

UNIVERSIDAD NACIONAL DEL LITORAL

Facultad de Bioquímica y Ciencias Biológicas

Facultad de Ingeniería Química

Instituto de Física del Litoral



Tesis para la obtención del Grado Académico de Doctora en Física

Aplicación de técnicas holográficas para el estudio de procesos microfluídicos en materiales nano-porosos y su caracterización

María Florencia Martínez

Directora de Tesis:

Dra. Andrea Carolina Monaldi

Co-Director de Tesis:

Dr. Nicolás Budini

Lugar de realización: Grupo de Óptica Láser
Instituto de Investigaciones en Energía No Convencional
Universidad Nacional de Salta – CONICET

2026

Agradecimientos

Agradezco a Dios por permitirme realizar este trabajo; a la Virgen y a Samuel, por cuidarme y acompañarme siempre.

A mis padres, Ali y Hugo y a mis hermanas, madrin, Dei y Pel, por ser mis ejemplos de vida, acompañarme siempre y brindarme su apoyo incondicional en cada paso que doy. A mi esposo, Fede, por comprenderme y alentarme en cada etapa de este largo camino, y muy especialmente a mi bebé, Victoria, por la paciencia que tuvo en cada momento que le dediqué a la Tesis y no pude dedicarle a ella. Sin ustedes, nada de esto hubiera sido posible. Su compañía, paciencia y confianza en mí fueron fundamentales para llegar hasta aquí. ¡Los Amo, chicos!

A mis directores, Andre y Nico, por su guía constante a lo largo de todos estos años, por la confianza depositada en mí y por todas las enseñanzas —académicas y humanas— que me brindaron. Gracias por acompañar cada etapa del proceso y por sostener el trabajo incluso en los momentos más desafiantes.

A Mati, Clau, Dante y Elías, por sus palabras de aliento, su apoyo constante y por acompañarme durante este camino. Gracias por estar siempre dispuestos a ayudar, por compartir sus conocimientos y por impulsarme a seguir adelante cuando los resultados no eran los esperados.

A los docentes de los cursos de posgrado, cuya dedicación y excelencia académica fueron fundamentales para mi formación doctoral. Sus enseñanzas y guía durante el cursado han enriquecido significativamente este trabajo.

Agradezco especialmente a la Universidad Nacional del Litoral, con particular mención a la Facultad de Bioquímica y Ciencias Biológicas, a la Facultad de Ingeniería Química y al Instituto de Física del Litoral, por abrirme sus puertas y brindarme el entorno técnico y humano indispensable para desarrollar mi labor. Del mismo modo, agradezco a la Universidad Nacional de Salta y al Instituto de Investigaciones en Energía No Convencional por permitirme formar parte de su comunidad científica y por la generosa disposición de sus espacios de investigación. El apoyo conjunto de estas entidades científico-académicas constituyó el pilar fundamental que hizo posible la realización de este trabajo.

Asimismo, agradezco al CONICET, por el financiamiento otorgado mediante la beca doctoral, brindándome el respaldo necesario para llevar adelante mis estudios y esta labor de investigación.

¡Muchas gracias a todos!

Publicaciones originadas en este trabajo de Tesis

En el marco de la presente Tesis Doctoral, se han desarrollado las siguientes publicaciones:

- M. Martínez, M. Sallese, P. Psota, C. Berli, R. Urteaga, N. Budini, and A. Monaldi. Filling fraction measurement around a drying drop onto nanoporous silicon using digital holographic microscopy. *Journal of Applied Physics*, 135(7), 2024.
- A. Monaldi, J. Díaz, M. Martínez, N. Budini, and W. Báez. Digital holographic microscopy and machine learning for quantitative 3d analysis and automatic classification of volcanic ash particles. *Journal of Geophysical Research: Atmospheres*, 130(13):e2024JD043283, 2025.

Índice general

Listado de publicaciones	V
1. Introducción	1
1.1. Motivación y estado del arte	1
1.2. Objetivos	4
1.3. Metodología	5
1.3.1. Muestras	5
1.3.2. Aplicación de las técnicas holográficas al estudio de procesos dinámicos . . .	6
1.4. Organización de la tesis	6
2. Fundamentos Teóricos de la Metrología Óptica	9
2.1. Fundamentos ópticos	9
2.1.1. Amplitud compleja de la luz	9
2.1.2. Amplitud compleja y fase de ondas planas y esféricas	10
2.1.3. Difracción de la luz	13
2.1.4. Propagación del espectro angular (PEA)	14
2.2. Holografía digital	17
2.2.1. Registro de un holograma digital	19
2.2.2. Reconstrucción de un holograma digital	21
2.3. Microscopía holográfica digital	25
2.4. Interferometría holográfica digital	27
2.5. Pruebas preliminares	29
2.5.1. Muestras	29
2.5.2. Fabricación de membranas autosostenidas de SP	30
2.5.3. Dispositivo experimental	31

3. Estudio de la retracción de una gota sobre superficies sólidas y nano-porosas mediante holografía digital	35
3.1. Fundamentos microfluídicos	35
3.1.1. Parámetros microfluídicos	36
3.1.2. Modos de evaporación	37
3.2. Determinación de parámetros mediante HD	38
3.2.1. Determinación de la altura y el volumen de la gota a partir de mapas de fase .	40
3.2.2. Determinación del ángulo de contacto y radio de contacto de la gota a partir de mapas de fase	41
3.3. Implementación de la HD al estudio del secado de una gota de agua destilada de agua sobre SP	45
3.3.1. Procedimiento experimental	45
3.3.2. Resultados	46
3.4. Implementación de la HD al estudio del secado de una gota de agua sobre vidrio . . .	50
3.4.1. Resultados	50
4. Estudio del secado de una gota de alcohol isobutílico sobre una membrana de silicio nanoporoso	57
4.1. Procesos microfluídicos	58
4.2. Fracción de llenado en el interior de una membrana porosa	60
4.3. Magnitudes microfluidicas	62
4.4. Modelo limitado por difusión	62
4.4.1. El microscopio holográfico digital	64
4.4.2. Registro de los hologramas	64
4.4.3. Reconstrucción de los hologramas	65
4.5. Estudio de la fracción de llenado en el interior de una membrana nano-porosa	66
4.5.1. Análisis cualitativo	66
4.5.2. Análisis microfluídico	67
4.5.3. Análisis cuantitativo. Obtención de la fracción de llenado	68
4.5.4. Velocidad de retracción	70
4.5.5. Cálculo y análisis del ángulo de contacto	71
4.5.6. Conclusiones	74

5. Análisis de imágenes mediante series temporales	75
5.1. Redes neuronales	75
5.2. Redes neuronales convolucionales	76
5.2.1. Convolución	77
5.2.2. Autoencoder	79
5.2.3. Perceptrón multicapa	80
5.3. Procesamiento de la información	82
5.3.1. AE para reducción de dimensionalidad	82
5.3.2. Entrenamiento con imágenes de diferencia de fase	83
5.3.3. Entrenamiento de una red neuronal que derive	84
5.4. MLP para simular imágenes de diferencia de fase	85
6. Conclusiones	89
7. Consideraciones futuras	91

Resumen

El desarrollo de técnicas holográficas ha revolucionado la investigación científica y tecnológica al permitir el análisis preciso y no invasivo de una amplia gama de materiales y fenómenos. En particular, la holografía digital (HD) es una técnica implementada en numerosos campos de investigación debido a su capacidad para realizar comparaciones interferométricas entre distintos estados de un sistema u objeto. Ésta consiste en el registro y la reconstrucción de mapas de interferencia conocidos como hologramas digitales obtenidos al combinarse dos haces coherentes de luz: un haz de referencia y un haz objeto que interactúa con la muestra bajo estudio, ya sea siendo reflejado o transmitido por ella. De este modo, la HD ofrece la posibilidad de registrar información tridimensional, contenida en mapas de amplitud y fase de la luz que permite caracterizar la muestra, tanto de manera cualitativa como cuantitativa. Las aplicaciones interferométricas de la HD se engloban dentro de la interferometría holográfica digital (IHD); a su vez, la aplicación de la HD en el campo de la microscopía óptica (MO) conforma una técnica poderosa, denominada microscopía holográfica digital (MHD). La MHD extiende las capacidades de la MO aprovechando las ventajas inherentes a la HD. Al igual que en la MO, la resolución lateral en MHD también está limitada por difracción, pero posee una alta resolución axial determinada por el ruido de fase, que puede alcanzar valores cercanos a los 5 nm. Por lo tanto, las técnicas holográficas permiten detectar deformaciones, desplazamientos y variaciones locales en el índice de refracción del objeto bajo estudio a pequeña escala y con muy buena precisión. Asimismo, durante el procesamiento numérico de un único holograma, es posible reconstruir el frente de onda proveniente del objeto en diferentes planos de observación, simulando el enfoque mecánico de la MO, pero con una precisión significativamente mayor. En el presente trabajo, se implementaron estas técnicas para el estudio de fenómenos microfluídicos en materiales porosos nano-estructurados, ampliamente investigados debido, principalmente, a sus numerosas aplicaciones tecnológicas.

Estos materiales presentan propiedades únicas debidas a su estructura porosa a escala nanométrica, con aplicaciones en microfluídica, optofluídica, filtración, almacenamiento de energía y biotecnología. Muchas de sus funcionalidades están estrechamente relacionadas con la dinámica de llenado de los poros, del desplazamiento dentro de los poros y de la evaporación/condensación de líquidos desde/hacia los poros, fenómenos dominados en gran parte por fuerzas capilares.

El comportamiento de líquidos en materiales nano-estructurados con un alto grado de confinamiento espacial no sigue un modelo newtoniano simple, sino que el flujo puede estar influenciado por efectos de borde, partículas en suspensión, tortuosidad y constricciones, etc. Por esto es que el modelado numérico del flujo se vuelve extremadamente complicado. Sin embargo, el conocimiento de su comportamiento es necesario para los progresos tanto en el campo de la investigación básica o teórica como en aplicaciones. Por lo tanto, las mediciones rápidas y precisas de la fracción de llenado en el interior de la membrana y de parámetros microfluidicos junto con su evolución temporal juegan un rol crucial e integral en la investigación básica en el

campo de la microfluídica. Los resultados de este trabajo apuntan a aprovechar las ventajas de las técnicas holográficas para una caracterización precisa tanto del comportamiento del fluido en el interior de la estructura como de la propia estructura porosa.

Por otro lado, dado que la reconstrucción holográfica genera grandes volúmenes de datos, es fundamental contar con herramientas que permitan extraer la información relevante de manera eficiente. En este sentido, el aprendizaje profundo ha surgido como una solución innovadora, al permitir analizar grandes conjuntos de datos y encontrar patrones complejos en ellos. En este trabajo se implementaron redes neuronales convolucionales para recuperar la información de fase de los hologramas, reducir la dimensionalidad de los datos y extraer características clave del proceso de evaporación de una gota en contacto con la membrana. Asimismo, se desarrollaron redes neuronales para generar imágenes de fase sintéticas que permitirán, en trabajos futuros, predecir el comportamiento del sistema en función de diferentes condiciones iniciales. Esto último resulta interesante, ya que será factible desarrollar modelos microfluídicos y realizar simulaciones para comparar con experimentos, optimizando así el diseño racional de dispositivos basados en materiales nano-estructurados.

Abstract

The development of holographic techniques has revolutionized scientific and technological research by enabling precise and non-invasive analysis of a wide range of materials and phenomena. In particular, Digital Holography (DH) has been widely implemented across numerous research fields due to its capability to perform interferometric comparisons between different states of a system or object. This technique is based on the recording and reconstruction of interference patterns known as digital holograms, which are obtained by combining two coherent light beams: a reference beam and an object beam that interacts with the sample under study, either by reflection or transmission. In this way, DH enables the acquisition of three-dimensional information encoded in the amplitude and phase maps of light, allowing both qualitative and quantitative characterization of the sample.

Interferometric applications of DH are encompassed within Digital Holographic Interferometry (DHI). Furthermore, the application of DH in the field of Optical Microscopy (OM) constitutes a powerful technique known as Digital Holographic Microscopy (DHM). DHM extends the capabilities of OM by exploiting the inherent advantages of DH. As in conventional OM, the lateral resolution in DHM is diffraction-limited; however, it exhibits a high axial resolution determined by phase noise, which can reach values close to 5 nm. Consequently, holographic techniques enable the detection of deformations, displacements, and local variations in the refractive index of the object under study at small scales and with high precision. Moreover, during the numerical processing of a single hologram, it is possible to reconstruct the object wavefront at different observation planes, effectively simulating mechanical focusing in OM, but with significantly higher precision.

In the present work, these techniques were implemented to study microfluidic phenomena in nanostructured porous materials, which have been extensively investigated mainly due to their numerous technological applications. These materials exhibit unique properties arising from their nanometer-scale porous structure, with applications in microfluidics, optofluidics, filtration, energy storage, and biotechnology. Many of their functionalities are closely related to pore-filling dynamics, fluid transport within the pores, and liquid evaporation/condensation processes from and into the pores, which are largely governed by capillary forces.

For this reason, the main objective of this work is to achieve a precise measurement of the filling fraction of a nanostructured porous membrane and of the changes in its optical thickness during the evaporation process of a fluid in contact with it. Here, the aforementioned holographic techniques offer a key advantage, as they allow mapping the phase changes of light as it interacts with the membrane in the presence of a liquid, thus enabling the study of the underlying fluid-dynamic processes. In particular, the temporal evolution of the membrane filling fraction around a retracting droplet evaporating into the ambient environment on a porous silicon membrane was successfully reconstructed. The behavior of liquids in highly confined

nanostructured materials does not follow a simple Newtonian model; instead, the flow can be influenced by edge effects, suspended particles, tortuosity, constrictions, and other factors, which makes numerical modeling extremely challenging. Nevertheless, understanding this behavior is essential for advances in both fundamental research and technological applications. Therefore, fast and accurate measurements of the filling fraction inside the membrane, together with microfluidic parameters and their temporal evolution, play a crucial and integral role in basic research within the field of microfluidics. The results of this work aim to exploit the advantages of holographic techniques for the precise characterization of both the fluid behavior within the porous structure and the structure itself.

On the other hand, since holographic reconstruction generates large volumes of data, it is essential to have tools that allow the efficient extraction of relevant information. In this context, deep learning has emerged as an innovative solution, enabling the analysis of large datasets and the identification of complex patterns. In this work, convolutional neural networks were implemented to retrieve phase information from holograms, reduce data dimensionality, and extract key features of the droplet evaporation process in contact with the membrane. Additionally, neural networks were developed to generate synthetic phase images, which will enable, in future studies, the prediction of system behavior under different initial conditions. This approach is particularly promising, as it will allow the development of microfluidic models and simulations for comparison with experimental results, thereby optimizing the rational design of devices based on nanostructured materials.

Índice de figuras

2.1. Propagación de una onda plana	11
2.2. Cosenos directores	11
2.3. Aproximación de Fresnel de una onda esférica.	12
2.4. Función de transmitancia	14
2.5. Apertura ubicada a una distancia d del plano de observación.	15
2.6. Registro y reconstrucción de un holograma	18
2.7. Interferómetro Mach-Zehnder en configuración transmisión	19
2.8. Ejemplo de holograma digital.	20
2.9. Imágenes gemelas y orden cero.	22
2.10. Esquema metodo PEA	24
2.11. Esquema de un microscopio holográfico digital en configuración transmisión	26
2.12. Esquema del brazo objeto del microscopio	27
2.13. Membrana de SP colocada entre dos films poliméricos.	29
2.14. Reactor de teflón para fabricación de membranas de SP.	30
2.15. Fabricación de membranas de SP	31
2.16. Muestras de SP-vista superior y frontal	32
2.17. Microscopio holográfico digital por reflexión	33
2.18. Holograma por reflexión	34
2.19. Interferencias multiples	34
3.1. Parámetros geométricos de una gota sésil.	37
3.2. modos de evaporación	39
3.3. Obtención de altura y volumen a partir de mapas de fase.	41
3.4. Fase de la gota sobre la membrana de SP.	42
3.5. Transformación polar.	43

3.6. Descripción del proceso para determinar el ángulo de contacto.	44
3.7. Evolución de las líneas de contorno durante el secado.	46
3.8. Variación temporal del radio equivalente para distintos sustratos.	48
3.9. Variación temporal de la altura de la gota.	48
3.10. Variación temporal de la altura máxima para distintos sustratos.	49
3.11. Variación temporal del volumen para distintos sustratos.	49
3.12. Mapas de altura y transformadas polares	51
3.13. Variación del radio y ángulo de contacto en tres direcciones para agua sobre SP. . . .	52
3.14. Variación del radio y ángulo de contacto para agua sobre portaobjetos.	54
4.1. Representación esquemática de una gota depositada sobre una membrana de SP. . . .	60
4.2. Fracción de llenado en el interior de una membrana nano-porosa.	61
4.3. Esquema experimental de un interferómetro Mach–Zehnder	65
4.4. Definición de zonas en la membrana.	67
4.5. Perfil fijo y delimitación de zonas con distinta fracción de llenado.	68
4.6. Variación de fase acumulada, relativa a la fase inicial ϕ_0	69
4.7. Distribución de la fracción de llenado f en el instante inicial del proceso de secado de una gota.	70
4.8. Fracción de llenado	71
4.9. Posición vs tiempo para una got de alcohol sobre SP.	72
4.10. Evolución temporal de la altura de la gota.	73
5.1. Obtención de un mapa de características de una imagen de entrada.	77
5.2. Ejemplo ilustrativo de un proceso de convolución entre una matriz de 8×8 y un filtro de 3×3 . La imagen de salida tiene un tamaño de 8×8	78
5.3. Esquema del funcionamiento de un autoencoder.	79
5.4. Funcionamiento de un autoencoder.	80
5.5. Implementación de stacking	81
5.6. Esquema ilustrativo de un perceptrón multicapa de dos capas.	82
5.7. Entrenamiento con imágenes de diferencia de fase	83
5.8. Variación de la función de pérdida vs épocas de entrenamiento.	84
5.9. Funcionamiento de una red que deriva	85
5.10. Función de pérdida para el entrenamiento de una red que derive.	86

5.11. Resultado del análisis de componentes principales	87
5.12. Imagen 1 simulada de forma artificial mediante el modelo de CNN.	87
5.13. Imagen 2 simulada de forma artificial mediante el modelo de CNN.	88

Capítulo 1

Introducción

1.1. Motivación y estado del arte

La evolución en investigación científica y tecnológica en diversas ramas ha impulsado el desarrollo de técnicas y métodos experimentales cada vez más eficientes y precisos. Entre ellos, los métodos ópticos constituyen un pilar fundamental debido a su capacidad de proporcionar información detallada sobre objetos y fenómenos. La capacidad de la luz para interactuar de múltiples maneras con los materiales de forma no invasiva, permite que estas técnicas sean rigurosas y versátiles, lo cual aumenta su potencial de aplicación [1–7].

En particular, la *holografía digital* (HD) es una herramienta muy valiosa en investigación debido a su capacidad para recuperar el frente de onda completo (amplitud y fase) de la luz emanada por un objeto. La información de fase puede traducirse a información de variaciones locales de índice de refracción o de espesor de la muestra. A su vez, su aplicación en el ámbito de la interferometría da lugar a la denominada interferometría holográfica digital (IHD) [8], y adaptándola al campo de la microscopía óptica (MO), conforma una técnica avanzada conocida como microscopía holográfica digital (MHD) [7]. La MHD se beneficia de las ventajas inherentes a la HD, al mismo tiempo que mantiene una resolución lateral limitada por difracción y una alta resolución axial determinada por el ruido de fase, alcanzando valores cercanos a 5 nm [7]. Al combinar IHD y MHD es posible detectar de forma interferométrica deformaciones, desplazamientos y variaciones locales en el índice de refracción [9, 10]. De esta manera, la MHD constituye una técnica poderosa para la cuantificación precisa de la fase de la luz al interactuar ésta con objetos microscópicos, tanto opacos como transparentes [11, 12]. El procesamiento computacional de un único holograma permite, en tanto, reconstruir el frente de onda proveniente del objeto en diferentes planos de observación, simulando el enfoque mecánico de la MO con una precisión significativamente mayor [7].

La implementación, tanto de la IHD como de la MHD abarca desde el área de la ciencia de los materiales condensados [13–16], pasando por la caracterización de microorganismos [17] y

partículas [2], el estudio de fluidos [18–21] hasta el ámbito de las ciencias biológicas [22], por mencionar algunos. En particular, ambas técnicas resultan útiles para el estudio de materiales micro- o nano-estructurados, los cuales son ampliamente investigados debido, principalmente, a numerosas aplicaciones tecnológicas en las que están involucrados [9, 23–27]. De hecho, los materiales nano-porosos son estructuras con actuales y potenciales aplicaciones en microfluídica [28], optofluídica, membranas de filtrado, nano-reactores, intercambiadores de iones, etc. [29–31]. Estos materiales poseen estructuras con tamaños menores a la longitud de onda de la luz visible (> 400 nm) y por lo tanto conforman un medio óptico efectivo, cuyas propiedades pueden ajustarse precisamente con procedimientos de fabricación controlados. Además, la susceptibilidad óptica que presentan al ser embebidos con un fluido los hace particularmente interesantes, dado que la misma puede ser cuantificada a partir del estudio de la evolución temporal del espesor óptico.

Debido a su morfología nano-porosa, el ingreso de un fluido en este tipo de materiales se da fundamentalmente por fuerzas capilares y comprender su comportamiento reviste especial interés, ya que puede estar condicionado por efectos de borde y confinamiento espacial, partículas en suspensión, etc., logrando que el flujo del fluido no siga las leyes newtonianas típicas del mundo macroscópico. En el caso más simple, y bajo la hipótesis de que la evaporación pueda despreciarse, la imbibición de un líquido en un medio poroso homogéneo se rige por el comportamiento del tipo difusivo descrito por Washburn [32] incluso a meso-escala. Sin embargo, debido al fenómeno de condensación capilar, los nanoporos aún pueden llenarse de líquido estando únicamente en contacto con la fase vapor. En consecuencia, en muchos casos la infiltración de líquidos en matrices porosas está dada por un mecanismo que involucra el transporte de líquido por capilaridad (tanto lateral como longitudinal) y el transporte de vapor por evaporación del frente líquido seguido de una condensación capilar [33].

Comprender la compleja interacción entre estos procesos y la forma en que determinan el perfil de fracción de llenado en el interior de la membrana es importante tanto para el diseño y la fabricación de dispositivos, como también para estudios teóricos fundamentales. Por un lado, en bio-medicina, las membranas nano-estructuradas se utilizan en dispositivos de diagnóstico rápido, sistemas de liberación controlada de fármacos [34, 35] y en la filtración de biomoléculas. En biotecnología, se emplean en la separación y purificación de compuestos químicos [36], así como en sensores avanzados para detectar contaminantes en agua o aire; en el campo de la electrónica se encuentran en dispositivos de almacenamiento de energía, como baterías y supercondensadores [37], así como en pantallas y sensores de alta sensibilidad. Por otro lado, la dinámica del llenado capilar en estructuras nanoporosas y, en particular, del perfil de la fracción de llenado a lo largo del frente de mojado ha sido propuesta como un posible método para caracterizar la distribución de tamaños de poro de la estructura [38–40].

En los últimos años, se ha dedicado un esfuerzo significativo a la investigación de los fenómenos de imbibición capilar mediante diversos enfoques experimentales, entre los cuales

se destacan: la condensación y posterior evaporación de una gota colocada en las proximidades de la muestra [41], la deposición directa de una gota sobre ella [42–44] y la condensación a partir de un campo de vapor generado en torno a la gota. Para ello, se emplearon técnicas como la microscopía óptica (MO) [33,42], microscopía electrónica de barrido (SEM) [44], porosimetría elipsométrica ambiental [45], tomografía de coherencia óptica [40] e interferometría láser [46].

Por otro lado, el estudio de la evaporación de una gota sésil expuesta al ambiente es un tema de notable interés científico, fundamental para la comprensión de numerosos procesos físicos y biológicos, y para el desarrollo de diversas aplicaciones tecnológicas. Uno de los modelos matemáticos más comúnmente utilizados para describir la evaporación de gotas sobre superficies planas es el modelo limitado por difusión [47]. Si bien éste supone que una gota de líquido puede modelarse como un casquete esférico y que la superficie no es porosa, aún puede adaptarse a procesos más complejos de evaporación y transferencia de calor no estacionarios, bajo las condiciones físicas adecuadas. En una gota sésil, el área mojada está delimitada por la llamada línea de contacto, caracterizada por el ángulo de contacto, el radio de contacto y la altura de la gota. A medida que la gota se evapora, su geometría se modifica por la pérdida de masa, lo que da lugar a distintos modos de evaporación que corresponden a suposiciones idealizadas del comportamiento tanto del radio de contacto como del ángulo de contacto. Los modos extremos más simples son el modo de radio de contacto constante (RCC), donde la línea de contacto permanece fija y el ángulo de contacto disminuye hasta cero, y el modo de ángulo de contacto constante (ACC), donde la línea de contacto retrocede manteniendo el ángulo de contacto fijo mientras el radio de la gota disminuye a cero. Sin embargo, en la práctica, las gotas pueden evolucionar en modos intermedios o combinados. Por ello, el estudio experimental de la evolución de estos parámetros es de especial interés.

Es así que el estudio de la dinámica de secado y evaporación de gotas expuestas al ambiente sobre sustratos nanoporosos constituyen un problema complejo, ya que involucra simultáneamente la evaporación en la interfase líquido–aire y la imbibición capilar dentro de la red porosa. Su descripción requiere conocer tanto la evolución temporal de la fracción de llenado en el interior de la membrana como la morfología tridimensional de la gota. En el contexto de este trabajo, las técnicas holográficas emergen como candidatas a “soldar” esta problemática dual, al recuperar cuantitativamente el campo óptico complejo y reconstruir mapas tridimensionales de amplitud y fase de manera no invasiva, con alta resolución espacial y temporal.

Por otro lado, las secuencias de datos registradas suelen abarcar una cantidad numerosa de hologramas, y, en consecuencia, resulta útil contar con técnicas que permitan procesar grandes volúmenes de información. Una herramienta que evoluciona constantemente es el aprendizaje profundo de datos [48], inspirado en la estructura y el funcionamiento del cerebro humano. Éste se basa en redes neuronales (RN) artificiales conectadas entre sí, que se utilizan para aprender representaciones jerárquicas de los datos mediante un proceso de entrenamiento que ajusta los pesos de las conexiones entre las mismas. Las RN se organizan en capas: capas

iniciales (o de entrada) que reciben los datos, capas ocultas que transforman progresivamente estos datos a medida que avanzan de una capa a otra, y capas finales (o de salida) que entregan el resultado. Cada una de las capas ocultas aprende un nivel de abstracción o una representación diferente del dato de entrada. En las primeras capas, la red puede aprender características simples (como bordes en una imagen, por ejemplo). A medida que los datos avanzan por las capas más profundas, la red puede combinar esas características simples para aprender representaciones más complejas y abstractas, como formas o patrones más complejos [49].

En particular, en los últimos años, en holografía se han utilizado técnicas de aprendizaje supervisado principalmente con fines de clasificación [50–52] o recuperación de la fase [53], desenvolvimiento de fase [54], autofocus [55] o compensación de aberraciones ópticas [56]. Sin embargo, algunos trabajos dan cuenta del avance de su uso para generar modelos no supervisados de reconstrucción holográfica, o de formación de imágenes, a partir de modelos físicos [56–58]. En este trabajo, se implementan RN convolucionales de tipo autoencoders, para reducir la dimensionalidad de la información obtenida mediante holografía, con el fin de extraer características fundamentales del proceso de secado analizando una cantidad considerablemente menor de datos. Del mismo modo, en caso de poder representar cada imagen de fase mediante un conjunto limitado de datos, también sería factible, variando estos valores, generar o simular imágenes de fase artificiales. En consecuencia, estos avances abren la posibilidad de predecir el comportamiento de un sistema, a partir de un estado inicial, permitiendo el desarrollo de modelos microfluídicos o experimentos simulados, para luego compararlos con el experimento real.

1.2. Objetivos

Objetivo general

Implementar técnicas ópticas no invasivas para el estudio experimental de la dinámica de evaporación de gotas sobre medios nanoestructurados y sustratos sólidos.

Objetivos específicos

- Desarrollar y aplicar técnicas holográficas para estudiar y caracterizar fenómenos asociados a la dinámica de líquidos en contacto con membranas porosas nanoestructuradas de SP, integrando las técnicas de HD, IHD y MHD.
- Diseñar y optimizar los sistemas experimentales para el registro y la reconstrucción de hologramas digitales.
- Desarrollar un método que permita determinar la evolución de la fracción de llenado de

estructuras porosas en función del tiempo y caracterizar el proceso de secado de las mismas.

- Establecer un protocolo para obtener parámetros microfluídicos específicos, que permitan describir el proceso de evaporación de una gota sobre una superficie.
- Implementar técnicas de aprendizaje profundo para analizar imágenes obtenidas mediante las técnicas holográficas y generar imágenes artificiales que podrían ser de utilidad para realizar simulaciones controladas y/o corregir modelos teóricos.

1.3. Metodología

Para alcanzar los objetivos propuestos se unificaron las técnicas HD, IHD y MHD para la implementación de un sistema experimental que permita caracterizar procesos microfluídicos en estructuras micro- o nano-porosas.

1.3.1. Muestras

Existen diversas técnicas de fabricación de membranas de SP; la más conocida, empleada en este trabajo, es mediante anodizado electroquímico de obleas de silicio [59]. Otras técnicas, menos conocidas, son litografía interferométrica láser (LIL) [60], procesamiento por chispa [61] y el grabado con haz de iones enfocado (FIB) [62]. La fabricación de las membranas mediante anodizado electroquímico permite construir secuencias de capas de diferentes porosidades y espesores al controlar dos parámetros: la corriente y el tiempo de anodizado para cada capa en forma independiente [63]. Esto posibilita construir multicapas a partir de la variación de la corriente de anodizado. En particular, para la fabricación de películas delgadas de SP mesoporoso se realiza un anodizado electroquímico de obleas de silicio tipo *p* utilizando una solución de ácido fluorhídrico en etanol y agua. Los espesores y porosidades de las capas porosas se controlan mediante el diseño de un perfil de corriente-tiempo optimizado a partir de la retroalimentación. Posteriormente, las muestras se caracterizan en base a mediciones del espectro de reflectancia y transmitancia, junto con técnicas de microscopía óptica convencional, SEM y de fuerza atómica. Estos análisis permiten determinar la porosidad, la función dieléctrica compleja y los espesores correspondientes. De esta manera se conocen *a priori* las características físicas de las membranas nanoporosas, lo cual permite su posterior contraste con la caracterización realizada mediante la implementación de técnicas holográficas.

En este trabajo se utilizaron membranas fabricadas mediante una corriente fija de 20 mA para obtener una porosidad del 77 % y un tiempo de anodizado de 360 s para generar membranas de 5 μm de espesor. Un pulso de alta corriente al final del proceso de anodizado permite que la membrana se desprege del sustrato de silicio cristalino (c-Si). La membrana de SP resultante, auto sostenida, es depositada sobre un portaobjetos de vidrio para estudios posteriores.

1.3.2. Aplicación de las técnicas holográficas al estudio de procesos dinámicos

Se estudió la evaporación de gotas sésiles de líquidos con diferentes características (viscosidad, tensión superficial, densidad, etc.) sobre superficies sólidas (portaobjetos) y porosas (membranas nanoporosas de silicio), utilizando técnicas holográficas. Para ello, se empleó un interferómetro de Mach-Zehnder con configuración fuera de eje y por transmisión, iluminado por un haz láser de He-Ne.

Cuando el haz de luz atraviesa la muestra, modifica su fase. La información de fase de la luz se relaciona con el espesor óptico del objeto de estudio, lo cual permite monitorear la dinámica de la evaporación del líquido sobre la superficie correspondiente.

Combinando MHD y IHD, se estudió la dinámica de secado de una gota de alcohol isobutílico sobre una superficie nano-porosa, mediante el mapeo de la fracción de llenado dentro de la membrana. En tanto, la HD en combinación con IHD se implementó para analizar la evolución del ángulo de contacto, el radio, el volumen y la altura de una gota de líquido depositada sobre un sustrato, durante el proceso de secado. En particular, se trabajó con gotas de agua destilada y de alcohol isobutílico depositadas sobre dos tipos de sustratos: una membrana de SP nanoestructurado y un portaobjetos de vidrio.

Dado que cada proceso de secado genera una gran cantidad de hologramas digitales y, por tanto, una extensa serie temporal de datos, se recurrió al uso de herramientas de inteligencia artificial para su procesamiento. En particular, se entrenó un autoencoder basado en RN para aprender representaciones comprimidas de las imágenes de fase. Esta estrategia no solo permitió reducir la dimensionalidad de los datos, sino también establecer una base para predecir el comportamiento del líquido durante el secado y generar imágenes simuladas de otros procesos similares, con el fin de profundizar en la comprensión de los mecanismos microfluídicos involucrados.

1.4. Organización de la tesis

En el Capítulo 2 de este trabajo se exponen los fundamentos teóricos que sustentan la aplicación de las técnicas ópticas utilizadas: HD, MHD e IHD. Se presentan los conceptos básicos para comprender adecuadamente cada técnica, proporcionando el marco teórico necesario para el desarrollo de los capítulos posteriores. Se introduce una descripción detallada de los principios físicos en los que se basan estas metodologías, abordando tanto el fenómeno de la interferencia como el de la difracción, esenciales para la formación y posterior análisis de los hologramas. También se detalla el procedimiento de reconstrucción numérica de los hologramas, incluyendo las herramientas matemáticas necesarias para obtener las imágenes reconstruidas, definiendo

los criterios que guiarán el procesamiento y análisis de los datos.

En el Capítulo 3, se introduce la HD en combinación con IHD como técnica óptica avanzada para llevar a cabo la caracterización del ángulo y radio de contacto, altura y volumen de una gota de agua destilada sobre una superficie, a medida que ésta se retrae. Se realiza una descripción detallada del montaje experimental diseñado específicamente para esta tarea, incluyendo los componentes ópticos y electrónicos y el sistema de adquisición de imágenes. Asimismo, se detallan los procedimientos de registro y reconstrucción numérica empleados para la extracción de los parámetros relevantes.

En el Capítulo 4 se combinan MHD con IHD para estudiar, con alta resolución espacial y temporal, la variación de la fracción de llenado de un líquido en el interior de una membrana nano-porosa. Para este estudio, se emplea un dispositivo experimental que introduce modificaciones al sistema del Capítulo 3, optimizando su sensibilidad y maximizando su capacidad de revelar variaciones sutiles en la distribución del líquido. Se describe en detalle el procedimiento de adquisición de datos, desde la preparación de la muestra hasta la captura de los hologramas, así como las etapas de procesamiento numérico aplicadas para reconstruir las imágenes y la extracción de la información interferométrica. Finalmente, se presentan y analizan los resultados, los cuales permiten evaluar cómo varía la fracción de llenado, aportando una comprensión más profunda del comportamiento del líquido en un medio nanoestructurado.

En el Capítulo 5 se aborda el análisis de la información registrada experimentalmente en el Capítulo 4, aplicando técnicas de aprendizaje profundo basadas en RN. Este enfoque tiene como objetivo explorar nuevas estrategias de procesamiento y extracción de patrones en los datos interferométricos obtenidos previamente. Se brinda una descripción detallada de las arquitecturas de RN empleadas, incluyendo tanto modelos convolucionales como otras variantes especializadas en el reconocimiento de características espaciales complejas en imágenes de fase. Asimismo, se presentan los resultados para cada configuración de red, analizando su potencial como herramienta complementaria a las técnicas ópticas convencionales, abriendo nuevas perspectivas para el procesamiento automatizado de datos en sistemas complejos como los estudiados en este trabajo.

En el Capítulo 6 se lleva a cabo un análisis detallado de los resultados del trabajo realizado, considerando los distintos métodos empleados y evaluando su eficacia en relación a los objetivos planteados.

Finalmente, en el Capítulo 7, se presentan las perspectivas a futuro, identificando oportunidades de mejora, aplicaciones potenciales y nuevas líneas de investigación que podrían derivarse de estos hallazgos.

Capítulo 2

Fundamentos Teóricos de la Metrología Óptica

2.1. Fundamentos ópticos

En esta sección se presenta la teoría básica del proceso holográfico. Se comenzará con la definición de *perturbación óptica*, entendida como la representación matemática de una onda de luz que se propaga en el espacio, para continuar con el registro y la reconstrucción de un holograma digital, siguiendo los fundamentos de la teoría escalar de la difracción. Se explican los principios físicos que permiten codificar la información tridimensional de un objeto en un holograma bidimensional, así como los métodos empleados para recuperar tanto la amplitud como la fase del frente de onda a partir de un solo holograma. Estos conceptos son esenciales para comprender tanto el funcionamiento de los sistemas holográficos como su capacidad para realizar reconstrucciones cuantitativas y precisas de las características ópticas del objeto analizado.

2.1.1. Amplitud compleja de la luz

En la teoría electromagnética la luz se define como una oscilación electromagnética transversal, cuyos campos eléctrico y magnético oscilan perpendicularmente a la dirección de propagación de la perturbación. Los medios de registro usados en holografía responden primordialmente al campo eléctrico $\vec{E}$, por lo que restringiremos nuestra atención a este campo [64]. Al ser $\vec{E}$ un vector, éste puede oscilar en cualquier dirección, siempre que sea perpendicular a la dirección de propagación. Por consiguiente, para simplificar el modelado matemático de la propagación de la luz, se considera una única componente del campo $\vec{E}$, lo cual permite tratar la luz como un fenómeno escalar. Asimismo, se asume que cualquier otra componente de interés puede analizarse de forma independiente, siguiendo un tratamiento análogo. Al descartarse la naturaleza

vectorial del campo eléctrico, resulta factible reemplazar $\vec{E}$ por una cantidad escalar $u(x, y, z, t)$ denominada *perturbación óptica*, permitiendo definir, en el caso más general, una onda de luz mediante la siguiente relación

$$u(x, y, z, t) = \text{Re} \{U(x, y, z) \exp(i\omega t)\}, \quad (2.1)$$

donde ω es la frecuencia angular en rad/s, relacionada con la frecuencia ν en Hz mediante $\omega = 2\pi\nu$. La cantidad $U(x, y, z)$ se denomina amplitud compleja de la luz y está dada por

$$U(x, y, z) = a(x, y, z) \exp [i\phi(x, y, z)], \quad (2.2)$$

siendo $a(x, y, z)$ la **amplitud** real de la onda y $\phi(x, y, z)$ la **fase** espacial. Dado que las frecuencias temporales de la luz son extremadamente altas, no es necesario incluir explícitamente la dependencia temporal $\exp(i\omega t)$. En cambio, la amplitud compleja $U(x, y, z)$ encapsula toda la información relevante sobre la estructura espacial de las ondas de luz, lo cual es fundamental para nuestro análisis. Cada vez que la luz atraviesa o es reflejada por un objeto, tanto su amplitud como su fase pueden verse modificadas. La medición de estas variaciones permite obtener información acerca de las propiedades físicas de la muestra.

2.1.2. Amplitud compleja y fase de ondas planas y esféricas

La Ecuación (2.1) constituye la forma más general para describir una perturbación óptica en el espacio. Sin embargo, los modelos de ondas *planas* y *esféricas* representan idealizaciones teóricas ampliamente utilizadas en la teoría de propagación de la luz, por lo que se describen a continuación.

Una onda plana linealmente polarizada es aquella cuya fase tiene el mismo valor sobre un plano normal a la dirección de propagación en cualquier instante de tiempo (ver Figura 2.1) y en cualquier punto de ese plano la dirección de $\vec{E}$ es la misma. De este modo, para una onda plana se tiene $\phi(x, y, z) = \vec{k} \cdot \vec{r} + \phi_0$, donde $\vec{k}$ es el vector de propagación (indica la dirección en la que viaja la onda plana y tiene magnitud igual al número de onda $k = 2\pi/\lambda$), $\vec{r}$ es el vector posición de algún punto P en el espacio y ϕ_0 la constante de fase o fase inicial de la onda. En consecuencia, para una onda plana se tiene que $\vec{k} \cdot \vec{r} = \text{cte}$. En este caso, $\vec{r} = x\hat{x} + y\hat{y} + z\hat{z}$ y $\vec{k} = k_x\hat{x} + k_y\hat{y} + k_z\hat{z}$, con lo cual: $\vec{k} \cdot \vec{r} = k_x x + k_y y + k_z z$ define un plano de fase constante. Por lo tanto, la amplitud compleja de una onda plana de amplitud a está dada por la expresión

$$U(x, y, z) = a \exp \left[i(\vec{k} \cdot \vec{r} + \phi_0) \right]. \quad (2.3)$$

Considerando el sistema coordenado de la Figura 2.2, la Ecuación (2.3) resulta

$$U(x, y, z) = a(x, y, z) \exp \left[2\pi i \left(\frac{\cos \alpha}{\lambda} x + \frac{\cos \beta}{\lambda} y + \frac{\cos \gamma}{\lambda} z \right) \right], \quad (2.4)$$

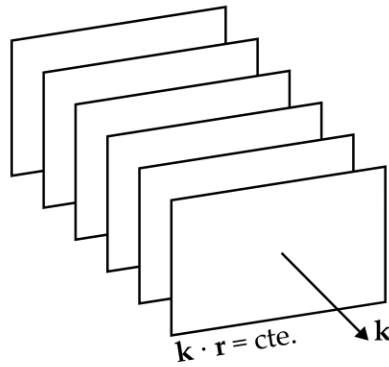


Figura 2.1: Propagación de una onda plana: frentes de onda planos (donde la fase es constante).

donde α , β y γ son los ángulos que forma el vector de onda con los ejes x , y y z respectivamente y $\cos \alpha$, $\cos \beta$ y $\cos \gamma$ se conocen como cosenos directores de la onda. Alternativamente, esta ecuación puede escribirse en términos de las frecuencias espaciales con las que los sucesivos frentes de onda interceptan a los planos xy y zy , mediante la expresión

$$U(x, y, z) = a(x, y, z) \exp [2\pi i(f_x x + f_y y + f_z z)], \quad (2.5)$$

siempre que se cumpla

$$f_x^2 + f_y^2 + f_z^2 = \frac{1}{\lambda^2}. \quad (2.6)$$

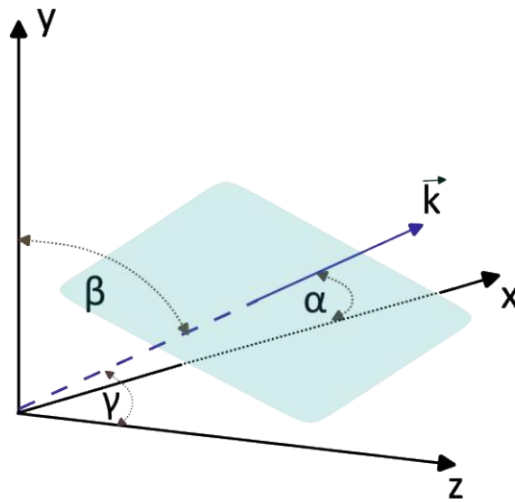


Figura 2.2: Dirección de propagación de la luz dada por los ángulos α , β y γ .

Por otro lado, la amplitud compleja de una onda esférica emitida por una fuente puntual está dada por

$$U = \frac{a}{r} \exp(ikr), \quad (2.7)$$

con r la distancia radial desde un punto fuente a un punto de observación P . De esta relación se advierte que la amplitud de la onda decrece conforme la distancia de P al punto fuente aumenta

y que la fase de la onda es constante cuando $r = \text{cte.}$, es decir que los frentes de onda son esferas centradas en el punto fuente.

Sea un punto fuente ubicado sobre el plano x_0y_0 , de coordenadas (x_0, y_0) (ver Figura 2.3); la distancia radial a un punto P dentro del plano xy , ubicado a una distancia z del plano x_0y_0 es

$$r = \sqrt{z^2 + (x - x_0)^2 + (y - y_0)^2}. \quad (2.8)$$

Cuando la distancia z es mucho mayor que las dimensiones laterales $(x - x_0)$ e $(y - y_0)$, puede hacerse $r \approx z$ en el denominador de la Ecuación (2.7). Sin embargo, esta aproximación no resulta adecuada en el argumento de la exponencial, ya que los errores resultantes se multiplican por el factor $k = 2\pi/\lambda$, con valores grandes del orden de $\sim 10^7$ rad/m, originando errores de fase considerables. Para este caso, resulta conveniente la *aproximación de Fresnel*, en la que se reemplaza r por los primeros términos de su expansión binomial

$$r = z \sqrt{1 + \frac{(x - x_0)^2}{z^2} + \frac{(y - y_0)^2}{z^2}} \approx z \left[1 + \frac{1}{2} \left(\frac{x - x_0}{z} \right)^2 + \frac{1}{2} \left(\frac{y - y_0}{z} \right)^2 \right]. \quad (2.9)$$

De esta manera, la amplitud compleja de una onda esférica en el plano xy queda

$$U(x, y, z) = \frac{a}{z} \exp(ikz) \exp \left\{ i \frac{k}{2z} [(x - x_0)^2 + (y - y_0)^2] \right\}. \quad (2.10)$$

De las Ecuaciones (2.3) y (2.7), es evidente que la fase de una onda monocromática puede modificarse tanto por el simple hecho de que la luz se propaga en el espacio, o bien debido a cambios en $k = 2\pi/\lambda$, esto es, a cambios en la longitud de onda λ . Esto último ocurre cuando la luz atraviesa un medio diferente del vacío.

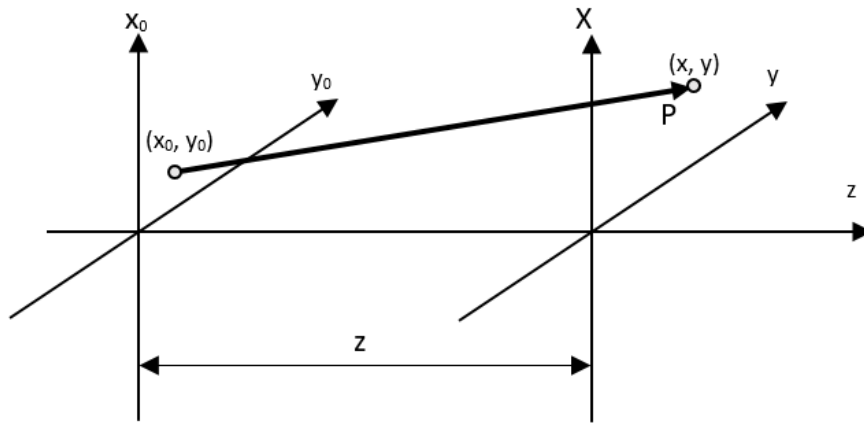


Figura 2.3: Aproximación de Fresnel de una onda esférica.

En este caso, la velocidad de la luz disminuye y, por lo tanto, la longitud de onda también. El cambio en la velocidad de propagación depende del medio y queda cuantificado mediante el *índice de refracción*, $n = c/v$, con v la velocidad de propagación en el medio y c la velocidad

de propagación en el vacío. En tanto, la longitud de onda λ en un medio, se relaciona con la longitud de onda λ_0 en el vacío mediante $\lambda = \lambda_0/n$. Así, las expresiones para la fase de la luz en las Ecuaciones (2.3) y (2.7), se modifican según

$$\phi_{\text{plana}} = n\vec{k} \cdot \vec{r} \quad (2.11)$$

para una onda plana y

$$\phi_{\text{esferica}} = nkr \quad (2.12)$$

para una onda esférica, siendo $k = 2\pi/\lambda_0$ igual al número de onda para la luz en el vacío. En términos generales, el índice de refracción de cualquier medio transparente se altera ante cambios de temperatura, concentración, etc. y, consecuentemente, también lo hace la fase. Al medir estas alteraciones, es posible medir indirectamente el estado de los objetos bajo estudio.

Estos aspectos pueden compactarse al expresar la fase en términos de una cantidad útil denominada *longitud de camino óptico*, LCO, dada por

$$\text{LCO} = n \text{ LCG}, \quad (2.13)$$

con LCG, la *longitud de camino geométrico* recorrido por la luz, de modo que, $\phi = k \text{ LCO}$ o, en términos generales

$$\phi(x, y) = \int_0^d n(x, y) dz \quad (2.14)$$

donde d representa el espesor de la muestra y $n(x, y)$ el índice de refracción efectivo, que tiene en cuenta la contribución de los distintos constituyentes del medio bajo estudio (por ejemplo, matriz sólida y poros eventualmente ocupados por aire o líquido), promediando las variaciones microscópicas del índice de refracción dentro del volumen iluminado.

Cuando el espesor y la porosidad de la muestra, junto con los índices de refracción efectivos involucrados, pueden considerarse constantes, la expresión anterior se reduce a

$$\phi(x, y) \approx n(x, y)d \quad (2.15)$$

2.1.3. Difracción de la luz

Cuando la luz atraviesa un objeto de transmisión (como una placa fotográfica, una red de difracción o, a nuestros propósitos, un holograma o una matriz porosa), modifica su amplitud compleja. En general, los objetos de transmisión pueden afectar tanto la amplitud, como la fase de la luz. La función que representa esta alteración se define como amplitud de transmitancia $t(x, y)$. Para un objeto de transmisión sobre el el plano xy se tiene que (Figura 2.4)

$$U_0(x, y) = t(x, y)U_i(x, y), \quad (2.16)$$

donde $U_i(x, y)$ es el campo incidente y $U_0(x, y)$ es el campo inmediatamente después del objeto.

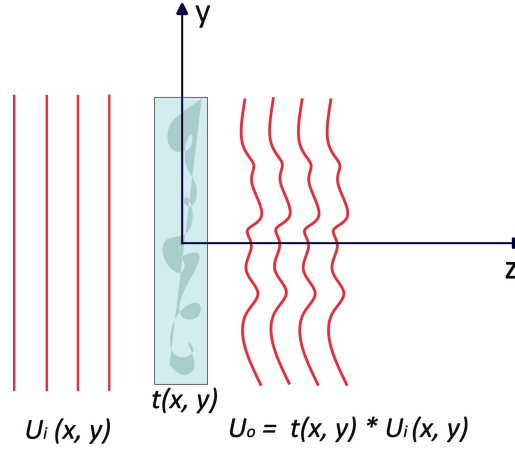


Figura 2.4: Campo generado por la difracción de la luz en un objeto de transmisión.

Si el objeto altera únicamente la fase de la luz se denomina *objeto de fase*, mientras que si altera solo su amplitud es un *objeto de amplitud*.

Para conocer la amplitud compleja a una distancia $z = d$ del objeto es necesario hacer uso del formalismo matemático propuesto por Sommerfeld en su *teoría escalar de la difracción*. Los fundamentos, aproximaciones y alcances de esta teoría se pueden encontrar con gran detalle en [64]. En particular, en este trabajo nos enfocaremos en el método de la *propagación del espectro angular (PEA)*, que propaga hasta la distancia de interés el espectro del campo en lugar del propio campo, para luego recuperar el campo propagado mediante una transformada de Fourier inversa. El formalismo de la PEA permite conocer cómo cambia la estructura de la perturbación óptica a medida que se desplaza por el espacio, habiendo sido difractada por algún objeto de transmitancia.

2.1.4. Propagación del espectro angular (PEA)

Consideremos la difracción por una apertura Σ en una pantalla opaca, plana e infinita ubicada en el plano xy de la Figura 2.5. Sobre este plano, ubicado en $z = 0$, la amplitud del campo es

$$U(x, y, 0) = U(x, y), \quad (2.17)$$

que puede expresarse en términos de su espectro angular mediante

$$U(x, y) = \iint_{-\infty}^{\infty} A_0(f_x, f_y) \exp [2\pi i(f_x x + f_y y)] df_x df_y. \quad (2.18)$$

La Ecuación (2.18) muestra a $U(x, y)$ como una colección infinita de funciones exponenciales más simples, ondas planas (Ver Ecuaciones (2.4) y (2.5)), cada una de las cuales tiene una

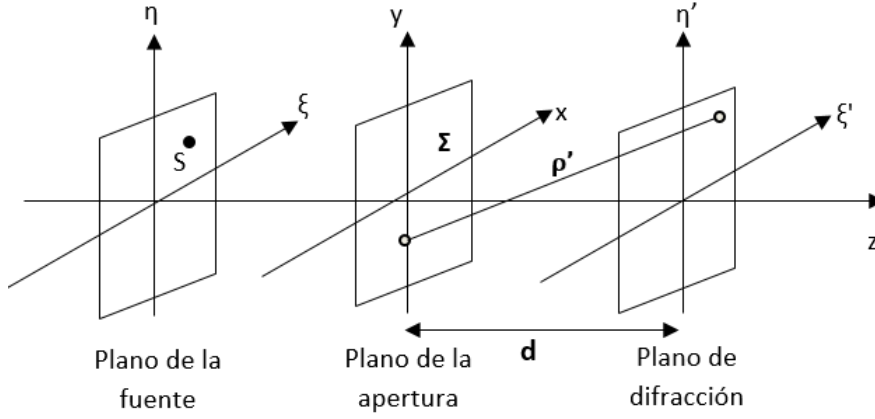


Figura 2.5: Apertura ubicada a una distancia d del plano de observación.

amplitud $A_0(f_x, f_y)$, dada por transformada de Fourier de U en el plano xy :

$$A_0(f_x, f_y) = \iint_{-\infty}^{\infty} U(x, y) \exp[-2\pi i(f_x x + f_y y)] dx dy. \quad (2.19)$$

Las frecuencias f_x, f_y están relacionadas con los cosenos directores definidos en la Sección 2.1.2 mediante

$$\cos \gamma = \sqrt{1 - \cos^2 \alpha - \cos^2 \beta}. \quad (2.20)$$

Por lo tanto, en $z = 0$ la exponencial compleja $\exp[2\pi i(f_x x + f_y y)]$ de la Ecuación (2.18) puede considerarse como una onda plana que se propaga según los cosenos directores: $\cos \alpha = \lambda f_x$, $\cos \beta = \lambda f_y$ y $\cos \gamma = \sqrt{1 - (\lambda f_x)^2 - (\lambda f_y)^2}$.

Sea $\psi(\xi', \eta')$, la perturbación en un plano $\xi'\eta'$ paralelo al plano xy a una distancia $z = d$. Análogamente, el campo propagado puede expresarse en términos de su espectro angular según

$$\begin{aligned} \psi(\xi', \eta') &= U(\xi', \eta', z = d) \\ &= \iint_{-\infty}^{\infty} A\left(\frac{\cos \alpha}{\lambda}, \frac{\cos \beta}{\lambda}, d\right) \exp\left[2\pi i\left(\frac{\cos \alpha}{\lambda}\xi' + \frac{\cos \beta}{\lambda}\eta'\right)\right] d\left(\frac{\cos \alpha}{\lambda}\right) d\left(\frac{\cos \beta}{\lambda}\right), \end{aligned} \quad (2.21)$$

siendo

$$A\left(\frac{\cos \alpha}{\lambda}, \frac{\cos \beta}{\lambda}, d\right) = \iint_{-\infty}^{\infty} \psi(\xi', \eta') \exp\left[-2\pi i\left(\frac{\cos \alpha}{\lambda}\xi' + \frac{\cos \beta}{\lambda}\eta'\right)\right] d\xi' d\eta'. \quad (2.22)$$

De esta manera, los efectos de la propagación de la perturbación óptica sobre el espectro angular desde el plano xy al plano ξ', η' quedarán completamente caracterizados al encontrar la relación entre $A(\cos \alpha/\lambda, \cos \beta/\lambda, 0)$ y $A(\cos \alpha/\lambda, \cos \beta/\lambda, d)$, los espectros en el plano xy y en el plano $\psi(\xi', \eta')$, respectivamente. Se puede demostrar [64] que esta relación es

$$\begin{aligned} A\left(\frac{\cos \alpha}{\lambda}, \frac{\cos \beta}{\lambda}, d\right) &= A_0\left(\frac{\cos \alpha}{\lambda}, \frac{\cos \beta}{\lambda}, 0\right) \exp\left(i\frac{2\pi}{\lambda}d \cos \gamma\right) \\ &= A_0\left(\frac{\cos \alpha}{\lambda}, \frac{\cos \beta}{\lambda}, 0\right) \exp\left(i\frac{2\pi}{\lambda}d \sqrt{1 - \cos^2 \alpha - \cos^2 \beta}\right). \end{aligned} \quad (2.23)$$

Este resultado muestra que cuando el campo se propaga una distancia $z = d$ del objeto de transmitancia, surge un cambio en las fases relativas de las distintas componentes del espectro angular. Entonces, como cada onda plana se propaga con un ángulo particular, cada una recorre una distancia diferente hasta alcanzar el punto sobre la pantalla de observación. De esta manera se introduce un retardo de fase entre las diferentes ondas. Combinando las Ecuaciones (2.21) y (2.23) resulta

$$\psi(\xi', \eta') = \iint_{-\infty}^{\infty} A_0 \left(\frac{\cos \alpha}{\lambda}, \frac{\cos \beta}{\lambda}, 0 \right) \exp \left[i \frac{2\pi}{\lambda} d \sqrt{1 - \cos^2 \alpha - \cos^2 \beta} \right] \cdot \exp \left[2\pi i \left(\frac{\cos \alpha}{\lambda} \xi' + \frac{\cos \beta}{\lambda} \eta' \right) \right] d \left(\frac{\cos \alpha}{\lambda} \right) d \left(\frac{\cos \beta}{\lambda} \right), \quad (2.24)$$

o bien, en forma más compacta,

$$\psi(\xi', \eta') = \mathcal{F}^{-1} \left\{ \mathcal{F} \{ U(x, y) \} \exp \left(i \frac{2\pi}{\lambda} d \sqrt{1 - \cos^2 \alpha - \cos^2 \beta} \right) \right\}. \quad (2.25)$$

con $\mathcal{F}$ y $\mathcal{F}^{-1}$ denotando el operador designado para transformada de Fourier y la Transformada de Fourier inversa respectivamente.

Finalmente, analicemos la situación particular en la cual la perturbación óptica atraviesa una apertura difractante. Para ello consideremos un campo que incide sobre una apertura Σ contenida en una placa opaca ubicada sobre el plano xy . Si la apertura difractante se encuentra caracterizada mediante una función $t(x, y)$, el campo inmediatamente detrás de la apertura estará dado por

$$U_0(x, y) = U(x, y, 0) = t(x, y)U_i(x, y, 0).$$

El espectro angular correspondiente a este campo es

$$A_t \left(\frac{\cos \alpha}{\lambda}, \frac{\cos \beta}{\lambda}, 0 \right) = \mathcal{F} \{ U_0(x, y) \} = \mathcal{F} \{ t(x, y)U_i(x, y) \}.$$

Propagando este campo hasta una distancia $z = d$ de la apertura resulta

$$\begin{aligned} A \left(\frac{\cos \alpha}{\lambda}, \frac{\cos \beta}{\lambda}, d \right) &= A_t \left(\frac{\cos \alpha}{\lambda}, \frac{\cos \beta}{\lambda}, 0 \right) \exp \left(i \frac{2\pi}{\lambda} d \cos \gamma \right) \\ &= \mathcal{F} \{ t(x, y)U_i(x, y) \} \exp \left(i \frac{2\pi}{\lambda} d \sqrt{1 - \cos^2 \alpha - \cos^2 \beta} \right), \end{aligned} \quad (2.26)$$

y el campo óptico en este plano será

$$\psi(\xi', \eta') = \mathcal{F}^{-1} \left\{ \mathcal{F} \{ t(x, y)U_i(x, y) \} \exp \left(i \frac{2\pi}{\lambda} d \sqrt{1 - \cos^2 \alpha - \cos^2 \beta} \right) \right\}. \quad (2.27)$$

Resulta evidente entonces que la presencia de una apertura difractante produce un ensanchamiento en el espectro angular de la perturbación, es decir: mientras más angosta sea la apertura, los órdenes del espectro detrás de la apertura aparecerán más separados.

2.2. Holografía digital

La holografía es, por excelencia, una técnica que permite registrar y reconstruir el frente de onda completo de la luz proveniente de un objeto. Presentada por Dennis Gabor en 1947 [65], nació como una técnica para mejorar la microscopía electrónica; en particular, los problemas de distorsión de imagen y resolución de los microscopios electrónicos que habían permitido aumentar en 100 veces el poder de resolución de los mejores microscopios ópticos.

Los principios básicos de la holografía se basan en dos fenómenos de la naturaleza ondulatoria de la luz: **interferencia** y **difracción**. En esencia, la técnica consiste en un proceso en dos etapas: en la primera, conocida como “etapa de registro”, un diagrama de interferencia entre un haz de electrones objeto (onda objeto) y un “fondo coherente” (onda de referencia) se registra en un soporte adecuado (placa fotográfica, en holografía convencional y sensor digital, en holografía digital). Este patrón, denominado **holograma**, del griego “*holos*”, que significa “*todo*”, contiene información tanto de amplitud como de fase de la onda interactuante con el objeto. En la segunda etapa o “*reconstrucción del holograma*”, éste se comporta como “un objeto difractante” que al ser iluminado de manera adecuada difracta la luz de modo que reconstruye el frente de onda original.

Si bien esta técnica no pudo ser implementada con éxito en sus orígenes, la invención de la luz láser, altamente coherente y las contribuciones de Yuri Denisyuk (en la antigua Unión Soviética) y Emmett Leith (en Estados Unidos) abrieron el mundo de la holografía al mundo real de los objetos tridimensionales y dieron lugar a un gran número de aplicaciones científicas y tecnológicas en áreas muy diversas. Esto le valió a Gabor el Premio Nobel de Física en 1971 [66].

A modo ilustrativo, en la Figura 2.6 se esquematiza el proceso convencional del método holográfico [66]. La primera etapa ilustra el **registro** del holograma, en la que se registra la interferencia entre dos ondas coherentes de luz sobre un medio fotosensible: una onda de referencia E_R que se propaga libremente por el aire y una onda objeto E_O que en su camino se refleja en la muestra bajo estudio alterando, en consecuencia, su fase.

En tanto, la etapa de **reconstrucción** del holograma, ilustra la iluminación de la placa holográfica, luego de revelada, con una onda de referencia E'_R que se difracta (Figura 2.6) en tres ondas bien definidas: un *orden cero de difracción*, que atraviesa el holograma sin desviarse de su trayectoria, y otras dos ondas, que constituyen *imágenes gemelas* (o conjugadas), una real y otra virtual, y reproducen claramente la onda del objeto original tanto en amplitud como en fase.

En holografía digital (HD), el soporte de registro (placa fotográfica) se reemplaza por el sensor de una cámara digital CCD (charge-coupled device) o CMOS (complementary metal-oxide semiconductor) [67–72], mientras que la reconstrucción experimental, por una reconstrucción numérica [73, 74], que emula el proceso físico que realiza la onda de referencia en holografía

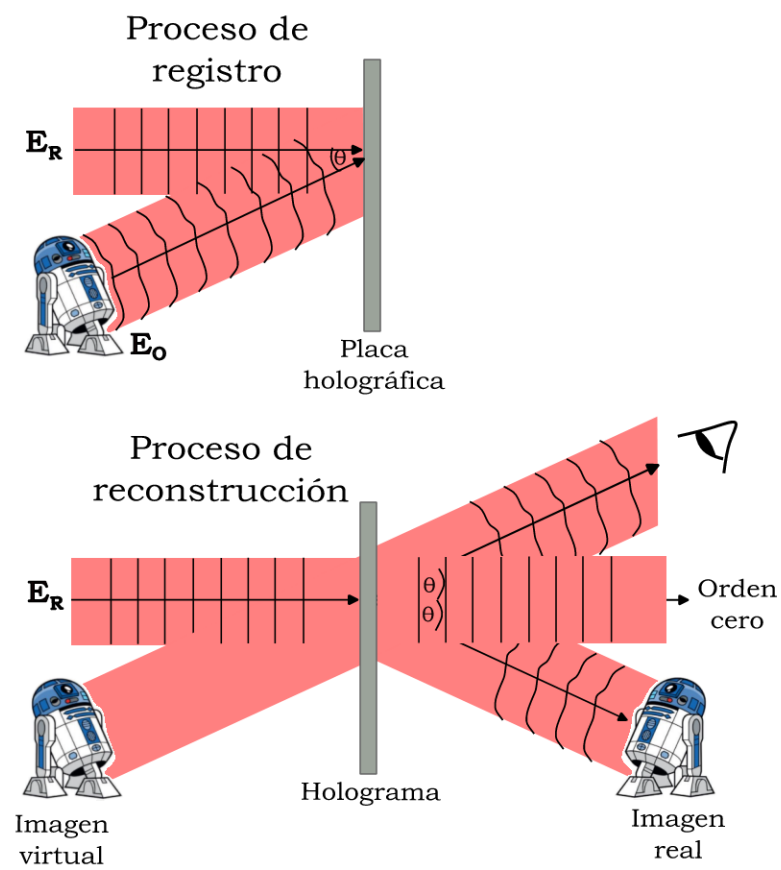


Figura 2.6: Proceso de registro y reconstrucción de un holograma digital.

convencional mediante algoritmos computacionales, basados en la teoría escalar de la difracción. Como resultado, se recupera información cuantitativa no sólo de amplitud del frente de onda sino también de su fase a partir de un solo holograma [69,75].

La reconstrucción numérica ofrece numerosas ventajas adicionales: permite corregir aberraciones y eliminar parcialmente ruidos mediante las técnicas adecuadas de procesamiento, además de reconstruir numéricamente el frente de onda a cualquier distancia (esto es, enfocar en forma numérica en diferentes planos a partir de un solo holograma), simulando el enfoque mecánico de un microscopio óptico convencional, pero con mayor control y precisión.

Adicionalmente, no es necesario el procesado químico de revelado de películas fotográficas, las velocidades de adquisición son más elevadas, la adquisición puede realizarse a tiempo real y la reconstrucción numérica ofrece acceso cuantitativo a las cantidades de interés (amplitud y fase) permitiendo estudiar al objeto en su totalidad.

2.2.1. Registro de un holograma digital

El requerimiento de coherencia entre los haces que interfieren durante la etapa de registro exige que ambas ondas se generen a partir de una misma fuente física. Este cometido se logra mediante el uso de interferómetros.

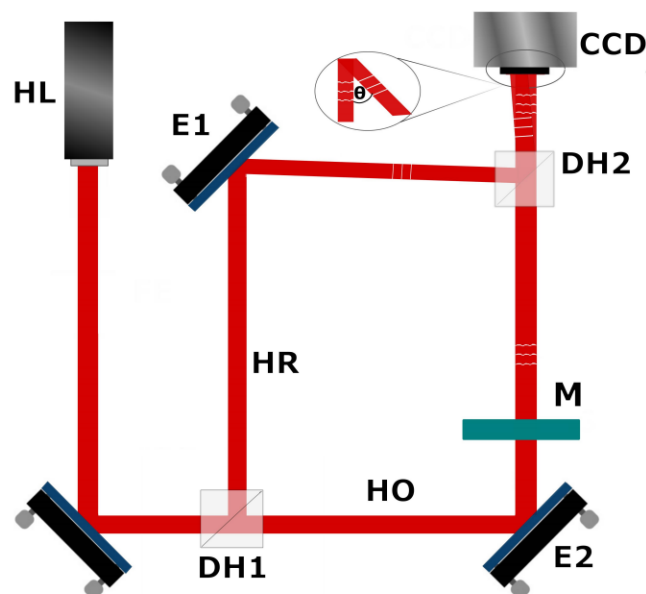


Figura 2.7: Esquema experimental del interferómetro Mach-Zehnder con configuración por transmisión. HL: haz láser, HR: haz de referencia, HO: haz objeto (ambos inciden sobre el sensor, formando un ángulo θ), DH1: divisor de haz no polarizante, E1 y E2: espejos, M: muestra; DH2: segundo divisor de haz, CCD: cámara digital.

En particular, en la Figura 2.7 se esquematiza un interferómetro del tipo Mach-Zehnder, con configuración fuera de eje, que utiliza un láser como fuente de luz (HL), útil para el registro de

hologramas de objetos transparentes o translúcidos. El haz colimado proveniente de la fuente incide sobre un cubo divisor de haz (DH1), tras lo cual el 50 % de la luz incidente se transmite y el 50 % restante se refleja. A continuación, la onda plana que recorre el brazo objeto (haz objeto, HO) se re-direcciona mediante un espejo (E2) y atraviesa la muestra bajo estudio (M) alcanzando, posteriormente, un segundo divisor de haz (DH2). Por otro lado, la onda que recorre el brazo de referencia (haz de referencia, HR) se refleja en un espejo (E1), desviando su trayectoria para incidir sobre DH2. Finalmente, ambos haces se recombinan generando un patrón complejo de franjas brillantes y oscuras, que es registrado en el sensor digital (CCD o CMOS) como se muestra en el holograma digital de la Figura 2.8. Las franjas características de un holograma son las portadoras de la información completa del frente de onda del objeto.

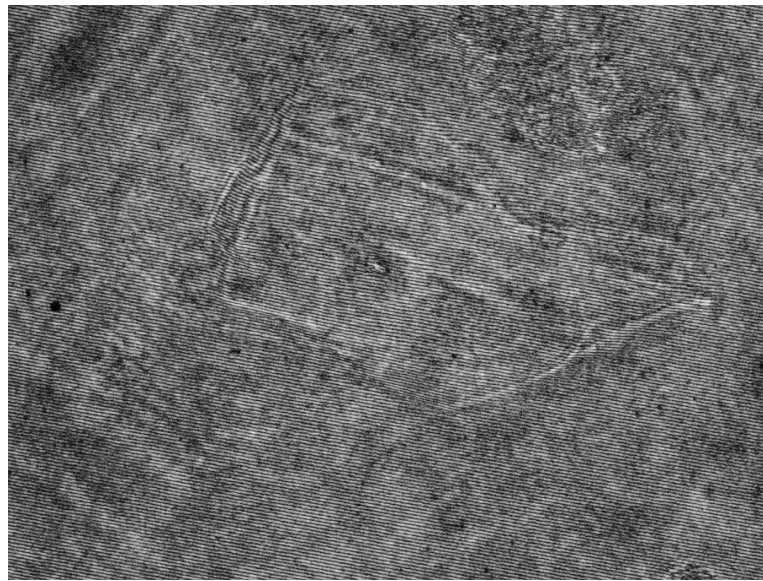


Figura 2.8: Ejemplo de holograma digital.

En la configuración fuera de eje u *off axis*, propuesta por Leith y Upatnieks [76] y empleada en este trabajo, el haz de referencia usado para el registro del holograma incide sobre el sensor en una dirección angular θ diferente del haz objeto. De esta manera, se hace posible separar espacial y angularmente las tres ondas difractadas (imágenes gemelas y orden cero) en el proceso de reconstrucción. El valor de θ debe ser lo suficientemente grande como para asegurar la separación entre las imágenes real y virtual en el plano de observación pero, a la vez, no debe exceder un límite determinado para que la frecuencia espacial del interferograma no supere la capacidad de resolución del sensor.

El proceso holográfico, desde un punto de vista matemático, se describe a continuación. En el plano del holograma xy (plano del sensor), inciden dos ondas, la de referencia, E_R y la del objeto, E_O , cuyas amplitudes complejas son

$$E_R(x, y) = R(x, y) \exp [i\phi_{R(x,y)}] \quad (2.28)$$

y

$$E_O(x, y) = O(x, y) \exp [i\phi_{O(x,y)}]. \quad (2.29)$$

Los factores $R(x, y)$ y $O(x, y)$ corresponden a las amplitudes reales de las ondas de referencia y objeto, respectivamente, mientras que $\phi_R(x, y)$ y $\phi_O(x, y)$ son sus fases. Al interferir, la intensidad resultante registrada por el sensor es

$$I_H(x, y) = |E_O(x, y) + E_R(x, y)|^2 = |E_O|^2 + |E_R|^2 + E_R^* E_O + E_R E_O^*, \quad (2.30)$$

o bien

$$I_H(x, y) = |O|^2 + |R|^2 + E_R^* E_O + E_R E_O^* = |O|^2 + |R|^2 + 2|OR| \cos [\phi_R(x, y) - \phi_O(x, y)], \quad (2.31)$$

donde $|R|^2$ es la intensidad de la onda de referencia y $|O|^2$, la intensidad de la onda objeto, mientras que E_R^* y E_O^* denotan los conjugados complejos de las ondas de referencia y objeto. Los dos primeros términos dependen sólo de la intensidad de cada una de las ondas; el tercero depende de la diferencia de fase entre ellas y, por lo tanto, alberga la información de interés.

Ahora bien, el sensor está compuesto por un número finito de fotositos, supongamos sin pérdida de generalidad $M \times N$ fotosensores (chip rectangular). Así, éste **muestrea** la señal continua bidimensional $I_H(x, y)$ de la Ecuación (2.31) en una señal discreta $I_H(j, \ell)$ dada por [11]

$$I_H(j, \ell) = I_H(x, y) \text{rect}\left(\frac{x}{L}, \frac{y}{L}\right) \sum_{j=-M/2}^{M/2} \sum_{\ell=-N/2}^{N/2} \delta(x - j\Delta x, y - \ell\Delta y), \quad (2.32)$$

donde j y ℓ son enteros, $L \times L$ es el área sensible del chip y $\Delta x = L/M$ y $\Delta y = L/N$ definen los intervalos de muestreo en el plano del holograma, esto es, el tamaño del píxel.

2.2.2. Reconstrucción de un holograma digital

Al registrarse, el holograma queda codificado numéricamente como una imagen digital. Cuche *et al.* [69] mostraron que la reconstrucción numérica del frente de onda completo puede alcanzarse “imitando” a nivel numérico la difracción que naturalmente experimenta la onda de referencia al atravesar el holograma en holografía convencional.

Si restringimos la atención a la Ecuación (2.16), el holograma revelado cobra el rol de la amplitud de transmitancia. Cuando, en holografía convencional, es iluminado por una onda de referencia idéntica a la utilizada en la etapa de registro, la luz se difracta. Justo detrás del plano del holograma se tiene

$$U(x, y) = E_R(x, y) I_H(x, y) \propto E_R(|E_O|^2 + |E_R|^2) + E_R E_R^* E_O + E_R E_R E_O^*, \quad (2.33)$$

El primer término representa el orden cero de difracción, mientras que el segundo y tercero corresponden a las imágenes gemelas conjugadas. En particular, el segundo término $E_R E_R^* E_O =$

$|R|^2 E_O$ produce una imagen virtual ubicada en la posición inicial de objeto y resulta una réplica exacta de la onda objeto. En tanto, el tercer término representa una imagen real ubicada del otro lado del holograma, tal como se muestra en la Figura 2.6.

Como se mencionó, en HD, la etapa de reconstrucción se reproduce a nivel numérico. Con este fin, se introduce el concepto de haz de referencia digital $R_D(j, \ell)$, que simula el rol que tiene el haz de referencia en la reconstrucción holográfica convencional. Entonces, al multiplicar el holograma $I_H(j, \ell)$ con una onda de referencia $R_D(j, \ell)$ se obtiene

$$U(j, \ell) = R_D(j, \ell)I_H(j, \ell) = R_D|R|^2 + R_D|O|^2 + R_DE_R^*E_O + R_DE_RE_O^*, \quad (2.34)$$

Usualmente, por su simpleza experimental, en la etapa de registro, se utiliza una onda plana o esférica como haz de referencia. Por esto, la estructura matemática del haz de $R_D(j, \ell)$ responde a las versiones discretas de las ecuaciones (2.10) y (2.4), asumiendo $z=0$.

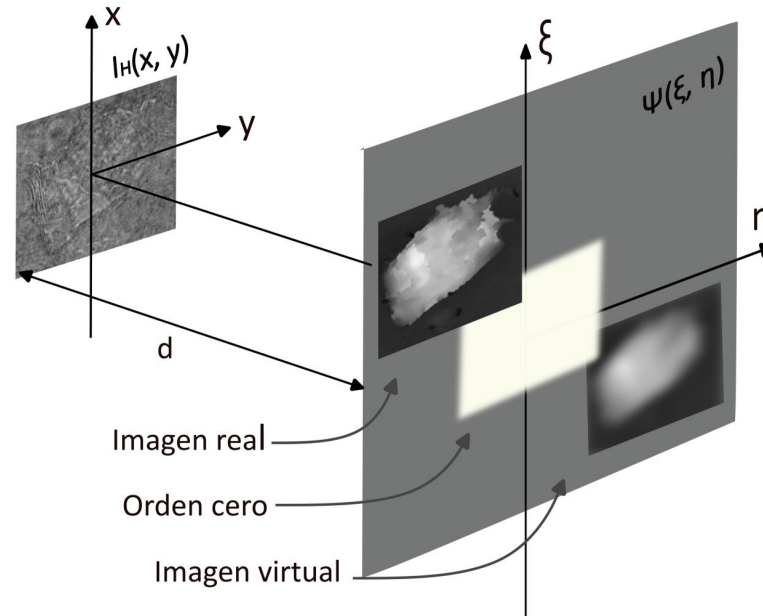


Figura 2.9: Reconstrucción del frente de onda: obtención del orden cero de difracción y las imágenes gemelas.

La difracción que experimenta la luz al atravesar el holograma, se reproduce a nivel numérico al propagar el campo de la Ecuación (2.34) mediante los formalismos introducidos en la Sección 2.1.4; esto es, mediante la propagación de su Espectro Angular (Ecuación (2.27)).

La distancia de propagación, $z = d$ corresponde con la distancia para la formación de alguna de las imágenes gemelas. La distancia (o más precisamente, la longitud de camino óptico) entre el objeto y el sensor es, de acuerdo con la Figura 2.5 negativa y enfoca una imagen virtual, que parece ser emitida por una réplica virtual del objeto ubicada en su posición original. Contrariamente, con d positiva, se enfoca la imagen real.

La amplitud compleja del frente de onda reconstruido, en la versión discreta de la Ecuación (2.27), consiste en una matriz de números complejos

$$\psi(m, n, d) = \mathcal{F}^{-1} \left\{ \mathcal{F} \{ I_H(j, \ell) R_D(j, \ell) \} \exp \left(i \frac{2\pi}{\lambda} d \sqrt{1 - \left(\frac{\lambda j}{M \Delta x} \right)^2 - \left(\frac{\lambda \ell}{N \Delta y} \right)^2} \right) \right\}_{m,n}, \quad (2.35)$$

donde m, j pueden tomar valores desde 0 a $M - 1$ y n, ℓ desde 0 a $N - 1$. La función exponencial de esta ecuación se designa como factor de propagación. En general, para el cálculo de las transformadas de Fourier se emplea el algoritmo DFT (transformada discreta de Fourier). El método PEA requiere dos transformadas de Fourier; la primera transformada permite el filtrado en el dominio de frecuencias de manera directa, que puede usarse para remover el orden cero y una de las imágenes gemelas [77].

De la Ecuación (2.35), la amplitud se obtiene mediante

$$I(m, n, d) = |\psi(m, n, d)|^2 \quad (2.36)$$

y la fase como

$$\phi(m, n, d) = \text{atan} \left\{ \frac{\text{Im}[\psi(m, n, d)]}{\text{Re}[\psi(m, n, d)]} \right\}. \quad (2.37)$$

Estas funciones pueden escalarse convenientemente a niveles de gris para conformar una imagen de contraste de fase y una de contraste de amplitud.

A modo de ejemplo, en la Figura 2.9 se esquematiza una imagen de contraste de amplitud, obtenida al propagar el campo mediante difracción de Fresnel. Se observa que el orden cero y las imágenes gemelas se encuentran separadas angularmente, ya que durante la etapa de registro se emplea la configuración interferométrica fuera de eje de Leith y Upatnieks.

La Figura 2.10 esquematiza el procedimiento descrito anteriormente para el procesamiento de un holograma digital.

En (a) se muestra un holograma digital registrado experimentalmente. A continuación, se inicia el proceso de reconstrucción numérica.

Sobre el campo resultante se calcula la transformada de Fourier bidimensional (DFT), obteniéndose así el espectro angular correspondiente. En la Fig. (b) se presenta la amplitud de dicho espectro, cuya distribución permite identificar y seleccionar los distintos órdenes de difracción presentes.

En particular, se distinguen el orden cero y los órdenes ± 1 asociados a las imágenes gemelas. Asimismo, pueden observarse contribuciones de menor intensidad generadas por interferencias parásitas producidas durante el registro holográfico.

Con el objetivo de conservar únicamente uno de los órdenes laterales (por ejemplo, el orden -1) y suprimir tanto el orden cero (que introduce un término de intensidad no deseado) como los restantes órdenes espurios, se realiza un filtrado en el dominio espectral. Este procedimiento consiste en multiplicar el espectro del campo por una máscara numérica adecuadamente diseñada. Dado que el orden de difracción seleccionado presenta una forma aproximadamente

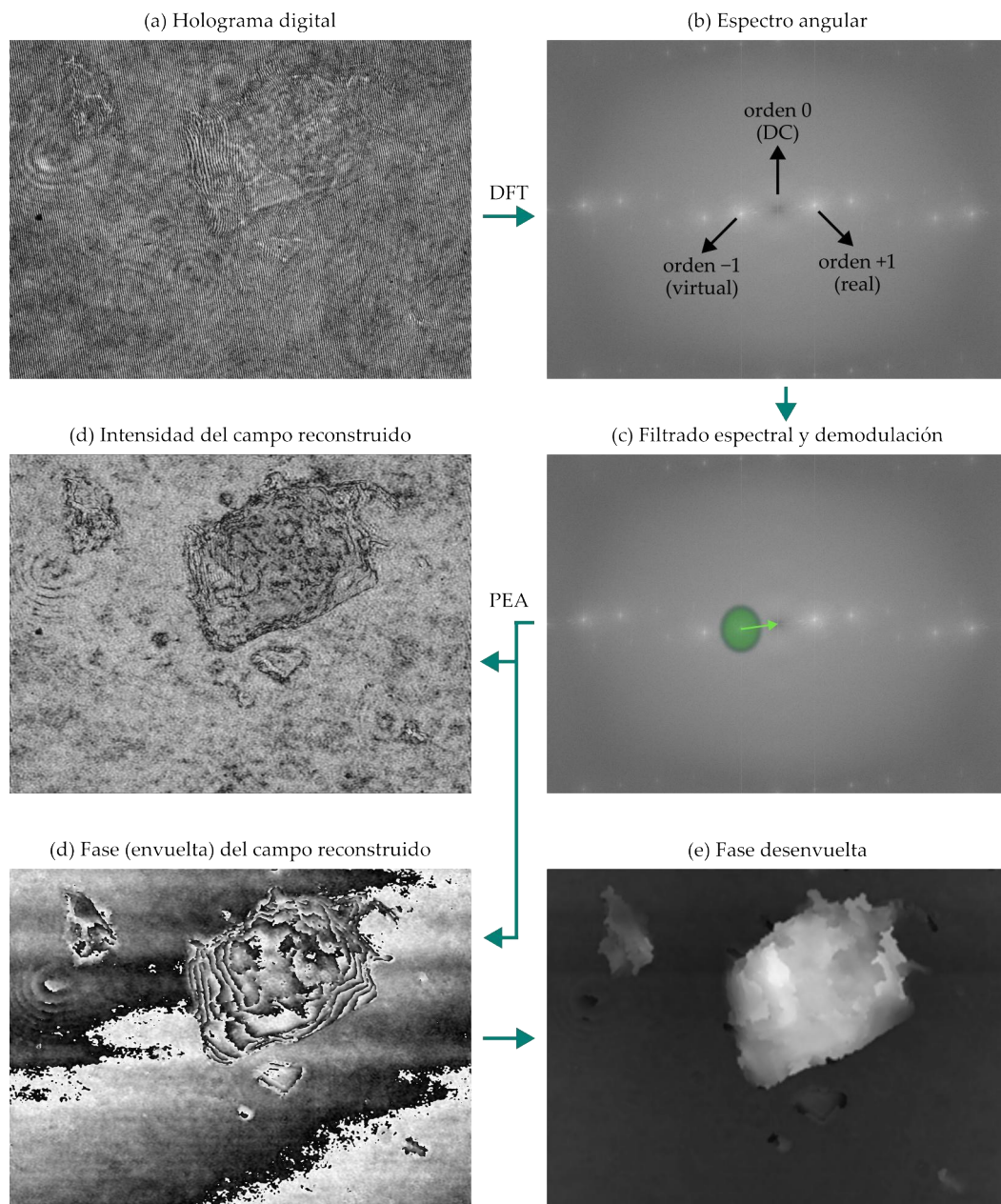


Figura 2.10: Explicación del proceso de reconstrucción de un holograma digital mediante el método PEA; (a) holograma digital; (b) módulo del espectro angular y órdenes de difracción; (c) filtrado y demodulación del espectro angular; (d) imágenes de contraste de amplitud y de fase envuelta; (e) imagen de fase desenvuelta.

puntual en el dominio de Fourier, se emplea un filtro circular, tal como se ilustra en (c). El diseño de dicha máscara se lleva a cabo de manera semiautomática, a partir de la inspección de la amplitud espectral, lo que permite determinar su posición y radio de forma tal que se preserve la información útil minimizando la incorporación de componentes no deseadas.

Una vez aislado el orden de interés, se procede a su centrado en el dominio de Fourier. Esta operación es equivalente a una demodulación espacial, ya que elimina la componente de fase lineal asociada al ángulo fuera de eje con el que incide el haz de referencia durante el registro. Desde el punto de vista físico, este procedimiento implica la remoción de la aberración tipo *tilt* introducida por la configuración interferométrica empleada.

Posteriormente, se aplica el método PEA para propagar el campo complejo del objeto a una distancia d , según se explicó en la sección anterior. Como resultado, se obtienen tanto una imagen de contraste de amplitud como una imagen de contraste de fase, mostradas en (d).

Finalmente, dado que la fase se calcula a partir del argumento del campo complejo reconstruido —lo cual implica el uso de la función arcotangente—, el mapa de fase obtenido se encuentra envuelto en el intervalo $(-\pi, \pi]$. Con el fin de recuperar la distribución de fase continua, se aplica un algoritmo de desenvolvimiento basado en mapas de calidad, obteniéndose así el mapa de fase desenvuelto final que se muestra en (e).

2.3. Microscopía holográfica digital

Una de las aplicaciones más sobresalientes de la HD consiste en adosar al dispositivo experimental un objetivo de microscopio con el fin de magnificar la información del objeto bajo estudio. La combinación entre HD y microscopía, conforman la denominada microscopía holográfica digital (MHD), que amplía significativamente las capacidades de observación y análisis, proporcionando una herramienta poderosa para el estudio de objetos microscópicos. La MHD se ha implementado en diversos campos de investigación, incluyendo biomedicina, procesos en tiempo real, biología, seguimiento de partículas en 3D, geología, medicina, farmacología, películas delgadas de líquido a escala nanométrica, entre otros [2, 22, 78–89].

Frente a técnicas de microscopía óptica convencional, la MHD destaca por su capacidad de recuperar la información cuantitativa de fase del frente de onda reflejado o transmitido por el objeto microscópico. La información de fase puede ser traducida a variaciones de espesor y/o índice de refracción del objeto.

El dispositivo experimental para implementar esta técnica en la caracterización de objetos transparentes o translúcidos, consiste básicamente en un interferómetro de Mach-Zehnder, que introduce los elementos ópticos necesarios para amplificar la información. En este dispositivo, cuyo esquema se ilustra en la Figura 2.11, un haz de luz láser (HL) incide sobre un divisor de haz (DH1), generándose un haz de referencia (HR) y un haz objeto (HO). La onda que

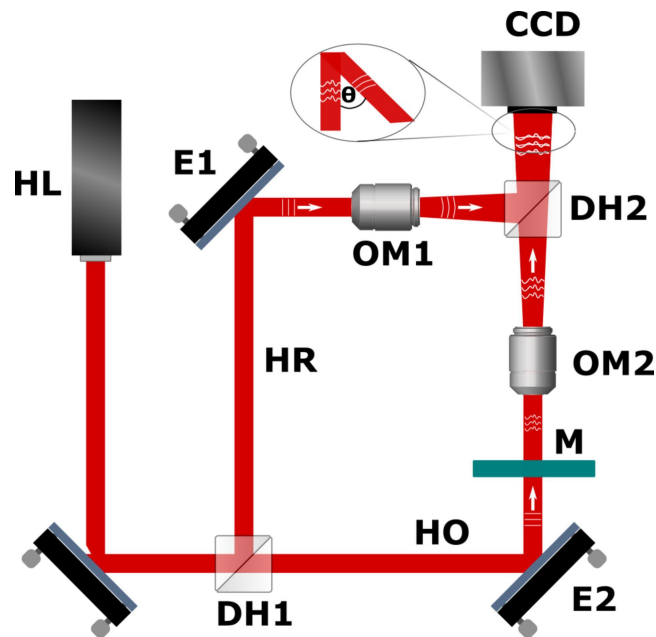


Figura 2.11: Esquema experimental del microscopio holográfico digital, que consiste en un interferómetro del tipo Mach-Zehnder con configuración por transmisión. HL: haz láser, HR: haz de referencia, HO: haz objeto (nuevamente, debido a la configuración fuera de eje, ambos inciden sobre el sensor, formando un ángulo θ) DH1 y DH2: divisores de haz no polarizantes, E1 y E2: espejos, M: muestra, OM1 y OM2: objetivos de microscopio, CCD: cámara digital.

recorre el brazo objeto, atraviesa la muestra bajo estudio (M) y posteriormente es colectada y magnificada por un objetivo de microscopio (OM1). A su vez, la onda que recorre el brazo de referencia incide sobre otro objetivo de microscopio (OM2). Este segundo objetivo se coloca para compensar la curvatura que introduce OM1 en el frente de onda y aliviar el efecto de la aberración esférica [11], por lo cual es de idénticas características que OM1.

El interferómetro incorpora en el brazo objeto una platina de microscopio que permite desplazar la muestra de manera lateral (para el recorrido de campos) y axial (para el movimiento de la muestra a lo largo del eje óptico). Asimismo, cuenta con un soporte vertical que incorpora un riel para variar la altura de la cámara, y enfocar la muestra en diferentes planos. Por su parte, los objetivos de microscopio (OM) del dispositivo se enroscan en soportes, por lo que pueden ser intercambiados con facilidad, según sea conveniente, para visualizar muestras a diferentes escalas.

Luego de atravesar los OM, las ondas objeto y de referencia se recombinan en un segundo cubo divisor de haz (DH2), e interfieren en el espacio de salida. Al igual que en la HD, la interferencia se registra en el plano del sensor de una cámara digital.

El plano del holograma Ox (es decir, el plano del sensor) se ubica entre el plano del OM y el plano imagen, Ox_i , a una distancia d de la imagen. Esta situación puede considerarse como equivalente a una configuración holográfica sin óptica de magnificación [11] con una

onda objeto emergente directamente de la imagen magnificada y no del objeto en sí mismo (ver Figura 2.12).

La reconstrucción numérica del holograma implica la propagación, mediante el método PEA, del frente de onda desde el plano del holograma hasta el plano imagen ubicado a una distancia d del sensor, utilizando el mismo procedimiento descrito para HD. El campo complejo nos permite acceder a la información de amplitud y fase mediante las Ecuaciones (2.36) y (2.37).

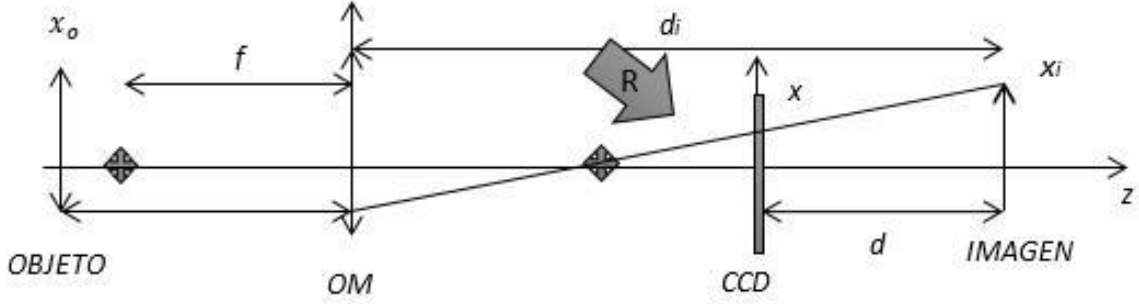


Figura 2.12: Esquema del brazo objeto del microscopio (imagen modificada de Cuche E. [11].)

2.4. Interferometría holográfica digital

La integración de la HD y la MHD con interferometría posibilita el análisis de procesos dinámicos, en los que ciertas características físicas del objeto de estudio varían a lo largo del tiempo. Esto se logra capturando una secuencia temporal de hologramas registrados a intervalos regulares y comparando los estados sucesivos mediante técnicas apropiadas. En este trabajo, esto se lleva adelante mediante un procesamiento simple que se describe a continuación.

Consideremos un proceso en el cual las propiedades ópticas de una muestra de estudio cambien en el tiempo. Tomemos, sin pérdida de generalidad, dos estados, uno de referencia, estado j , correspondiente al instante t_j ; y un estado posterior, estado $j + 1$, correspondiente al instante t_{j+1} , separados por un intervalo temporal Δt . Para cada uno de ellos se registra y se reconstruye un holograma, obteniéndose las amplitudes complejas ψ_j y ψ_{j+1} ,

$$\psi_j = I_j e^{i\phi_j} \quad (2.38)$$

y

$$\psi_{j+1} = I_{j+1} e^{i\phi_{j+1}}, \quad (2.39)$$

siendo I_j e I_{j+1} las amplitudes y ϕ_j y ϕ_{j+1} las fases en los estados j y $j + 1$, respectivamente. Al multiplicar punto a punto el campo reconstruido de un estado con el conjugado del otro

$$\psi_{j+1} \psi_j^* = I_{j+1} e^{i\phi_{j+1}} (I_j e^{i\phi_j})^* = I_{j+1} I_j e^{i(\phi_{j+1} - \phi_j)}. \quad (2.40)$$

se obtiene de manera directa la diferencia de fase entre ambos instantes considerados (t_j y t_{j+1})

$$\Delta\phi_{j+1,j} = \phi_{j+1} - \phi_j \quad (2.41)$$

Este procedimiento se repite para cada par de estados sucesivos. Así, a partir de N hologramas, se generan $N-1$ mapas de diferencias de fase, que dan cuenta de la evolución entre estados sucesivos de las propiedades ópticas de la muestra bajo estudio. Dado que los estados consecutivos presentan pequeñas variaciones en la fase, los mapas de diferencia de fase $\Delta\phi_{j+1,j}$ no exhiben saltos módulo 2π , lo que simplifica su interpretación y evita la necesidad de algoritmos de desenvolvimiento de fase. Luego, para conocer el cambio de fase experimentado por la muestra desde un estado de referencia t_0 a un estado t_k no consecutivo, basta con sumar estas pequeñas variaciones de fase

$$\phi_k - \phi_0 = \sum_{i=0}^k \Delta\phi_{i+1,i}. \quad (2.42)$$

Por otro lado, es posible recuperar la fase continua en cualquier instante y, por lo tanto, reconstruir el proceso dinámico completo, desenvolviendo únicamente la fase del estado de referencia t_0 , ϕ_0 , y acumulando luego las diferencias de fase sucesivas. En consecuencia, la fase en cada instante puede expresarse como la suma de la fase inicial desenvuelta y las variaciones incrementales correspondientes, obteniéndose una secuencia de mapas desenvueltos ϕ_k para instantes posteriores $t = t_0 + k\Delta t$, con $k = 0, 1, 2, \dots, N-1$, tal que

$$\phi_k = \phi_0 + \sum_{i=0}^k \Delta\phi_{i+1,i}. \quad (2.43)$$

Esto es, si se toma la fase inicial desenvuelta ϕ_0 y se quiere conocer la fase desenvuelta en el instante posterior t_1 basta con calcular la suma

$$\phi_1 = \phi_0 + \Delta\phi_{1,0}. \quad (2.44)$$

Del mismo modo, para conocer la fase desenvuelta en un instante t_2 , basta con calcular

$$\phi_2 = \phi_0 + \Delta\phi_{1,0} + \Delta\phi_{2,1}, \quad (2.45)$$

y así sucesivamente. Al procesar la información de esta manera, se reduce considerablemente el costo computacional, permitiendo recuperar el mapa de fase real (desenvuelta) en cualquier instante de tiempo, a lo largo de toda la secuencia, sin la necesidad de desenvolver cada fase individualmente. Esta fase, a su vez, se encuentra ópticamente relacionada con la longitud de camino óptico (LCO) en cada zona de la muestra. Cabe destacar que este procedimiento es válido únicamente si las diferencias de fase entre hologramas sucesivos permanecen acotadas dentro del intervalo $[-\pi, \pi]$ (es decir, que los cambios de fase entre cuadros consecutivos sean menores a 2π en módulo). En caso contrario, se produciría envolvimiento de fase, lo que introduciría discontinuidades y errores acumulativos en la reconstrucción temporal de la fase desenvuelta.

2.5. Pruebas preliminares

2.5.1. Muestras

Con el objetivo de establecer un protocolo adecuado para la disposición de la muestra bajo estudio en la platina del interferómetro, se llevaron a cabo pruebas preliminares. Inicialmente, una membrana de SP de 5 μm de espesor se colocó entre dos láminas de polímero, formando una estructura tipo “sándwich” para dejar expuesta al ambiente solo una pequeña región circular de la muestra. Esta configuración permite el ingreso de líquido tanto desde la parte superior como desde la parte inferior de la membrana, como se muestra en la Figura 2.13.

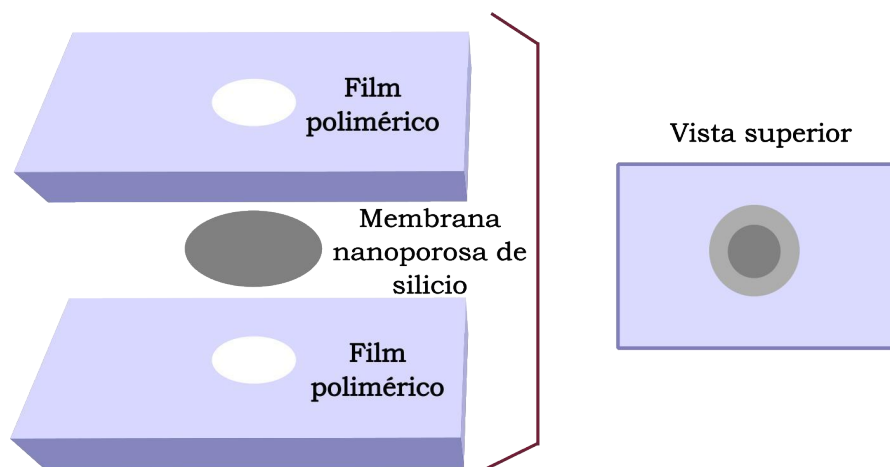


Figura 2.13: Membrana de SP colocada entre dos films poliméricos, con un orificio que deja su centro expuesto al entorno.

En primer lugar, se inspeccionó la muestra seca (sin líquido sobre ella) con el objetivo de identificar las franjas de interferencia en el holograma. Sin embargo, no se observaron franjas definidas, sino un patrón de líneas entrecruzadas probablemente causado por la deformación de la membrana en la zona central.

Luego, para inspeccionar el proceso de secado de una gota de líquido sobre la muestra, se registraron secuencias de hologramas utilizando alcohol isobutílico al 70 %. Este análisis reveló cambios graduales en los hologramas, evidenciando los procesos microfluídicos en el interior de la membrana a medida que el líquido ingresaba capilarmente en los poros. Sin embargo, la significativa distorsión en las franjas de interferencia dificultó la extracción de información útil.

Además, el polímero (film) también ingresa de forma paulatina y por fuerzas capilares en los poros de la membrana, lo que hace que las muestras tengan una vida útil determinada para efectuar las mediciones de interés en este trabajo.

Ante estos inconvenientes, se decidió emplear membranas autosostenidas de silicio, cuya fabricación se describe en la siguiente sección.

2.5.2. Fabricación de membranas autosostenidas de SP

Se siguieron los procesos establecidos en estudios previos [90]. El diseño de la respuesta óptica de estas muestras requiere calibrar la porosidad y el espesor en función de los parámetros de fabricación, como la densidad de corriente, el tiempo de anodizado, la concentración del electrolito y la temperatura, entre otros.

Para el desarrollo de este trabajo, las membranas de SP se generaron mediante un proceso de anodizado electroquímico de obleas de silicio cristalino tipo p (c-Si) con orientación [100] y resistividad de 1–5 mΩ cm en un reactor circular de teflón como el que se esquematiza en la Figura 2.14. Las características y el funcionamiento de este dispositivo se explican en detalle en [90].

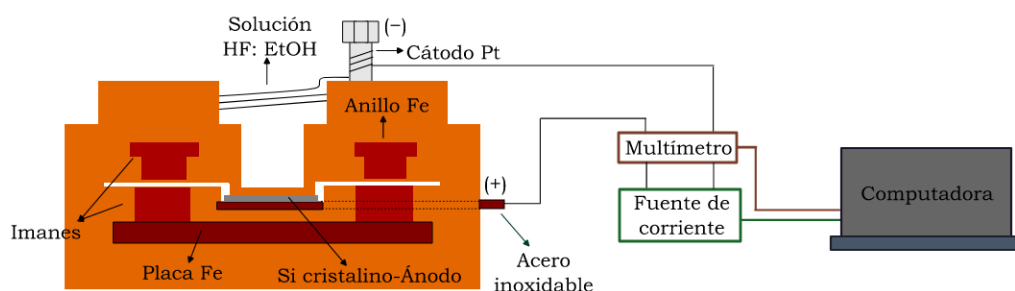


Figura 2.14: Esquema del reactor circular (Figura modificada de Cencha L. G. [90]) empleado para la fabricación de membranas de Silicio poroso. Este dispositivo cuenta con cierre magnético; el sustrato de silicio (que funciona como ánodo) se coloca sobre una placa de acero inoxidable que hace de contacto. Por otro lado, se utiliza un alambre de platino como cátodo. Asimismo, se esquematiza el circuito fuente-voltímetro empleado para establecer el perfil de corrientes deseado y medir el voltaje durante todo el proceso.

El perfil de corriente elegido para el anodizado permite determinar el perfil de porosidad a lo largo de la membrana. Debido a que en este trabajo se emplea un esquema holográfico por transmisión resulta necesario que las muestras a estudiar sean transparentes o translúcidas y, por lo tanto, se opta por emplear membranas “autosostenidas” de SP. Las membranas autosostenidas se separan del sustrato de silicio cristalino mediante la aplicación de pulso de mayor corriente (mayor a la corriente crítica), lo que genera una última capa con una porosidad extrema que permite luego desprenderla con relativa facilidad. Esta membrana se transfiere posteriormente a otro sustrato transparente (un portaobjeto), al cual queda adherida naturalmente y lista para ser estudiada en el microscopio holográfico.

Para la fabricación de las membranas utilizadas en este trabajo se utilizó una solución electrolítica de ácido fluorhídrico y etanol [1 HF (50 %):2 EtOH]. La corriente establecida durante la fabricación fue de 20 mA y el tiempo de anodizado de 360 s. Como resultado, se obtuvieron membranas con una porosidad del 77 % y 5 μm de espesor (Figura 2.15).

En la Figura 2.16 se presentan imágenes de microscopía electrónica de barrido, tanto en una vista superior como en una vista lateral, de muestras similares a las estudiadas en este

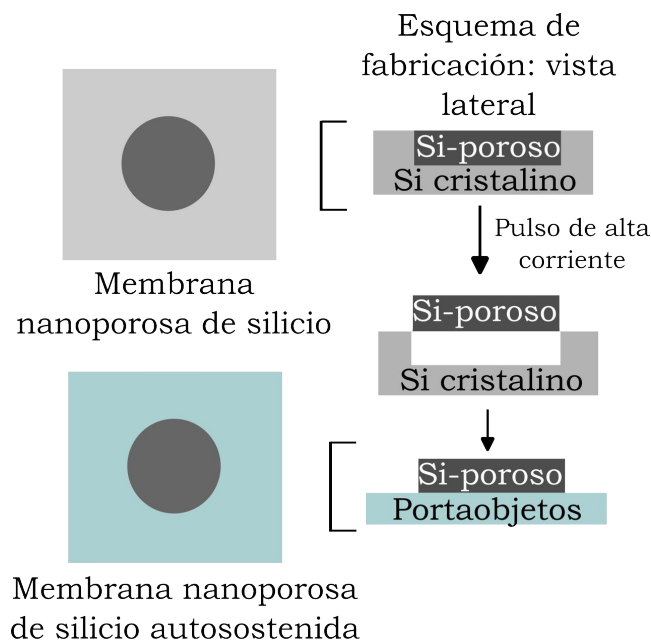


Figura 2.15: Obtención de una membrana autosostenida de SP. Partiendo de una membrana de SP generada bajo condiciones controladas (corriente y tiempo de anodizado determinados por el operador), se emplea un pulso de corriente para separar la membrana porosa del silicio cristalino de base. Una vez desprendida esta membrana, se la deposita sobre un portaobjetos, al cual queda firmemente adherida, obteniéndose así una membrana autosostenida.

trabajo [40].

2.5.3. Dispositivo experimental

Con respecto al dispositivo experimental empleado para el estudio de las muestras, inicialmente se trabajó con un microscopio holográfico digital en configuración por reflexión, basado en un interferómetro de Michelson, como el que se esquematiza en la Figura 2.17. En esta disposición, el haz proveniente de la fuente coherente se divide en un haz de referencia y un haz objeto, este último dirigido hacia la muestra y posteriormente recombinado con el haz de referencia en el plano del sensor.

A modo ilustrativo, en la Figura 2.18 se presenta un holograma correspondiente al proceso de evaporación de una gota de agua depositada sobre una membrana de silicio poroso (SP), registrado con esta configuración interferométrica. Si bien en la imagen se pueden distinguir con claridad las franjas de interferencia asociadas al fenómeno de interés, también se evidencian franjas circulares de mayor espaciamiento alrededor de la región que aparentan corresponder a la gota en retracción. Estas franjas más gruesas no se corresponden con el borde físico de la gota ni con ninguna otra estructura identificable del sistema, lo cual representa un comportamiento no esperado desde el punto de vista del proceso microfluídico bajo estudio.

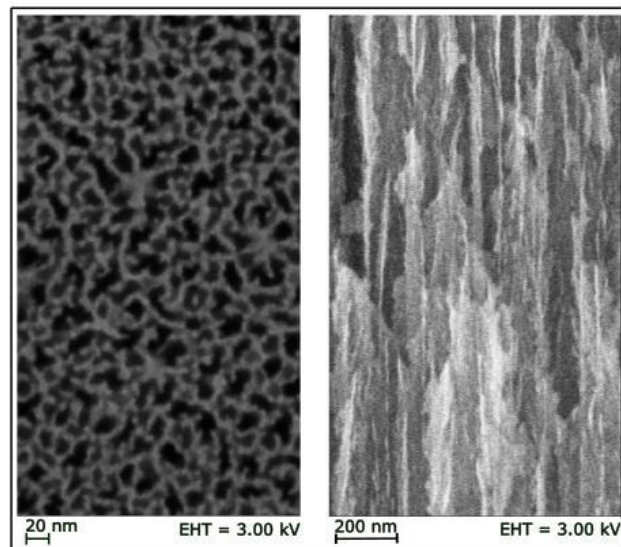


Figura 2.16: Imágenes obtenidas mediante microscopía SEM de una muestra de SP fabricada con una densidad de corriente de 19 mA/cm^2 . A la izquierda se presenta la vista superior de la superficie, mientras que a la derecha se muestra una sección transversal, ambas acompañadas de sus respectivas escalas.

Los espectros de estos hologramas muestran órdenes adicionales en el dominio de Fourier que no pueden atribuirse al fenómeno de evaporación. Posiblemente, las franjas circulares observadas se relacionan con múltiples reflexiones en el sistema multi-capa, ya que el haz objeto no proviene de una única interfaz, sino que está compuesto por distintas contribuciones coherentes generadas en las discontinuidades de índice de refracción del sistema aire-agua-silicio poroso-silicio cristalino. En consecuencia, en el plano de detección se registran simultáneamente —entre otras posibles contribuciones— las siguientes interferencias entre el haz de referencia y:

- el haz objeto reflejado en la interfaz aire-silicio poroso.
- el haz objeto reflejado sobre la superficie del líquido.
- el haz objeto que atraviesa la gota, se difracta, se refleja en la interfaz silicio poroso-agua y regresa al aire luego de atravesar nuevamente la gota.
- el haz objeto reflejado en la interfaz silicio poroso-silicio cristalino.

A modo ilustrativo, en la Figura 2.19 se representan esquemáticamente los haces objeto generados en los cuatro casos mencionados.

La superposición simultánea de estas múltiples contribuciones coherentes genera una estructura interferométrica compleja, dificultando la separación espectral de la información asociada exclusivamente al proceso microfluídico de interés.

Estos resultados motivaron la reconfiguración del sistema experimental, optando por una alternativa en transmisión, en la cual se suprimen las reflexiones múltiples características de la geometría en reflexión. Bajo esta nueva disposición resulta factible aislar adecuadamente el término interferométrico relevante y, en consecuencia, identificar de manera inequívoca la información contenida en los hologramas correspondientes al fenómeno estudiado.

Figura 2.17: Esquema del microscopio holográfico digital con configuración por reflexión. Consiste en un interferómetro del tipo Michelson, donde HL: haz láser, FE: filtro, DH: divisor de haz, HR: haz de referencia, HO: haz objeto, E: espejo, M: muestra, CCD: cámara digital.

Con base en los fundamentos establecidos en este capítulo, en los capítulos sucesivos se describe la implementación de las técnicas holográficas mencionadas para el estudio y caracterización del proceso de evaporación de una gota de líquido depositada sobre un sustrato. A diferencia de los métodos tradicionales, las técnicas ópticas aquí utilizadas permiten obtener un mapa completo del proceso, lo que compite ventajosamente con otras técnicas empleadas usualmente para estos análisis.

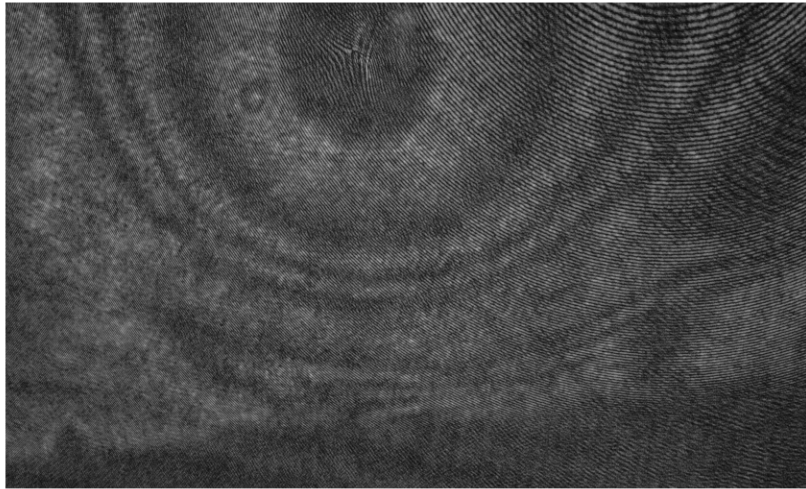


Figura 2.18: Ejemplo de holograma obtenido mediante microscopía holográfica digital con configuración por reflexión.

Figura 2.19: Representación de las múltiples reflexiones que tienen lugar durante el registro holográfico, generando información superpuesta en el holograma resultante.

Capítulo 3

Estudio de la retracción de una gota sobre superficies sólidas y nano-porosas mediante holografía digital

3.1. Fundamentos microfluídicos

Entre todos los procesos microfluídicos que intervienen al colocar una gota de líquido sobre una membrana nano-porosa, enfocaremos la atención en el fenómeno de *evaporación*. A pesar de su aparente simplicidad, éste constituye un problema complejo y multifacético de gran interés científico. La evaporación juega un papel crucial en muchas aplicaciones tecnológicas e industriales, tales como el secado por pulverización, la inyección de combustible en motores de combustión, el control de la deposición de partículas sobre superficies sólidas, el enfriamiento rápido mediante intercambio de calor gota a gota, así como en procesos naturales como la lluvia, la niebla, el rocío, la formación de nieve y estimaciones meteorológicas [47, 91–100]. En las últimas décadas se han estudiado diversos aspectos del problema [101–107].

Si bien las gotas suelen modelarse como esféricas, la fijación o *pinning* y desfijación (*depinning*) de la línea de contacto entre la gota y el sustrato durante el proceso de evaporación pueden generar morfologías no esféricas con líneas de contacto irregulares. Asimismo, se ha descubierto que la dinámica de la línea de contacto, el ángulo de contacto y cambios locales en la curvatura de la gota afectan significativamente el proceso de evaporación [102, 108].

En este capítulo nos enfocaremos en el estudio de la retracción de una gota sésil de agua destilada expuesta al ambiente depositada sobre dos tipos de sustratos: un sustrato sólido (portaobjetos de vidrio) y una membrana de SP.

3.1.1. Parámetros microfluídicos

La evolución de la forma de una gota generalmente se deduce a partir de su visualización directa [109], luego de ser depositada sobre un sustrato. Cuando la gota es suficientemente pequeña y la tensión superficial predomina sobre la gravedad adopta una forma de casquete esférico. La forma del casquete puede caracterizarse por cuatro parámetros: la *altura* (h), el *radio de contacto* (r_c), el *radio del casquete esférico* (R_e) y el *ángulo de contacto* (θ) respecto al sustrato, como se muestra en la Figura 3.1.

Entre las técnicas experimentales habitualmente empleadas para la determinación de estos parámetros se encuentran la goniometría óptica [109] y la técnica de sombra (shadowgraphy), que recurren a imágenes laterales y frontales de la gota, respectivamente, para realizar estimaciones geométricas de los parámetros de interés. No obstante, en el caso de la goniometría el ángulo de contacto se mide únicamente en dos posiciones, lo que limita su aplicabilidad cuando la gota no presenta simetría axial. Asimismo, el radio de contacto se obtiene como la proyección horizontal del perfil lateral, lo que introduce una fuente adicional de error cuando la huella real de la gota se desvía de una geometría circular. De hecho, a partir de una imagen de perfil lateral, la identificación precisa de la línea de contacto entre la gota y la superficie resulta compleja y poco robusta.

Otra técnica útil es la microscopía confocal [110,111], con la principal ventaja de posibilitar la determinación del ángulo de contacto a lo largo de toda la periferia de la gota, abarcando tanto ángulos pequeños (30°) como valores intermedios y elevados (entre 30° y 90°). Sin embargo, su primordial limitación está asociada a la resolución temporal, restringida por la velocidad de adquisición de datos durante procesos dinámicos. En particular, las tasas de adquisición de cuadros por segundo imponen un tiempo mínimo necesario para la reconstrucción tridimensional de la gota, que puede resultar mayor que la escala temporal característica de la evaporación. Adicionalmente, la microscopía confocal requiere el uso de partículas fluorescentes o colorantes para la visualización de los fenómenos microfluídicos bajo estudio.

Existen otros registros en la literatura, en los que se proponen métodos diversos para abordar el estudio de estos procesos. Por ejemplo, Allain et al. [112] desarrollaron un método basado en reflexión y refracción, especialmente adecuado para la medición de ángulos de contacto pequeños. No obstante, la técnica es aplicable únicamente a líquidos y superficies que presenten un determinado grado de reflectancia. Gatapova [113], por su parte, empleó una técnica interferométrica basada en sombras y análisis de imágenes para estudiar las etapas finales de la evaporación de una gota. En este caso, a partir del perfil de altura obtenido y bajo la suposición de una geometría esférica, el ángulo de contacto se determina mediante la tangente al perfil circular en la región próxima a la superficie sólida.

A pesar de estos avances y diversidad de técnicas, la holografía, en contraste, destaca al permitir recuperar cuantitativamente el campo óptico complejo y reconstruir la morfología

tridimensional completa de la gota a partir de una única adquisición. Esta capacidad posibilita medir de forma no invasiva y con alta resolución espacial y temporal los parámetros de interés, constituyendo una ventaja significativa para el estudio de procesos dinámicos rápidos como la evaporación tanto de gotas de pequeño volumen y para el análisis de gotas no axisimétricas, sin perturbar el sistema bajo estudio.

En este capítulo se presenta una propuesta experimental basada en HD e IHD para estudiar la retracción de una gota sésil expuesta al ambiente tanto sobre sustratos porosos como no porosos. La información de la fase de la luz que interactúa con la muestra, puede convertirse en mapas cuantitativos de altura y, a partir de ellos, determinar magnitudes físicas relevantes como el volumen de la gota, el radio de contacto y el ángulo de contacto.

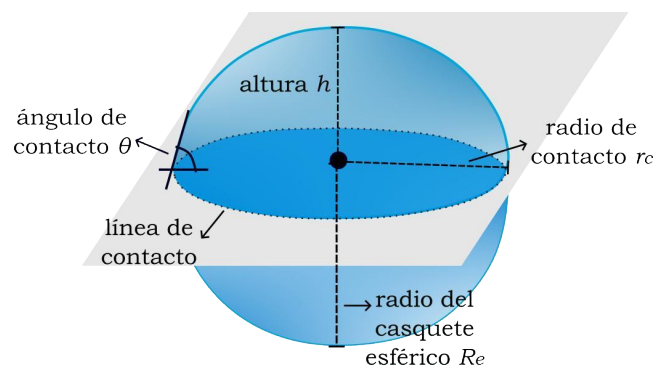


Figura 3.1: Cuando la gota es suficientemente pequeña y la tensión superficial predomina sobre la gravedad adopta forma de casquete esférico, que puede caracterizarse por cuatro parámetros: altura (h), radio de contacto (r_c), radio de la esfera que forma el casquete (R_e) y ángulo de contacto (θ) respecto al sustrato.

3.1.2. Modos de evaporación

Cuando una gota de líquido se coloca sobre un sustrato sólido y plano, ésta se evapora siguiendo distintos comportamientos que pueden caracterizarse mediante la definición de *modos de evaporación* [93, 114–116]. Estos modos describen la evolución temporal de parámetros geométricos tales como el ángulo de contacto, el radio de contacto, la altura y la posición de la línea de contacto entre la gota y la superficie (también denominada línea de contorno). Los casos extremos más simples corresponden a:

- **radio de contacto constante (RCC):** se observa típicamente en sustratos rugosos y se caracteriza por una línea de contacto fija, de manera que el radio de contacto permanezca fijo en un valor inicial ($r_c \equiv r_0$) a medida que el ángulo de contacto decrece a cero. El tiempo de vida de una gota que se evapora en este modo es t_{RCC} .
- **ángulo de contacto constante (ACC):** se observa, por lo general, en sustratos lisos; en este caso, la línea de contacto se retrae, de manera que el radio de contacto decrece a cero mientras

el ángulo de contacto permanece fijo en un valor inicial ($\theta \equiv \theta_0$). El tiempo de vida de una gota que se evapora en este modo es t_{ACC} .

Si bien ambos pueden ocurrir de forma individual, como las superficies reales nunca son perfectamente lisas, en la práctica las gotas se retraen en *modos mixtos*, que consisten en combinaciones de los modos extremos. Los modos mixtos más comunes son

- *adherencia-deslizamiento (MAD)*: consiste en una retracción en el modo RCC, seguida por una retracción en el modo ACC [97, 117–123]. Durante el modo RCC, $r_c \equiv r_0$ y θ decrece desde θ_0 hasta que alcanza un valor crítico de retracción para $\theta \equiv \theta^*$ (con $0 \leq \theta^* \leq \theta_0$), en el cual la línea de contacto se “destraba” y posteriormente comienza la retracción en el modo ACC, donde $\theta \equiv \theta_0$ y r_c decrece a cero. El tiempo para el cual ocurre este desprendimiento es $t = t^*$ y el tiempo de vida de una gota que se evapora en este modo es $t = t_{MAD}$.
- *adherencia-salto (MAS)*: consiste en varios modos RCC (teóricamente infinitos), separados por modos ACC rápidos (teóricamente instantáneos) [108, 124–128]. En el n -ésimo modo RCC ($n = 1, 2, \dots$) el radio $r_c \equiv r_{c,n}$ y θ decrece desde un valor crítico máximo, $\theta = \theta_{\max} (= \theta_0)$, hasta alcanzar un valor crítico mínimo $\theta = \theta_{\min}$ (con $0 \leq \theta_{\min} \leq \theta_{\max}$, donde la línea de contacto se destraba. En el n -ésimo modo ACC, la línea de contacto salta instantáneamente hacia adentro, desde $r_c = r_{c,n}$ hasta $r_c = r_{c,n+1} (< r_{c,n})$ y el ángulo de contacto salta instantáneamente desde $\theta = \theta_{\min}$ hasta $\theta = \theta_{\max}$. Los tiempos a los cuales los n -ésimos modos ocurren se denotan por t_n con $n = 1, 2, \dots$ y $t_0 = 0$, y el tiempo de vida de una gota que se evapora en el modo MAS es $t = t_{MAS}$.

La diferencia entre ambos modos es la retracción más rápida de la línea de contacto, en comparación con la reducción de la altura de la gota, en el modo MAS, lo cual resulta en un cambio abrupto en la forma de la gota luego del salto de la línea de contacto [129].

A modo ilustrativo, en la Figura 3.2 se muestra la evolución de una gota que se evapora en los dos modos extremos y dos modos mixtos descriptos previamente.

3.2. Determinación de parámetros mediante HD

La caracterización de la evolución de los parámetros de interés; esto es, ángulo de contacto, radio de contacto, altura, volumen y línea de contorno, es posible mediante el registro y posterior reconstrucción de una secuencia temporal de hologramas. En particular, la fase, convenientemente escalada, contiene la información cuantitativa necesaria para estos fines y, además, proporciona imágenes de alto contraste que facilitan la segmentación de la línea de contorno. En lo que sigue, se describen los procedimientos diseñados para la extracción y el análisis de dichos parámetros.

Figura 3.2: Esquemas de la evolución de la superficie libre $h(r, t)$, el radio de contacto $r_c(t)$ y el ángulo de contacto $\theta(t)$ para gotas en los modos de evaporación (a) RCC, (b) ACC, (c) MAD y (d) MAS. Las líneas discontinuas en los paneles (c) y (d) corresponden al instante $t = t^*$, en el que la gota se desprende en el modo MAD y a los instantes $t = t_n$ con $n = 1, 2, \dots$ en los que la gota se desprende y salta en el modo MAS, respectivamente (Figura modificada de Wilson S. K. [91]).

3.2.1. Determinación de la altura y el volumen de la gota a partir de mapas de fase

Cuando la luz atraviesa una muestra translúcida, se modifica la LCO y, en consecuencia, la fase del frente de onda, de acuerdo con la Ecuación (2.14). Esta relación directa entre fase y espesor óptico permite utilizar los mapas de fase reconstruidos para obtener información cuantitativa sobre la morfología de la muestra. En particular, la altura y el volumen de la gota en función del tiempo pueden determinarse a partir de los mapas de fase continua.

Considerando la Figura 3.3 y la Ecuación (2.14), el retardo total de fase experimentado por la luz en la dirección z puede expresarse como la suma de las contribuciones ópticas del medio líquido y del sustrato. Para un punto arbitrario de una gota depositada sobre la membrana de SP (Figura ??), dicho retardo está dado por

$$\phi_{i,j} = k [h_{i,j}(n_{\text{agua}} - n_{\text{aire}}) + hn_{\text{aire}} + h_p n_p + h_{\text{SP}} n_{\text{SP}}]. \quad (3.1)$$

Mientras que, para una gota depositada sobre un portaobjetos de vidrio ((Figura ??)), la expresión correspondiente resulta

$$\phi_{i,j} = k [h_{i,j}(n_{\text{agua}} - n_{\text{aire}}) + hn_{\text{aire}} + h_p n_p] \quad (3.2)$$

donde $h_{i,j}$ denota la altura local de la gota en el punto (i, j) , h la altura máxima de la gota, h_p el espesor del portaobjetos, y h_{SP} el espesor de la membrana. Por su parte, n_{agua} , n_{aire} y n_p corresponden a los índices de refracción del agua destilada, del aire y del portaobjetos, respectivamente; mientras, n_{SP} representa el índice de refracción efectivo del SP.

Las cantidades h , n_{aire} , h_p , n_p , h_{SP} y n_{SP} son valores constantes, por lo que la contribución a partir del segundo término en las Ecuaciones (3.1) y (3.2) representa sólo un retardo de fase constante que, a los fines prácticos, puede despreciarse.

De esta manera, la altura de la gota en cada punto (i, j) por sobre la muestra es

$$h_{i,j} = \frac{\lambda}{2\pi} \frac{\phi_{i,j}}{(n_{\text{agua}} - n_{\text{aire}})}. \quad (3.3)$$

Con lo cual los mapas de fase quedan convenientemente escalados en mapas de espesor. Resulta, así, directa la extracción de la altura máxima de la gota para cada instante de tiempo mediante

$$h_{\text{max}} = \frac{\lambda}{2\pi} \frac{\phi_{\text{max}}}{(n_{\text{agua}} - n_{\text{aire}})}. \quad (3.4)$$

Por su parte, el volumen V de la gota en cada instante de tiempo t se puede estimar sumando volúmenes elementales

$$\Delta V = h_{i,j} \Delta x \Delta y, \quad (3.5)$$

$$V = \sum_{i,j} \Delta V = \sum_{i,j} h_{i,j} \Delta x \Delta y, \quad (3.6)$$

siendo Δx y Δy las dimensiones laterales de cada píxel en la imagen.

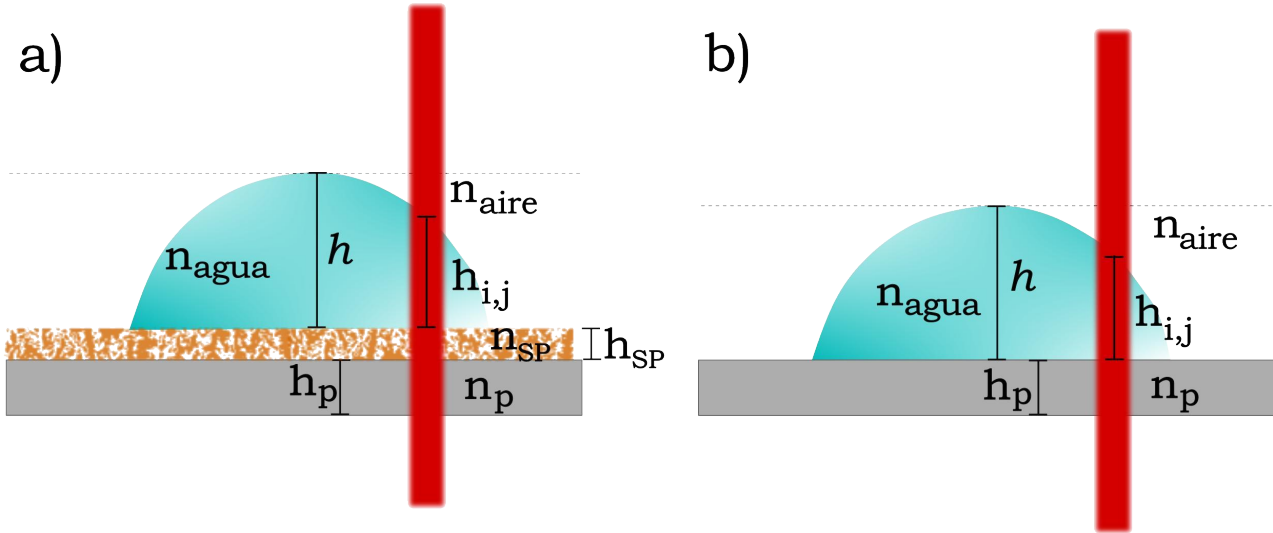


Figura 3.3: Esquema de un haz que atraviesa una gota de agua destilada de altura máxima h sobre a) una membrana de SP y b) un portaobjetos de vidrio. El retardo de fase experimentado por la luz se debe a la suma de los caminos ópticos recorridos en los distintos medios atravesados. h : altura máxima de la gota; $h_{i,j}$: altura de la gota en el punto (i, j) ; h_p : espesor del portaobjetos; h_{SP} : altura de la membrana; n_{agua} , n_{aire} y n_p corresponden a los índices de refracción del agua destilada, del aire y del portaobjetos, respectivamente, mientras que n_{SP} representa el índice de refracción efectivo del SP.

3.2.2. Determinación del ángulo de contacto y radio de contacto de la gota a partir de mapas de fase

Como se mencionó, durante el proceso de evaporación una gota no siempre mantiene una geometría esférica y axisimétrica. Esto se debe principalmente a que distintos sectores de la línea de contacto presentan comportamientos dinámicos diferentes: mientras algunas regiones se desplazan, otras permanecen ancladas. La dinámica de la línea de contacto, la mojabilidad del sustrato y la curvatura local de la interfase a lo largo de la línea de contacto trifásica influyen de manera significativa en el proceso de evaporación de una gota sésil. En consecuencia, la caracterización del ángulo de contacto local a lo largo del tiempo resulta fundamental para comprender y predecir su dinámica de evaporación.

Los mapas de espesor obtenidos mediante HD ofrecen una representación morfológica 3D de la gota, por lo que permiten una determinación instantánea del ángulo de contacto a lo largo de toda la periferia de la línea de contacto de una gota en evaporación. A modo de ejemplo, en la

Figura 3.4 se muestra el mapa de fase desenvuelta de una gota de agua sobre SP para un instante arbitrario del proceso (en vista 2D y 3D). Aunque se observa una simetría aproximadamente esférica, se evidencian ligeras desviaciones respecto de esta forma ideal. La determinación del ángulo de contacto y del radio de contacto (Ver Figura 3.1) para cada instante puede realizarse definiendo un centro aproximado de la gota y calculando los valores de θ y r_c en cada dirección angular dentro del intervalo 0° y 360° . Este procedimiento involucra la determinación manual del ángulo de contacto a partir de la pendiente local en cada dirección de la interfase líquido–aire en la línea de contacto trifásica.

Una alternativa eficiente, propuesta en este trabajo, aprovecha la simetría del objeto de estudio al aplicar una transformada polar a la imagen. Esto permite parametrizar los mapas de espesor en coordenadas polares (r, α) y extraer directamente la dependencia angular de ambos parámetros, $\theta(\alpha)$ y $r_c(\alpha)$ a lo largo de toda la periferia de manera automática.

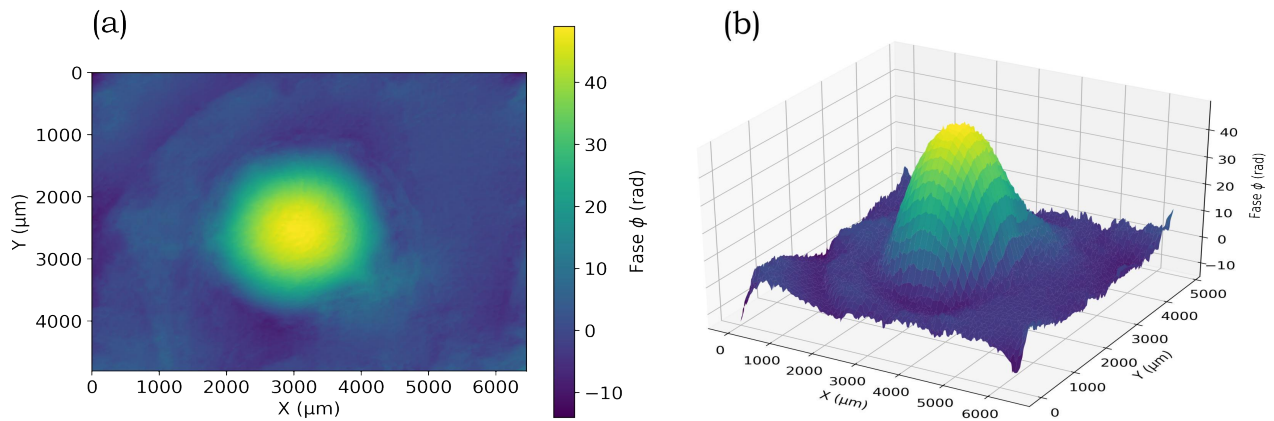


Figura 3.4: Mapa de fase desenvuelta de la gota sobre la membrana de SP: (a) vista en 2D y (b) vista en 3D.

La transformada polar constituye una herramienta matemática de amplio uso en el análisis y procesamiento de imágenes [130], especialmente en contextos donde resulta necesario identificar relaciones de escala y rotación entre distintos conjuntos de datos. Se basa en un cambio de coordenadas de cartesianas (x, y) a polares (r, α) , dado por $x = r \cos(\alpha)$ e $y = r \sin(\alpha)$. De esta manera, las coordenadas polares quedan definidas a partir de las siguientes relaciones:

$$r = \sqrt{x^2 + y^2} \quad (3.7)$$

$$\alpha = \arctan\left(\frac{y}{x}\right) \quad (3.8)$$

A modo de ejemplo, en la Figura 3.5 (izquierda) se presenta una imagen en el dominio cartesiano (x, y) que contiene un anillo concéntrico y una cruz de ejes ortogonales. Al realizar la transformada polar de esta imagen, se obtiene su representación en el dominio (r, α) (derecha), donde el eje vertical ha sido invertido para situar el origen ($r = 0$) en la parte superior y, de

esta manera, facilitar la lectura de la estructura desde el centro hacia afuera (es decir, de arriba hacia abajo).

De acuerdo a este mapeo, el anillo se transforma en una franja horizontal continua, debido a que su radio r es constante para todo ángulo α ; mientras que las líneas rectas de la cruz (originalmente verticales y horizontales) se convierten en cuatro líneas verticales distribuidas uniformemente a 0° , 90° , 180° y 270° , representando las direcciones angulares predominantes de la estructura.

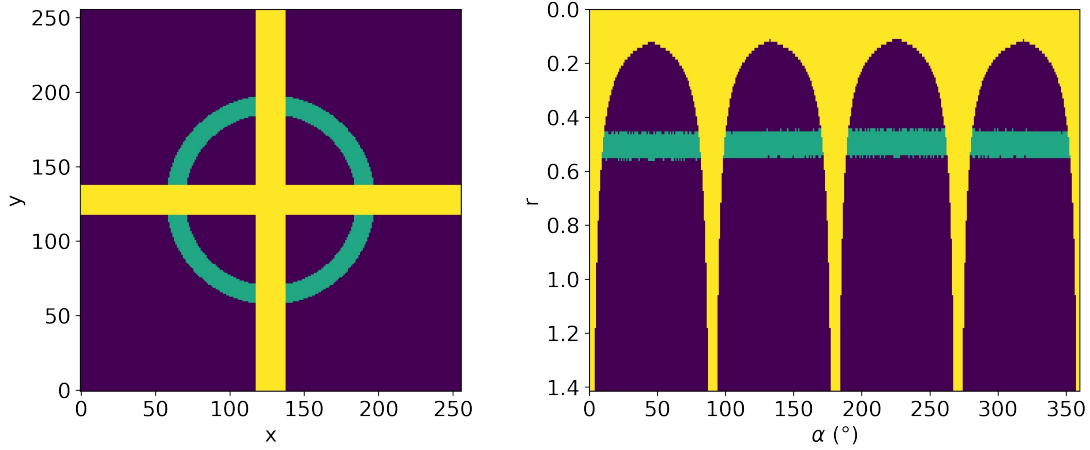


Figura 3.5: Transformación de coordenadas cartesianas a polares; izquierda: Imagen original en el dominio cartesiano (x, y) que contiene un anillo concéntrico y una cruz de ejes ortogonales; derecha: Representación en el dominio polar (θ, r) , donde el eje vertical ha sido invertido para situar el origen ($r = 0$) en la parte superior.

Teniendo en cuenta estas consideraciones, para cada instante de tiempo la determinación del ángulo de contacto, $\theta(\alpha)$, y el radio de contacto $r_c(\alpha)$, con $\alpha \in [0, 360^\circ)$ involucra el siguiente procedimiento aplicado a cada holograma registrado:

- Obtener el mapa de fase desenvuelto ϕ .
- Convertir los valores de fase, ϕ_{ij} , a valores de altura $h_{i,j}$ para cada posición (i, j) sobre la gota según la Ecuación (3.3).
- Realizar la transformación de coordenadas de cartesianas (x, y) a polares (r, α) mediante las Ecuaciones 3.7 y 3.8. De esta forma, el mapa de espesores pasa de describirse como $h(x, y)$ a $h(r, \alpha)$.
- Extraer el ángulo de contacto, $\theta(\alpha)$, a partir del máximo valor del módulo del gradiente radial del perfil de altura mediante

$$\text{ángulo de contacto}(\theta) = \max \left\{ \text{atan} \left(\left| \frac{\partial h(r, \alpha)}{\partial r} \right| \right) \right\},$$

donde el máximo corresponde a un pico característico de $|\partial h/\partial r|$ en la región señalada por una línea verde en la Figura 3.6. Este criterio se adopta siguiendo la metodología propuesta por Mohammad Asl *et al.* [109]. En dicho enfoque, el máximo de $|\partial h/\partial r|$ se asocia a la línea de contacto de las tres fases, donde coinciden las fases líquida, gaseosa (aire) y sólida (sustrato o portaobjetos). En esta región, el gradiente del perfil de altura pasa de valores cercanos a cero (correspondientes al área exterior a la gota) a experimentar un incremento abrupto al ingresar en ella, hasta alcanzar un valor extremo. Este máximo identifica la zona de mayor variación de pendiente del perfil, vinculada al punto de inflexión de la curvatura superficial y, por consiguiente, a la posición en la que se define el ángulo de contacto de la gota sobre la superficie.

- Extraer el radio de contacto, $r_c(\alpha)$, como la anchura medida al nivel 1/3 de la altura máxima $h_{max}(\alpha)$. Esta definición sigue un criterio análogo al conocido FWHM (del inglés Full Width at Half Maximum), comúnmente utilizado como parámetro de ancho de curva. Así

$$r_c(\alpha) = r\left(\frac{1}{3}h_{max}(\alpha)\right),$$

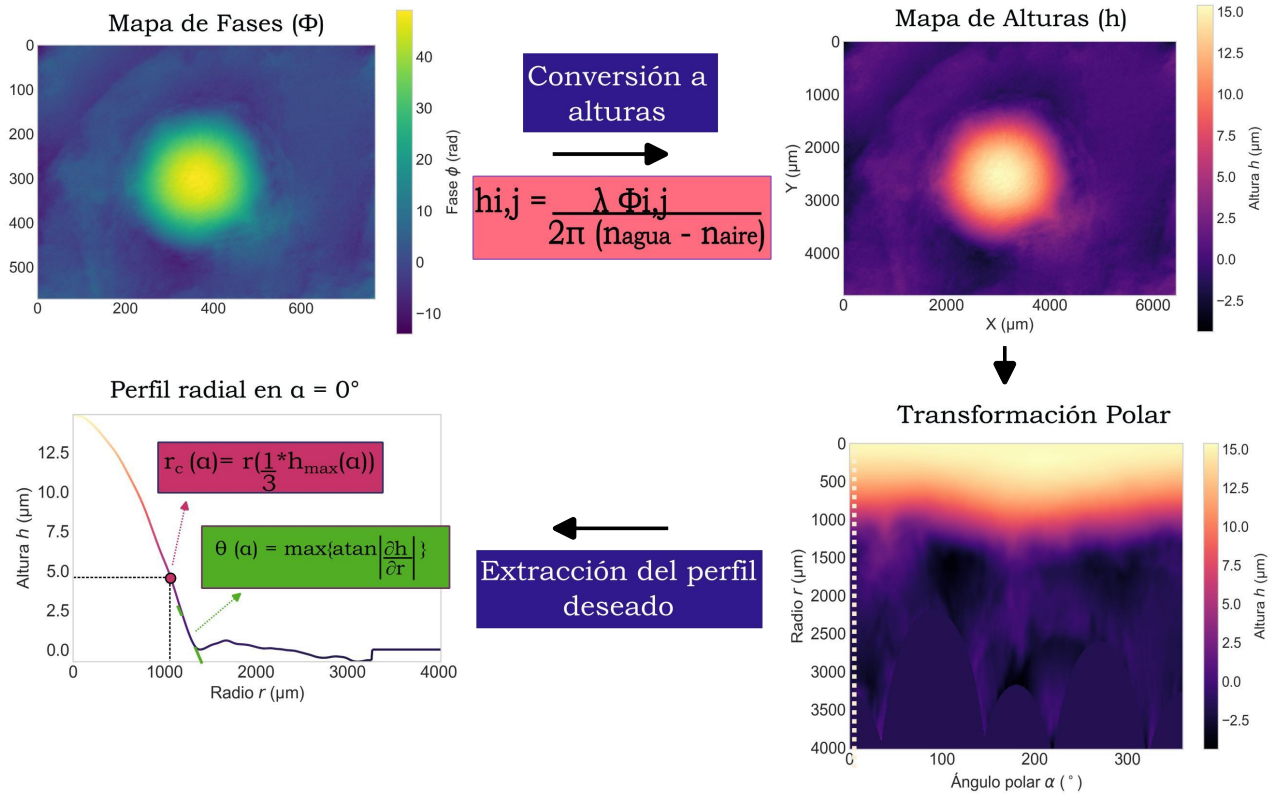


Figura 3.6: Descripción del procedimiento empleado para la determinación del ángulo de contacto que forma una gota sobre un sustrato a $\alpha = 0$, empleando HD. En cada caso, las barras de color de la derecha codifican la información de fase y altura de la gota.

La metodología propuesta permite realizar un análisis integral del comportamiento dinámico y la evolución morfológica de la gota en todas direcciones. Para ejemplificar, en la Figura 3.6 se sintetiza el procedimiento para la determinación del ángulo de contacto y el radio de contacto a $\alpha = 0$. Siguiendo este procedimiento para cada instante del proceso, es posible conocer los valores que estos parámetros van adquiriendo, a medida que la gota se evapora para cualquier dirección polar α .

3.3. Implementación de la HD al estudio del secado de una gota de agua destilada de agua sobre SP

Para el registro de los hologramas digitales, se emplea un interferómetro holográfico digital, como el mostrado en la Figura 2.7. La fuente de iluminación es un láser de He-Ne ($\lambda = 632,8$ nm) no polarizado (Melles Griot, 3 mW) colimado mediante un filtro espacial (FE). Como se explicó previamente, el haz incide sobre DH1, generando dos haces, HR y HO. El haz HO, atraviesa la muestra (colocada sobre una platina de posicionamiento con control de traslación lateral y axial) y posteriormente se recombina con HR, generando el holograma digital que se registra en el sensor de una cámara CCD (JAI CV-M50 monocromática). La matriz del sensor mide $6,45\text{mm} \times 4,84\text{mm}$, y contiene 768 (H) px $\times$ 572 (V) px (características de fábrica), lo cual da una distancia entre píxeles adyacentes de $\Delta x = 8,39 \mu\text{m}$ en la dirección horizontal y de $\Delta y = 8,46 \mu\text{m}$ en la dirección vertical. Asimismo, la velocidad de cuadro (fotogramas por segundo) del CCD es de hasta 25 Hz.

3.3.1. Procedimiento experimental

Empleando una micropipeta Boeco ($0,5\text{--}10 \mu\text{L}$) se depositó una gota de $\sim 0,6 \mu\text{L}$ de agua destilada sobre la membrana de SP. Luego, se esperaron algunos minutos hasta observar la retracción de la gota, momento a partir del cual se inició el registro de hologramas digitales cada 100 ms. Aunque el secado completo demora aproximadamente 1 h, en este estudio sólo se consideran estadios finales de la evaporación.

Una vez registrada la secuencia de hologramas, se procedió a la reconstrucción numérica, de acuerdo con lo explicado en la Sección 2.2.2, cuyo esquema se sintetiza en la Figura 2.10. Para el análisis de la información de fase, se siguió el procedimiento descrito en la Sección 2.4: en primer lugar, se obtuvo un mapa de fase continua mediante un algoritmo de desenvolvimiento de fase [131] y, posteriormente, los mapas sucesivos se calcularon acumulando las diferencias de fase entre hologramas consecutivos, lo que permitió reconstruir la evolución temporal de la fase.

Debido a las limitaciones de almacenamiento de la cámara CCD, el proceso de secado de

la gota se registró en dos intervalos de 14 s. Entre ambos intervalos existe un lapso temporal sin adquisición de hologramas. No obstante, aun bajo esta condición, los resultados obtenidos muestran una clara consistencia y reproducen el comportamiento esperado durante la retracción de la gota.

3.3.2. Resultados

Líneas de contorno y radio equivalente

Como primer paso, se realizó un análisis cualitativo del comportamiento de la gota con el fin de comprender la dinámica de retracción y su evolución temporal. Este análisis permite identificar las características generales del proceso, así como reconocer posibles tendencias o particularidades que luego podrán ser evaluadas con mayor precisión mediante un tratamiento cuantitativo.

Para ello, se obtuvieron las líneas de contorno en cada instante mediante técnicas de procesamiento digital de imágenes y se analizó su evolución durante la retracción. Estos contornos delimitan la huella de la gota sobre el sustrato y constituyen un indicador indirecto de la variación de los radios de contacto en distintas direcciones.

A modo ilustrativo, la Figura 3.7(a) muestra la evolución de algunos de estos contornos en el intervalo temporal analizado, lo que proporciona una primera apreciación visual de la dinámica del fenómeno.

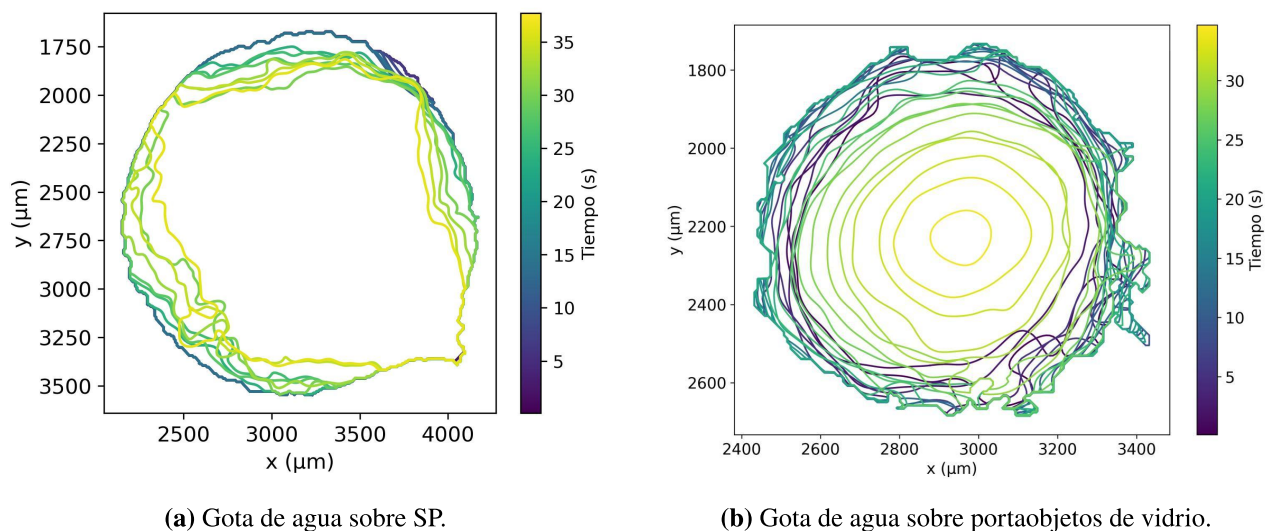


Figura 3.7: Evolución de las líneas de contorno obtenidas para distintos tiempos durante el proceso de secado de una gota de agua destilada sobre: (a) la membrana de SP y (b) el portaobjetos de vidrio.

La barra temporal ubicada a la derecha indica la progresión del tiempo mediante un pseudo-coloreado: los primeros instantes se representan en tonos azules, donde la gota presenta una

forma aproximadamente circular, mientras que, a medida que avanza el secado, los contornos adoptan tonalidades verdosas y luego amarillas.

Durante la retracción se observan deformaciones del borde y, en algunos casos, entrecruzamientos de los contornos. Estos comportamientos pueden atribuirse a irregularidades o impurezas de la membrana, que dificultan el desplazamiento uniforme de la línea de contacto y generan fijaciones locales (“*pinning*”) en ciertas regiones, mientras otras avanzan con mayor libertad.

A partir de las líneas de contorno es posible determinar de forma cuantitativa las dimensiones de la gota en cada instante. En particular, se observa en la figura que la gota presenta inicialmente un diámetro aproximado de $D = (2158 \pm 4) \mu\text{m}$, a partir del cual comienza a retraerse de forma irregular sobre la membrana. Para cada contorno, el área encerrada puede aproximarse al área de un círculo. Esta analogía permite definir un radio del círculo equivalente, r_{eq} obtenido al igualar la silueta proyectada de la gota en 2D con la de un círculo de igual superficie

$$r_{eq} = \sqrt{A_g/\pi}. \quad (3.9)$$

donde A_g es el área encerrada por la línea de contorno. Este parámetro, particularmente útil para describir morfologías irregulares, se define como una magnitud escalar que resume la geometría global de la gota y simplifica el análisis de su evolución durante la retracción, ya que condensa la complejidad observada en las líneas de contorno (Figura 3.7) en una única cantidad directamente comparable entre distintos instantes.

Aplicando el procedimiento descrito, se obtuvo la evolución del radio equivalente para una gota de agua destilada depositada sobre SP, cuya variación se presenta en la Figura 3.8(a). Inicialmente, el radio permanece prácticamente constante durante el primer intervalo registrado; sin embargo, luego de aproximadamente 25 s comienza a disminuir. No obstante, este decrecimiento es gradual y acotado: a lo largo de los 40 s que dura el proceso de retracción, el radio equivalente se reduce desde aproximadamente 975 μm hasta cerca de 800 μm .

Esta pequeña disminución del radio equivalente podría ser consistente con un régimen de evaporación del tipo RCC (radio de contacto constante), en el cual la dinámica del sistema se manifiesta principalmente a través de cambios en el ángulo de contacto. Un análisis específico de dicho ángulo será necesario para confirmar este comportamiento; no obstante, la tendencia observada del radio equivalente concuerda cualitativamente con lo esperado para este régimen.

Altura máxima y volumen

Los mapas de espesor se obtuvieron en cada instante mediante la Ecuación (3.3). En la Figura 3.9 se muestra la evolución temporal del perfil de espesor correspondiente a un corte horizontal que atraviesa el centro de la gota. Se observa que a medida que la gota se evapora la

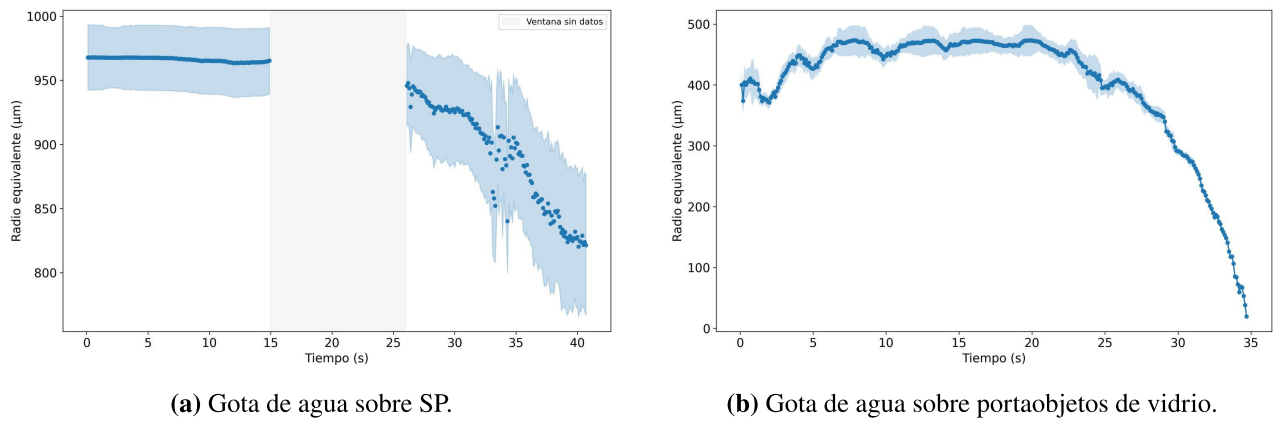


Figura 3.8: Variación temporal del radio equivalente durante el proceso de retracción de una gota de agua destilada depositada sobre diferentes sustratos: (a) membrana SP y (b) portaobjetos de vidrio. Las bandas sombreadas representan la incertidumbre asociada a la determinación de las líneas de contorno.

altura máxima de la gota decrece progresivamente; en tanto, el radio de la gota en contacto con el sustrato no experimenta variaciones significativas, en concordancia con los valores del *radio equivalente* calculados. De manera consistente, el ángulo de contacto disminuye gradualmente con el tiempo, lo que indica una predominancia del modo de evaporación de RCC, tal como se había señalado previamente.

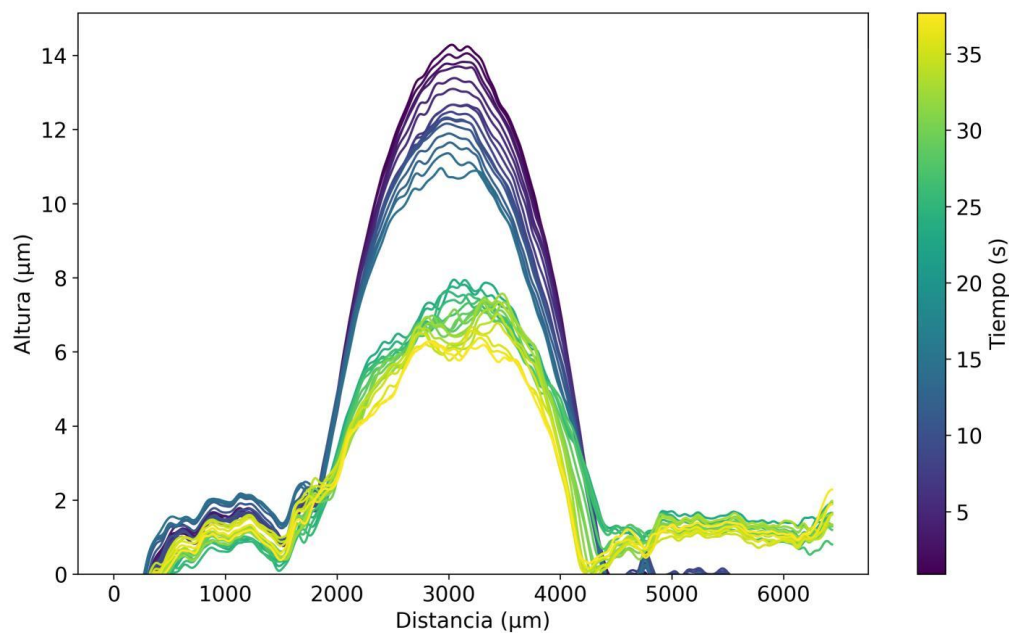


Figura 3.9: Variación temporal de un perfil de altura de la gota durante el proceso de retracción.

La evolución temporal de altura máxima, h_{max} , se obtiene mediante la Ecuación(3.4) y se presenta en la Figura 3.10(a). Se observa una disminución progresiva de la altura de la gota a medida que avanza el proceso de evaporación. La gráfica de la altura máxima incluye el intervalo de incertidumbre correspondiente, el cual se indica mediante un sombreado tenue alrededor de

la curva.

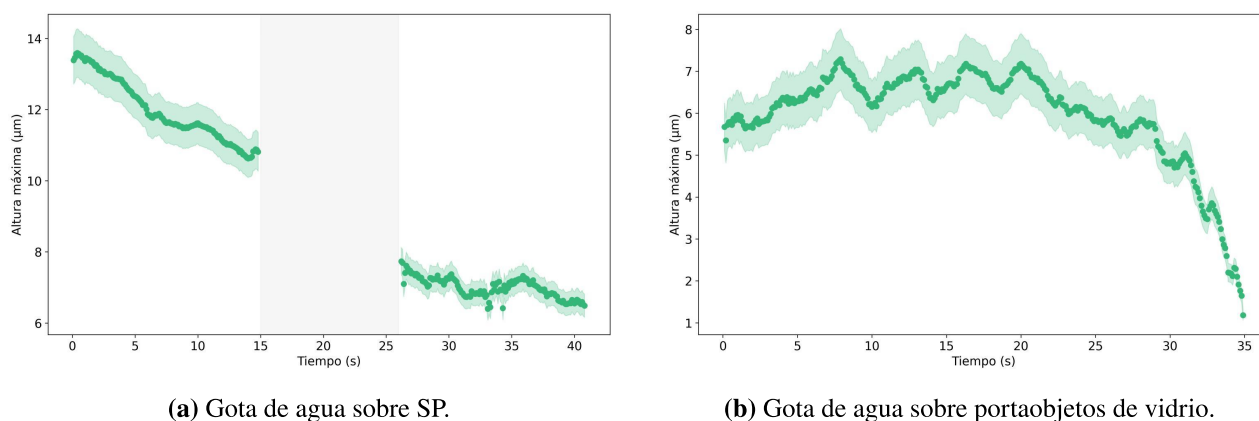


Figura 3.10: Variación temporal de la altura máxima de una gota de agua durante el proceso de evaporación sobre diferentes sustratos: (a) membrana SP y (b) portaobjetos de vidrio. Las regiones sombreadas representan la incertidumbre asociada a la medición.

Por otro lado, a partir de la Ecuación (3.6), se calcula la variación de volumen de líquido. Los resultados se muestran en la Figura 3.11(a), donde se aprecia la disminución progresiva de este parámetro a medida que avanza la evaporación.

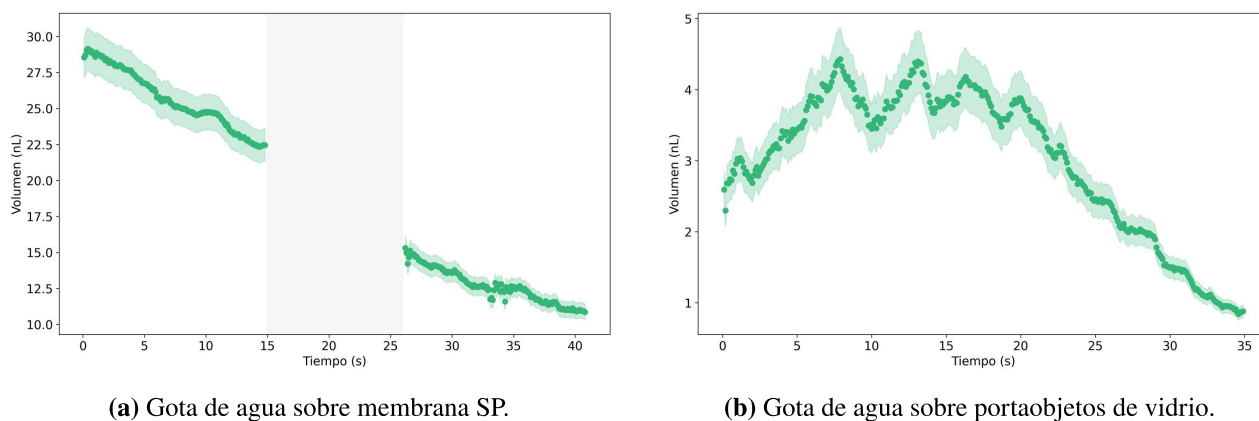


Figura 3.11: Variación temporal del volumen de una gota de agua destilada durante el proceso de evaporación sobre diferentes sustratos: (a) membrana nanoporosa SP y (b) portaobjetos de vidrio. Las bandas sombreadas representan la incertidumbre asociada a la determinación del volumen.

Radio y ángulo de contacto

Para analizar la evolución del radio y del ángulo de contacto, se aplica el procedimiento descrito en la Sección 3.2.2 a cada uno de los mapas de fase obtenidos mediante HD. La combinación del método holográfico con la transformación polar permite obtener una caracterización azimutal completa de la morfología de la interfase líquido-sólido-aire y de su evolución temporal, sin restringirse a una única dirección de observación.

La Figura 3.12 ilustra el proceso de retracción de una gota de agua destilada sobre la superficie de SP. Se muestran los mapas de espesor obtenidos mediante HD en tres instantes (0 s, 14,8 s y 37,8 s). De estas imágenes resulta evidente que la zona de membrana con mayor LCO (y por lo tanto, con mayor altura) va disminuyendo a medida que avanza la retracción del frente de contacto. En la fila inferior se incluyen las transformaciones polares correspondientes, que permiten visualizar la distribución radial de la altura en función del ángulo polar.

Al aplicar las Ecuaciones 3.7 y 3.8 a los perfiles obtenidos mediante la transformada polar $h(r, \alpha)$, se determinan los valores del ángulo de contacto, $\theta(\alpha)$, y radio de contacto, $r_c(\alpha)$, para cada dirección angular y en cada instante de tiempo. A modo de ejemplo, la Figura 3.13 presenta los resultados correspondientes a tres direcciones polares particulares (0° , 135° y 255°). Se observan diferentes comportamientos locales de retracción a lo largo de la línea de contacto. Según la dirección considerada, el radio puede permanecer aproximadamente constante, disminuir o incluso aumentar; un comportamiento similar se registra para el ángulo de contacto. Estas variaciones indican que, si bien el comportamiento promedio es compatible con un modo RCC, la dinámica resulta espacialmente heterogénea.

En conjunto, estos resultados evidencian la complejidad del proceso de evaporación de una gota de agua depositada sobre una estructura nanoporosa y destacan la capacidad del método propuesto para caracterizar con precisión su evolución espacial y temporal.

3.4. Implementación de la HD al estudio del secado de una gota de agua sobre vidrio

De manera análoga al caso anterior, se empleó el mismo procedimiento experimental, pero depositando la gota sobre un portaobjetos de vidrio como sustrato.

3.4.1. Resultados

Líneas de contorno y radio equivalente

La Figura 3.7(b) ilustra la dinámica de secado mediante las líneas de contorno asociadas a la evaporación de la gota sobre la superficie del portaobjetos. A diferencia del caso sobre la membrana porosa, la retracción resulta más regular, lo que se atribuye al carácter no poroso del sustrato. Las líneas de contorno se desplazan de forma ordenada hacia el interior, con escaso entrecruzamiento, y la gota conserva una geometría aproximadamente circular durante la mayor parte del proceso.

La evolución temporal del radio equivalente se muestra en la Figura 3.8(b). Del gráfico se advierte que el radio de contacto se mantiene prácticamente constante durante los primeros 20 s

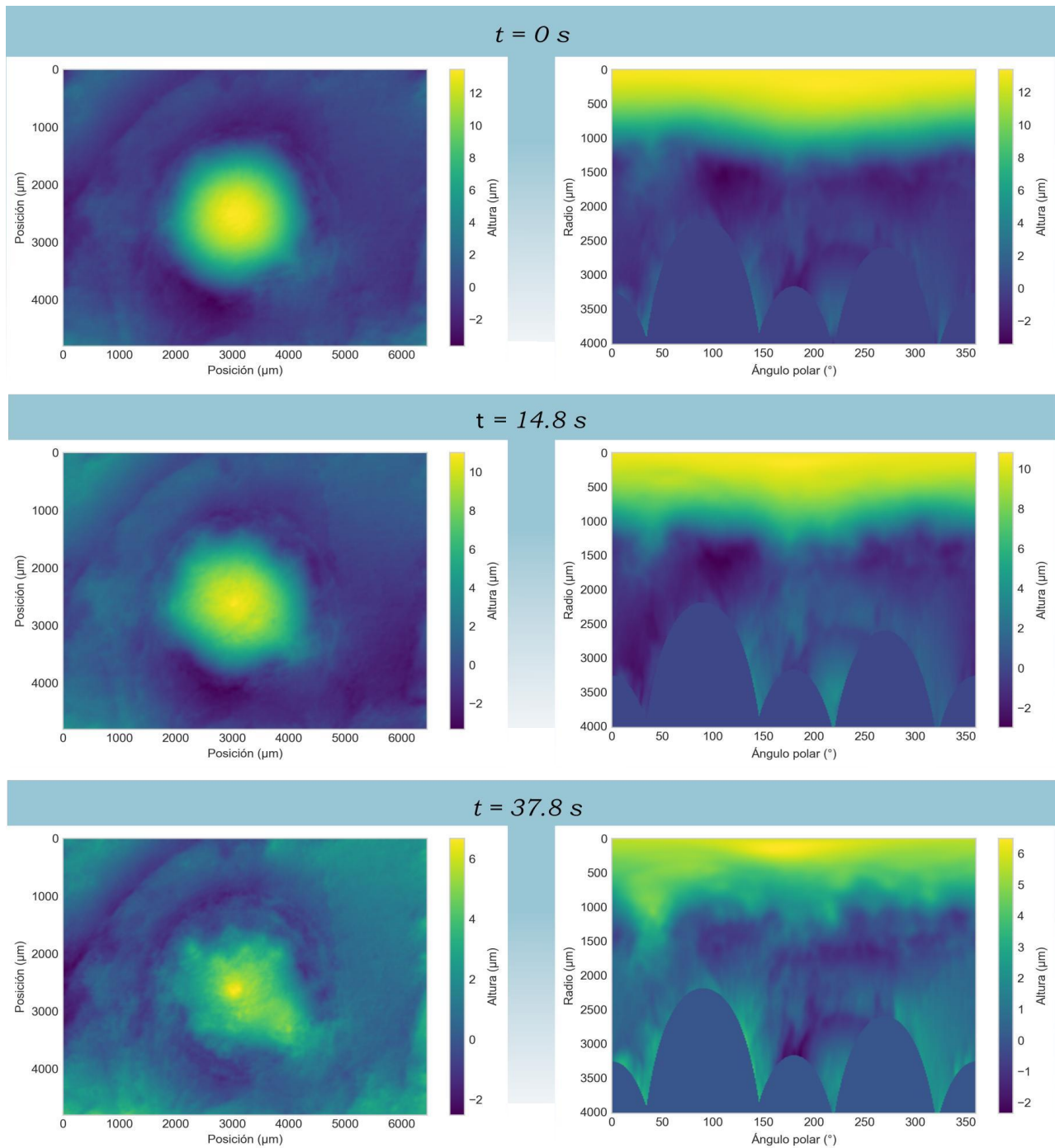


Figura 3.12: (arriba) Mapas de altura correspondientes a tres instantes representativos del proceso de retracción. (abajo) Transformadas polares correspondientes a cada instante especificado.

Figura 3.13: Radios y ángulos de contacto para una gota colocada sobre una muestra de SP en diferentes direcciones polares (0° , 135° y 255°).

del secado. En el tramo final, en cambio, disminuye de manera marcada hasta valores cercanos a cero.

Este comportamiento sugiere un cambio en el modo de evaporación: inicialmente, sería compatible con un régimen de radio de contacto constante (RCC), mientras que, tras los 20 s, la retracción progresiva del radio indicaría una transición hacia un régimen de ángulo de contacto aproximadamente constante (ACC).

No obstante, para establecer conclusiones firmes es necesario analizar en detalle la evolución del ángulo de contacto. Aun así, el radio equivalente proporciona una primera descripción cualitativa del comportamiento global de la gota durante el secado.

Altura máxima y volumen

La evolución temporal de la altura máxima de la gota se muestra en la Figura 3.10(b). Durante los primeros 20 s del proceso, este parámetro presenta pequeñas fluctuaciones dentro de un intervalo acotado; posteriormente, comienza a disminuir de forma marcada, acompañando la etapa final de evaporación.

En tanto, la 3.11(b) presenta la evolución temporal del volumen de líquido en un tramo avanzado del proceso, cuando el líquido remanente es escaso. Si bien la curva exhibe fluctuaciones e incluso aumentos locales, estas variaciones no se interpretan como incrementos físicos reales del volumen, sino como artefactos asociados al procedimiento de reconstrucción y al cálculo volumétrico. Dado que el volumen se obtiene integrando mapas de altura derivados de la fase desenvuelta, pequeñas perturbaciones residuales o errores numéricos pueden amplificarse, especialmente cuando el espesor de la gota es muy bajo. En consecuencia, el cálculo se vuelve más sensible al ruido experimental y puede generar oscilaciones espurias.

Radio y ángulo de contacto

De manera análoga, la Figura 3.14 muestra la evolución de los parámetros de interés para tres direcciones polares (las mismas que se emplearon en la sección 3.3.2).

A diferencia del caso sobre el sustrato nanoporoso, el comportamiento global resulta marcadamente más uniforme y presenta una menor variabilidad entre direcciones. Esta regularidad se refleja tanto en el ángulo como en el radio de contacto.

Durante la etapa inicial del intervalo analizado, el ángulo de contacto se mantiene aproximadamente constante en torno a 1° , en concordancia con el hecho de que los estados considerados corresponden a los instantes finales de la evaporación. En los últimos segundos, el ángulo disminuye progresivamente hasta valores cercanos a 0° , indicando la inminente desaparición de la gota.

Por su parte, el radio de contacto permanece del orden de $400\ \mu\text{m}$ durante los primeros 20 s

Figura 3.14: Variación temporal del ángulo y el radio de contacto, para tres direcciones polares determinadas, durante el proceso de evaporación.

y luego decrece de forma abrupta hasta aproximadamente 150 μm . Resulta notable que, aun ante posibles irregularidades del portaobjetos o inhomogeneidades locales, las distintas direcciones analizadas exhiben tendencias similares. Este comportamiento contrasta con el observado sobre el sustrato nanoporoso, donde se registran diferencias significativas entre distintas direcciones.

Capítulo 4

Estudio del secado de una gota de alcohol isobutílico sobre una membrana de silicio nanoporoso

Los resultados presentados en este capítulo han sido publicados en Journal of Applied Physics bajo el título: “Filling fraction measurement around a drying drop onto nanoporous silicon using digital holographic microscopy” [132].

En medios altamente confinados espacialmente, como las membranas nanoporosas, la condensación capilar y evaporación de un líquido no sólo son de interés fundamental, sino que además constituyen la base de una de las técnicas más utilizadas para la caracterización de materiales porosos: las *isotermas de sorción* [38]. En estos sistemas típicamente se observan dos regímenes de adsorción: el régimen de película, en el cual las moléculas se condensan formando una capa sobre las paredes del poro de manera reversible (entre adsorción y desorción), y el régimen de condensación capilar, donde se forman puentes líquidos con meniscos cóncavos que llenan progresivamente el interior del poro. La presión a la que ocurre esta transición está determinada por el radio de curvatura del menisco, y por tanto, por el tamaño del poro.

En sistemas reales, donde los diámetros de poro varían significativamente, esta transición no se produce de forma abrupta, sino que aparece suavizada en la isoterma, lo cual refleja la distribución de tamaños de poro (ya que los poros más pequeños condensan o evaporan a diferentes presiones en comparación a los más grandes). En este contexto, se ha propuesto recientemente que el estudio de los frentes de avance del líquido dentro de la red porosa representa una alternativa prometedora para caracterizar dicha distribución de tamaños, especialmente en materiales como el silicio mesoporoso.

Bajo este enfoque, en este capítulo se propone una metodología innovadora para la caracterización del llenado de poros de una membrana nanoporosa mediante el uso de MHD e IHD.

Esta combinación de técnicas permite obtener un mapa bidimensional cuantitativo de la fracción de llenado de una membrana de silicio poroso en torno a una gota en proceso de secado, así como su evolución temporal, de manera no destructiva. La metodología propuesta contribuye al estudio de los procesos fluidodinámicos involucrados.

La aplicación de la MHD en el área de la fluidodinámica ha sido relativamente limitada; se destaca su utilización para el seguimiento tridimensional de trayectorias de partículas trazadoras en el interior de gotas confinadas, el seguimiento lagrangiano de partículas y su tasa de evaporación en un flujo turbulento [133, 134].

Entre las aplicaciones más recientes de la técnica se destacan la observación de ondas capilares en la superficie de gotas sometidas a excitación acústica [135] y la medición del ángulo de contacto instantáneo durante la evaporación de una gota [109]. Esta última aplicación es especialmente interesante, ya que permite obtener, de manera no invasiva y en tiempo real, información clave sobre la evolución del ángulo de contacto con alta resolución temporal y espacial. No obstante, hasta donde se tiene conocimiento, en este trabajo se presenta la primera implementación exitosa de técnicas holográficas para determinar cuantitativamente la fracción de llenado de una membrana de SP y para distinguir de forma efectiva las distintas zonas formadas alrededor de la gota, en un escenario de evaporación.

4.1. Procesos microfluídicos

Cuando una gota se pone en contacto con una membrana de SP se desencadenan diferentes procesos microfluídicos [32, 46, 136–149], debido a una combinación de factores físicos y estructurales del sistema. De hecho, el SP suele presentar una estructura altamente intrincada, con poros mayormente alineados verticalmente pero muy irregulares e interconectados lateralmente que exhiben constricciones y conductos tortuosos. Debido a su particular estructura se suele definir al SP como una “*esponja*” de silicio [150].

A escalas nanométricas la *capilaridad* domina la dinámica de los líquidos: las fuerzas capilares inducen la imbibición del fluido hacia el interior de los poros, de modo que la dirección de avance del líquido (longitudinal o lateral) queda determinada por el gradiente de presión capilar y la conectividad entre poros. Asimismo, la gota expuesta al ambiente se encuentra en constante evaporación. Esto crea un gradiente de presión de vapor alrededor de la gota, afectando los procesos dentro de los poros; de esta manera, la evaporación transforma los poros en reservorios dinámicos, de los cuales el líquido entra (ya sea por contacto directo o por condensación) y sale (por evaporación). En efecto, el campo de vapor generado por la evaporación puede difundir hacia regiones más frías o de menor presión parcial, donde se condensa dentro de los poros cercanos, generando imbibición sin contacto directo con la gota. Estos fenómenos amplían la zona afectada por la gota, incluso en regiones que no están en

contacto directo con ella.

La competencia constante entre todos estos procesos genera un balance dinámico y complejo en la membrana porosa. En definitiva, los procesos microfluídicos que intervienen al colocar una gota de líquido sobre la membrana pueden sintetizarse en (ver Figura 4.1):

- **imbibición capilar directa (longitudinal):** ocurre cuando el líquido penetra a lo largo de la dirección de los poros, justo por debajo de la gota (es decir, en la zona de contacto directo entre la gota y la membrana). Este es un proceso rápido que llena completamente los poros mientras la gota permanece en contacto con ellos [46, 151].
- **imbibición capilar lateral:** el líquido avanza transversalmente a la orientación de los poros, desde la región situada debajo de la gota hacia las zonas adyacentes de la membrana. Este mecanismo es posible solo si los poros están interconectados dentro de la estructura del material —como sucede en el SP— y es considerablemente más lento que la imbibición longitudinal [141, 149].
- **imbibición capilar por condensación:** el llenado de los poros ocurre por condensación del vapor generado alrededor de la gota. La combinación de esta condensación con la imbibición lateral contribuye a aumentar la fracción de llenado de los poros en la vecindad de la gota [142, 145].
- **evaporación desde los poros:** los poros parcial o totalmente llenos que están expuestos al ambiente actúan como reservorios de líquido, alimentando el campo de vapor mediante evaporación. Este proceso reduce la fracción de llenado de los poros circundantes, en contraste con la condensación y la imbibición lateral [147].

El comportamiento combinado de estos mecanismos es complejo y su comprensión resulta esencial para describir la dinámica de imbibición y evaporación en sistemas porosos. En este contexto, el presente trabajo demuestra experimentalmente que es posible mapear bidimensionalmente el perfil de fracción de llenado en membranas de SP en torno a la gota mediante MHD, proporcionando una herramienta cuantitativa y versátil para el estudio de procesos microfluídicos.

Se adopta el escenario general ilustrado en la Figura 4.1, en el cual el equilibrio entre imbibición, condensación y evaporación da lugar a la formación de diferentes zonas bien definidas alrededor de la gota.

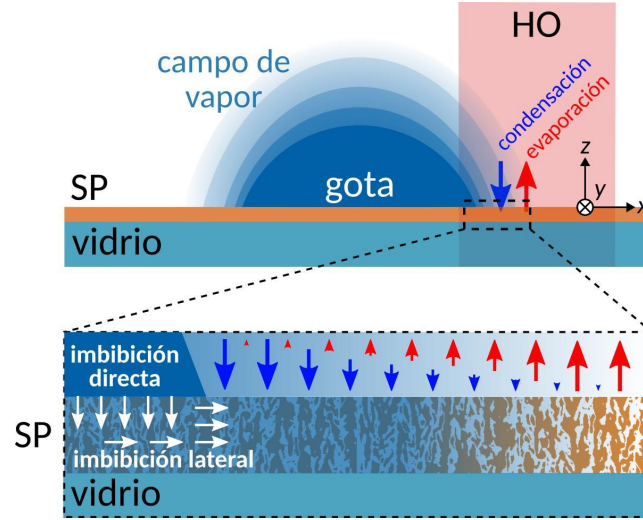


Figura 4.1: Representación esquemática de una gota depositada sobre la membrana de SP: diferentes procesos como la imbibición directa (longitudinal) y lateral, la condensación desde el ambiente y la evaporación hacia el mismo ocurren simultáneamente debido a una combinación de factores físicos y estructurales del sistema.

4.2. Fracción de llenado en el interior de una membrana porosa

Se han propuesto diversos modelos para predecir las propiedades ópticas de este material. Entre ellos, el modelo de Looyenga [152] resulta ser topológicamente el más adecuado para materiales porosos, y es el que se utiliza en este trabajo para describir el índice de refracción del medio efectivo. Este modelo considera una mezcla aleatoria, homogénea e isotrópica de dos o más componentes, para la cual puede derivarse una expresión explícita para calcular la permitividad efectiva ϵ_{ef} , lo cual permite, a su vez, estimar el índice de refracción efectivo n_{ef} en cada zona iluminada de la muestra. Para el caso de una mezcla compuesta por tres fases: silicio cristalino (c-Si), aire y un líquido, si se desprecia la absorción óptica, el índice de refracción $n_{ef} = \sqrt{\epsilon_{ef}}$ se puede expresar como una función lineal que depende de las propiedades ópticas de cada uno de los tres medios [149]

$$\eta_{ef} = \eta_{Si}(1 - p) + \eta_{aire}p(1 - f) + \eta_{líq}pf, \quad (4.1)$$

donde η_{Si} , η_{aire} y $\eta_{líq}$ corresponden al índice de refracción del silicio, del aire y del líquido, respectivamente; p es la porosidad de la membrana y f es la fracción de llenado de la misma. Esta fracción de llenado se refiere a la fracción de volumen de los poros de la membrana que está ocupado por el líquido. Lógicamente $f = 1$ cuando los poros están completamente llenos de líquido y $f = 0$ (cuando los poros están completamente llenos de aire; para cualquier caso intermedio $f = f(x, y)$ para cada posición (x, y) sobre la membrana (ver Figura 4.2). Por lo tanto, la penetración de un líquido en el interior de una estructura porosa por acción capilar genera variaciones en n_{ef} y, en consecuencia, en la LCO de la membrana como función de la

posición. De hecho, la LCO a lo largo de la dirección de los poros (siendo ésta la dirección z , como muestra la Figura 4.1) en cierta posición (x, y) sobre el plano de la muestra puede expresarse, según se vio en el Capítulo 2 (Ecuación 2.13)

$$\text{LCO}(x, y) = \int_0^d \eta_{\text{ef}}(x, y) dz \approx \eta_{\text{ef}}(x, y) d, \quad (4.2)$$

donde d es el espesor físico de la membrana de SP; se asume que tanto el espesor como la porosidad en la membrana son uniformes y que los valores para los índices de refracción considerados son constantes. De esta manera, η_{ef} y LCO son funciones de la fracción de llenado f y por lo tanto de la posición (x, y) a lo largo de la muestra [149].

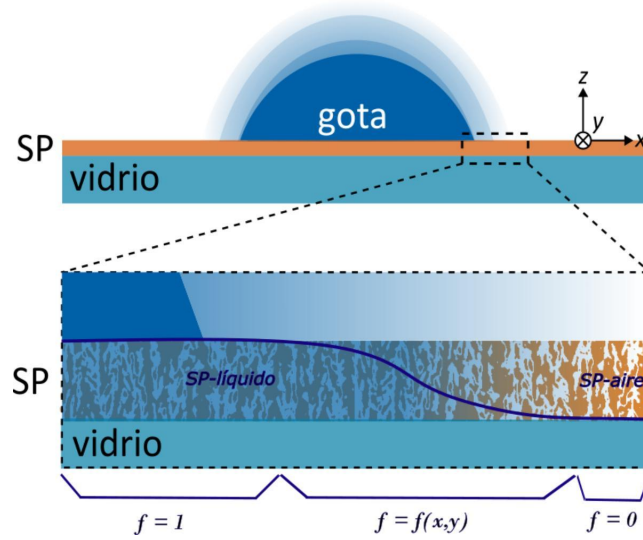


Figura 4.2: Fracción de llenado en el interior de una membrana nano-porosa en contacto con una gota de líquido. Se considera que $f = 1$ en la zona de SP-líquido y $f = 0$ en la zona de SP-aire, mientras que, en una zona intermedia en la cual coexistan SP-líquido-aire, $f = f(x, y)$.

Por su parte, la fase reconstruida de un holograma se relaciona con la LCO según la Ecuación 2.15, de manera que

$$\phi(x, y) = \frac{2\pi}{\lambda} \text{LCO}(x, y). \quad (4.3)$$

Así, usando las Ecuaciones (4.1)–(4.3) la LCO en función de (x, y) y de la fracción de llenado puede expresarse como

$$\text{LCO}(x, y, f) = \{\eta_{\text{Si}}(1 - p) + \eta_{\text{air}}p[1 - f(x, y)] + \eta_{\text{liq}}pf(x, y)\}d. \quad (4.4)$$

Cabe resaltar que la fracción de llenado puede obtenerse directamente a partir de esta expresión, utilizando la información de LCO cuando la membrana se encuentra completamente llena, es decir cuando $\text{LCO}(x, y, 1)$, y completamente vacía, es decir cuando $\text{LCO}(x, y, 0)$. Esto resulta en

$$f(x, y) = \frac{\text{LCO}(x, y, f) - \text{LCO}(x, y, 0)}{\text{LCO}(x, y, 1) - \text{LCO}(x, y, f)}. \quad (4.5)$$

En síntesis, al medir $LCO(x, y, f)$ se obtiene el perfil de fracción de llenado en la membrana de SP, sin necesidad de conocer los demás parámetros involucrados en la Ecuación (4.4). Esto pone de manifiesto la potencialidad de las técnicas holográficas aplicadas a procesos microfluídicos, ya que permite medir la fracción de llenado en diferentes muestras independientemente de sus parámetros morfológicos y de manera no invasiva.

4.3. Magnitudes microfluidicas

Como se mencionó en el Capítulo anterior, la geometría de una gota de líquido depositada sobre una superficie sólida puede caracterizarse mediante diversos parámetros microfluídicos (h , r_c , R_e y θ). Estos parámetros no son independientes, sino que se encuentran vinculados a través del volumen del casquete esférico que modela la gota, V_{esf} , en cada instante de tiempo. De hecho, bajo la aproximación de casquete esférico, las relaciones geométricas entre estos parámetros pueden expresarse como [47]:

$$r_c = R_e \sin \theta \quad (4.6)$$

$$R_e = \sqrt[3]{\frac{3V_{esf}}{\pi(2 - 3 \cos \theta + \cos^3 \theta)}} \quad (4.7)$$

$$V_{esf} = \frac{\pi r_c^3}{3} \left(\frac{2 - 3 \cos \theta + \cos^3 \theta}{\sin^3 \theta} \right). \quad (4.8)$$

Por otra parte, la altura del casquete esférico respecto de la superficie sólida de soporte también puede expresarse en función del radio de curvatura y del ángulo de contacto, o bien en términos del radio de contacto, según:

$$h_{max} = R_e (1 - \cos \theta) \quad (4.9)$$

$$= r_c \tan \left(\frac{\theta}{2} \right). \quad (4.10)$$

Estas expresiones constituyen un marco geométrico de referencia bajo la aproximación de casquete esférico, permitiendo describir de manera global la gota a través de un conjunto reducido de parámetros. Si bien esta descripción no captura necesariamente todas las particularidades de la forma real, resulta útil para el análisis e interpretación de los fenómenos estudiados.

4.4. Modelo limitado por difusión

Una gota de líquido se evapora cuando la atmósfera que la rodea no está saturada con el vapor de dicho líquido. Sin embargo, una gota muy pequeña puede evaporarse incluso en condiciones

de vapor saturado debido al aumento de la presión de vapor dentro de la misma, lo cual surge de la curvatura de su superficie (efecto Kelvin). El fenómeno de evaporación de una gota es extremadamente complejo bajo condiciones naturales: es básicamente una operación simultánea de transferencia de calor y masa, en la cual el calor necesario para la evaporación se transfiere por conducción y convección desde el aire caliente hacia la superficie de la gota, mientras que el vapor se transfiere por difusión y convección de vuelta al aire [47].

Con el objeto de modelar la evaporación de una gota, es fundamental identificar los mecanismos principales que controlan la evaporación, desde la superficie libre de la gota hacia la atmósfera que la rodea. La evaporación puede estar controlada por diferentes mecanismos físicos; los procesos que limitan la tasa de evaporación pueden ser [153]: el transporte difusivo de vapor hacia el ambiente, la transición de fase en la superficie libre de la gota, el transporte de calor a través de la misma, la conducción de calor a través del sustrato o una combinación de ellos. Por lo tanto, para intentar explicar este proceso, es necesario considerar una serie de hipótesis simplificadoras utilizando un modelo altamente idealizado de la evaporación. Para ello, se considerará que la evaporación de gotas y la transferencia de calor son “cuasi-estacionarias”, donde la tasa de evaporación en cualquier momento del proceso es igual a la tasa de evaporación en un proceso estacionario, con las condiciones de contorno que se obtienen en ese momento. Esto forma la base de las ecuaciones empleadas para modelar la evaporación, que pueden ser utilizadas en procesos más complejos de evaporación y transferencia de calor no estacionarios siempre que sea necesario.

La evaporación de una gota al ambiente ha sido considerada desde la época de Maxwell principalmente como un proceso controlado por difusión [92], y el modelo propuesto más simple es el modelo *limitado por difusión*, el cual se detalla a continuación.

A medida que una gota se evapora la pérdida de masa induce variaciones en su geometría, por lo cual puede decirse que su volumen $V(t)$ decrece desde un valor inicial V_0 (en $t = 0$) hasta 0. En estas condiciones, el modelo limitado por difusión, que describe la evaporación de una pequeña gota aislada de líquido axisimétrica con superficie libre $z = h(r, t)$ sobre un sustrato plano $z = 0$ en una atmósfera tranquila, donde (r, ϕ, z) son las coordenadas polares cilíndricas usuales, con origen en el sustrato y en el centro de la gota (ver Figura 3.1). Las hipótesis del modelo establecen que la atmósfera en la superficie libre de la gota está saturada con vapor y la evaporación de la gota está controlada por la difusión del vapor desde su valor constante y saturado, denotado por c_{sat} , en la superficie libre de la gota hasta su valor constante en el ambiente, denotado por c_{∞} ($\leq c_{\text{sat}}$).

Dado que la escala de tiempo difusiva L^2/D (donde L es una escala de longitud característica en la atmósfera y D es el coeficiente de difusión del vapor en la atmósfera) típicamente es mucho más corta que la vida útil de la gota, se puede asumir que la difusión es cuasi-estática. Bajo esta hipótesis, el problema de determinar la concentración de vapor en la atmósfera, $c(r, z, t)$, se reduce a resolver la ecuación de Laplace $\nabla^2 c = 0$, considerando que $c = c_{\text{sat}}$ en la superficie

libre de la gota ($z = h$), que no hay condición de flujo $\partial c / \partial z = 0$ en la parte no mojada del sustrato ($z = 0$) y que $c \rightarrow c_\infty$ lejos de la gota ($z \rightarrow \infty$). De esta manera, se asume que la tasa de evaporación se debe a la difusión a través de la interfaz líquido-vapor [154], según

$$\frac{dV}{dt} = \frac{D}{\rho} \int \nabla c \cdot d\mathbf{S}, \quad (4.11)$$

donde ρ es la densidad del líquido. Suponiendo que el gradiente de concentración es radial hacia afuera e igual a $(c_\infty - c_{\text{sat}})/R$, la tasa de evaporación se puede expresar como

$$\frac{dV}{dt} = -\lambda h_0, \quad (4.12)$$

siendo h_0 la altura máxima del casquete en un instante inicial y $\lambda = 2\pi D(c_\infty - c_{\text{sat}})/\rho$.

Para el caso en que los cambios en el ángulo de contacto sean relativamente lentos en comparación con el radio de contacto se tiene que

$$r_c^2 = r_i^2 - \frac{2\lambda \sin^2 \theta}{\pi(1 - \cos \theta)(2 + \cos \theta)} t, \quad (4.13)$$

donde r_i es una constante de integración.

4.4.1. El microscopio holográfico digital

Para la implementación de la MHD se utiliza el prototipo por transmisión esquematizado en la Figura 4.3, desarrollado en el Grupo de Óptica Láser de la Universidad Nacional de Salta [77].

Éste consiste en un interferómetro de Mach-Zehnder, con configuración fuera de eje, de características muy similares a las del interferómetro descrito en el Capítulo 3. Sin embargo, la diferencia fundamental radica en que, una vez que el haz de referencia se refleja sobre el espejo E1, éste es colectado por un objetivo de microscopio OM1 de aumento $4\times$ y apertura numérica 0,10. Por otro lado, el haz objeto, luego de atravesar el DH1 se refleja en el espejo E2, atraviesa la muestra (colocada sobre la platina de microscopio adosada al interferómetro) e ingresa a un objetivo OM2 (de características idénticas al OM1) que amplifica la información. Luego, tanto la onda objeto como la de referencia se recombinan en el divisor de haz DH2 e interfieren para generar un holograma en el medio de registro; éste consiste en el mismo sensor CCD mencionado en el capítulo anterior.

La platina del microscopio posee tornillos para desplazar la muestra tanto en forma lateral como axial (mediante su movimiento a lo largo del eje óptico) lo cual permite enfocar la imagen sobre el plano del holograma.

4.4.2. Registro de los hologramas

Para el registro de hologramas en esta experiencia, la disposición de la muestra es idéntica a la establecida en el Capítulo 3 (muestra autosostenida sobre portaobjetos). A continuación,

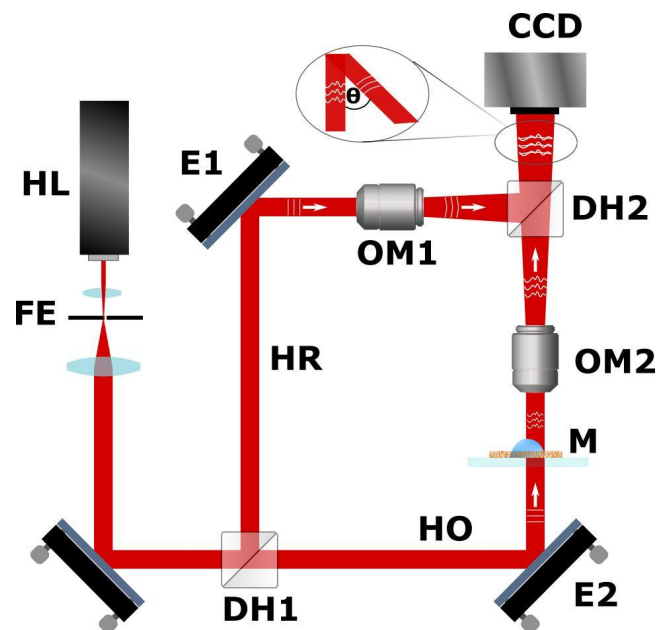


Figura 4.3: Esquema experimental del interferómetro Mach-Zehnder fuera de eje en la configuración de transmisión. HL: haz láser, FE: filtro espacial, HR: haz de referencia, HO: haz objeto, DH1: divisor de haz no polarizante, E1 y E2: espejos, DH2: segundo divisor de haz, M: muestra, CCD: cámara CCD. OM1: objetivo de microscopio 4× con apertura numérica (NA) de 0,10 para amplificación de la imagen de la muestra, OM2: segundo objetivo para compensación de la curvatura del haz objeto.

se utiliza una micro-pipeta para depositar una gota de 2 μL de alcohol isobutílico sobre la membrana. La elección de este líquido se debe a que el objetivo experimental consiste en estudiar la evaporación de un líquido sobre una membrana de SP. En este sentido, el uso de alcohol permite asegurar un proceso de evaporación relativamente rápido, reduciendo los tiempos de adquisición de datos.

Una vez depositada la gota, se espera unos minutos hasta observar el inicio del proceso de evaporación, evidenciado por el retroceso del borde de la gota. A partir de ese momento, se registra una secuencia de hologramas sucesivos. En este caso, el intervalo temporal entre cuadros es de 100 ms.

4.4.3. Reconstrucción de los hologramas

A partir de la secuencia de hologramas digitales adquiridos se debe reconstruir la información sobre el fenómeno microfluídico en estudio. Para esto es necesario procesar numéricamente cada holograma a partir de los métodos descritos en el Capítulo 2. Así se obtienen los campos ópticos complejos (ψ) representados por matrices, cuyos elementos permiten conocer punto a punto la amplitud y fase de la onda transmitida a través de la muestra en función del tiempo. Según se indicó en el Capítulo 2, los mapas de amplitud (I) y fase (ϕ) se obtienen a partir del campo

óptico (ψ) haciendo

$$I(m, n, d) = |\psi(m, n, d)|^2 \quad (4.14)$$

$$\phi(m, n, d) = \frac{\text{Im} \{\psi(m, n, d)\}}{\text{Re} \{\psi(m, n, d)\}}, \quad (4.15)$$

siendo (m, n) los elementos de matriz del campo óptico reconstruido y d la distancia de reconstrucción. Estas matrices corresponden a un instante determinado de tiempo.

Debe tenerse en cuenta que en el código implementado para la obtención de la fase se utiliza la función arcotangente, que provee la fase del campo óptico en su forma “envuelta” módulo 2π . Por lo tanto, la fase debe “desenvolverse” para obtener su distribución continua a lo largo y ancho del campo óptico.

4.5. Estudio de la fracción de llenado en el interior de una membrana nano-porosa

4.5.1. Análisis cualitativo

Para analizar la evaporación de una gota de líquido sobre una membrana de SP se calcula la diferencia entre fases envueltas sucesivas que, según se describió en el Capítulo 2, es

$$\Delta\phi_{i+1,i} = \phi_{i+1} - \phi_i. \quad (4.16)$$

Estas diferencias permiten eliminar aberraciones que aparecen en los mapas de fase envuelta debido a los elementos ópticos del microscopio (típicamente constantes). A partir de la secuencia obtenida se realiza una primera observación cualitativa del proceso de retracción de la gota. En la Figura 4.5 se muestran algunas imágenes de diferencia de fase obtenidas durante el proceso de retracción/evaporación de la gota.

En la secuencia se evidencian distintas regiones alrededor de la gota, que dan cuenta del retardo de fase que sufre la luz al atravesar zonas con distinta fracción de llenado (y, por lo tanto, con distinto espesor óptico) en el interior de la membrana. Estas zonas se desplazan conforme la gota se retrae y, de acuerdo a la fracción de llenado que presenta la membrana en cada una, se las denomina de la siguiente manera:

- **zona de gota:** región de la membrana en la que todos los poros están completamente llenos de líquido y además hay líquido sobre su superficie;
- **zona de anillo:** región donde los poros están llenos de líquido, pero no hay líquido por encima de ellos.

- **zona de decaimiento:** la fracción de llenado decae a medida que aumenta la distancia respecto a la gota.
- **zona seca:** región en la que todos los poros están completamente vacíos (llenos de aire).

Considerando una vista lateral de la membrana, la definición de estas zonas varía según la fracción de llenado como se muestra en la Figura 4.4.

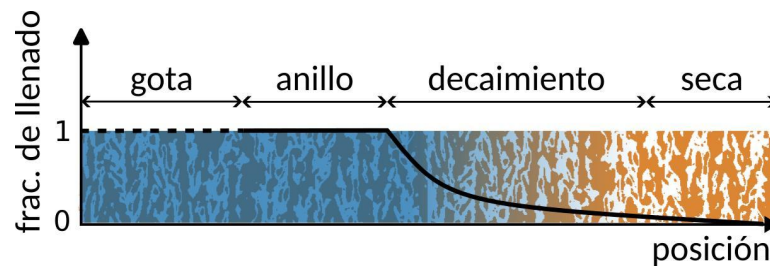


Figura 4.4: Definición de zonas en la membrana. En función a la fracción de llenado correspondiente, las diferentes regiones alrededor de la gota se denominan: zona de anillo, zona de decaimiento y zona seca.

4.5.2. Análisis microfluídico

La técnica de MHD permite una interpretación más precisa de los procesos microfluídicos que tienen lugar durante la evaporación y retracción de la gota, posibilitando identificar y caracterizar las distintas regiones de la membrana. En primer lugar, los poros ubicados directamente debajo de la gota permanecen completamente saturados de líquido debido a la imbibición capilar por contacto directo; el líquido es absorbido por la estructura porosa como consecuencia de las fuerzas capilares. Además, alrededor del borde de la gota se forma una región característica conocida como anillo. En esta zona los poros también se encuentran completamente llenos de líquido, tal como ocurre justo bajo la gota. Sin embargo, a diferencia de esta última, el ancho del anillo está gobernado por el equilibrio dinámico entre la imbibición lateral desde la zona de gota y las tasas de condensación y evaporación del líquido hacia y desde el ambiente circundante.

Mientras la tasa de condensación local supera a la de evaporación, los poros en esta región permanecen llenos. Por el contrario, cuando la evaporación se torna dominante, comienza a observarse una modificación en el comportamiento del sistema. De hecho, más allá de la zona de anillo, la dinámica del fluido se invierte: la evaporación supera a la condensación, lo que provoca una disminución progresiva en la fracción de llenado de los poros a medida que aumenta la distancia radial desde el centro de la gota.

Esta transición da lugar a la zona de decaimiento, cuyos poros yacen parcialmente llenos y la cantidad de líquido decrece de forma gradual, reflejando un equilibrio desplazado hacia la pérdida de fluido por evaporación. Finalmente, en la región más alejada de la gota, los poros se encuentran totalmente vacíos (es decir, llenos de aire), conformando la denominada zona seca.

Estos fenómenos han sido previamente estudiados en diversos trabajos [141, 148, 155]. No obstante, como se ha mencionado anteriormente, la interacción entre los procesos de condensación, evaporación e imbibición capilar aún no se comprende completamente. Se requieren investigaciones adicionales para clarificar cómo estas dinámicas interrelacionadas influyen en la formación y evolución de las zonas identificadas, así como para optimizar la caracterización y el control de estos sistemas microfluídicos. En este contexto, durante la redacción de la presente Tesis, Trosseille, *et al.* quienes investigaban la imbibición acoplada y la evaporación de gotas depositadas sobre una capa nanoporosa, han publicado en arXiv un artículo [156] en el cual se cita el trabajo presentado en este Capítulo, destacando la técnica empleada como un enfoque relevante para avanzar en la comprensión de los procesos acoplados que rigen la dinámica de gotas en superficies nanoporosas.

4.5.3. Análisis cuantitativo. Obtención de la fracción de llenado

La evolución temporal de la fracción de llenado puede inferirse a partir de la evolución de las sucesivas variaciones de la fase. A medida que la gota se retrae y el líquido se evapora se espera que la fase decrezca ya que la LCO decrece para menor fracción de llenado de los poros. Para cuantificar este fenómeno, se trabaja con los mapas obtenidos de diferencia de fase definidos en la Ecuación (4.13) de la sección anterior.

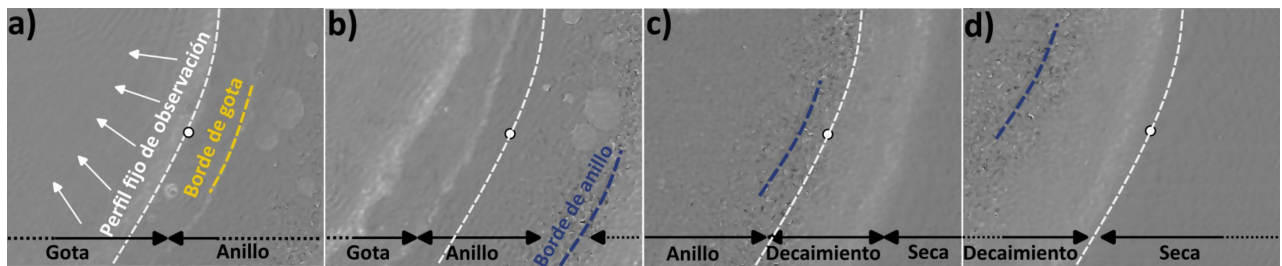


Figura 4.5: Perfil fijo y delimitación de zonas con distinta fracción de llenado.

Se selecciona un perfil fijo de observación, inicialmente ubicado sobre el primer borde de la gota (ver línea blanca discontinua en la Figura 4.5) que corresponde aproximadamente al frente de retracción de la gota. A continuación se calcula sobre este perfil la variación de fase acumulada en el tiempo $\phi(t) - \phi_0$. En la Figura 4.6 se presenta la evolución temporal de esta variación en un punto específico del perfil considerado (indicado con un punto blanco en la Figura 4.5).

Según se observa, a medida que la gota se evapora y se retrae, la fase acumulada disminuye hasta alcanzar un valor constante, lo cual sugiere que la zona de anillo comienza a atravesar el perfil de observación. A continuación, la fase acumulada decrece nuevamente, indicando que la zona de decaimiento atraviesa dicho perfil. Este comportamiento decreciente persiste hasta que la zona seca alcanza el perfil, estableciéndose nuevamente un valor constante de fase acumulada.

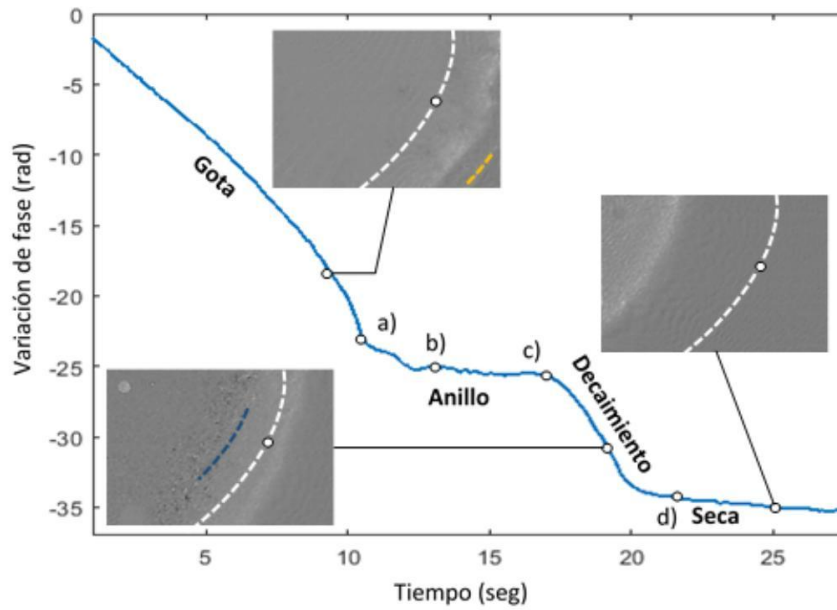


Figura 4.6: Variación de fase acumulada, relativa a la fase inicial ϕ_0 , en un punto fijo en el perfil de observación (punto blanco en cada imagen de diferencia de fase). La curva sigue la variación de la fracción de llenado esperada, en el interior de la membrana, a medida que las diferentes regiones (gota, anillo, decaimiento y seca) atraviesan el perfil de observación.

Resulta interesante observar que, mientras la línea de contacto retrocede, el anillo se desplaza hacia el interior, manteniendo su ancho, principalmente en la etapa inicial, cuando el radio de la gota es relativamente grande. Esto se debe a que la velocidad necesaria para alcanzar el anillo en estado estacionario (es decir, en equilibrio entre imbibición, condensación y evaporación) es muy alta en comparación con la velocidad de retracción de la línea de contacto ($\approx 66 \mu\text{m/s}$; ver Figura 4.9). Además, se ha reportado previamente que gotas sésiles depositadas sobre superficies mesoporosas inclinadas se deslizan a velocidades relativamente altas (superiores a 1 mm/s) manteniendo el anillo que las rodea [147].

Para ver más en detalle la información obtenida se reconstruye el primer holograma de la secuencia registrada y se extrae y desenvuelve el mapa de fase inicial, ϕ_0 . Tomando como referencia esta fase se reconstruye la secuencia de mapas de fase durante la evaporación de la gota de alcohol sobre el SP, de acuerdo con la Ecuación 2.43 de la Sección 2.4. A modo ilustrativo, la Figura 4.7 muestra la distribución de la fracción de llenado en cada punto de la membrana, en el instante inicial registrado, luego de convertir los valores de fase a fracción de llenado según la Ecuación (4.5).

Para la conversión a fracción de llenado se toman como referencia los valores de $\Delta(x, y, f)$ en la zona de anillo del primer holograma (donde $f = 1$) y de la zona seca del último holograma (donde $f = 0$). Esta representación en 3D resalta claramente las diferentes regiones: la gota

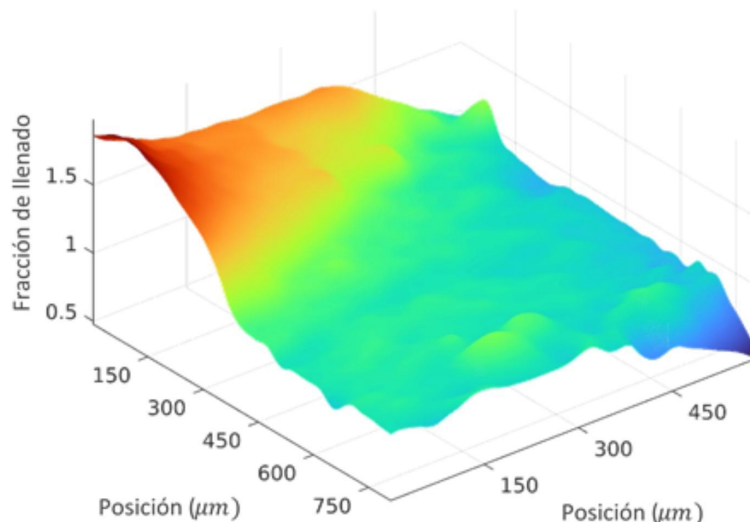


Figura 4.7: Distribución de la fracción de llenado f sobre la membrana para un instante inicial registrado del proceso de secado de una gota de alcohol isobutílico. Según se observa, $f = 1$ en la zona de gota, en la zona de anillo y $f < 1$ en la zona de decaimiento.

en colores de rojo a amarillo-verdoso (donde $f > 1$, lógicamente), el anillo en color verde-azulado (donde $f \approx 1$) y el decaimiento en colores de verde a azul (donde $f < 1$). Además, las Figuras 4.8 (b)–(d) evidencian la evolución del proceso de evaporación a lo largo de tres perfiles indicados con líneas punteadas en la Figura 4.8 (a); en ellas se observa la variación de la fracción de llenado en función de la posición en instantes determinados (t_0 a t_4). Las Figuras 4.8 (e)–(g) permiten apreciar la evolución completa de f a lo largo de cada perfil, donde el tiempo avanza en la dirección vertical; la dirección horizontal corresponde a la posición y f se codifica usando el mismo mapa de colores que el de la Figura 4.8 (a). En estas imágenes también pueden identificarse las distintas regiones mencionadas.

4.5.4. Velocidad de retracción

Otra característica dinámica de interés en el proceso de evaporación es la velocidad de retracción de la gota sobre la membrana de SP. Esta velocidad está influenciada por las características estructurales de la muestra, como la porosidad y rugosidad. Por otro lado, las propiedades físicas del líquido, como su densidad, tensión superficial, viscosidad y las fuerzas de cohesión intermolecular, juegan un papel crucial en la velocidad de retracción. Esto es particularmente importante en aplicaciones donde las interacciones entre líquidos y superficies nanométricas son críticas, como recubrimiento de superficies, secado de materiales o purificación de líquidos. En estas aplicaciones la dinámica de gotas sobre superficies influye en la eficiencia del proceso; la comprensión de la velocidad de retracción ayuda a predecir y controlar estos procesos. Por otra parte, en aplicaciones como filtración, detección química o dispositivos biomédicos, conocer

Figura 4.8: Fracción de llenado en la membrana de SP, durante el proceso de secado de una gota de alcohol isobutílico. (a) Selección de tres perfiles (en líneas punteadas roja, negra y azul) para analizar la evolución del proceso de secado; (b)-(d) Evolución temporal de la retracción de la gota a lo largo de los perfiles marcados con líneas punteadas en (a), en instantes específicos t_0 a t_4 .

de qué manera se retrae una gota de líquido puede servir como parámetro para optimizar el diseño de membranas que repelan o absorban líquidos de manera eficiente. Por lo tanto, estudiar la velocidad de retracción proporciona información fundamental sobre las propiedades de la superficie, la dinámica de fluidos y la interacción líquido-sólido, lo cual tiene implicaciones en el desarrollo y optimización de tecnologías basadas en membranas nano-porosas.

En virtud de lo anterior, se propone determinar la velocidad de retracción de la gota en función del tiempo a partir de la información de las Figuras 4.8 (e)–(g). Al seguir el inicio de la zona de decaimiento (es decir, el final del anillo) donde $f = 0,75$, se obtuvieron los resultados de posición en función del tiempo para cada perfil, mostrados en la Figura 4.9. Los puntos experimentales revelan rapidez de retracción casi constantes (en promedio), con valores similares entre perfiles. Mediante un ajuste lineal para cada uno de ellos (líneas sólidas), se determinaron los valores correspondientes de velocidad de retracción (v_{ret}), así como la velocidad promedio global, cuyo resultado fue: $v_{\text{prom}} = (66 \pm 6) \mu\text{m/s}$. Las líneas punteadas representan los intervalos de confianza del 95 %.

Es importante destacar que una velocidad de retracción constante de la gota implica una equivalencia entre la curva de variación de fase acumulada de la Figura 4.6 y las curvas de fracción de llenado iniciales de las Figuras 4.8(b)–(d), dependiendo del punto elegido a lo largo del perfil de observación fijo (Figura 4.5).

4.5.5. Cálculo y análisis del ángulo de contacto

Como se indicó previamente, para gotas suficientemente pequeñas, tales que la forma semiesférica impuesta por fuerzas interfaciales no se vea afectada por la gravedad, el volumen de la gota sésil está relacionado con el ángulo de contacto θ y el radio de contacto r_c según

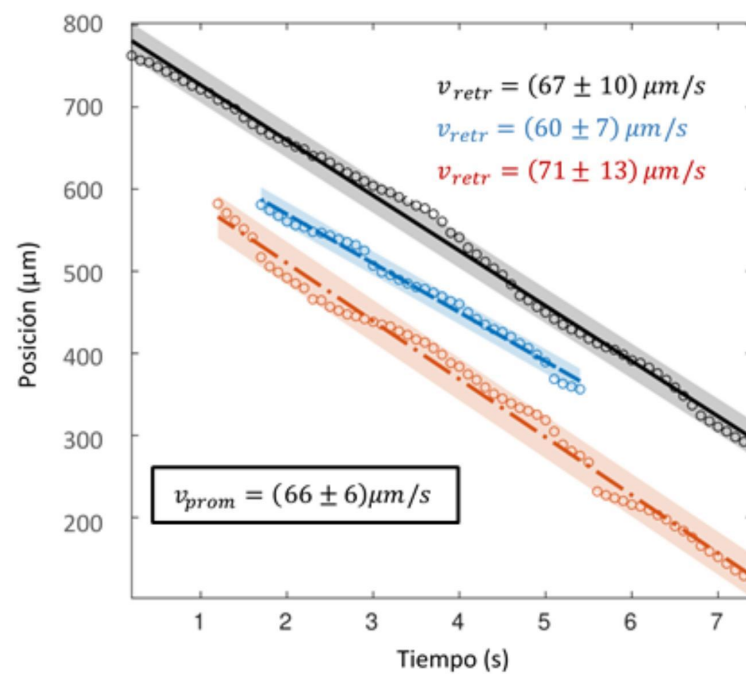


Figura 4.9: Gráfica de posición vs tiempo para cada perfil de la Figura 4.8, donde $f = 0,75$. La línea sólida corresponde a la Figura 4.8 (f), la línea discontinua corresponde a la Figura 4.8 (e) y la línea con puntos y líneas discontinuas, a la Figura 4.8 (g). La rapidez de retracción de la gota se obtuvo mediante un ajuste lineal, resultando una rapidez de retracción casi constante de $v_{prom} = (66 \pm 6) \mu\text{m/s}$. Las regiones sombreadas alrededor de cada ajuste lineal corresponden a los niveles de confianza del 95 %.

la Ecuación (4.8). Durante la evaporación el volumen decrece en función del tiempo desde un volumen inicial V_0 hasta llegar a 0, y la evolución temporal $V(t)$ está dada por $\theta(t)$ y $r_c(t)$, que dependen de la dinámica de evaporación.

En particular, al depositar una gota de alcohol isobutílico sobre la membrana, ésta se esparce rápidamente, generando un ángulo de contacto muy pequeño [157]. De hecho, realizando una estimación aproximada, si en la Ecuación (4.8) se asume $\theta_0 = 0,1^\circ$ se obtiene un radio de contacto $r_c > 10$ mm para un volumen inicial $V_0 \approx 2 \mu\text{L}$. El valor establecido para θ_0 fue obtenido en nuestros experimentos como se muestra en la Figura 4.10. A partir de la información de fase, se estimó un ángulo de contacto $\theta_0 = 0,13^\circ \pm 0,04^\circ$ con límites de error del 95 %.

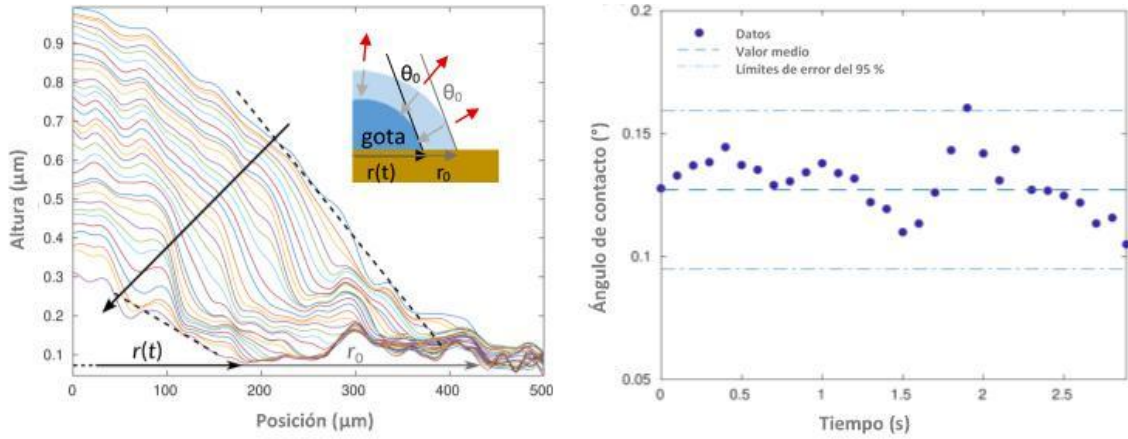


Figura 4.10: Evolución temporal del perfil de la Figura 4.8 (c): a la izquierda se observa la variación de la altura de la gota; las líneas punteadas sirven como guía e indican los ángulos de contacto inicial y final durante los primeros hologramas de la secuencia. A la derecha se muestra la variación del ángulo de contacto para una gota de alcohol isobutílico. En este caso, la línea punteada indica el valor medio del ángulo de contacto, mientras que, las líneas discontinuas punteadas, los límites de error del 95 %.

La cinética del secado de las gotas en evaporación (dV/dt) se evalúa siguiendo lo establecido por el modelo limitado por difusión (ver Sección 4.4), donde se derivó la relación (4.13). Este resultado teórico establecido por el modelo de evaporación según el modo ACC presenta una aparente contradicción con los resultados obtenidos en este trabajo, ya que la ecuación indica que el radio al cuadrado, es decir, el área de la base de la gota, decrece de forma lineal con el tiempo y no con el radio de contacto, como lo sugieren los datos experimentales en la Figura 4.9.

Sin embargo, esta discrepancia puede resolverse fácilmente teniendo en cuenta que el desplazamiento explorado de la línea de contacto ($\Delta r = 0,5$ mm) es mucho menor que el radio de contacto de la gota ($r_0 > 10$ mm), según se estimó anteriormente). En esta situación límite, por lo tanto, el incremento de r^2 (Δr^2) puede reescribirse como:

$$r_0^2 - r^2(t) = [r_0 - r(t)][r_0 + r(t)] \approx 2\Delta r(t)r_0 \quad (4.17)$$

Por supuesto, la segunda similaridad en la ecuación anterior es válida mientras $\Delta r \ll r_0$. De esta manera, el resultado relevante consiste en que, para los intervalos relativamente pequeños donde se midió el desplazamiento de la línea de contacto, se puede expresar:

$$\Delta r \approx -v_{\text{prom}} t \quad (4.18)$$

lo cual concuerda efectivamente con los resultados reportados en la Figura 4.9.

4.5.6. Conclusiones

Estos resultados demuestran la eficacia de la técnica MHD para estudiar el comportamiento dinámico de una gota sésil en contacto con una membrana de SP. Fue posible identificar tres zonas bien definidas alrededor de la gota: la zona de anillo, la zona de decaimiento y la zona seca. Estas regiones reflejan distintas fracciones de llenado en la membrana, desde completamente llena de líquido hasta completamente seca. La formación de estas zonas se atribuye al interjuego entre los procesos de imbibición capilar, evaporación y condensación del líquido. En este contexto, la MHD permite realizar una evaluación cuantitativa y no invasiva de la evolución de la fracción de llenado en cada una de estas zonas, lo cual representa una contribución relevante de la presente tesis.

Los resultados experimentales son consistentes con modelos teóricos para la evaporación de gotas sésiles bajo distintos regímenes de secado y aportan información valiosa sobre parámetros relevantes del proceso. La información detallada obtenida mediante esta técnica ofrece una base sólida para validar modelos de dinámica de fluidos que describen la evolución de gotas sobre medios porosos, considerando la evaporación, condensación y la imbibición capilar en estructuras parcialmente llenas, como ocurre en la región de decaimiento. Esta zona de llenado intermedio posee un gran potencial para diversas aplicaciones en las que se requiere un control preciso de la distribución de masa dentro de estructuras porosas. Este control posibilita, por ejemplo, la mezcla localizada de distintas sustancias para inducir reacciones químicas o generar patrones de llenado predeterminados.

En este sentido, la técnica propuesta se perfila como una herramienta de diagnóstico esencial y no invasiva, con gran potencial en el desarrollo de tecnologías emergentes que involucran el transporte y manipulación de fluidos en medios nanoporosos.

Capítulo 5

Análisis de imágenes mediante series temporales

En este Capítulo se presentan algunos conceptos fundamentales relacionados con redes neuronales artificiales, que constituyen una de las herramientas empleadas para el análisis de imágenes obtenidas durante el proceso microfluídico de secado de una gota. En particular, se consideran imágenes adquiridas mediante MHD (como las presentadas en el Cap 4). En este contexto, se desarrollan y entrenan redes neuronales con el objetivo de reducir la dimensionalidad de dichas imágenes, preservando sus características más relevantes. Asimismo, se estudia la capacidad de estos modelos para reconstruir las imágenes originales a partir de la información comprimida y para generar imágenes simuladas de forma artificial. Si bien el desarrollo presentado se aplica específicamente a imágenes obtenidas mediante MHD, la versatilidad del enfoque sugiere que la metodología propuesta puede extenderse potencialmente al análisis de otros tipos de imágenes obtenidas en el contexto del proceso microfluídico.

5.1. Redes neuronales

A mediados del siglo XX el aprendizaje automático surgió como un subcampo de la inteligencia artificial (IA), centrado en el desarrollo de algoritmos computacionales que aprenden de los datos para realizar predicciones. Existen tres tipos de aprendizaje automático: *supervisado*, *no supervisado* y *por refuerzo*.

El aprendizaje no-supervisado puede emplearse con diferentes fines. En particular, resulta sumamente útil al momento de reducir la dimensionalidad para la compresión de los datos. A menudo, trabajamos con datos de alta dimensionalidad, donde cada observación viene con un gran número de mediciones, lo que puede presentar un desafío tanto para el espacio de almacenamiento limitado, como para el rendimiento computacional de los algoritmos de aprendizaje automático. La reducción de dimensionalidad no supervisada es un enfoque comúnmente utili-

zando en el preprocesamiento de características para eliminar el ruido de los datos y comprimirlos en un subespacio de menor dimensión mientras se conserva la mayor parte de la información relevante.

Dentro del aprendizaje automático, el aprendizaje profundo o *deep learning* constituye un subcampo centrado en el entrenamiento de redes neuronales artificiales con múltiples capas capaces de aprender representaciones jerárquicas de los datos [158]. Los modelos más representativos del aprendizaje profundo son las redes neuronales feed-forward (FFNN) profundas, cuyo objetivo es aproximar una función f^* .

Por ejemplo, en un clasificador, $y = f^*(x)$ mapea una entrada x a una categoría y . Una FFNN define un mapeo $y = f(x; \theta)$ y aprende el valor de los parámetros θ que resultan en la mejor aproximación de la función. Estos modelos se llaman feed-forward porque la información fluye a través de la función que se está evaluando desde x , pasando por los cálculos intermedios utilizados para definir f , y finalmente llegando a la salida y . No hay conexiones de retroalimentación en las que las salidas del modelo se retroalimenten en sí mismas.

Las FFNN se llaman redes porque generalmente están compuestas por muchas funciones diferentes. Por ejemplo, podríamos tener tres funciones $f^{(1)}$, $f^{(2)}$ y $f^{(3)}$ conectadas en una cadena, formando $f(x) = f^{(3)}(f^{(2)}(f^{(1)}(x)))$. Estas estructuras en cadena son las más utilizadas en NN. En este caso, $f^{(1)}$ es la primera capa de la red, $f^{(2)}$ es la segunda capa, y así sucesivamente. La longitud total de la cadena da la *profundidad* del modelo. Es de esta terminología de donde surge el nombre “aprendizaje profundo” (*deep-learning*). La capa final de una FFNN se denomina *capa de salida*.

Durante el entrenamiento de la red se especifica directamente lo que la capa de salida debe arrojar para cada punto de entrada x ; debe producir un valor cercano a y . El comportamiento de las demás capas no está especificado directamente por los datos de entrenamiento. El algoritmo de aprendizaje debe decidir cómo usar esas capas para implementar mejor una aproximación a y , pero los datos de entrenamiento no indican lo que cada capa individual debe hacer. Debido a que los datos de entrenamiento no muestran la salida deseada para cada una de estas capas, éstas se llaman capas ocultas (*hidden layers*).

5.2. Redes neuronales convolucionales

Dentro de las FFNN, las *redes neuronales convolucionales* (CNN) son un ejemplo clave de aplicación exitosa del conocimiento del cerebro a problemas de aprendizaje automático. Éstas pueden aprender automáticamente las características, a partir de datos en bruto, que son más útiles para una tarea particular. Por esta razón, es común considerar las capas de las CNN como extractores de características: las capas ocultas iniciales (las que están justo después de la capa de entrada) extraen características de bajo nivel de los datos en bruto, y las capas ocultas

posteriores utilizan estas características para predecir un valor objetivo continuo o una etiqueta de clase.

Ciertos tipos de NN multicapa, y en particular, las CNN profundas, construyen una jerarquía de características al combinar las características de bajo nivel en formas de capas para formar características de alto nivel. Por ejemplo, si estamos trabajando con imágenes, las características de bajo nivel como los bordes se extraen de las primeras capas. Éstas se combinan para formar características de alto nivel que pueden, a continuación, adoptar formas más complejas como los contornos generales de diferentes objetos (p. ej. edificios, animales u otros objetos típicos [159]).

Según se observa en la Figura 5.1, una CNN genera uno o más mapas de características (*features*) a partir de una imagen de entrada mediante la aplicación de filtros convolucionales [160].

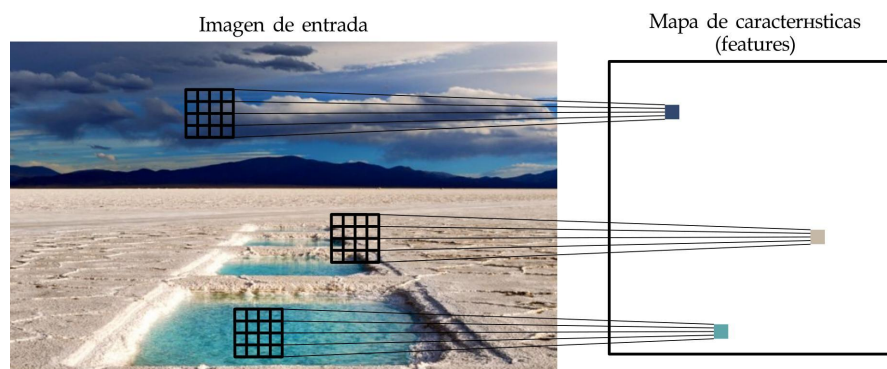


Figura 5.1: Obtención de un mapa de características (*features*) de una imagen de entrada empleando una red neuronal.

Esta ventana local se conoce como *campo receptivo local*. Las CNN suelen funcionar muy bien en tareas relacionadas con imágenes, y esto se debe en gran parte a que un solo elemento en el mapa de features está conectado solo a una pequeña ventana de píxeles (como muestra la Figura 5.1); por otro lado, en lugar de aprender un conjunto de pesos diferentes para cada ubicación en la imagen, una CNN utiliza el mismo conjunto de pesos para las diferentes regiones o “ventanas” de la imagen a medida que se mueve a través de ella. De esta manera, las CNN usan *filtros* (o *kernels*) que se aplican a diferentes áreas de la imagen, pero siempre con los mismos parámetros.

5.2.1. Convolución

Para comprender en qué consiste una CNN, analizaremos el caso más sencillo de convolución discreta, en 1D y luego extenderemos los conceptos a 2D. Una convolución discreta entre dos vectores, $\mathbf{x}$ y $\mathbf{w}$ se denota por $\mathbf{y} = \mathbf{x} * \mathbf{w}$, donde $\mathbf{x}$ es el vector que contiene la información de entrada (a veces llamada *señal*) y $\mathbf{w}$ es el filtro o kernel. Entonces, la convolución se define

matemáticamente de la siguiente manera

$$\mathbf{y} = \mathbf{x} * \mathbf{w} \quad \rightarrow \quad \mathbf{y}[i] = \sum_{k=-\infty}^{\infty} \mathbf{x}[i-k] \mathbf{w}[k]. \quad (5.1)$$

Los corchetes $[\dots]$ se usan para denotar el índice de los elementos de un vector. El índice i recorre cada elemento del vector de salida $\mathbf{y}$. El hecho de que la suma recorra los índices de $-\infty$ a ∞ parece extraño, principalmente porque en las aplicaciones de aprendizaje automático siempre se trabaja con vectores de características finitas. Por lo tanto, para calcular correctamente la suma de la ecuación anterior se agrega un número finito de ceros a $\mathbf{x}$. Este proceso se conoce como *zero-padding* o simplemente *padding*. El número de ceros agregados en cada lado se denota por p .

Si se considera que $\mathbf{x}$ y $\mathbf{w}$ tienen n y m elementos, respectivamente, con $m < n$, aplicando un padding p , la manera de calcular la convolución correspondiente pasa a ser

$$\mathbf{y} = \mathbf{x} * \mathbf{w} \quad \rightarrow \quad \mathbf{y}[i] = \sum_{k=0}^{m-1} \mathbf{x}^p[i+m-k] \mathbf{w}[k]. \quad (5.2)$$

Estos conceptos pueden extenderse a 2D fácilmente. Para ello consideremos como entrada una matriz $\mathbf{X}_{n_1 \times n_2}$ y una matriz kernel $\mathbf{W}_{m_1 \times m_2}$, donde $m_1 \leq n_1$ y $m_2 \leq n_2$. Entonces, la matriz de convolución $\mathbf{Y} = \mathbf{X} * \mathbf{W}$ se define como

$$\mathbf{Y} = \mathbf{X} * \mathbf{W} \quad \rightarrow \quad \mathbf{Y}[i, j] = \sum_{k_1=-\infty}^{\infty} \sum_{k_2=-\infty}^{\infty} \mathbf{X}[i-k_1, j-k_2] \mathbf{W}[k_1, k_2]. \quad (5.3)$$

La Figura 5.2 muestra la convolución 2D de una matriz de entrada de tamaño 8×8 utilizando un kernel de tamaño 3×3 . La matriz de entrada se rellena con ceros utilizando $p = 1$. Como resultado, la salida de la convolución 2D tendrá un tamaño de 8×8 .

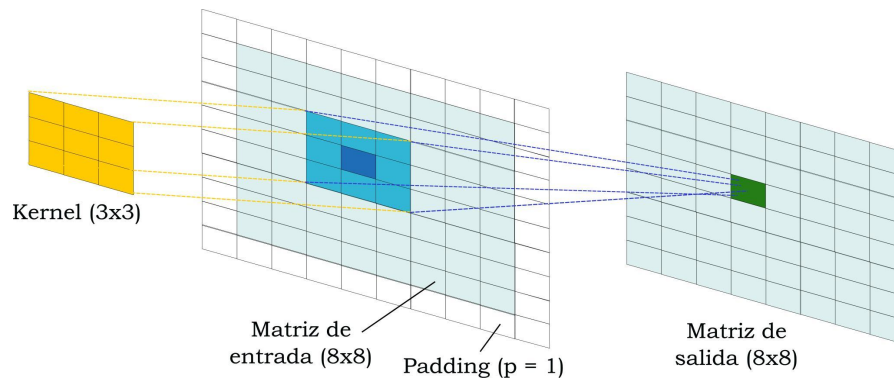


Figura 5.2: Ejemplo ilustrativo de un proceso de convolución entre una matriz de 8×8 y un filtro de 3×3 . La imagen de salida tiene un tamaño de 8×8 .

5.2.2. Autoencoder

Aunque las CNN son principalmente usadas en aprendizaje supervisado también se pueden adaptar a ciertas tareas de aprendizaje no supervisado, como en *autoencoders* (AE) convolucionales. Los AE son NN que aprenden a comprimir y reconstruir los datos de entrada. En el caso de los AE convolucionales, las CNN se utilizan para aprender una representación comprimida (codificación) de las imágenes de entrada sin necesidad de etiquetas. Estos modelos pueden usarse para tareas como la reducción de dimensionalidad o la detección de anomalías. Estas redes están diseñadas para no aprender a copiar perfectamente. Generalmente, se les imponen restricciones que les permiten copiar solo de manera aproximada y solo los datos de entrada que se asemejan a los datos de entrenamiento. Debido a que el modelo se ve obligado a priorizar qué aspectos de la entrada deben ser copiados, suele aprender propiedades útiles de los datos.

Los AE están compuestos por dos redes concatenadas: una codificadora y una decodificadora. La red codificadora [161] recibe un vector de características de entrada de dimensión d que llamaremos $\mathbf{x} \in \mathbb{R}^d$ y lo codifica en un vector $\mathbf{z} \in \mathbb{R}^e$. En otras palabras, el rol del codificador es aprender a modelar la función $\mathbf{z} = f(\mathbf{x})$, siendo f el codificador. El vector codificado $\mathbf{z}$ se conoce como *vector latente* o *representación latente* de las características. Típicamente, la dimensionalidad de $\mathbf{z}$ es menor que la de la información de entrada ($e < d$). Por lo tanto, podemos decir que el codificador actúa como una función de compresión de datos. Luego, el decodificador g descomprime la información de $\mathbf{z}$, donde podemos pensar en el decodificador como una función $\hat{\mathbf{y}} = g(\mathbf{z})$. Una arquitectura simple de AE se muestra en la Figura 5.3.

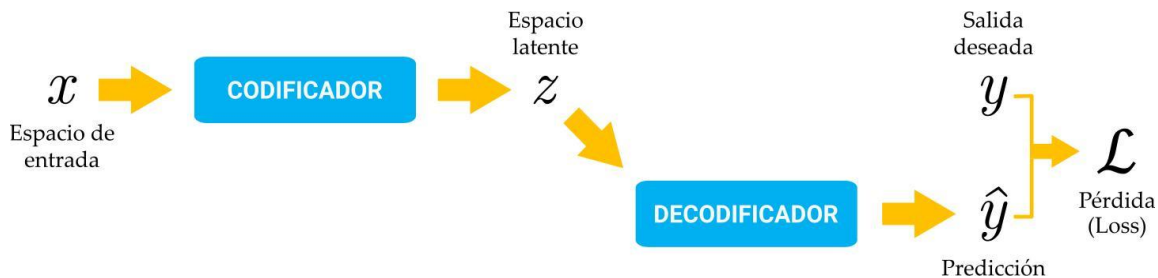


Figura 5.3: Esquema del funcionamiento de un autoencoder.

El espacio latente $\mathbf{z}$ representa una versión comprimida de la información de entrada, contenida en un espacio de dimensión n . También se dice que el espacio latente está formado por n características (o *features*) y captura las características más importantes de los datos de entrada, eliminando redundancias. Este es un punto clave, porque es donde el AE “aprende” a representar los datos de manera eficiente.

Por su parte, el decodificador toma la representación comprimida y genera una reconstrucción aproximada $\hat{\mathbf{y}}$, tratando de asemejarse al dato original $\mathbf{x}$. Este paso busca descomprimir $\mathbf{z}$ al espacio de salida. Por último, la función de pérdida representa el error entre el dato deseado $\mathbf{y}$ y la predicción $\hat{\mathbf{y}}$. Una función común para calcular la pérdida en AE es el *error cuadrático*

medio (MSE). El objetivo del modelo es minimizar esta pérdida durante el entrenamiento.

En la Figura 5.4 se esquematiza el funcionamiento general de un AE, donde la dimensionalidad de la información de entrada se reduce mediante un codificador, de manera que el espacio latente consiste en n características [162]. A continuación, a partir de un decodificador se reconstruye la información contenida en el espacio latente, recuperando en gran medida las características fundamentales de la información de entrada como se muestra en la imagen (información de salida).

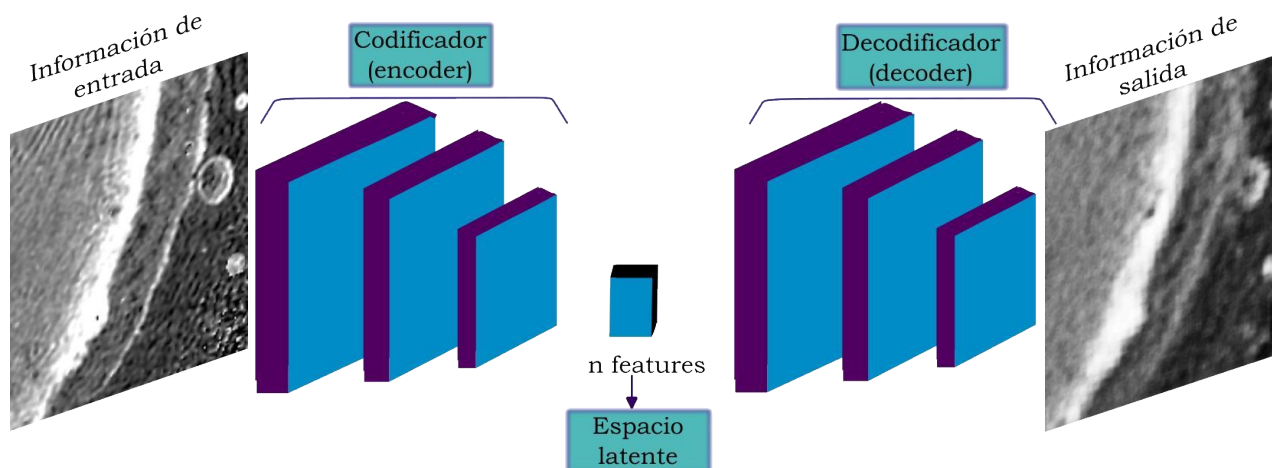


Figura 5.4: Funcionamiento de un autoencoder.

Dentro del codificador, el uso de un kernel permite extraer, a través de la convolución, características relevantes de una imagen (líneas verticales, horizontales, bordes o formas más complejas). Por cada filtro utilizado se obtiene una imagen diferente. Por lo tanto, como en las CNN se pretende obtener múltiples características de una imagen, se utilizan múltiples kernels. Es por eso que resulta necesario apilar las múltiples imágenes resultantes provenientes de la convolución con múltiples kernels, lo cual se denomina *stacking*.

Entonces, si, por ejemplo, una imagen de entrada de 6×6 ingresa a un codificador y se usan 10 kernels de 3×3 para extraer las características fundamentales (Figura 5.5), por cada kernel utilizado la imagen resultante será de 4×4 . Se dice que el volumen resultante presenta 4 filas, 4 columnas y una profundidad de 10. Esto muestra que la dimensionalidad de la imagen de entrada se reduce, mientras que, dependiendo de la cantidad de kernels utilizados, el número de imágenes resultantes que la representan aumenta.

5.2.3. Perceptrón multicapa

A veces resulta útil conectar múltiples neuronas individuales a una NN, lo cual genera un tipo especial de red completamente conectada conocida como *perceptrón multicapa* (MLP). Es una de las arquitecturas más básicas y fundamentales en el aprendizaje profundo. En general, un MLP se compone de la siguiente manera:

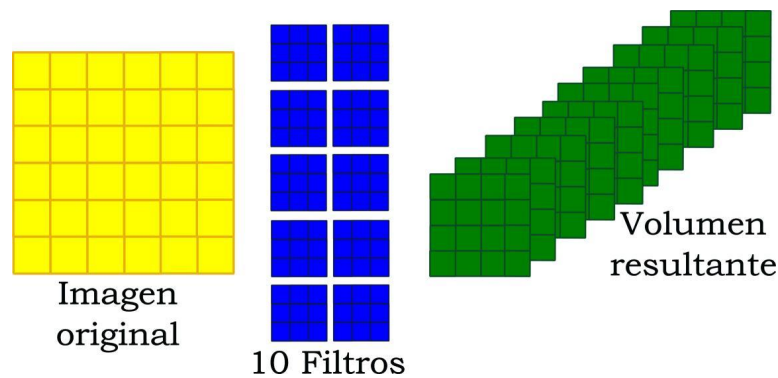


Figura 5.5: Implementación de stacking, considerando que se lleva a cabo la convolución entre la información de entrada y 10 filtros, lo cual genera 10 imágenes de salida.

- **capa de entrada:** es la primera capa de la red y recibe los datos de entrada. En general cada neurona en esta capa representa una característica del dato de entrada. A modo de ejemplo, si trabajamos con imágenes de 28×28 píxeles, la capa de entrada tendrá 784 neuronas (una por cada píxel).
- **capas ocultas:** son las capas intermedias entre la entrada y la salida. Estas capas realizan la mayor parte del procesamiento de los datos mediante transformaciones no lineales. Cada neurona en estas capas aplica una función matemática llamada *función de activación* (como ReLU, sigmoide o tanh) a una combinación lineal de los valores de las neuronas anteriores. Más capas ocultas permiten a la red aprender relaciones más complejas, pero también pueden aumentar el riesgo de sobreajuste si no se controla bien.
- **capa de salida:** es la última capa y genera la predicción final.
- **conexiones (pesos y sesgos):** cada conexión entre neuronas tiene un peso asociado que se ajusta durante el entrenamiento. Además, cada neurona tiene un término de sesgo (bias) que se suma para aumentar la flexibilidad del modelo.

En la Figura 5.6 se muestra un esquema simplificado de un MLP de 2 capas. Se observa que, luego de los datos de entrada, el perceptrón tiene una capa oculta y una capa de salida. Las unidades en la capa oculta están completamente conectadas a las características de entrada y la capa de salida está completamente conectada a la capa oculta.

En general, el funcionamiento de un MLP puede resumirse como sigue: (1) los datos que ingresan a la capa de entrada se propagan hacia adelante, mientras (2) cada neurona calcula una combinación lineal de los valores de las neuronas previas y aplica una función de activación; (3) en la capa de salida se genera la predicción final; (4) se calcula la pérdida (diferencia entre la predicción y el valor real) y (5) posteriormente, mediante algún algoritmo de *backpropagation* (retropropagación) y optimizadores se ajustan los pesos y sesgos para minimizar la pérdida.

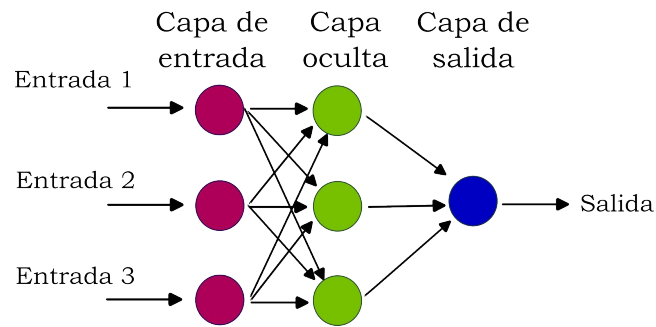


Figura 5.6: Esquema ilustrativo de un perceptrón multicapa de dos capas.

En el contexto de esta Tesis, las CNN y los MLP se emplean para analizar las imágenes obtenidas mediante técnicas holográficas, aprovechando su capacidad para extraer, de forma automática, características relevantes que podrían ser difícilmente identificables, así como también aprender patrones específicos asociados a los fenómenos ópticos y microfluidicos estudiados.

5.3. Procesamiento de la información

5.3.1. AE para reducción de dimensionalidad

En esta sección se realiza el procesamiento de imágenes obtenidas mediante MHD utilizando herramientas de aprendizaje profundo (en particular, CNN) con el objetivo de reducir la dimensionalidad de la información de entrada [163]. Para ello, se crean AE [164] mediante CNN, para las cuales los datos de entrada consisten en imágenes de fase y diferencia de fase obtenidas mediante MHD, durante el proceso dinámico de secado de una gota de líquido. El objetivo de dichas CNN es incorporar o aprender características de las imágenes mediante operaciones de convolución entre cada imagen y kernels (o filtros). En esta etapa, se reduce la dimensionalidad de la información de entrada y se aumenta el número de kernels, cuyos parámetros van variando a medida que transcurre el entrenamiento. Como resultado se obtiene un espacio latente, que contiene las características de las imágenes analizadas. Esto permite representar la información de entrada de forma comprimida utilizando una cantidad significativamente menor de datos. Posteriormente, con el objeto de verificar que el espacio latente represente de manera fiable la información de entrada se reconstruye la información a partir de las características (features), mediante un decodificador que consiste en otra red de una o varias capas, llevando a cabo un proceso inverso al del codificador.

5.3.2. Entrenamiento con imágenes de diferencia de fase

Previo a la creación de las CNN se acondicionaron las imágenes, reduciendo de forma manual sus dimensiones de 572×768 a 140×140 de manera de reducir el trabajo a realizar por el AE. A continuación, se creó un AE que consiste en un codificador con 3 CNN, de manera que mediante la convolución de la imagen con filtros de 3×3 reduce la información de una imagen a 10 features, con lo cual se obtiene un espacio latente de dimensión 10. Luego, mediante un decodificador con 3 capas de CNN se lleva a cabo la reconstrucción de cada imagen.

Tras un entrenamiento de más de 1000 iteraciones o épocas sobre el conjunto de imágenes los resultados muestran inicialmente una notable similitud entre la información de entrada y la de salida. Esto se aprecia en la Figura 5.7, donde (a) corresponde a la información de entrada conformada por una imagen de diferencia de fase obtenida en el Capítulo 4, y (b) muestra la imagen reconstruida utilizando las características del espacio latente y el decodificador. Cabe destacar que la imagen de entrada elegida en este caso no forma parte del conjunto de entrenamiento, lo cual pone en evidencia que la red puede aplicarse a un conjunto de datos similares de manera efectiva. Asimismo, en (c) se muestra la diferencia (o error) entre ambas imágenes, la original y la obtenida mediante el modelo entrenado. De esta manera, la dimensionalidad del problema se reduce de 19.600 variables (correspondientes a imágenes de 140×140 píxeles) a sólo 10 características del espacio latente. Esta compresión constituye un resultado significativo, ya que permite trabajar con un conjunto de parámetros considerablemente más reducido, lo que se traduce en una disminución del costo computacional.

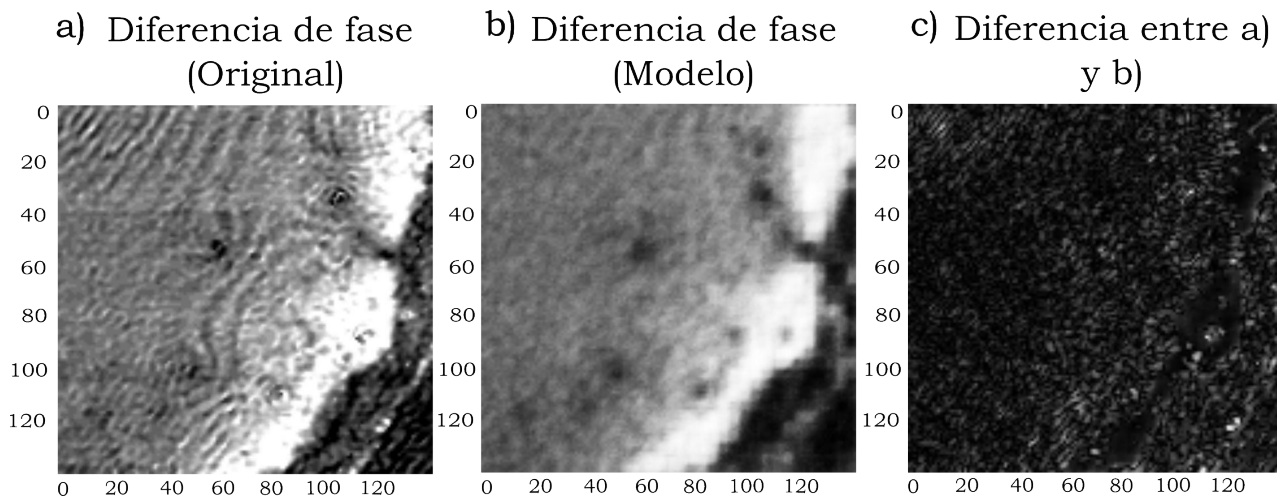


Figura 5.7: Entrenamiento del modelo con imágenes de diferencia de fase; a) Imagen de diferencia de fases obtenida mediante procesamiento numérico; b) Imagen de diferencia de fases obtenida por el modelo; c) diferencia entre ambas imágenes.

Para cuantificar la diferencia entre las predicciones del modelo y los valores reales esperados, se utilizó la función de pérdida $MSELoss$, ampliamente conocida por ser una de las más comunes en tareas de regresión. La gráfica de la Figura 5.8 muestra el valor de la pérdida (que indica

cuánto se están desviando las predicciones del modelo de los valores reales) en función de las épocas. Un valor más bajo de la función corresponde a un mejor desempeño. Por lo tanto, analizando la variación de la función, se observa que, al inicio, la pérdida es alta (alrededor de 0,0090), lo cual sugiere que el modelo empieza con predicciones inexactas. A medida que aumenta el número de épocas, la pérdida disminuye gradualmente, mostrando que el modelo mejora en el ajuste de los datos. En las últimas épocas (cerca de la 500), la curva se estabiliza en un valor cercano a 0,0078, lo que indica que el modelo ha convergido y su aprendizaje no mejora significativamente con más iteraciones. Tras el entrenamiento, el error obtenido del 0,78 %, pone en evidencia la efectividad del modelo en la tarea designada.

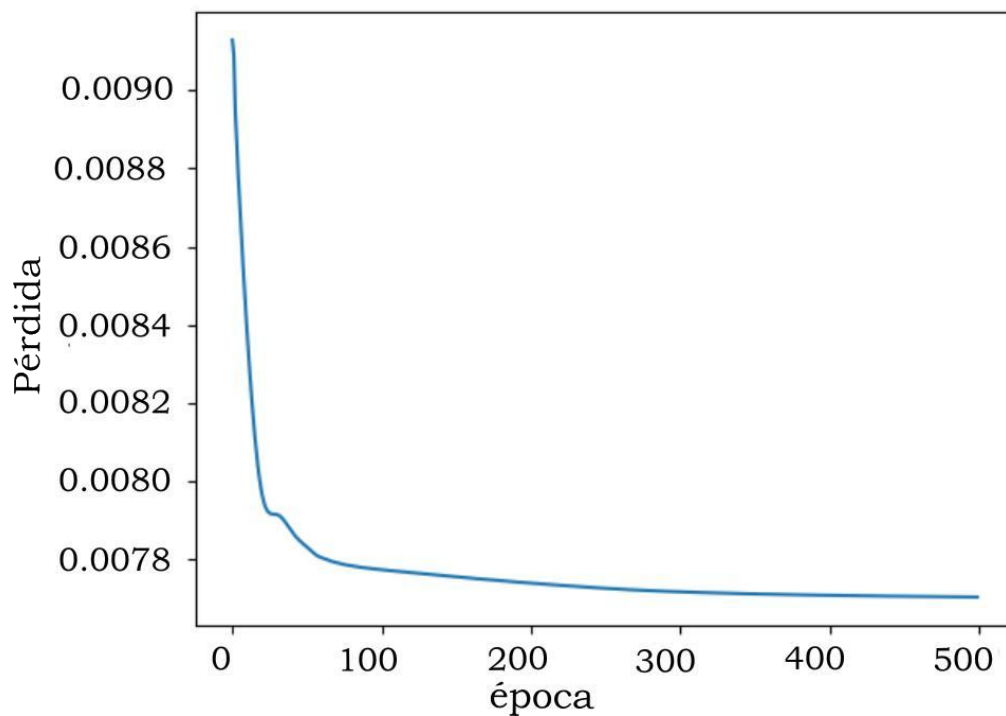


Figura 5.8: Variación de la función de pérdida vs épocas de entrenamiento.

5.3.3. Entrenamiento de una red neuronal que derive

Por otro lado, se emplearon AE para predecir la variación de fase de la luz que atraviesa la muestra a medida que la gota se retrae. Para ello, se utilizaron imágenes de fase como información de entrada a la red, de modo que ésta generara como salida imágenes de diferencia de fase para el instante inmediato posterior, que aproximan la derivada temporal de la fase. Los resultados preliminares muestran un alto grado de similitud entre las imágenes experimentales y aquellas predichas por el algoritmo.

La arquitectura de la red utilizada en este modelo consistió, al igual que en el caso anterior, en un encoder y un decoder, cada uno compuesto por tres capas convolucionales. Sin embargo,

en este caso, el espacio latente se definió con 50 características (features).

En la Figura 5.9 se observa el resultado del entrenamiento de esta red: en a) se muestra la imagen de fase que ingresa al AE; la diferencia de fase mostrada en b) se obtuvo mediante el procesamiento numérico de la información, descrito en el Capítulo 4; mientras que en c) se muestra la diferencia de fase que arroja el AE, luego del entrenamiento de la red. Finalmente, en d) se muestra la diferencia entre ambas imágenes, la imagen de diferencia de fase original y la reconstruida por la red neuronal que deriva.

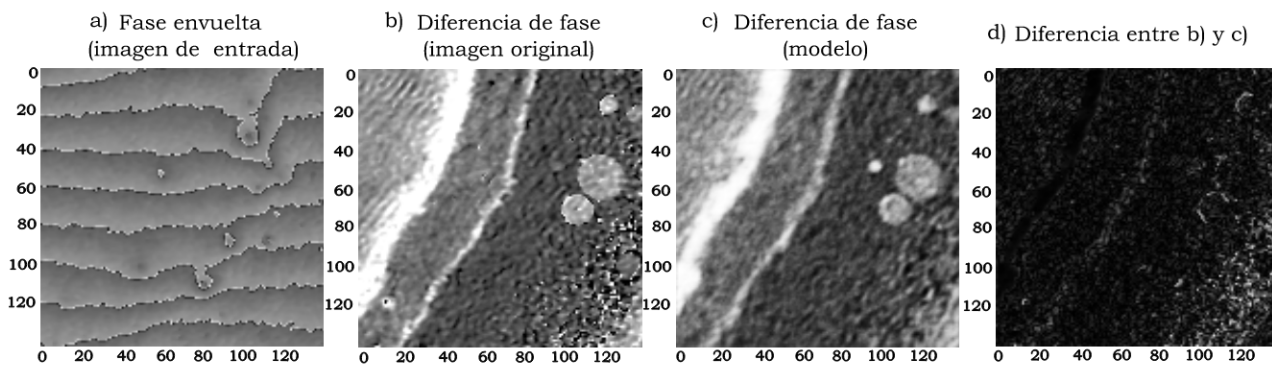


Figura 5.9: Funcionamiento de una red que deriva: a) Imagen de fase original que ingresa al autoencoder; b) diferencia de fase obtenida mediante el procesamiento numérico de la información; c) diferencia de fase obtenida a partir del entrenamiento del autoencoder; d) diferencia entre las imágenes de diferencia de fase original y la obtenida mediante el modelo.

De este modo se construyó una CNN que permite recuperar información de variación de fase en el tiempo, a partir de una única imagen de fase obtenida mediante métodos ópticos.

En la Figura 5.10 se grafica la variación de la función de pérdida vs. el número de épocas transcurridas durante el entrenamiento de la CNN que deriva. Se observa que, para una cantidad de 1000 iteraciones, la pérdida se estabiliza en valores bajos (0,001), lo que indica que el modelo ha convergido y ya no está aprendiendo significativamente más. Se concluye entonces que el entrenamiento es efectivo, ya que la pérdida disminuye de manera constante y no hay signos evidentes de sobreajuste (overfitting), el cual se observaría como un aumento de la pérdida en las últimas épocas.

5.4. MLP para simular imágenes de diferencia de fase

Por último, se investigó la posibilidad de generar imágenes de forma artificial con el propósito de emplearlas en situaciones donde no se disponga de resultados experimentales, utilizando los modelos de CNN previamente entrenados.

Como paso inicial, se realizó un *análisis de componentes principales* (PCA) sobre las 50 features que codificaban la información de fase (para el caso explicado en la sección precedente),

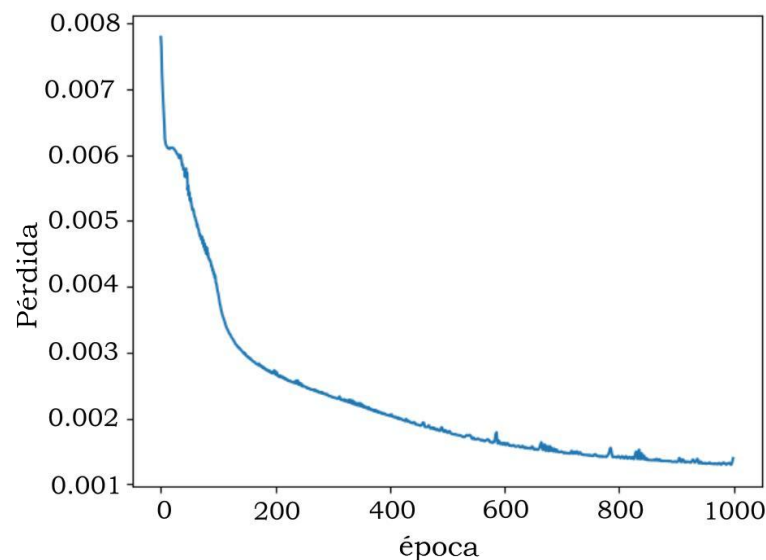


Figura 5.10: Función de pérdida para el entrenamiento de una red que derive.

con el objetivo de reducir aún más la dimensionalidad del espacio latente. En la Figura 5.11 se muestra la razón de la varianza total que se capta al considerar un número determinado de componentes principales, es decir, cuanta información podemos representar según la cantidad de variables que deseemos utilizar. El eje x representa la cantidad de componentes principales seleccionados, mientras que el eje y indica la fracción de la varianza total de los datos que se retiene al considerar un determinado número de componentes. Entonces se observa que alrededor de 10 componentes explican casi el 95 % de la varianza total, lo cual sugiere que es posible reducir la dimensionalidad de 50 features a solo 10 sin perder información significativa. Posterior a este número de componentes se observa una zona plana (>20 componentes) que indica que, partir de este punto, agregar más componentes apenas contribuye a capturar más varianza. Se concluye entonces que el uso de 10 componentes principales conserva la mayor parte de la información original, optimizando el rendimiento del modelo sin introducir demasiadas dimensiones innecesarias.

A continuación, se creó un AE mediante el uso de una red con encoder y decoder, formados cada uno por un MLP de 3 capas. El funcionamiento del AE consiste en lo siguiente:

1. se entrena al encoder para que reciba las 50 features como entrada, los reduzca a 10 y luego los reconstruya, retornando a un espacio de 50 dimensiones.
2. se verifica que la información reconstruida a partir de 10 características represente de forma fidedigna la información obtenida con 50 features.
3. se utiliza este codificador junto con el decodificador del modelo CNN de la sección anterior para generar imágenes que representen diferencias de fase, empleando 10 números aleatorios.

A modo de ejemplo, en las Figuras 5.12 y 5.13 se presentan dos imágenes de diferencia de

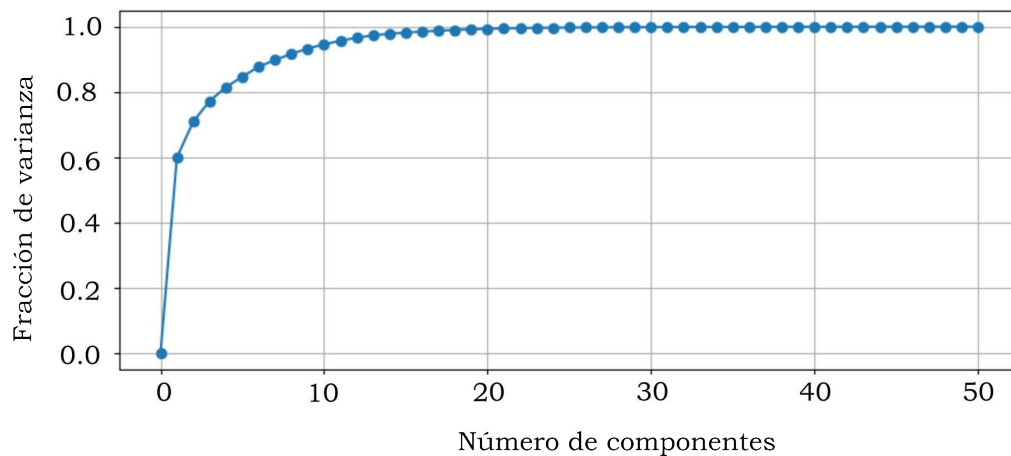


Figura 5.11: Resultado del análisis de componentes principales; la cantidad inicial de features que conformaban el espacio latente del autoencoder puede reducirse a 10, de manera que se represente el 95 % de la información contenida en las 50 features iniciales.

fase generadas artificialmente a partir de 10 características (features) seleccionadas al azar. En la primera se observa una región de anillo en retracción, seguida por una zona seca sobre la membrana. En la segunda imagen simulada, en cambio, predomina la región correspondiente a la gota, seguida por el borde en retracción.

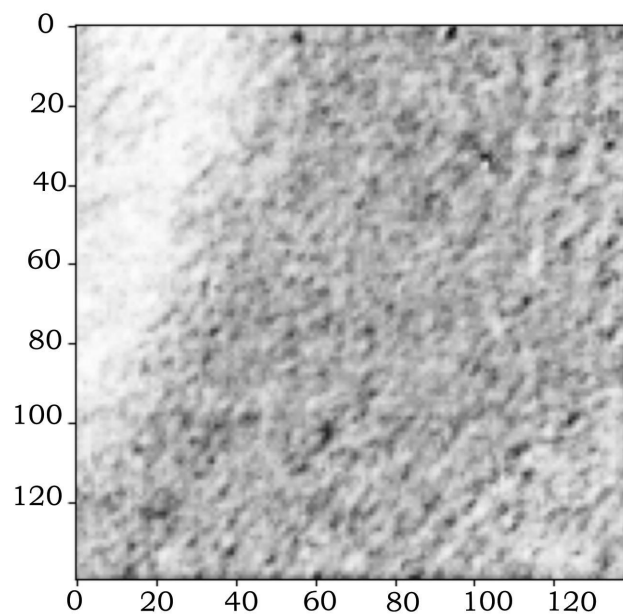


Figura 5.12: Imagen 1 simulada de forma artificial mediante el modelo de CNN.

A partir de los resultados se concluye que las NN tienen un gran potencial para analizar imágenes del fenómeno óptico estudiado. Si bien el rendimiento podría optimizarse con un mayor entrenamiento o mejoras en los modelos, los resultados alcanzados en este trabajo han sido satisfactorios.

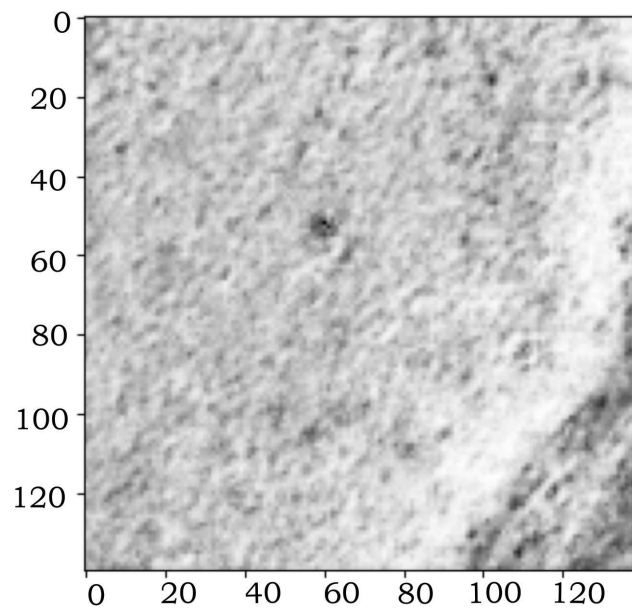


Figura 5.13: Imagen 2 simulada de forma artificial mediante el modelo de CNN.

Este hallazgo es particularmente relevante en el ámbito óptico, ya que sugiere la existencia de una relación entre las características extraídas por la red y el fenómeno microfluídico en estudio. Profundizar en esta relación podría permitir, en el futuro, simular la retracción de una gota de líquido, controlar parámetros y trasladar estos conocimientos al trabajo experimental.

Capítulo 6

Conclusiones

En el presente trabajo se implementaron técnicas ópticas no invasivas para el estudio experimental de la dinámica de fluidos depositados sobre distintos tipos de sustratos sólidos. En particular, se aprovecharon las ventajas que ofrecen las técnicas holográficas para el análisis de procesos dinámicos, aplicándose HD, MHD e IHD de manera combinada. Estas metodologías permitieron investigar el proceso de evaporación y retracción de gotas de distintas sustancias sobre sustratos porosos nanoestructurados y no porosos, proporcionando información tridimensional de alta resolución espacial y temporal. En este contexto, se llevó a cabo el diseño, la implementación y la optimización de sistemas experimentales destinados al registro y la reconstrucción de hologramas digitales, lo que permitió obtener información adecuada para el análisis detallado de los fenómenos estudiados.

Por un lado, se estableció un protocolo experimental para la obtención de parámetros microfluídicos relevantes, orientado a la descripción y análisis del proceso de evaporación de gotas sobre distintas superficies. En este caso se trabajó con gotas de agua destilada depositadas tanto sobre un portaobjetos de vidrio como sobre membranas nano-porosas de silicio. Mediante la implementación de HD e IHD, se analizaron los procesos de retracción de la gota en sus estadios finales, que involucraban volúmenes muy pequeños de líquido. A partir de los mapas de fase reconstruidos, la información óptica fue convertida a magnitudes físicas que permitieron describir la geometría de la gota sobre el sustrato y determinar distintos parámetros microfluídicos: altura máxima, volumen, radio equivalente, así como también el ángulo y el radio de contacto en cada punto perteneciente al borde de la gota.

Además se logró identificar directamente las líneas de contorno de la gota. La información obtenida presentó una precisión significativamente superior a la alcanzada mediante las técnicas convencionales, evidenciando el potencial de las técnicas holográficas para el estudio de procesos microfluídicos dinámicos.

Por otra parte, se desarrolló un método para determinar la evolución temporal de la fracción de llenado en estructuras porosas, permitiendo caracterizar cuantitativamente el proceso de

secado de las mismas a partir de la información de fase reconstruida. Para ello, se implementó MHD en combinación con IHD para el estudio del proceso de evaporación de una gota de alcohol isobutílico depositada sobre una membrana de silicio poroso nanoestructurado. Este enfoque permitió observar con un nivel de detalle sin precedentes el borde de la gota durante su retracción, identificándose regiones con distinta fracción de llenado, correspondientes a las zonas de gota, anillo, decaimiento y seca.

Asimismo, se logró caracterizar de manera cuantitativa la fracción de llenado en las regiones de anillo y decaimiento en función del tiempo y de la posición espacial, al convertir la información óptica a información microfluidica basada en los modelos considerados.

Por otro lado, se determinó la velocidad de retracción de la gota a partir de las imágenes de diferencia de fase que permitían identificar claramente el borde de la gota en retracción.

Finalmente, se implementaron técnicas de aprendizaje automatizado basadas en redes neuronales convolucionales para el análisis de las imágenes obtenidas mediante las técnicas holográficas mencionadas, con el objetivo de evaluar su capacidad para extraer representaciones compactas de la información física contenida en dichas imágenes. En particular, se emplearon arquitecturas de tipo autoencoder, compuestas por un encoder encargado de reducir la dimensionalidad de las imágenes de entrada, un espacio latente de dimensiones reducidas y un decoder responsable de reconstruir la información original. La comparación entre las imágenes reconstruidas y las imágenes experimentales de entrada evidenció una alta similitud, indicando que el espacio latente obtenido es capaz de capturar las características esenciales del proceso físico asociado a la evaporación y el secado de gotas.

Adicionalmente, se exploró la capacidad del modelo para generar imágenes de fase sintéticas a partir de combinaciones controladas de variables en el espacio latente, mediante la integración de un perceptrón multicapa al autoencoder previamente entrenado. Los resultados obtenidos muestran que este enfoque permite reproducir patrones de fase consistentes con los observados experimentalmente, lo que sugiere que las redes neuronales empleadas pueden constituir una herramienta complementaria para la simulación de datos, la exploración paramétrica y el apoyo al desarrollo y validación de modelos teóricos, particularmente en situaciones donde la adquisición experimental resulta limitada o costosa.

Capítulo 7

Consideraciones futuras

En el presente capítulo se proponen diversas líneas de investigación y desarrollos futuros que surgen a partir del trabajo realizado y de las conclusiones obtenidas en esta Tesis Doctoral. El objetivo general de estas propuestas es profundizar y ampliar el conocimiento en la integración de las técnicas holográficas y la microfluídica, así como también promover el desarrollo de nuevas aplicaciones experimentales en sistemas de interés científico y tecnológico, particularmente en escalas micro- y nanométricas.

Las muestras empleadas a lo largo de este trabajo consistieron en membranas nanoporosas de silicio, fabricadas por investigadores del Instituto de Física del Litoral (IFIS). Como posible extensión de este estudio, resulta de interés considerar el uso de membranas de alúmina porosa, ampliamente utilizadas en aplicaciones industriales y que también son desarrolladas en el instituto mencionado. Estas membranas presentan, en general, una estructura más regular y un mayor control geométrico de los poros, lo cual permitiría simplificar la descripción del transporte de fluidos en su interior y facilitar el análisis de los resultados experimentales. De este modo, la comparación entre distintos tipos de matrices porosas contribuiría a un entendimiento más profundo del comportamiento de líquidos confinados en estructuras nanométricas, permitiendo evaluar la influencia de la geometría, la distribución de poros y las propiedades superficiales del sustrato.

La investigación experimental orientada al estudio de la fracción de llenado en el interior de membranas nanoporosas se llevó a cabo mediante el registro de hologramas utilizando un interferómetro holográfico digital del tipo Mach–Zehnder, en configuración por transmisión y fuera de eje. Si bien esta metodología permitió obtener resultados altamente satisfactorios, una posible línea de trabajo futura consiste en complementar el estudio mediante la implementación de una configuración interferométrica por reflexión. De hecho, durante las etapas iniciales del desarrollo experimental del presente trabajo se exploró este tipo de configuración; sin embargo, la presencia de múltiples reflexiones en las distintas capas de la membrana dificultó el desacoplamiento de la información asociada al líquido y al sustrato, lo que limitó la extracción

de datos confiables (como se explicó en el Capítulo 2). No obstante, el análisis del fenómeno microfluídico a partir de la luz reflejada en la muestra podría aportar información adicional a la obtenida por transmisión, especialmente en lo referido a procesos superficiales e interfaciales. El desarrollo de estrategias ópticas y de procesamiento de datos que permitan aislar dichas contribuciones constituye, por lo tanto, un desafío relevante para trabajos futuros.

Asimismo, una línea de mejora futura se vincula con la optimización de las condiciones de adquisición temporal de los datos experimentales. En particular, en algunas de las experiencias presentadas en esta Tesis, las limitaciones impuestas por el sistema de registro disponible (principalmente asociadas a la capacidad de almacenamiento y al funcionamiento de la cámara empleada) hicieron necesario registrar el proceso de evaporación de una gota en intervalos temporales discontinuos. Si bien esta situación no afecta la validez del análisis realizado en los intervalos estudiados ni las conclusiones extraídas a partir de ellos, resulta conveniente, en trabajos futuros, contar con sistemas de adquisición más modernos y robustos, que permitan el registro continuo de procesos dinámicos durante tiempos prolongados. La incorporación de cámaras con mayores capacidades de memoria, tasas de adquisición sostenidas y mayor estabilidad operativa permitiría evitar interrupciones en la adquisición, mejorar la resolución temporal del experimento y acceder a una caracterización más completa de la evolución del sistema, especialmente en etapas críticas del proceso de evaporación.

En relación con el uso de redes neuronales, una línea de investigación particularmente prometedora consiste en profundizar el desarrollo y entrenamiento de modelos generativos capaces de mejorar la reconstrucción y generación de imágenes asociadas a los procesos microfluídicos estudiados. En este sentido, el entrenamiento de nuevas arquitecturas que incorporen mecanismos de discriminación entre imágenes reales y sintéticas, tales como redes adversarias generativas (GANs) u otros enfoques híbridos, permitiría aumentar la fidelidad de las imágenes generadas y reducir la aparición de artefactos no físicos.

Otro punto de especial interés consiste en abordar el análisis e interpretación de las features aprendidas por las redes neuronales en los distintos espacios latentes. El estudio de la correspondencia entre estas representaciones latentes y las propiedades físicas del sistema —como la fracción de llenado, la distribución de alturas o parámetros asociados a la dinámica del fluido— permitiría no sólo optimizar los modelos de generación y reconstrucción de imágenes, sino también avanzar hacia un entendimiento más profundo de los mecanismos físicos involucrados. Este enfoque podría sentar las bases para el desarrollo de herramientas de análisis asistidas por aprendizaje automático, capaces de aportar información física relevante a partir de datos ópticos complejos, consolidando así la integración entre óptica, microfluídica e inteligencia artificial.

Apéndice

Trabajos presentados en congresos

- 106^a Reunión de la Asociación Física Argentina Trabajo: “Técnicas holográficas para el estudio del llenado capilar en silicio poroso nano-estructurado” - Autores: Martínez M F, Sallese M, Monaldi AC, Urteaga R, Budini N
- 106^a Reunión de la Asociación Física Argentina Trabajo: “Estudio de los mecanismos de fragmentación en erupciones volcánicas mediante el análisis morfológico de cenizas por microscopía holográfica y estadística multivariada” - Autores: Díaz, J I; Monaldi A C; Martínez, M F; Báez W A
- 107^a Reunión de la Asociación Física Argentina Trabajo: “Microscopía holográfica digital aplicada al estudio de procesos micro-fluidicos en materiales nano-porosos” - Autores: Martínez, M F; Monaldi A C; Sallese M; Guzmán J A; Budini N; Urteaga R
- 107^a Reunión de la Asociación Física Argentina Trabajo: “Microscopía holográfica digital aplicada al estudio de procesos micro-fluidicos en materiales nano-porosos” – Autores: Martínez, M F; Monaldi A C; Sallese M; Guzmán J A; Budini N; Urteaga R
- 108^a Reunión de la Asociación Física Argentina Trabajo: “Determinación de la fracción de llenado en silicio nano-poroso mediante microscopía holográfica digital” – Autores: Martínez, M F; Sallese M; Guzmán J A; Urteaga R; Budini N; Monaldi A C;
- 108^a Reunión de la Asociación Física Argentina Trabajo: “Medición de la aceleración de la gravedad en cursos introductorios universitarios” – Autores: Ramos I C; Monaldi A C; Martínez M F; Domínguez D O; Martínez C C
- 109^a Reunión de la Asociación Física Argentina Trabajo: “Predicción de la fracción de llenado en superficies nano-porosas mediante redes neuronales convolucionales en microscopía holográfica digital” – Autores: Mérida, Elías Federico; Martínez, María Florencia; López, Sebastián David; Budini, Nicolás; Monaldi, Andrea Carolina

- 109^a Reunión de la Asociación Física Argentina Trabajo: “Aplicación de la Interferometría Speckle Digital para caracterización térmica de un sólido transparente” – Autores: Costilla, Lucas Ramón Alberto; Vilte, María Del Socorro; Domínguez, Dante Orlando; Monaldi, Andrea Carolina; Martínez, María Florencia; Martínez, Carlos César

Bibliografía

1. W. Xu, M. Jericho, I. Meinertzhagen, and H. Kreuzer, “Digital in-line holography for biological applications,” *Proceedings of the National Academy of Sciences*, vol. 98, no. 20, pp. 11301–11305, 2001.
2. M. F. Martínez, A. C. Monaldi, G. G. Romero, A. V. Blanc, and W. A. Baez, “Análisis morfométrico de cenizas volcánicas por microscopía holográfica digital,” in *Anales (Asociación Física Argentina)*, vol. 31, pp. 23–28, SciELO Argentina, 2020.
3. B. Herman and J. J. Lemasters, *Optical microscopy: emerging methods and applications*. Elsevier, 2012.
4. A. R. Bahrampour, S. Tofghi, M. Bathaee, and F. Farman, “Optical fiber interferometers and their applications,” *Interferometry-Research and Applications in Science and Technology*, vol. 1, pp. 3–30, 2012.
5. A. Haleem, M. Javaid, and I. H. Khan, “Holography applications toward medical field: An overview,” *Indian journal of radiology and imaging*, vol. 30, no. 03, pp. 354–361, 2020.
6. P. Hariharan, *Optical Holography: Principles, techniques and applications*. Cambridge University Press, 1996.
7. M. K. Kim and M. K. Kim, *Digital holographic microscopy*. Springer, 2011.
8. T. Kreis, *Handbook of holographic interferometry: optical and digital methods*. John Wiley & Sons, 2006.
9. G. Pedrini, J. Gaspar, M. E. Schmidt, I. Alekseenko, O. Paul, and W. Osten, “Measurement of nano/micro out-of-plane and in-plane displacements of micromechanical components by using digital holography and speckle interferometry,” *Optical Engineering*, vol. 50, no. 10, pp. 101504–101504, 2011.
10. B. Kemper, P. Langehanenberg, and G. Von Bally, “Digital holographic microscopy: A new method for surface analysis and marker-free dynamic life cell imaging,” *Optik & Photonik*, vol. 2, no. 2, pp. 41–44, 2007.

11. E. CuChe, P. Marquet, and C. Depeursinge, "Simultaneous amplitude-contrast and quantitative phase-contrast microscopy by numerical reconstruction of fresnel off-axis holograms," *Applied optics*, vol. 38, no. 34, pp. 6994–7001, 1999.
12. P. Marquet, B. Rappaz, P. J. Magistretti, E. CuChe, Y. Emery, T. Colomb, and C. Depeursinge, "Digital holographic microscopy: a noninvasive contrast imaging technique allowing quantitative visualization of living cells with subwavelength axial accuracy," *Optics letters*, vol. 30, no. 5, pp. 468–470, 2005.
13. N. Budini, C. Mulone, F. M. Vincitorio, A. J. López, and A. Ramil, "Analysis of small deflections by double-exposure digital holographic interferometry," in *2014 IEEE Biennial Congress of Argentina (ARGENCON)*, pp. 428–432, IEEE, 2014.
14. N. Budini, C. Mulone, and F. M. Vincitorio, "Dynamic analysis of an oscillating membrane by digital holographic interferometry," *Procedia Materials Science*, vol. 9, pp. 79–86, 2015.
15. M. P. Georges, J.-F. Vandenrijt, C. Thizy, F. Dubois, P. Queeckers, and D. Doyle, "Digital holographic interferometry with co2 lasers applied to aspheric space reflectors testing," in *Digital Holography and Three-Dimensional Imaging*, pp. DW3A–4, Optica Publishing Group, 2013.
16. A. Sánchez, H. Manuel, F. M. Santoyo, T. Saucedo-A, *et al.*, "Simultaneous 3d digital holographic interferometry for strain measurements validated with fem," *Optics and Lasers in Engineering*, vol. 52, pp. 178–183, 2014.
17. A. C. Monaldi, G. G. Romero, E. E. Alanís, and C. M. Cabrera, "Digital holographic microscopy for microalgae biovolume assessment," *Optics Communications*, vol. 336, pp. 255–261, 2015.
18. T. Vít, V. Lédl, R. Dolecek, and P. Psota, "The possibility of visualizing temperature fields using digital holographic interferometry," *Applied Mechanics and Materials*, vol. 284, pp. 988–995, 2013.
19. R. Doleček, P. Psota, V. Lédl, T. Vít, J. Václavík, and V. Kopecký, "General temperature field measurement by digital holography," *Applied Optics*, vol. 52, no. 1, pp. A319–A325, 2013.
20. G. Bloch, J. Kuczaty, and T. Sattelmayer, "Application of high-speed digital holographic interferometry for the analysis of temperature distributions and velocity fields in subcooled flow boiling," *Experiments in Fluids*, vol. 55, pp. 1–12, 2014.
21. J. Min, P. Gao, R. Guo, M. Zhou, and B. Yao, "Real-time visualization of fluidic field using point-diffraction digital holographic interferometry," in *Digital Holography and Three-Dimensional Imaging*, pp. DW2A–17, Optica Publishing Group, 2015.

22. G. Romero, A. Monaldi, and E. Alanis, "Digital holographic microscopy for detection of trypanosoma cruzi parasites in fresh blood mounts," *Optics Communications*, vol. 285, no. 6, pp. 1613–1618, 2012.
23. R. Urteaga, L. N. Acquaroli, R. R. Koropecski, A. Santos, M. Alba, J. Pallarés, L. F. Marsal, and C. L. Berli, "Optofluidic characterization of nanoporous membranes," *Langmuir*, vol. 29, no. 8, pp. 2784–2789, 2013.
24. E. Elizalde, R. Urteaga, and C. L. Berli, "Rational design of capillary-driven flows for paper-based microfluidics," *Lab on a Chip*, vol. 15, no. 10, pp. 2173–2180, 2015.
25. Y. Murakami, K. Araki, R. Ohashi, H. Honma, N. Misawa, K. Takahashi, K. Sawada, and M. Ishida, "Mems mixer as an example of a novel construction method of microfluidics by discrete microparts," *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 194, pp. 528–533, 2014.
26. A. Khosla and P. J. Hesketh, "Microfluidics, mems/nems, sensors and devices," *J. Electrochem. Soc*, vol. 161, p. Y1, 2014.
27. P. Psota, V. Lédl, R. Doleček, J. Václavík, and V. Kopecký, "Improved holographic method for vibration amplitude measurement from nano to microscale," in *11th International Conference on Vibration Measurements by Laser and Noncontact Techniques-Aivela 2014: Advances and Applications*, vol. 1600, pp. 228–236, 2014.
28. D. Li, *Encyclopedia of microfluidics and nanofluidics*. Springer Science & Business Media, 2008.
29. X. Fan and I. M. White, "Optofluidic microsystems for chemical and biological analysis," *Nature photonics*, vol. 5, no. 10, pp. 591–597, 2011.
30. G. D. Chen, F. Fachin, M. Fernandez-Suarez, B. L. Wardle, and M. Toner, "Nanoporous elements in microfluidics for multiscale manipulation of bioparticles," *Small*, vol. 7, no. 8, pp. 1061–1067, 2011.
31. G. Testa, G. Persichetti, L. Zeni, P. M. Sarro, and R. Bernini, "Optofluidics: a new tool for sensing," in *Fifth European Workshop on Optical Fibre Sensors*, vol. 8794, p. 879402, SPIE, 2013.
32. E. W. Washburn, "The dynamics of capillary flow," *Physical review*, vol. 17, no. 3, p. 273, 1921.
33. R. Urteaga, M. Mercuri, R. Gimenez, M. G. Bellino, and C. L. Berli, "Spontaneous water adsorption-desorption oscillations in mesoporous thin films," *Journal of colloid and interface science*, vol. 537, pp. 407–413, 2019.

34. M. I. Khan, M. I. Hossain, M. K. Hossain, M. Rubel, K. Hossain, A. Mahfuz, and M. I. Anik, "Recent progress in nanostructured smart drug delivery systems for cancer therapy: a review," *ACS Applied Bio Materials*, vol. 5, no. 3, pp. 971–1012, 2022.
35. R. J. Martin-Palma, M. Manso-Silván, and V. Torres-Costa, "Biomedical applications of nanostructured porous silicon: a review," *Journal of Nanophotonics*, vol. 4, no. 1, p. 042502, 2010.
36. A. Priya, L. Gnanasekaran, P. S. Kumar, A. Jalil, T. K. Hoang, S. Rajendran, M. Soto-Moscoso, and D. Balakrishnan, "Recent trends and advancements in nanoporous membranes for water purification," *Chemosphere*, vol. 303, p. 135205, 2022.
37. D. S. Gardner, C. W. Holzwarth III, Y. Liu, S. B. Clendenning, W. Jin, B.-K. Moon, C. Pint, Z. Chen, E. C. Hannah, C. Chen, *et al.*, "Integrated on-chip energy storage using passivated nanoporous-silicon electrochemical capacitors," *Nano Energy*, vol. 25, pp. 68–79, 2016.
38. P. Huber, "Soft matter in hard confinement: phase transition thermodynamics, structure, texture, diffusion and flow in nanoporous media," *Journal of Physics: Condensed Matter*, vol. 27, no. 10, p. 103102, 2015.
39. L. G. Cench, P. Huber, M. Kappl, G. Floudas, M. Steinhart, C. L. Berli, and R. Urteaga, "Nondestructive high-throughput screening of nanopore geometry in porous membranes by imbibition," *Applied physics letters*, vol. 115, no. 11, 2019.
40. M. Sallese, J. Torga, E. Morel, N. Budini, and R. Urteaga, "Optical coherence tomography measurement of capillary filling in porous silicon," *Journal of Applied Physics*, vol. 128, no. 2, 2020.
41. R. Gimenez, M. G. Bellino, and C. L. A. Berli, "Directional water collection in nanopore networks," *ACS omega*, vol. 3, no. 11, pp. 16040–16045, 2018.
42. M. Mercuri, K. Pierpaoli, M. G. Bellino, and C. L. Berli, "Complex filling dynamics in mesoporous thin films," *Langmuir*, vol. 33, no. 1, pp. 152–157, 2017.
43. R. Gimenez, M. Mercuri, C. L. A. Berli, and M. G. Bellino, "Sliding of drops on mesoporous thin films," *Physical Chemistry Chemical Physics*, vol. 22, no. 10, pp. 5915–5919, 2020.
44. R. Gimenez, G. J. Soler-Illia, C. L. A. Berli, and M. G. Bellino, "Nanopore-enhanced drop evaporation: when cooler or more saline water droplets evaporate faster," *ACS nano*, vol. 14, no. 3, pp. 2702–2708, 2020.
45. D. R. Ceratti, M. Faustini, C. Sinturel, M. Vayer, V. Dairel, M. Jardat, and D. Grosso, "Critical effect of pore characteristics on capillary infiltration in mesoporous films," *Nanoscale*, vol. 7, no. 12, pp. 5371–5382, 2015.

46. L. N. Acquaroli, R. Urteaga, C. L. A. Berli, and R. R. Koropecski, "Capillary filling in nanostructured porous silicon," *Langmuir*, vol. 27, pp. 2067–2072, Jan. 2011.
47. H. Y. Erbil, "Evaporation of pure liquid sessile and spherical suspended drops: A review," *Advances in colloid and interface science*, vol. 170, no. 1-2, pp. 67–86, 2012.
48. U. Michelucci, "Applied deep learning," *A case-based approach to understanding Deep neural networks*, 2018.
49. S. Lange and M. Riedmiller, "Deep auto-encoder neural networks in reinforcement learning," in *The 2010 international joint conference on neural networks (IJCNN)*, pp. 1–8, IEEE, 2010.
50. Y. Jo, S. Park, J. Jung, J. Yoon, H. Joo, M.-h. Kim, S.-J. Kang, M. C. Choi, S. Y. Lee, and Y. Park, "Holographic deep learning for rapid optical screening of anthrax spores," *Science advances*, vol. 3, no. 8, p. e1700606, 2017.
51. S. Röhl, L. Bernhard, M. Lengl, C. Klenk, D. Heim, M. Knopp, S. Schumann, O. Hayden, and K. Diepold, "Explainable feature learning with variational autoencoders for holographic image analysis.," in *BIOIMAGING*, pp. 69–77, 2023.
52. T. O'Connor, A. Anand, B. Andemariam, and B. Javidi, "Deep learning-based cell identification and disease diagnosis using spatio-temporal cellular dynamics in compact digital holographic microscopy," *Biomedical Optics Express*, vol. 11, no. 8, pp. 4491–4508, 2020.
53. Y. Rivenson, Y. Zhang, H. Günaydın, D. Teng, and A. Ozcan, "Phase recovery and holographic image reconstruction using deep learning in neural networks," *Light: Science & Applications*, vol. 7, no. 2, pp. 17141–17141, 2018.
54. T. Zhang, S. Jiang, Z. Zhao, K. Dixit, X. Zhou, J. Hou, Y. Zhang, and C. Yan, "Rapid and robust two-dimensional phase unwrapping via deep learning," *Optics express*, vol. 27, no. 16, pp. 23173–23185, 2019.
55. T. Pitkäaho, A. Manninen, and T. J. Naughton, "Focus prediction in digital holographic microscopy using deep convolutional neural networks," *Applied optics*, vol. 58, no. 5, pp. A202–A208, 2019.
56. T. Nguyen, V. Bui, V. Lam, C. B. Raub, L.-C. Chang, and G. Nehmetallah, "Automatic phase aberration compensation for digital holographic microscopy based on deep learning background detection," *Optics express*, vol. 25, no. 13, pp. 15043–15057, 2017.
57. F. Wang, Y. Bian, H. Wang, M. Lyu, G. Pedrini, W. Osten, G. Barbastathis, and G. Situ, "Phase imaging with an untrained neural network," *Light: Science & Applications*, vol. 9, no. 1, p. 77, 2020.

58. S. Park, Y. Kim, and I. Moon, "Fast automated quantitative phase reconstruction in digital holography with unsupervised deep learning," *Optics and Lasers in Engineering*, vol. 167, p. 107624, 2023.
59. S. Bertel H, A. Dussán C, and J. Diaz P, "Morphology of the porous silicon obtained by electrochemical anodization method," in *Journal of Physics Conference Series*, vol. 1002, p. 012005, 2018.
60. N. Ileri, P. Stroeve, A. Palazoglu, R. Faller, S. H. Zaidi, H. T. Nguyen, J. A. Britten, S. E. Létant, and J. W. Tringe, "Fabrication of functional silicon-based nanoporous membranes," *Journal of Micro/Nanolithography, MEMS, and MOEMS*, vol. 11, no. 1, pp. 013012–013012, 2012.
61. D. V. Dudina, B. B. Bokhonov, and E. A. Olevsky, "Fabrication of porous materials by spark plasma sintering: A review," *Materials*, vol. 12, no. 3, p. 541, 2019.
62. V. Gadgil, H. Tong, Y. Cesa, and M. L. Bennink, "Fabrication of nano structures in thin membranes with focused ion beam technology," *Surface and coatings technology*, vol. 203, no. 17-18, pp. 2436–2441, 2009.
63. M. J. Sailor, *Porous silicon in practice: preparation, characterization and applications*. John Wiley & Sons, 2012.
64. J. W. Goodman, *Introduction to Fourier optics*. Roberts and Company publishers, 2005.
65. D. Gabor, "A new microscopic principle," *Nature*, vol. 161, p. 777–778, May 1948.
66. A. Beléndez, "Holografía: ciencia, arte y tecnología," *Revista Brasileira de Ensino de Física*, vol. 31, pp. 1602–1, 2009.
67. U. Schnars, "Direct phase determination in hologram interferometry with use of digitally recorded holograms," *Journal of the Optical Society of America A*, vol. 11, no. 7, pp. 2011–2015, 1994.
68. O. Coquoz, C. D. Depeursinge, R. Conde, and E. B. de Haller, "Microendoscopic holography with flexible fiber bundle: experimental approach," in *Microscopy, Holography, and Interferometry in Biomedicine*, vol. 2083, pp. 314–318, SPIE, 1994.
69. E. Cuhe, F. Bevilacqua, and C. Depeursinge, "Digital holography for quantitative phase-contrast imaging," *Optics letters*, vol. 24, no. 5, pp. 291–293, 1999.
70. M. Jacquot, P. Sandoz, and G. Tribillon, "High resolution digital holography," *Optics communications*, vol. 190, no. 1-6, pp. 87–94, 2001.
71. M. Liebling, T. Blu, and M. Unser, "Complex-wave retrieval from a single off-axis hologram," *Journal of the Optical Society of America A*, vol. 21, no. 3, pp. 367–377, 2004.

72. U. Schnars and W. Jueptner, “Digital holographic interferometry (dhi),” *Digital Holography: Digital Hologram Recording, Numerical Reconstruction, and Related Techniques*, pp. 71–94, 2005.
73. J. W. Goodman, “Digital image formation from electronically detected holograms,” in *Computerized Imaging Techniques*, vol. 10, pp. 176–181, SPIE, 1967.
74. M. Kronrod, N. Merzlyakov, and L. Yaroslavskii, “Reconstruction of a hologram with a computer,” *SPIE milestone series*, vol. 144, pp. 645–646, 1998.
75. M. Liebling, “On fresnelets, interference fringes, and digital holography,” tech. rep., EPFL, 2004.
76. E. N. Leith and J. Upatnieks, “Reconstructed wavefronts and communication theory,” *Journal of the optical society of America*, vol. 52, no. 10, pp. 1123–1130, 1962.
77. A. C. Monaldi, *Microscopía holográfica digital: Aplicaciones a la caracterización de microorganismos*. Phd thesis, Universidad Nacional de La Plata, 2015.
78. T. O’Connor, A. Anand, B. Andemariam, and B. Javidi, “Deep learning-based cell identification and disease diagnosis using spatio-temporal cellular dynamics in compact digital holographic microscopy,” *Biomedical Optics Express*, vol. 11, p. 4491, July 2020.
79. J. Verduijn, L. V. der Meeren, D. V. Krysko, and A. G. Skirtach, “Deep learning with digital holographic microscopy discriminates apoptosis and necroptosis,” *Cell Death Discovery*, vol. 7, Sept. 2021.
80. H. Rekola, A. Berdin, C. Fedele, M. Virkki, and A. Priimagi, “Digital holographic microscopy for real-time observation of surface-relief grating formation on azobenzene-containing films,” *Scientific Reports*, vol. 10, Nov. 2020.
81. M. Kumar, O. Matoba, X. Quan, and Y. Awatsuji, “Multi-wavelength digital holographic microscopy for bio-imaging and applications,” in *Biomedical Imaging and Sensing Conference 2020*, vol. 11521, pp. 40–42, SPIE, 2020.
82. L. Miccio, P. Memmolo, F. Merola, S. Fusco, V. Embrione, A. Paciello, M. Ventre, P. A. Netti, and P. Ferraro, “Particle tracking by full-field complex wavefront subtraction in digital holography microscopy,” *Lab Chip*, vol. 14, no. 6, pp. 1129–1134, 2014.
83. P. Feng, A. S. Brand, L. Chen, and J. W. Bullard, “In situ nanoscale observations of gypsum dissolution by digital holographic microscopy,” *Chemical Geology*, vol. 460, pp. 25–36, June 2017.

84. L. G. Wilson, L. M. Carter, and S. E. Reece, "High-speed holographic microscopy of malaria parasites reveals ambidextrous flagellar waveforms," *Proceedings of the National Academy of Sciences*, vol. 110, pp. 18769–18774, Nov. 2013.
85. M. Mihailescu, R. C. Popescu, A. Matei, A. Acasandrei, I. A. Paun, and M. Dinescu, "Investigation of osteoblast cells behavior in polymeric 3d micropatterned scaffolds using digital holographic microscopy," *Applied Optics*, vol. 53, p. 4850, July 2014.
86. P. Lenz, D. Bettenworth, P. Krausewitz, M. Brückner, S. Ketelhut, G. von Bally, D. Domagk, and B. Kemper, "Digital holographic microscopy quantifies the degree of inflammation in experimental colitis," *Integrative Biology*, vol. 5, pp. 624–630, Jan. 2013.
87. Y. Luo, J. Yang, X. Tu, T. Huang, Z. Che, and C. Song, "Optofluidic phase-shifting digital holographic microscopy for quantitative measurement of microfluidic diffusion dynamics," *Journal of Applied Physics*, vol. 127, p. 134501, Apr. 2020.
88. N. Budini, M. Sallese, L. G. Cenchá, C. L. A. Berli, and R. Urteaga, "Digital holographic microscopy implementation for capillary filling measurements in nanoporous materials," *Applied Optics*, vol. 61, p. 2506, Mar. 2022.
89. A. Monaldi, J. Díaz, M. Martínez, N. Budini, and W. Báez, "Digital holographic microscopy and machine learning for quantitative 3d analysis and automatic classification of volcanic ash particles," *Journal of Geophysical Research: Atmospheres*, vol. 130, no. 13, p. e2024JD043283, 2025.
90. L. G. Cenchá, "Estudio del llenado capilar en estructuras nano-porosas mediante técnicas interferométricas," *Tesis*, 2018.
91. S. K. Wilson and H.-M. D'Ambrosio, "Evaporation of sessile droplets," *Annual Review of Fluid Mechanics*, vol. 55, no. 1, pp. 481–509, 2023.
92. J. C. Maxwell, *Collected Scientific Papers. Vol. 2*. CUP, 1890.
93. R. Picknett and R. Bexon, "The evaporation of sessile or pendant drops in still air," *Journal of colloid and Interface Science*, vol. 61, no. 2, pp. 336–350, 1977.
94. K. Birdi, D. Vu, S. Andersen, A. Winter, H. Topsøe, and S. Christensen, "Determination of surface properties of porous solids," in *Studies in Surface Science and Catalysis*, vol. 62, pp. 151–160, Elsevier, 1991.
95. L. Leger and J. Joanny, "Liquid spreading," *Reports on Progress in Physics*, vol. 55, no. 4, p. 431, 1992.
96. M. Shanahan and C. Bourges, "Effects of evaporation on contact angles on polymer surfaces," *International journal of adhesion and adhesives*, vol. 14, no. 3, pp. 201–205, 1994.

97. C. Bourges-Monnier and M. Shanahan, "Influence of evaporation on contact angle," *Langmuir*, vol. 11, no. 7, pp. 2820–2829, 1995.
98. S. M. Rowan, M. Newton, and G. McHale, "Evaporation of microdroplets and the wetting of solid surfaces," *The journal of physical chemistry*, vol. 99, no. 35, pp. 13268–13271, 1995.
99. M. Elbaum, S. Lipson, and J. Wettlaufer, "Evaporation preempts complete wetting," *Europhysics Letters*, vol. 29, no. 6, p. 457, 1995.
100. S. M. Rowan, G. McHale, M. Newton, and M. Toorneman, "Evaporation of microdroplets of three alcohols," *The Journal of Physical Chemistry B*, vol. 101, no. 8, pp. 1265–1267, 1997.
101. D. Brutin and K. Sefiane, *Drying of Complex Fluid Drops: Fundamentals and Applications*, vol. 14. Royal Society of Chemistry, 2022.
102. D. Brutin, *Droplet wetting and evaporation: from pure to complex fluids*. Academic Press, 2015.
103. A.-M. Cazabat and G. Guena, "Evaporation of macroscopic sessile droplets," *Soft Matter*, vol. 6, no. 12, pp. 2591–2612, 2010.
104. V. Vancauwenberghe, P. Di Marco, and D. Brutin, "Wetting and evaporation of a sessile drop under an external electrical field: A review," *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, vol. 432, pp. 50–56, 2013.
105. P. Sáenz, K. Sefiane, J. Kim, O. Matar, and P. Valluri, "Evaporation of sessile drops: a three-dimensional approach," *Journal of Fluid Mechanics*, vol. 772, pp. 705–739, 2015.
106. N. Savva, A. Rednikov, and P. Colinet, "Asymptotic analysis of the evaporation dynamics of partially wetting droplets," *Journal of Fluid Mechanics*, vol. 824, pp. 574–623, 2017.
107. M. Sokuler, G. K. Auernhammer, C. Liu, E. Bonaccorso, and H.-J. Butt, "Dynamics of condensation and evaporation: Effect of inter-drop spacing," *Europhysics Letters*, vol. 89, no. 3, p. 36004, 2010.
108. D. Orejon, K. Sefiane, and M. E. Shanahan, "Stick–slip of evaporating droplets: substrate hydrophobicity and nanoparticle concentration," *Langmuir*, vol. 27, no. 21, pp. 12834–12843, 2011.
109. M. M. Z. Asl, C. A. Dorao, A. Giacomello, and M. Fernandino, "Digital holographic microscopy for measurement of instantaneous contact angle of an evaporating droplet," *Experiments in Fluids*, vol. 64, no. 9, p. 152, 2023.

110. M. Sundberg, A. Månsson, and S. Tågerud, "Contact angle measurements by confocal microscopy for non-destructive microscale surface characterization," *Journal of colloid and interface science*, vol. 313, no. 2, pp. 454–460, 2007.
111. J. W. Chesna, B. F. Wiedmaier, J. Wang, A. Samara, R. K. Leach, T.-H. Her, and S. T. Smith, "Aerial wetting contact angle measurement using confocal microscopy," *Measurement Science and Technology*, vol. 27, no. 12, p. 125202, 2016.
112. C. Allain, D. Ausserre, and F. Rondelez, "A new method for contact-angle measurements of sessile drops," *Journal of colloid and interface science*, vol. 107, no. 1, pp. 5–13, 1985.
113. E. Y. Gatapova, A. M. Shonina, A. I. Safonov, V. S. Sulyaeva, and O. A. Kabov, "Evaporation dynamics of a sessile droplet on glass surfaces with fluoropolymer coatings: focusing on the final stage of thin droplet evaporation," *Soft Matter*, vol. 14, no. 10, pp. 1811–1821, 2018.
114. R. Mangel and E. Baer, "The evaporation of water drops from a "teflon" surface," *Chemical Engineering Science*, vol. 17, no. 9, pp. 705–706, 1962.
115. K. Birdi, D. Vu, and A. Winter, "A study of the evaporation rates of small water drops placed on a solid surface," *The Journal of physical chemistry*, vol. 93, no. 9, pp. 3702–3703, 1989.
116. K. Birdi and D. Vu, "Wettability and the evaporation rates of fluids from solid surfaces," *Journal of adhesion science and technology*, vol. 7, no. 6, pp. 485–493, 1993.
117. D. M. Soolaman and H.-Z. Yu, "Water microdroplets on molecularly tailored surfaces: correlation between wetting hysteresis and evaporation mode switching," *The Journal of Physical Chemistry B*, vol. 109, no. 38, pp. 17967–17973, 2005.
118. S. Semenov, V. Starov, R. Rubio, H. Agogo, and M. Velarde, "Evaporation of sessile water droplets: Universal behaviour in presence of contact angle hysteresis," *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, vol. 391, no. 1-3, pp. 135–144, 2011.
119. S. Semenov, V. Starov, R. Rubio, H. Agogo, and M. Velarde, "Evaporation of sessile water droplets in presence of contact angle hysteresis," *Mathematical Modelling of Natural Phenomena*, vol. 7, no. 4, pp. 82–98, 2012.
120. T. A. Nguyen, A. V. Nguyen, M. A. Hampton, Z. P. Xu, L. Huang, and V. Rudolph, "Theoretical and experimental analysis of droplet evaporation on solid surfaces," *Chemical engineering science*, vol. 69, no. 1, pp. 522–529, 2012.
121. S. Dash and S. V. Garimella, "Droplet evaporation dynamics on a superhydrophobic surface with negligible hysteresis," *Langmuir*, vol. 29, no. 34, pp. 10785–10795, 2013.
122. J. M. Stauber, S. K. Wilson, B. R. Duffy, and K. Sefiane, "On the lifetimes of evaporating droplets," *Journal of Fluid Mechanics*, vol. 744, p. R2, 2014.

123. D. Hu and H. Wu, "Volume evolution of small sessile droplets evaporating in stick-slip mode," *Physical Review E*, vol. 93, no. 4, p. 042805, 2016.
124. E. Adachi, A. S. Dimitrov, and K. Nagayama, "Stripe patterns formed on a glass surface during droplet evaporation," *Langmuir*, vol. 11, no. 4, pp. 1057–1060, 1995.
125. J. R. Moffat, K. Sefiane, and M. E. Shanahan, "Effect of tio₂ nanoparticles on contact line stick-slip behavior of volatile drops," *The Journal of Physical Chemistry B*, vol. 113, no. 26, pp. 8860–8866, 2009.
126. A. Askounis, D. Orejon, V. Koutsos, K. Sefiane, and M. E. Shanahan, "Nanoparticle deposits near the contact line of pinned volatile droplets: size and shape revealed by atomic force microscopy," *Soft Matter*, vol. 7, no. 9, pp. 4152–4155, 2011.
127. J. M. Stauber, S. K. Wilson, B. R. Duffy, and K. Sefiane, "On the lifetimes of evaporating droplets with related initial and receding contact angles," *Physics of fluids*, vol. 27, no. 12, 2015.
128. D. Debuissou, A. Merlen, V. Senez, and S. Arscott, "Stick-jump (sj) evaporation of strongly pinned nanoliter volume sessile water droplets on quick drying, micropatterned surfaces," *Langmuir*, vol. 32, no. 11, pp. 2679–2686, 2016.
129. E. Dietrich, E. S. Kooij, X. Zhang, H. J. Zandvliet, and D. Lohse, "Stick-jump mode in surface droplet dissolution," *Langmuir*, vol. 31, no. 16, pp. 4696–4703, 2015.
130. S. Zokai and G. Wolberg, "Image registration using log-polar mappings for recovery of large-scale similarity and projective transformations," *IEEE transactions on image processing*, vol. 14, no. 10, pp. 1422–1434, 2005.
131. M. Zhao, L. Huang, Q. Zhang, X. Su, A. Asundi, and Q. Kemao, "Quality-guided phase unwrapping technique: comparison of quality maps and guiding strategies," *Applied optics*, vol. 50, no. 33, pp. 6214–6224, 2011.
132. M. Martínez, M. Sallese, P. Psota, C. Berli, R. Urteaga, N. Budini, and A. Monaldi, "Filling fraction measurement around a drying drop onto nanoporous silicon using digital holographic microscopy," *Journal of Applied Physics*, vol. 135, no. 7, 2024.
133. S. J. Lee, J. Hong, and Y.-S. Choi, "Evaporation-induced flows inside a confined droplet of diluted saline solution," *Langmuir*, vol. 30, no. 26, pp. 7710–7715, 2014.
134. J.-L. Marié, T. Tronchin, N. Grosjean, L. Méès, O. C. Öztürk, C. Fournier, B. Barbier, and M. Lance, "Digital holographic measurement of the lagrangian evaporation rate of droplets dispersing in a homogeneous isotropic turbulence: JI marié et al.," *Experiments in Fluids*, vol. 58, no. 2, p. 11, 2017.

135. S. Zhang, J. Orosco, and J. Friend, "Onset of visible capillary waves from high-frequency acoustic excitation," *Langmuir*, vol. 39, no. 10, pp. 3699–3709, 2023.
136. A. L. Ruoff, G. H. Stewart, H. K. Shin, and J. C. Giddings, "Diffusion of liquids in unsaturated paper," *Kolloid-Zeitschrift*, vol. 173, pp. 14–20, 1960.
137. G. W. Scherer, "Theory of drying," *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 73, no. 1, pp. 3–14, 1990.
138. S. Zangoie, R. Bjorklund, and H. Arwin, "Water interaction with thermally oxidized porous silicon layers," *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 144, no. 11, p. 4027, 1997.
139. S. Gruener, Z. Sadjadi, H. E. Hermes, A. V. Kityk, K. Knorr, S. U. Egelhaaf, H. Rieger, and P. Huber, "Anomalous front broadening during spontaneous imbibition in a matrix with elongated pores," *Proceedings of the National Academy of Sciences*, vol. 109, no. 26, pp. 10245–10250, 2012.
140. D. R. Ceratti, M. Faustini, C. Sinturel, M. Vayer, V. Dahirel, M. Jardat, and D. Grosso, "Critical effect of pore characteristics on capillary infiltration in mesoporous films," *Nanoscale*, vol. 7, no. 12, pp. 5371–5382, 2015.
141. M. Mercuri, K. Pierpauli, M. G. Bellino, and C. L. A. Berli, "Complex filling dynamics in mesoporous thin films," *Langmuir*, vol. 33, pp. 152–157, Dec. 2016.
142. O. Vincent, B. Marguet, and A. D. Stroock, "Imbibition triggered by capillary condensation in nanopores," *Langmuir*, vol. 33, pp. 1655–1661, Feb. 2017.
143. C. L. Berli, M. Mercuri, and M. G. Bellino, "Modeling the abnormally slow infiltration rate in mesoporous films," *Physical Chemistry Chemical Physics*, vol. 19, no. 3, pp. 1731–1734, 2017.
144. B. M. Cummins, R. Chinthapatla, F. S. Ligler, and G. M. Walker, "Time-dependent model for fluid flow in porous materials with multiple pore sizes," *Analytical chemistry*, vol. 89, no. 8, pp. 4377–4381, 2017.
145. R. Gimenez, M. G. Bellino, and C. L. A. Berli, "Directional water collection in nanopore networks," *ACS Omega*, vol. 3, pp. 16040–16045, Nov. 2018.
146. R. Urteaga, M. Mercuri, R. Gimenez, M. G. Bellino, and C. L. Berli, "Spontaneous water adsorption-desorption oscillations in mesoporous thin films," *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 537, pp. 407–413, Mar. 2019.
147. R. Gimenez, M. Mercuri, C. L. A. Berli, and M. G. Bellino, "Sliding of drops on mesoporous thin films," *Physical Chemistry Chemical Physics*, vol. 22, no. 10, pp. 5915–5919, 2020.

148. R. Gimenez, G. J. A. A. Soler-Illia, C. L. A. Berli, and M. G. Bellino, “Nanopore-enhanced drop evaporation: When cooler or more saline water droplets evaporate faster,” *ACS Nano*, vol. 14, pp. 2702–2708, Jan. 2020.
149. M. Sallese, J. Torga, E. Morel, N. Budini, and R. Urteaga, “Optical coherence tomography measurement of capillary filling in porous silicon,” *Journal of Applied Physics*, vol. 128, p. 024701, July 2020.
150. D. R. Huanca, “Porous silicon: A sponge-like structure for photonic based sensor devices,” in *21st Century Nanoscience—A Handbook*, pp. 4–1, CRC Press, 2020.
151. L. G. Cenchá, R. Urteaga, and C. L. A. Berli, “Interferometric technique to determine the dynamics of polymeric fluids under strong confinement,” *Macromolecules*, vol. 51, p. 8721–8728, Oct. 2018.
152. H. Looyenga, “Dielectric constants of heterogeneous mixtures,” *Physica*, vol. 31, no. 3, pp. 401–406, 1965.
153. N. Murisic and L. Kondic, “On evaporation of sessile drops with moving contact lines,” *Journal of fluid mechanics*, vol. 679, pp. 219–246, 2011.
154. G. McHale, S. M. Rowan, M. Newton, and M. K. Banerjee, “Evaporation and the wetting of a low-energy solid surface,” *The Journal of Physical Chemistry B*, vol. 102, no. 11, pp. 1964–1967, 1998.
155. S. K. Singh, S. Khandekar, D. Pratap, and S. A. Ramakrishna, “Wetting dynamics and evaporation of sessile droplets on nano-porous alumina surfaces,” *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, vol. 432, pp. 71–81, 2013.
156. J. Trosseille, H. Bellezza, and O. Vincent, “Coupled imbibition and evaporation of droplets deposited on a nanoporous layer,” *arXiv preprint arXiv:2510.19932*, 2025.
157. S. Spencer, G. Andrews, and C. Deacon, “Contact angle of ethanol–water solutions on crystalline and mesoporous silicon,” *Semiconductor science and technology*, vol. 28, no. 5, p. 055011, 2013.
158. I. Goodfellow, Y. Bengio, and A. Courville, *Deep Learning*. Cambridge, MA, USA: MIT Press, 2016.
159. Y. Bengio, I. Goodfellow, and A. Courville, *Deep learning*, vol. 1. MIT press Cambridge, MA, USA, 2017.
160. S. Raschka, Y. H. Liu, and V. Mirjalili, *Machine Learning with PyTorch and Scikit-Learn: Develop machine learning and deep learning models with Python*. Packt Publishing Ltd, 2022.

161. M. Joseph, *Modern Time Series Forecasting with Python: Explore industry-ready time series forecasting using modern machine learning and deep learning*. Packt Publishing Ltd, 2022.
162. M. Sotaquirá, “Autoencoders: explicación y tutorial en python,” *Codificando bits*, 2019.
163. S. Raschka, Y. H. Liu, and V. Mirjalili, *Machine Learning with PyTorch and Scikit-Learn*. Birmingham, UK: Packt Publishing, 2022.
164. M. Sotaquirá, “Padding, strides, max-pooling y stacking en las redes convolucionales.” <https://www.codificandobits.com/blog/padding-strides-maxpooling-stacking-redes-convolucionales/>, 2019.