	R\$ 225,00
Torre da câmera	2	R\$ 80,00
Suporte X-Y-Z da câmera	1	R\$ 150,00
Torre da lâmpada	2,5	R\$ 375,00
Torre da amostra	2	R\$ 320,00
Suporte para alinhamento	2	R\$ 180,00
Mecanismo do gotejador	2,5	R\$ 220,00

Fonte: O Autor (2020)

O custo total para produzir a estrutura mecânica será de aproximadamente 1.550,00 reais, porém existe a possibilidade de diminuir ainda mais esses gastos com base em um estudo de materiais mais acessíveis, aplicando uma análise de resistência X ductilidade e então realizar a impressão das possíveis peças em uma impressora 3D.

Toda parte estrutural do equipamento foi projetada de acordo com que o operador consiga regular o equipamento para cada ensaio em específico. Desta forma a base da câmera foi projetada de maneira que a mesma possa ser móvel e rotativa para que o setup (ponto ideal para o ensaio) da máquina seja realizado com vários graus de liberdade, facilitando a captura da imagem. Na Figura 28 podem-se observar os graus de liberdade presente no manuseio da câmera.

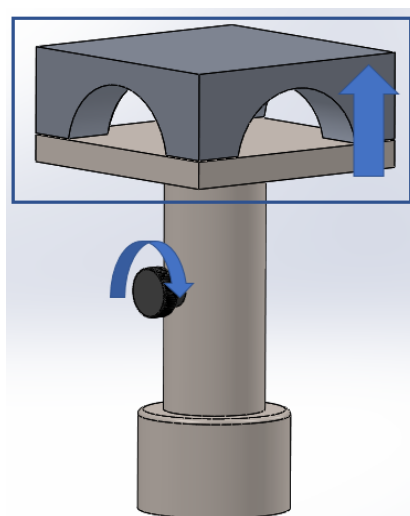
Figura 28 - Torre da câmera



Fonte: O Autor (2020)

O dispositivo responsável por sustentar a amostra possui um ajuste de altura com um sistema de cremalheira, onde o operador poderá regular a altura da amostra em direção a câmera e o gotejador. A cada $\frac{1}{4}$ de volta no manípulo, a superfície contendo a amostra subirá 1mm, a Figura 29 ilustra o funcionamento da torre da amostra.

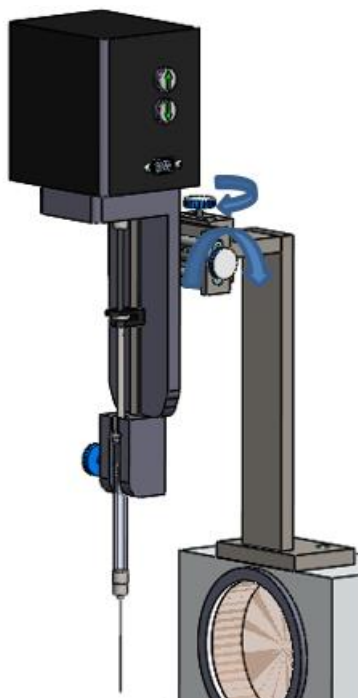
Figura 29 - Torre da amostra



Fonte: O Autor (2020)

Para realizar o setup do gotejador, foi desenvolvido um controle de dois eixos X e Z onde o operador possa manusear o gotejador com uma precisão de 1mm, ou seja, a cada uma volta realizada nos manípulos o gotejador deslocará 1 mm no eixo aplicado (Figura 30).

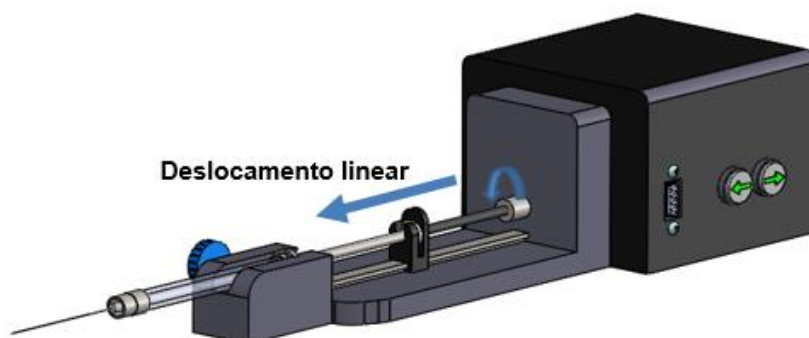
Figura 30 - Controle de ajuste do gotejador



Fonte: O Autor (2020)

Desta forma o controle de gotejamento automatizado foi projetado para que a cada volta realizada pelo eixo do servo motor o embolo da seringa utilizada realizasse um deslocamento linear de 0,7mm (Figura 31).

Figura 31 - Controle de vazão da seringa utilizada



Fonte: O Autor (2020)

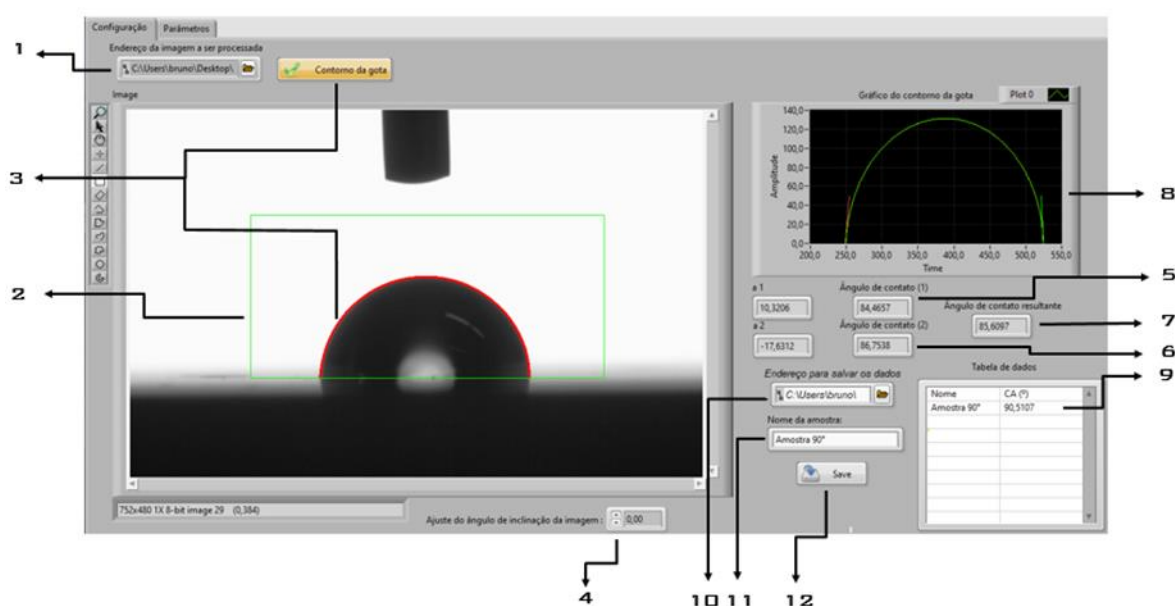
5.2 Desenvolvimento do software

Na

Figura 32 pode-se observar a função de cada componente presente na interface do software. De acordo com os indicadores numéricos temos que: 1- Realiza-se o endereçamento da imagem a ser processada; 2- Após o *upload* da imagem ser realizado, é então realizado um contorno retangular em volta da gota; 3- Neste item é realizada a operação de contorno da gota, o operador deverá apenas pressionar o botão “Contorno da gota” e o software realizará todo o processo automaticamente; 4- Neste item é possível regular o ângulo de rotação da imagem, caso a base da amostra não esteja paralela a linha base do retângulo desenhado pelo operador, o mesmo pode alinhar a imagem; 5- É apresentado o ângulo de contato referente ao lado esquerdo da gota; 6- É apresentado o ângulo de contato referente ao lado direito da gota; 7- Com base nos itens 5 e 6, o software realizará uma média entre os dois valores calculados e então o ângulo de contato resultante é apresentado; 8- Nesse item o operador poderá observar o gráfico gerado pelo software com base no contorno da gota e também poderá tratar os dados exportando-os para o Excel clicando com o botão direito do mouse sobre o gráfico e selecionando a opção “*export to data Excel*”; 9- Nesse item é apresentada

uma tabela onde todos os resultados de cada imagem processada será arquivo para que o operador possa emitir um relatório dos dados em extensão *txt*; 10- Nessa opção é realizado o endereçamento da pasta onde o operador queira salvar os dados em seu computador; 11- Neste campo é preenchido o nome com que a imagem será salva, exemplo : “Amostra 90°” e por último no item 12 o operador pressiona o botão “Save” para que os dados sejam salvos.

Figura 32 – Interface gráfica do software



Fonte: O Autor (2020)

A função do software responsável por realizar o contorno automático da gota foi desenvolvida com base na tonalidade dos pixels (CHINI *et al.*, 2011). Desta forma o controle da intensidade luminosa aplicado contra a câmera na hora de realizar a captura da imagem é fundamental para que o software consiga apresentar dados confiáveis.

5.3 Testes iniciais em equipamento de referência

Estão sendo apresentados a seguir dois ensaios de molhabilidade de duas amostras identificadas como “Membrana 1” e “Membrana 2”. Estas amostras foram recebidas em membranas retangulares em polímero Branco, área: 6 cm²,

espessura: 1 mm em recipiente lacrado. Ambas superfícies das amostras estão isentas de gordura e sujeiras não necessitando de limpeza em ultrassom. A molhabilidade da superfície foi avaliada usando um medidor de ângulo de contato em estado estacionário com água ultrapura. Assim, foi utilizado instrumento de medição de ângulo de contato óptico baseado em captação por vídeo câmera de alta resolução. Os parâmetros para os cálculos através da teoria de Laplace-Young foram: Densidades de fase d'água: $0,9982 \text{ g/cm}^3$, Fase ambiente - Ar: ($0,0013 \text{ g/cm}^3$), temperatura da sala: 25° C , aceleração da gravidade de $9,81 \text{ m/s}^2$ e taxa de dosagem de $0,1/\text{s}$. O volume de cada gota foi ajustado em $1,0 \text{ }\mu\text{L}$, onde para cada placa, vinte e quatro gotas foram fotografadas e analisadas. Os dados obtidos para a membrana 1 estão sendo apresentados na Tabela 3.

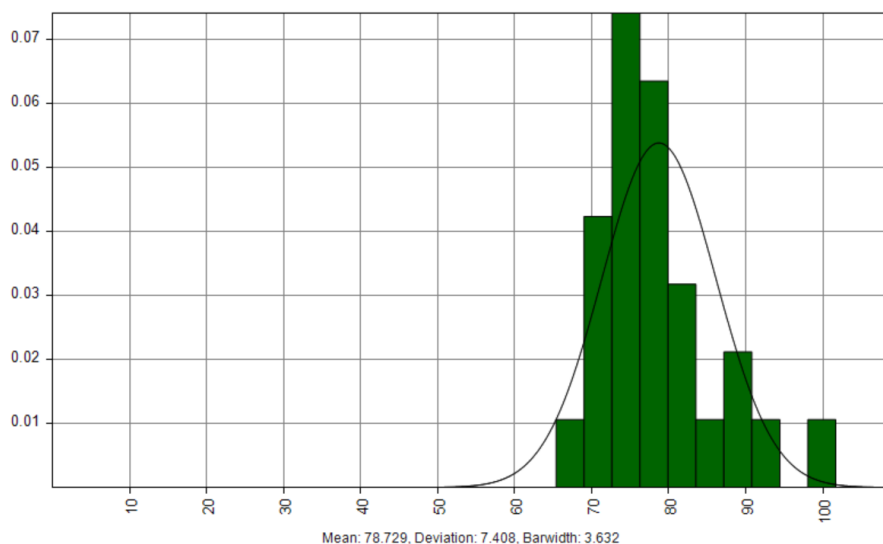
Tabela 3 - Dados medidos na amostra Membrana 1 onde apresenta-se o ângulo de contato - $\text{CA(M)}[^\circ]$, tensão de superfície – IFT [n/m], erro de medição – Err [μm] e o volume – Vol [μL]

Run-No	CA(M)[$^\circ$]	IFT[n/m]	Err[μm]	Vol[μL]
1	99.49	27	0.09	0.77
2	88.81	73.44	0.06	0.69
3	75.06	171.83	0.24	0.71
4	78.29	60.63	0.3	0.94
5	78.42	60.63	0.23	0.8
6	81.55	103.33	0.12	0.95
7	73.89	68.4	0.25	1.06
8	70.01	716.63	0.76	0.81
9	68.18	61.99	0.13	0.89
10	78.07	85.19	0.17	1.02
11	88.78	60.57	0.21	1.07
12	94.11	69.09	0.23	1.05
13	84.39	69.09	0.27	0.68
14	74.43	39.82	0.09	1.04
15	71.09	73.73	0.05	1.09
16	77.87	68.63	0.16	0.98
17	76.06	424.74	1.22	0.83
18	75.49	71.45	0.18	0.99
19	80.19	19.36	0.15	0.96
20	79.73	101.31	0.37	0.75
21	81.46	44.27	0.07	1.14
22	76.78	141.86	0.07	0.91
23	71.71	254.34	0.07	0.88
24	70.62	280.21	0.17	0.72

Fonte: O Autor (2020)

A partir da Tabela 2 foi feita uma distribuição dos valores obtidos em uma curva estatística conforme a Figura 33.

Figura 33 - Histograma da distribuição dos ângulos de contatos medidos na membrana 1



Fonte: O Autor (2020)

A amostra Membrana 1 é considerada hidrofóbica de acordo com Vogler (1998). A média calculada para o ângulo de contato foi de $78.7^\circ (\pm 7,4)$. Da mesma maneira foi realizado o estudo da molhabilidade da membrana 2. Os dados obtidos estão apresentados na Tabela 4.

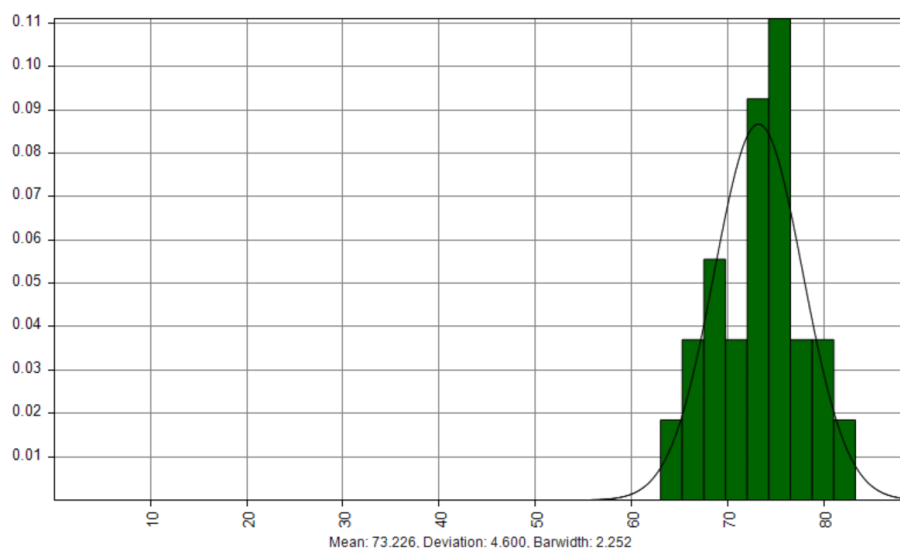
Tabela 4 – Dados medidos na amostra Membrana 2 onde apresenta-se o ângulo de contato - $CA(M)[^\circ]$, tensão de superfície – IFT $[n/m]$, erro de medição – $Err[\mu m]$ e o volume – $Vol[\mu L]$

Run-No	CA(M)[$^\circ$]	FT[mN/m]	Err[μm]	Vol[μL]
1	67.27	365.4	0.13	0.7
2	72.51	1475.52	0.26	0.89
3	72.25	86.42	0.17	1.09
4	74.85	141.53	0.06	0.95
5	76.54	75.89	0.22	1.01
6	73.77	167.12	0.14	0.82
7	75.45	33.59	0.15	1.06
8	81.13	463.9	1.06	1.01
9	79.63	155.15	1.81	1.02
10	68.12	726.6	0.11	0.67
11	68.79	726.6	0.46	0.82
12	75.33	726.6	0.49	0.94
13	71.81	187.05	1.28	0.99
14	72.23	271.26	0.12	1.08
15	71.85	198.76	0.13	0.8
16	63.29	79.92	0.09	0.72
17	67.66	79.92	0.1	0.76
18	66.21	233.54	0.33	0.73
19	79.42	233.54	0.24	0.83
20	72.25	31.69	0.09	0.86
21	78.14	28.6	0.08	1.03
22	75.44	437.55	1.66	1.03
23	77.24	159.9	0.49	1.06
24	76.23	76.78	0.3	0.95

Fonte: O Autor (2020)

Analogamente, a curva estatística para a membrana 2 está sendo apresentada na Figura 34.

Figura 34 - Histograma da distribuição dos ângulos de contatos medidos na membrana 2



Fonte: O Autor (2020)

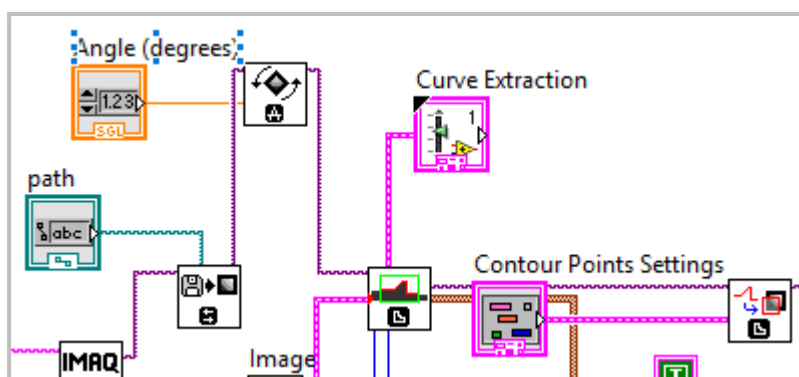
A amostra membrana 2 é considerada hidrofóbica de acordo com Vogler (1998). A média calculada para o ângulo de contato foi de $73,2^\circ (\pm 4,6)$. Consequentemente, foi realizado um teste de hipótese entre os dados obtidos para as duas amostras. Em um nível de 95% de confiança para o Teste-T *student* as médias são consideradas significativamente diferentes. Portanto, pode-se afirmar que a membrana 1 é mais hidrofóbica que a membrana 2.

6 DISCUSSÃO

6.1 Desempenho do software

O software para calcular o ângulo de contato com base na aquisição da imagem obteve seus primeiros resultados. Toda sua estrutura desenvolvida no LabView® resultou um sistema eficaz e de fácil manuseio para se obter o ângulo resultante. A Figura 35 ilustra uma parte da programação em blocos onde é realizada a aquisição da imagem, a leitura dos valores de cada pixel e a determinação do contorno da gota.

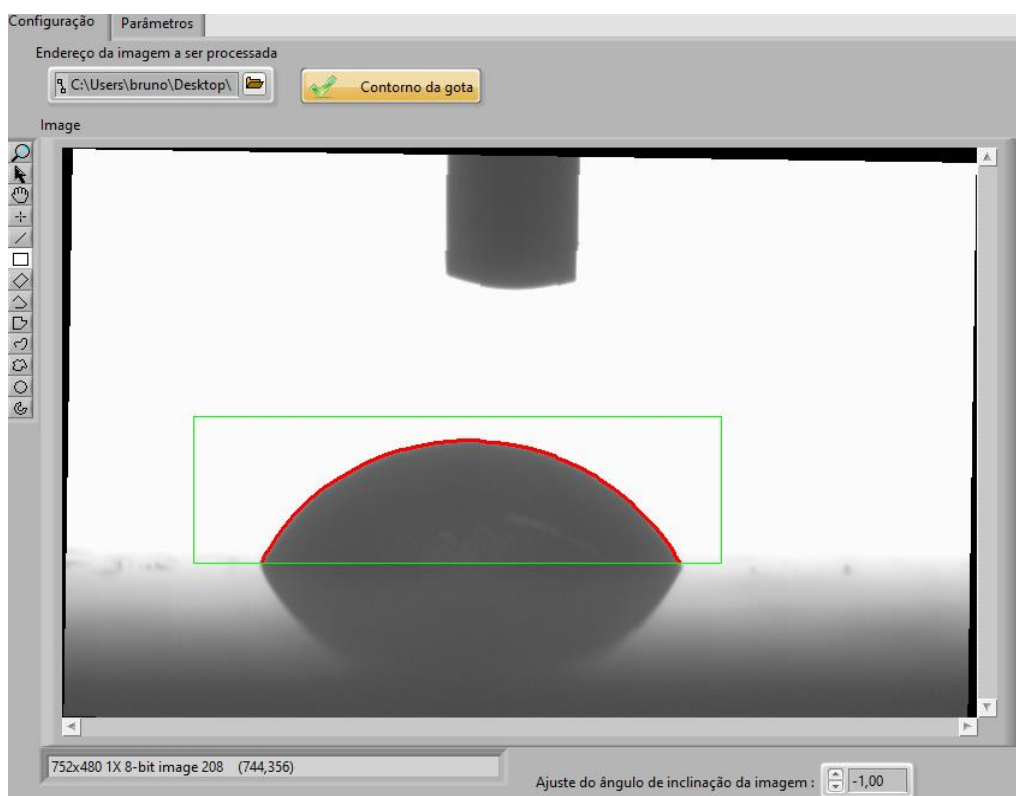
Figura 35 - Programação em blocos



Fonte: O Autor (2020)

A Figura 36 apresenta a imagem do software no momento em que é obtido o ângulo de contato de uma determinada imagem, onde apresenta-se uma gota com ângulo de contato real de 61.6° . O software desenvolvido apresenta um resultado onde o ângulo determinado é de $61,1225^\circ$, ou seja, o software apresentou um erro de $0,4775^\circ$ para este caso.

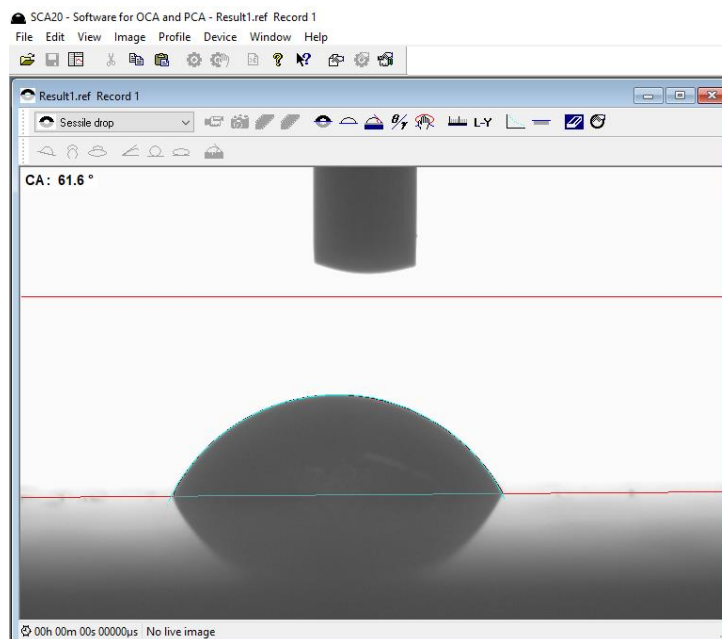
Figura 36 – Mapeamento da imagem a ser calculada o ângulo de contato no software desenvolvido



Fonte: O Autor (2020)

Assim como Thakker *et al.*, (2013) realizaram um comparativo entre seu software e um padrão, este trabalho realizou um comparativo entre os ângulos coletados das membranas 1 e 2 apresentadas no capítulo anterior. As imagens capturadas por meio do equipamento OCA 15 foram processadas no software SCA 20® e no software desenvolvido afim de realizar um comparativo entre os ângulos obtidos. A Figura 37 ilustra um dos resultados do ângulo de contato obtido no software SCA 20® da DataPhysics®.

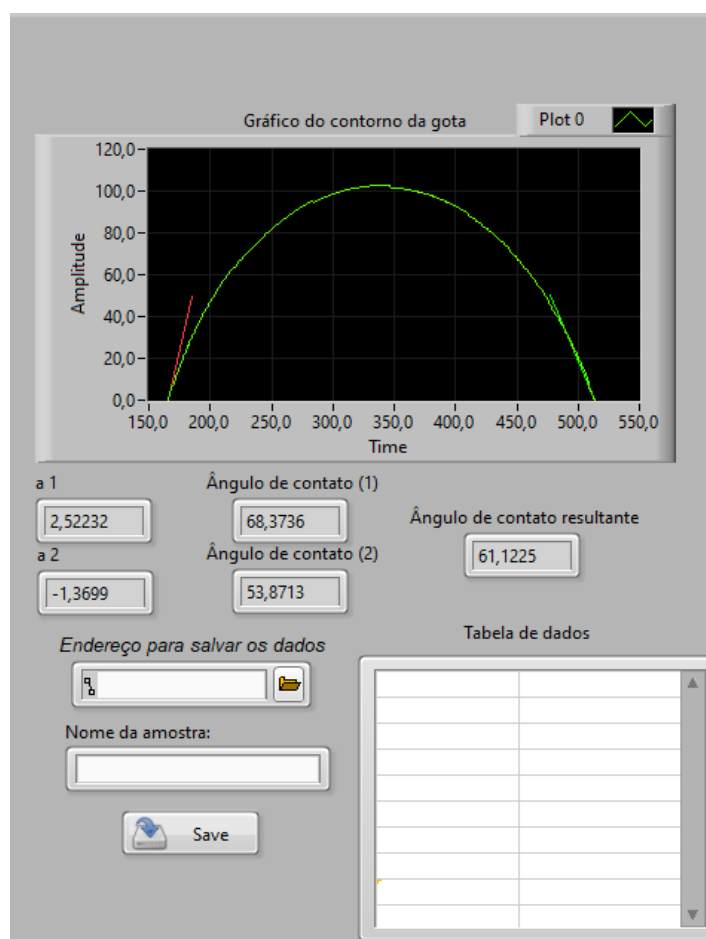
Figura 37 - Ângulo obtido pelo SCA 20



Fonte: O Autor (2020)

Na Figura 38 pode-se visualizar a medida do ângulo de contato aplicado na mesma imagem da gota, porém agora o software utilizado é o desenvolvido neste projeto.

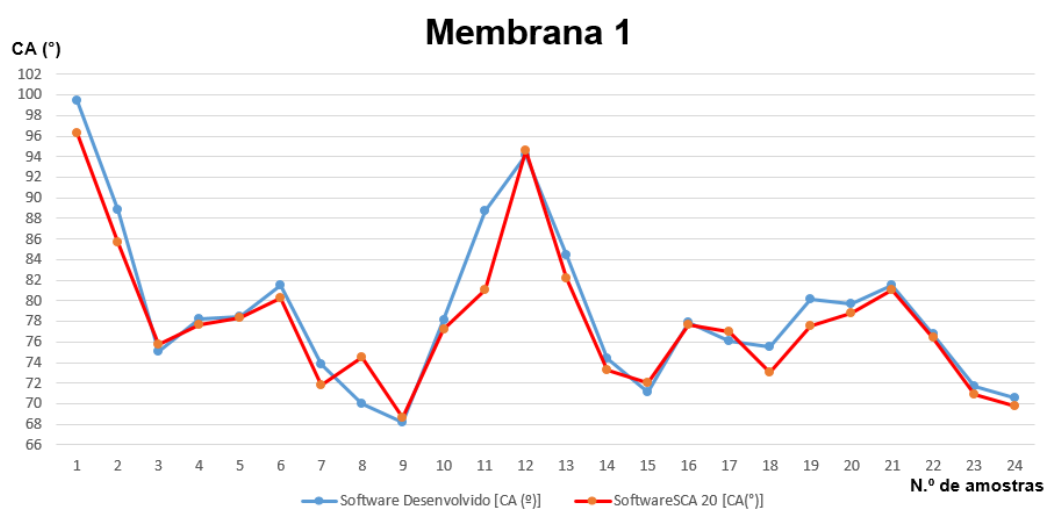
Figura 38 - Ângulo de contato obtido pelo software desenvolvido



Fonte: O Autor (2020)

No comparativo realizado com base nas imagens da membrana 1, o software SCA 20[®] apresentou um ângulo de contato médio igual a 77,9868°. Entretanto o software desenvolvido neste trabalho apresentou um ângulo médio de 78,9366°. Na Figura 39 pode-se observar que ambos os dados tendem ao mesmo ponto não ocasionando a dispersão de dados entre os dois softwares resultando em um erro médio de $\pm 1^\circ$.

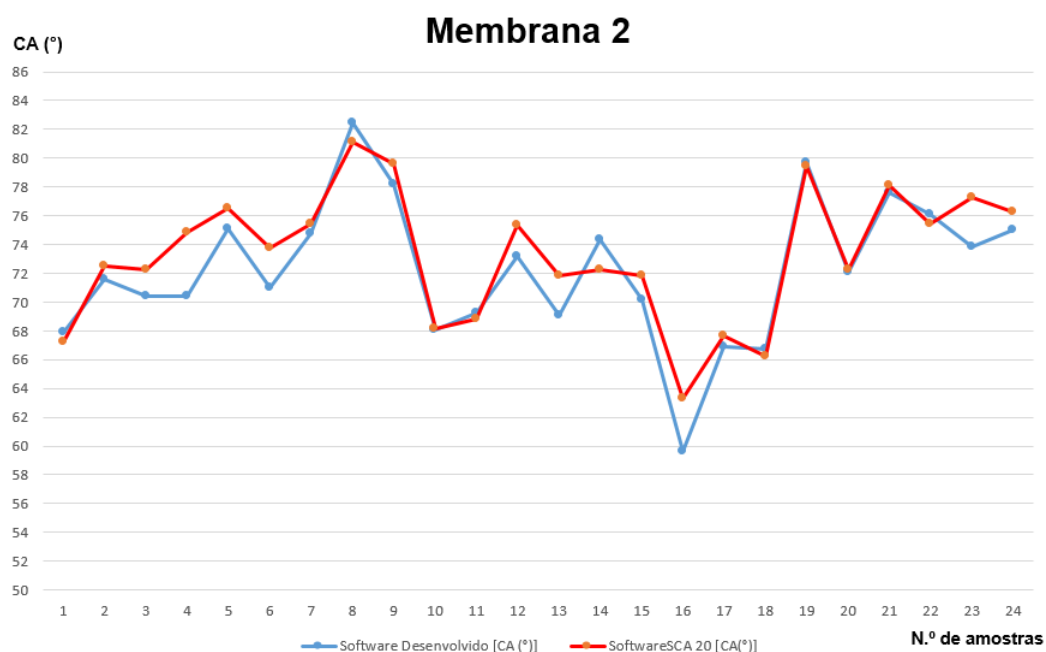
Figura 39 - Gráfico comparativo da membrana 1 entre o software de referência e o desenvolvido



Fonte: O Autor (2020)

O mesmo padrão comparativo aplicado na membrana 1 também foi aplicado na membrana 2. Na Figura 40 é apresentada a curva comparativa entre os dados coletados no software de referência e no software desenvolvido.

Figura 40 - Gráfico comparativo da membrana 2 entre o software de referência e o desenvolvido



Fonte: O Autor (2020)

Os ângulos médios apresentados pelo software SCA 20® e o software desenvolvido foram de 73,2254° e 72,2286°. Conforme analisado na membrana 1,

nota-se que na membrana 2 ambas as curvas também tenderam aos mesmos pontos resultando também em um erro médio de $\pm 1^\circ$. Thakker *et. al.*, (2013), realizaram uma análise comparativa entre o seu software desenvolvido e o de referência, o mesmo apresentou um erro médio de $\pm 1^\circ$, porém o equipamento utilizado para realizar o gotejamento foi de sua própria autoria, ou seja, um protótipo desenvolvido junto com o software.

A fim de comparar os dados obtidos nos ensaios de molhabilidade são apresentados dados que comparamos valores obtidos por meio do software de referência entre a membrana 1 e 2 (Tabela 5).

Tabela 5 - Resultados obtidos nos ensaios de molhabilidade realizados no software de referência

SOFTWARE SCA 20		
N.º amostras	MEMBRANA 1	MEMBRANA 2
	SoftwareSCA 20 [CA(°)]	SoftwareSCA 20 [CA(°)]
1	96,3272	67,27
2	85,6782	72,51
3	75,7662	72,25
4	77,6626	74,85
5	78,3613	76,54
6	80,2706	73,77
7	71,8603	75,45
8	74,4836	81,13
9	68,6359	79,63
10	77,215	68,12
11	81,0429	68,79
12	94,5587	75,33
13	82,1717	71,81
14	73,2857	72,23
15	72,0645	71,85
16	77,6236	63,29
17	77,0335	67,66
18	73,0764	66,21
19	77,554	79,42
20	78,845	72,25
21	81,0664	78,14
22	76,467	75,44
23	70,888	77,24
24	69,7456	76,23
CA médio=	77,98682917	73,22541667

Fonte: O Autor (2020)

Analogamente na tabela abaixo são apresentados os dados comparativos entre as membranas obtidos no software desenvolvido neste trabalho (Tabela 6).

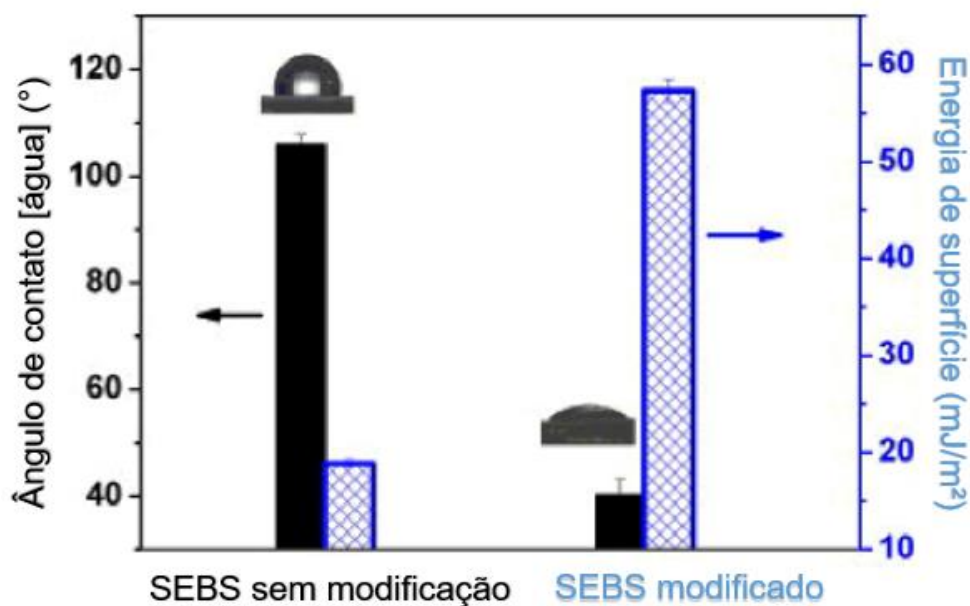
Tabela 6 - Resultados obtidos nos ensaios de molhabilidade realizados no software desenvolvido

SOFTWARE DESENVOLVIDO		
N.º amostras	MEMBRANA 1	MEMBRANA 2
	Software Desenvolvido [CA (°)]	Software Desenvolvido [CA (°)]
1	99,49	67,9239
2	88,81	71,6214
3	75,06	70,3727
4	78,29	70,3811
5	78,42	75,0731
6	81,55	71,0291
7	73,89	74,722
8	70,01	82,4837
9	68,18	78,1467
10	78,07	68,0515
11	88,78	69,2166
12	94,11	73,2077
13	84,39	69,1132
14	74,43	74,3672
15	71,09	70,1707
16	77,87	59,6622
17	76,06	66,9181
18	75,49	66,7091
19	80,19	79,6805
20	79,73	72,0593
21	81,46	77,6292
22	76,78	76,0633
23	71,71	73,8364
24	70,62	75,0498
CA médio=	78,93666667	72,2286875

Fonte: O Autor (2020)

Desta forma a fim de evidenciar os estudos decorrentes da técnica de molhabilidade presentes na literatura aplicadas em amostras poliméricas, Agrawal *et al.*, (2017) demonstram a importância da taxa de umedecimento de um biomaterial polimérico afim de determinar a biocompatibilidade com os tecidos humanos onde, Luan *et al.*, (2012) desenvolveram um filme de PNVP- modificado com SEBS e aferiram a molhabilidade utilizando o modelo de gota séssil, comprovando a redução da adsorção de proteínas e a adesão de plaquetas nas superfícies modificadas diminuindo as chances trombóticas na sua aplicação (AGRAWAL *et al.*, 2017) (Figura 41).

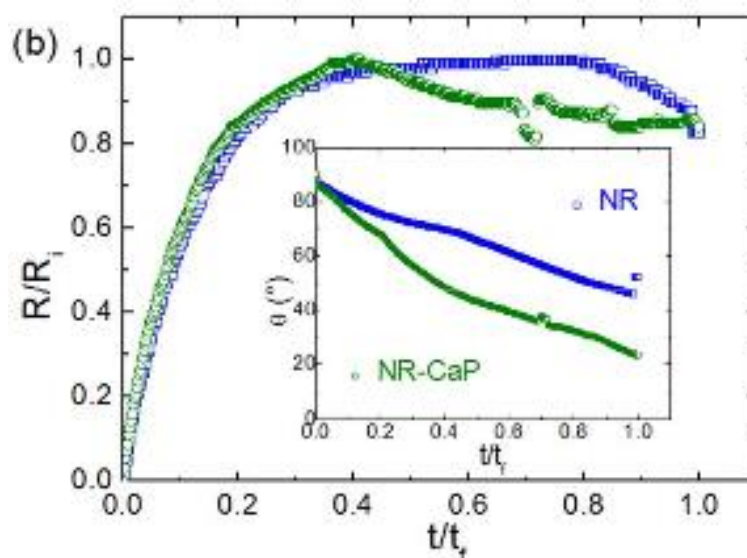
Figura 41 - Ângulo de contato e energia superficial dos filmes de poli(estireno-b-(etileno-co-butileno)-b-estireno) (SEBS)



Fonte: Adaptado de Luan *et al.*, (2012)

Em outra pesquisa realizada em membranas biocompatíveis, porém esta de borracha natural. Nascimento *et al.*, (2018) realizaram testes de molhabilidade em membranas de (NR) (puro, composto polímero-biocerâmico (NR-CaP). A incorporação de partículas de CaP no polímero diminui a rugosidade e aumenta a aderência interfacial, não havendo dependência entre a morfologia e a linha de contato de equilíbrio preservando o estado hidrofóbico das superfícies da NR (NASCIMENTO *et al.*, 2018). Na Figura 42 pode-se observar a curva resultante dos valores dos ângulos de contato das membranas NR e NR-CaP em relação a uma faixa de tempo em segundos, onde observa-se a diferença da taxa de molhabilidade entre as membranas, caracterizando-se a membrana de NR-CaP como mais hidrofílica do que a membrana de NR.

Figura 42 - Evolução do raio de contato normalizado R/R_i em função do tempo t/t_f normalizado medido para as superfícies NR e NR-CaP a 37°C.



Fonte: Nascimento *et al.*, (2018)

Desta forma Nascimento *et al.*, (2018) determinaram que a característica hidrofóbica associada a membrana de NR pode ser utilizada em aplicações que necessitam de uma má aderência de proteínas/células como por exemplo membranas destinadas a hemodiálise, válvulas cardíacas etc. (NASCIMENTO *et al.*, 2018).

Sendo assim, de acordo com as análises realizadas com o software desenvolvido neste trabalho e de acordo com a literatura, aplicou-se o teste F onde determinaram-se as variâncias das amostras obtidas no software desenvolvido e no de referência como equivalentes. Desta forma aplicou-se o Test-T student para confirmar estatisticamente com 95% de confiabilidade que os dados amostrais obtidos no software desenvolvido e no software de referência são equivalentes. Na Tabela 7 observa-se o Teste-T aplicado aos dados referentes a membrana 1.

Tabela 7 - Teste-T aplicado aos dados referente a membrana 1 obtidos no software desenvolvido e no de referência

Teste-t: duas amostras presumindo variâncias equivalentes		
	Variável 1	Variável 2
Média	78,9366667	77,9868292
Variância	59,074771	46,0259602
Observações	24	24
Variância agrupada	52,5503656	
Hipótese da diferença de média	0	
gl	46	
Stat t	0,45389151	
P(T<=t) uni-caudal	0,32602062	
t crítico uni-caudal	1,67866041	
P(T<=t) bi-caudal	0,65204123	
t crítico bi-caudal	2,0128956	

Fonte: O Autor (2020)

Analogamente a Tabela 8 apresenta o Teste-T aplicado aos dados da membrana 2.

Tabela 8 - Teste-T aplicado aos dados referente a membrana 2 obtidos no software desenvolvido e no de referência

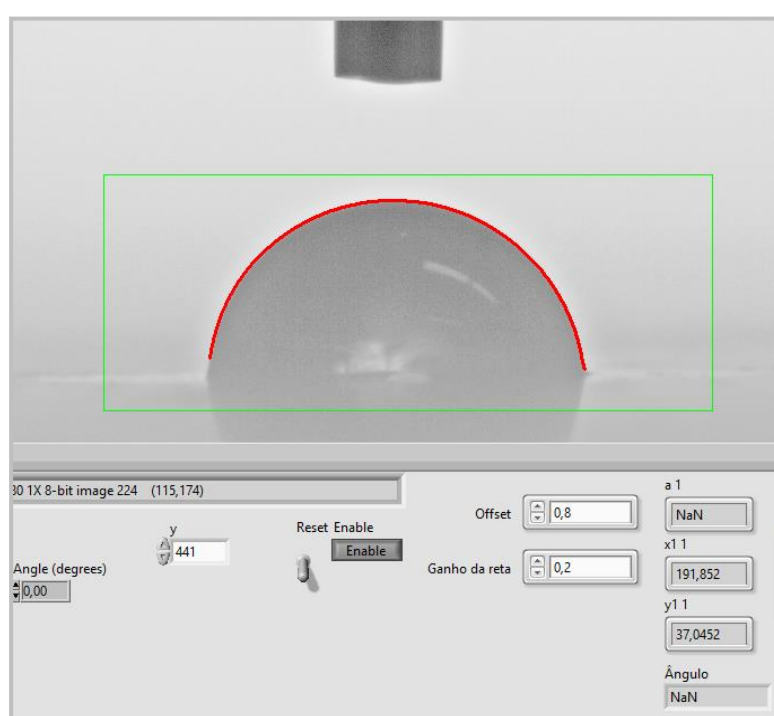
Teste-t: duas amostras presumindo variâncias equivalentes		
	Variável 1	Variável 2
Média	72,2286875	73,22541667
Variância	24,09755468	21,16454764
Observações	24	24
Variância agrupada	22,63105116	
Hipótese da diferença de média	0	
gl	46	
Stat t	-0,72579743	
P(T<=t) uni-caudal	0,235819853	
t crítico uni-caudal	1,678660414	
P(T<=t) bi-caudal	0,471639706	
t crítico bi-caudal	2,012895599	

Fonte: O Autor (2020)

Desta forma foi possível caracterizar a diferença da taxa de hidrofobicidade entre as membranas poliméricas 1 modificada com irradiação e aplicação de corante e a membrana 2 em ambos os softwares, resultando em possíveis aplicações biocompatíveis.

Após analisar os resultados do software, verificou-se que a qualidade das imagens obtidas influencia diretamente no resultado do ângulo, pois o contorno da gota é realizado de acordo com a tonalidade de cada pixel presente na imagem, sendo assim o controle da iluminação é de extrema importância durante um ensaio de molhabilidade. A Figura 43 ilustra uma imagem com uma qualidade inferior do que a desejada para realizar a medição, pois a mesma apresenta uma taxa de iluminação maior do que a desejada resultando no não contorno da gota, implicando em um ângulo não mensurável (NaN).

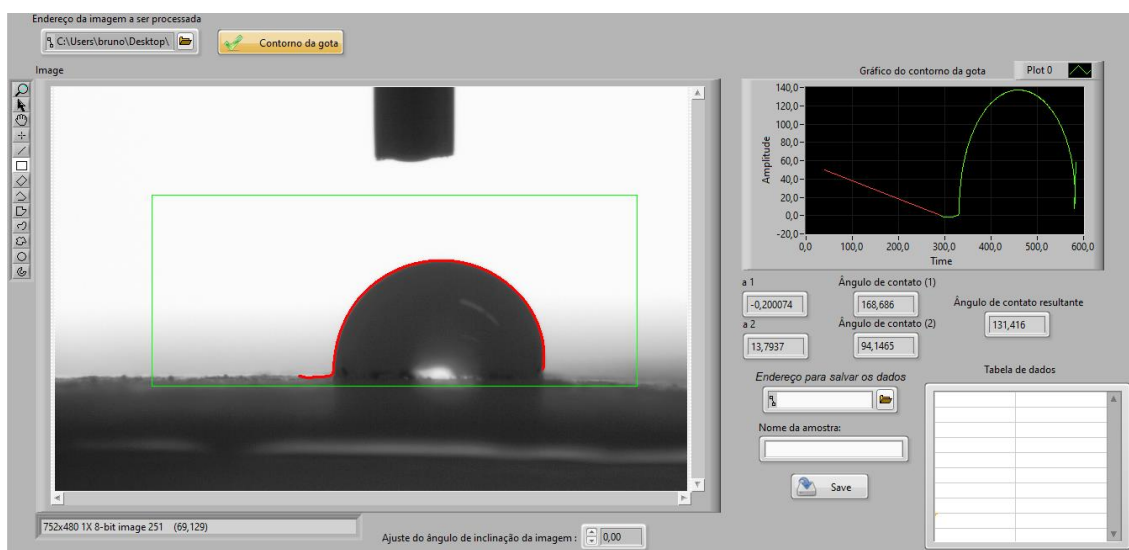
Figura 43 – Erro no contorno da gota



Fonte: O Autor (2020)

Assim como o excesso de iluminação influencia na aquisição da imagem, a ausência de iluminação também pode influenciar no resultado final. Na Figura 44 é apresentada a aquisição de uma imagem onde a diferença de tonalidade de pixel entre a gota e o fundo realizado pela luminosidade no ensaio é mínima a ponto do software não realizar o contorno ideal, resultando em um ângulo de contato não confiável.

Figura 44 - Ausência de iluminação na imagem processada



Fonte: O Autor (2020)

Para que esse problema não ocorra o operador pode ajustar a intensidade da iluminação por meio de um potenciômetro presente na plataforma mecânica, controlando assim a intensidade luminosa de acordo com a sensibilidade da câmera a ser utilizada.

7 CONCLUSÕES

O equipamento desenvolvido nesta dissertação teve como motivação a produção de um equipamento inovador no mercado nacional. Assim, todo o projeto foi pensado para que o manuseio, montagem e os componentes físicos sejam acessíveis. Espera-se um custo-benefício viável e uma agilidade de produção. As conclusões a respeito dos estudos, dos experimentos e do desenvolvimento do equipamento realizados neste trabalho foram:

Todas as estruturas físicas de cada peça necessárias para a realização de um teste de molhabilidade foram projetadas em um software capaz de apresentar os detalhes, cotas, e dimensões em plantas em três dimensões.

Foi possível a partir da elaboração de cada peça o levantamento de custo de produção da estrutura física de um goniômetro. Espera-se que a produção de um protótipo seja possível com as dimensões pré-ajustadas e descritas nas plantas, facilitando assim a construção de cada peça mecânica, não havendo a necessidade de uma reelaboração de projeto físico. O posicionamento dos itens, torre de iluminação, câmera de alta resolução, suporte de amostra e gotejador necessitam de um alinhamento correto para a realização do teste, como pode ser verificado a partir do equipamento de referência. Dessa forma, um equipamento capaz de realizar ensaios de molhabilidade foi projetado neste trabalho, sendo possível a execução de um protótipo com materiais leves, resistentes e de baixo custo.

A plataforma física foi desenvolvida de forma a minimizar o seu custo de produção com a implementação da manufatura aditiva sem perda de qualidade e confiabilidade. O equipamento foi projetado para que a preparação e operação sejam de forma simples e intuitiva, tornando possível o manuseio do equipamento sem a necessidade de um operador especializado.

Um programa foi desenvolvido para realizar a aquisição da imagem e pode ser utilizado em qualquer plataforma Windows®, não necessitando da utilização de um computador de alto desempenho, assim como, todo o controle do equipamento a fim de realizar o gotejamento trabalhará paralelamente ao software, não ocasionando conflitos entre ambos. Os resultados medidos nesse software foram aferidos e os ângulos de contato medidos com o software construído apresentaram

uma variação média de 1,439% em relação aos valores medidos pelo equipamento de referência.

O software desenvolvido aqui visou uma versatilidade operacional na sua utilização, e sua primeira versão traz uma análise básica para medição do ângulo de contato e, conseqüentemente, a caracterização da superfície da amostra ensaiada. Mesmo sendo apenas uma versão inicial o software, quando comparado com o software SCA 20[®] da DataPhysics[®], os resultados obtidos apresentaram uma confiabilidade de 95%, de acordo com o Teste-T de *student*. Além disso, o software desenvolvido apresenta alguns aperfeiçoamentos não encontrados em outros softwares comerciais, como: um gráfico que demonstra a curvatura da gota e as retas tangentes no ponto trifásico de ambos os lados; a realização de vários ensaios sequenciais sem que haja a necessidade de ficar anotando ou exportando os dados obtidos em cada ensaio; a compatibilidade com softwares de análise de dados, geração de relatórios em extensão *txt* e exportação direta dos dados para o Excel[®], a fim de que os dados possam ser tratados.

REFERÊNCIAS

AGRAWAL, G. *et al.* Wettability and contact angle of polymeric biomaterials. In: TANZI, M.C.; FARÈ, S. (eds.). **Characterization of Polymeric Biomaterials**. Cambridge, MA: Elsevier; Woodhead Publishing, 2017. p. 57-81. <http://dx.doi.org/10.1016/b978-0-08-100737-2.00003-0>.

ALVAREZ, J.M.; AMIRFAZLI, A.; NEUMANN, A.W. Automation of the axisymmetric drop shape analysis-diameter for contact angle measurements. **Colloids and Surfaces A: Physico chemical and Engineering Aspects**, v. 156, n. 1-3, p.163-176, 20 jul. 1998.

ATKINS, P.; JONES, L. **Princípios de química: questionando a vida moderna e o meio ambiente**. 3ª ed. Tradução de R. R. De Alencastro. Porto Alegre: Bookman, 2006.

ALVAREZ, Nicolas J. *et al.* A non-gradient based algorithm for the determination of surface tension from a pendant drop: application to low bond number drop shapes: Application to low Bond number drop shapes. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 333, n. 2, p. 557-562, maio, 2009. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jcis.2009.01.074>.

BAEK, Youngbin *et al.* Measuring hydrophilicity of RO membranes by contact angles via sessile drop and captive bubble method: a comparative study. : A comparative study. **Desalination**, v. 303, p. 23-28, out. 2012. <http://dx.doi.org/10.1016/j.desal.2012.07.006>.

BERRY, Joseph D. *et al.* Measurement of surface and interfacial tension using pendant drop tensiometry. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 454, p. 226-237, set. 2015. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jcis.2015.05.012>.

BURKARTER, Ezequiel *et al.* **Desenvolvimento de Superfícies Superhidrofóbicas de Politetrafluoretileno**. 2010. 138 f. Tese (Doutorado) - Curso de Curso de Pós-graduação em Física do Setor de Ciências Exatas, Departamento de Física, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2010. Cap. 1.

CHINI, S. Farshid *et al.* A method for measuring contact angle of asymmetric and symmetric drops. **Colloids And Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 388, n. 1-3, p. 29-37, set. 2011. <http://dx.doi.org/10.1016/j.colsurfa.2011.08.001>.

COSTA, Jaison Rodrigo da *et al.* **A influência da temperatura na estrutura e molhabilidade de filmes finos**. 2016. 61 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Pós-graduação em Física, Departamento de Física, Universidade do Estado de Santa Catarina, Joinville, 2016. Cap. 1. Disponível em: https://www.udesc.br/arquivos/cct/id_cpmenu/877/jaison_15162079708509_877.pdf. Acesso em: 20 set. 2019.

ÇENGEL, Yunus A.; CIMBALA, Jhon M. **Mecânica dos fluidos: fundamentos e aplicações**. Porto Alegre: Amgh Editora, 2007. 797 p.

DATAPHYSICS INSTRUMENTS GmbH. **Understanding Interfaces**. OCA – Optical contact angle measuring and contour analysis systems. Disponível em: <<https://www.dataphysics-instruments.com/products/oca/>>. Acesso em: 12 Fevereiro 2020.

DATAPHYSICS INSTRUMENTS (USA). **Pendant drop method — Optical determination of the surface/interfacial tension**. Disponível em: <https://www.dataphysics-instruments.com/us/knowledge/understanding-interfaces/pendant-drop-method/>. Acesso em: 18 nov. 2019.

DENG, Lingli *et al.* Characterization and physical properties of electrospun gelatin nanofibrous films by incorporation of nano-hydroxyapatite. **Food Hydrocolloids**, v. 103, p. 105640-105649, jun. 2020. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.105640>.

DEMARQUETTE, Nicole R. *et al.* Comparação entre o método da gota pendente e o método da gota girante para medida da tensão interfacial entre polímeros. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v. 7, n. 3, p. 63-70, set. 1997. <http://dx.doi.org/10.1590/s0104-14281997000300010>.

ETMINANFAR, M.R. *et al.* Biocompatibility and drug delivery efficiency of PEG-b-PCL/hydroxyapatite bilayer coatings on Nitinol superelastic alloy. **Ceramics International**, v. 46, n. 8, Part B, p. 12711-12717, 2020. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.02.038>.

EXTRAND, C. W.; MOON, Sung In. When Sessile Drops Are No Longer Small: Transitions from Spherical to Fully Flattened. **Langmuir**, v. 26, n. 14, p.11815-11822, fev. 2010. <https://pubs.acs.org/doi/pdf/10.1021/la1005133>.

GU, Hanyang *et al.* Investigation on contact angle measurement methods and wettability transition of porous surfaces. **Surface and Coatings Technology**, v. 292, p. 72-77, abr. 2016. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.03.014>.

GUILIZZONI, Manfredo. Drop shape visualization and contact angle measurement on curved surfaces. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 364, n. 1, p. 230-236, 25 abr. 2011. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2011.08.019>.

HANSEN, Daniel *et al.* Contact angle goniometry on single micron-scale fibers for composites. **Applied Surface Science**, Amsterdam, v. 392, p.181-188, 13 set. 2016.

ISRAELACHVILI, Jacob N. **Intermolecular and Surface Forces**. 3rd. ed. San Diego: Elsevier, 2011. 659 p.

HILDEBRAND, J.E. Is there a hydrophobic effect? **Proc. Natl. Acad. Sci. USA**, v. 76, n. 1, p. 194, 1979.

KALIN, M. *et al.* The wetting of steel, DLC coatings, ceramics and polymers with oils and water: the importance and correlations of surface energy, surface tension, contact angle and spreading: The importance and correlations of surface energy, surface tension, contact angle and spreading. **Applied Surface Science**, v. 293, p. 97-108, fev. 2014. <http://dx.doi.org/10.1016/j.apsusc.2013.12.109>.

LUAN, Shifang *et al.* Surface modification of poly(styrene-*b*-(ethylene-co-butylene)-*b*-styrene) elastomer via UV-induced graft polymerization of N-vinylpyrrolidone. **Colloids And Surfaces B: Biointerfaces**, v. 93, p. 127-134, maio 2012. <http://dx.doi.org/10.1016/j.colsurfb.2011.12.027>.

LUZ, A. P. *et al.* Artigo revisão: uso da molhabilidade na investigação do comportamento de corrosão de materiais refratários: uso da molhabilidade na investigação do comportamento de corrosão de materiais refratários. **Cerâmica** [online], v. 54, n. 330, p. 174-183, jun. 2008. <http://dx.doi.org/10.1590/s0366-69132008000200007>.

MALHOTRA, Kamal *et al.* Design, characterization, and evaluation of antibacterial gels, Boc-D-Phe- γ 4-L-Phe-PEA/chitosan and Boc-L-Phe- γ 4-L-Phe-PEA/chitosan, for biomaterial-related infections. **Materials Science And Engineering: C**, v. 110, p. 110648-110659, maio 2020. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msec.2020.110648>.

MONTGOMERY, Douglas C.; RUNGER, George C. **Estatística aplicada e probabilidade para engenheiros**. 5. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2012.

MU, Yongfeng *et al.* Development of highly permeable and antifouling ultrafiltration membranes based on the synergistic effect of carboxylated polysulfone and bio-inspired co-deposition modified hydroxyapatite nanotubes. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 572, p. 48-61, jul. 2020. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jcis.2020.03.072>.

NASCIMENTO, Rodney Marcelo do *et al.* Wettability Study on Natural Rubber Surfaces for Applications as Biomembranes. **ACS Biomaterials Science & Engineering**, v. 4, n. 8, p. 2784-2793, 10 jul. 2018. American Chemical Society (ACS). <http://dx.doi.org/10.1021/acsbiomaterials.8b00723>.

NEUMANN, A. Wilhelm; DAVID, Robert; ZUO, Yi. **Applied surface thermodynamics**. 2nd. ed. Boca Raton, FL: CRC Press, 2017. 768 p. (Surfactant Science Series, volume 151).

OGEDA, Thais Lucy *et al.* **Ângulos de Contato**. 2010. Disponível em: http://www2.iq.usp.br/posgraduacao/images/documentos_pae/1sem2010/fisico_quimica/thais.pdf. Acesso em: 13 ago. 2019.

OLIVEIRA, Anselmo Elcana de. Tensão Superficial. *In*: OLIVEIRA, A. E. **Físico-Química Experimental**. Goiânia, GO: Instituto de Química – UFG; Departamento de Físico-química Experimental, 2019. 3 p.

RÍO, O. I. del; NEUMANN, A. W. Axisymmetric Drop Shape Analysis: Computational Methods for the Measurement of Interfacial Properties from the Shape and Dimensions of Pendant and Sessile Drops. **Journal of Colloid and**

Interface Science. Ontário, Canadá, v. 196, n. 2, p. 136-147, 27 set. 1996. <https://doi.org/10.1006/jcis.1997.5214>.

SANTINI, Maurizio; GUILIZZONI, Manfredo; FEST-SANTINI, Stephanie. X-ray computed micro tomography for drop shape analysis and contact angle measurement. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 409, p.204-210, 22 abr. 2013. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2013.06.036>.

SHAW, Duncan J. **Introdução à Química dos Colóides e de Superfícies**. São Paulo: Edgard Blücher; Edusp, 1975.

SILVA, Aline Geice Vitor *et al.* **Desenvolvimento de filmes finos de sílica com propriedade autolimpante e antirreflexiva: síntese, funcionalização e caracterização**. 2016. 101 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Programa de Pós-graduação em Engenharia de Materiais, Departamento de Engenharia de Materiais, Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2016. Cap. 1. Disponível em: http://www.posmat.cefetmg.br/wp-content/uploads/sites/120/2017/08/Disserta%C3%A7%C3%A3o_Aline_Silva.pdf. Acesso em: 18 out. 2019.

STALDER, Aurélien F. *et al.* Low-bond axisymmetric drop shape analysis for surface tension and contact angle measurements of sessile drops. **Colloids and Surfaces A: Physico chemical and Engineering Aspects**, v. 364, n. 1-3, p.72-81, 16 mar. 2010. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2010.04.040>.

THAKKER, Manish *et al.* Validation of Low Cost Solid Liquid Contact Angle Instrument Using Drop Shape Image Processing Suitable For Surface Property Measurement. **International Journal of Current Engineering and Technology**, Gujarat, India, v. 3, n. 3, p.1-6, 20 jul. 2013. Disponível em: <http://inpressco.com/category/ijcet>.

VAFAEI, Saeid; WEN, Dongsheng; BORCA-TASCIUC, Theodorian. Nanofluid Surface Wettability Through Asymptotic Contact Angle. **Langmuir**, (ACS), v. 27, n. 6, p. 2211-2218, 15 mar. 2011. <http://dx.doi.org/10.1021/la104254a>.

VOGLER, Erwin A. Structure and reactivity of water at biomaterial surfaces. **Advances In Colloid And Interface Science**, v. 74, n. 1-3, p. 69-117, fev. 1998. [http://dx.doi.org/10.1016/s0001-8686\(97\)00040-7](http://dx.doi.org/10.1016/s0001-8686(97)00040-7).

WATCHARAJITTANONT, Nattawat *et al.* Osseointegrated membranes based on electro-spun TiO₂/hydroxyapatite/polyurethane for oral maxillofacial surgery. **Materials Science And Engineering: C**, v. 108, p. 110479-110489, mar. 2020. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msec.2019.110479>.

YOUNG, Thomas. **An Essay on the Cohesion of Fluids**. London: The Royal Society Publish, 1804. p. 65-87. Disponível em: https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/8/85/Thomas_Young-An_Essay_on_the_Cohesion_of_Fluids.pdf.

ZHAO, Tianyi; JIANG, Lei. Contact angle measurement of natural materials. **Colloids And Surfaces B: Biointerfaces**, v. 161, p. 324-330, jan. 2018. <http://dx.doi.org/10.1016/j.colsurfb.2017.10.056>.