



CAROLINA GOUVEIA MORAES

Licenciada em Ciências da Engenharia Biomédica

FABRICO DE ELÉTRODOS DE ELETROMIOGRAFIA EM SUBSTRATO FLEXÍVEL

MESTRADO EM ENGENHARIA BIOMÉDICA

Universidade NOVA de Lisboa
Outubro, 2022



FABRICO DE ELÉTRODOS DE ELETROMIOGRAFIA EM SUBSTRATO FLEXÍVEL

CAROLINA GOUVEIA MORAES

Licenciada em Ciências da Engenharia Biomédica

Orientadora: Joana Sofia Pereira Neto
Investigadora Doutorada, Universidade Nova de Lisboa

Coorientadora: Maria Micaela Leal da Fonseca
Professora Auxiliar, Universidade Nova de Lisboa

Júri:

Presidente: Ricardo Nuno Pereira Verga e Afonso Vigário
Professor associado, Universidade Nova de Lisboa

Arguente: David José da Silva Aresta Belo
Investigador Doutorado, Fraunhofer Portugal

Orientadora: Joana Sofia Pereira Neto
Investigadora Doutorada, Universidade Nova de Lisboa

Fabrico de Eléttodos de Eletromiografia em Substrato Flexível

Copyright © Carolina Gouveia Moraes, Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade NOVA de Lisboa.

A Faculdade de Ciências e Tecnologia e a Universidade NOVA de Lisboa têm o direito, perpétuo e sem limites geográficos, de arquivar e publicar esta dissertação através de exemplares impressos reproduzidos em papel ou de forma digital, ou por qualquer outro meio conhecido ou que venha a ser inventado, e de a divulgar através de repositórios científicos e de admitir a sua cópia e distribuição com objetivos educacionais ou de investigação, não comerciais, desde que seja dado crédito ao autor e editor.

AGRADECIMENTOS

Antes de mais quero endereçar um agradecimento a esta mui nobre instituição que ao longo destes últimos 5 anos me formou como pessoa e ajudou a que me tornasse uma pessoa ainda mais motivada e persistente.

Um agradecimento especial às minhas orientadoras, Joana Neto e Micaela Fonseca pela disponibilidade e apoio prestado ao longo destes meses. Um enorme agradecimento à professora Joana Pinto, que apesar de não constar na lista de orientadoras, sempre a vi como tal. Obrigada, às três, por me fazerem ver que no fim tudo dá certo e que em investigação tudo são resultados, quer seja o esperado ou não.

Agradecer também aos colaboradores do CENIMAT pelo bom ambiente, em particular ao Ricardo Correia e à Maria Morais, por me ajudarem sempre que precisei e por me fazerem pensar sobre as possíveis soluções para os problemas encontrados durante este projeto. A todos os outros professores e investigadores que foram envolvidos em diferentes estágios desta tese de mestrado o meu muito obrigado. Um especial agradecimento ao professor Hugo Gamboa pela disponibilidade durante este período.

Deixar o meu agradecimento aos meus colegas de curso pela união e pelo orgulho que é pertencer a esta família de biomédica. Em especial um enorme obrigada à Carolina Nascimento, Filipa Rocha, Inês Barros, Fábio Mendes, Rita Colaço e Beatriz Lago por crescerem comigo e por terem sido a minha segunda família nestes 5 anos longe de casa.

Obrigada a todos os que contribuem para a minha felicidade e que me ajudaram a ultrapassar o desafio que foi terminar esta tese. Em especial um agradecimento à minha amiga de infância, Joana Figueiredo, que apesar de termos percorrido o mesmo percurso académico, estamos em cidades distantes e, ainda assim, foi um apoio fulcral nesta caminhada. Ainda agradecer aos amigos que conheci este último ano e que tornaram a minha vida melhor.

Por fim, o meu reconhecimento aos meus pais que foram o grande alicerce para que conseguisse superar-me dia após dia, por me permitirem seguir o curso que desejava, por celebrarem comigo as minhas vitórias, por me apoiarem desde sempre e para sempre. Obrigada Filipe, por seres meu irmão e amigo, e por seres o meu exemplo a seguir.

RESUMO

A eletromiografia de superfície (sEMG) é uma técnica não invasiva de medição da atividade elétrica dos músculos esqueléticos, que inspira o recente desenvolvimento de novas aplicações no campo do diagnóstico de pacientes, terapia de reabilitação, interface homem-máquina e controlo de próteses. Os elétrodos húmidos convencionais de Ag/AgCl são intensamente utilizados no mercado. No entanto, apresentam algumas limitações, tais como o facto de provocarem irritação cutânea, curta semi-vida do gel, tamanho relativamente grande e serem baseados em substratos rígidos. Estes fatores impedem a sua utilização para medições a longo prazo, de alta densidade e de músculos de pequenas dimensões. Neste contexto, os investigadores têm-se debruçado sobre novas alternativas que combinam materiais condutores com substratos de polímeros altamente flexíveis e biocompatíveis.

Assim, este projeto apresenta a abordagem adotada na produção de elétrodos circulares de Cu/Au em substrato de parileno C, procedendo à sua validação através da comparação com os elétrodos convencionais. Além disso, é feito um estudo comparativo entre estes elétrodos a húmido e a seco.

Os resultados foram promissores, obtendo-se elétrodos com espessuras de aproximadamente 9 μm , reutilizáveis, conformáveis com pele e com a possibilidade de serem utilizados a seco. Observou-se que o aumento da área do elétrodo de 3 mm para o de 15 mm implicou reduções de 56% e 78% de impedância, e aumentos de 13% e 22% na qualidade do sinal, para os elétrodos húmidos e secos, respetivamente. Assim, os elétrodos de 15 mm apresentaram a melhor resposta com uma relação sinal-ruído (SNR) de $(26,8 \pm 2,0)$ dB a seco e de $(27,8 \pm 1,5)$ dB a húmido, sem diferença significativa relativamente ao convencional. A otimização dos elétrodos secos de Cu/Au de dimensões reduzidas (3 mm) foi realizada através do revestimento com PEDOT:PSS, obtendo-se uma diminuição de impedância em salina, a 100 Hz, de (1045 ± 14) Ω para (304 ± 3) Ω e um SNR de $(28,9 \pm 2,7)$ dB.

Palavras-chave: eletromiografia de superfície, elétrodos flexíveis, parileno C, impedância, relação sinal-ruído, qualidade do sinal

ABSTRACT

Surface electromyography (sEMG) is a non-invasive technique for measuring the electrical activity of skeletal muscles that has recently inspired new applications in the field of patient diagnosis, rehabilitation therapy, human-machine interface, and prosthetic control. Conventional Ag/AgCl wet electrodes are extensively used in the market. However, they have some limitations such as causing skin irritation, short half-life of the gel, their relatively large size, and being based on rigid substrates. These factors preclude their long-term use, as well as high-density or thin muscle measurements. In this context, researchers have been looking at new alternatives that combine conductive materials with highly flexible polymeric substrates that are biocompatible.

This project includes all the steps related to the elaboration of circular Cu/Au electrodes on parylene C substrate, pursue their validation through comparison with conventional wet electrodes. In addition, a comparative study was performed between these electrodes in both wet and dry states.

The results were promising, obtaining electrodes with thicknesses of approximately 9 μm , reusable, highly conformable to the skin and with the possibility of being used dried state. It was observed that increasing the electrode area from 3 mm to 15 mm implied reductions of 56% and 78% in impedance, and increases of 13% and 22% in signal quality, for wet and dry electrodes, respectively. Thus, the 15 mm electrode showed the best response, with a signal-to-noise ratio (SNR) of (26.8 ± 2.0) dB dry and (27.8 ± 1.5) dB wet, with no significant difference compared to the conventional electrode. The optimization of the dry Cu/Au electrodes of reduced dimensions (3 mm) was carried out through the coating with PEDOT:PSS, obtaining a decrease in impedance in saline, at 100 Hz, from (1045 ± 14) Ω to (304 ± 3) Ω and a SNR of (28.9 ± 2.7) dB.

Keywords: surface electromyography, flexible electrodes, parylene C, impedance, signal-to-noise ratio , signal quality

ÍNDICE

Índice de Figuras	xvii
Índice de Tabelas	xxi
Acrónimos e Siglas	xxiii
Símbolos	xxv
1 Introdução	1
1.1 Contextualização	1
1.2 Objetivos	2
1.3 Organização	3
2 Conceitos Teóricos	5
2.1 Eletrofisiologia do músculo	5
2.1.1 Estrutura dos músculos esqueléticos	5
2.1.2 Do neurónio motor à contração muscular	6
2.2 Eletromiografia (EMG)	7
2.2.1 Eléttodos de superfície	7
2.2.2 Ruído	8
2.2.2.1 Extrínseca	8
2.2.2.2 Intrínseca	8
2.2.2.3 Relação sinal-ruído	8
2.2.3 Propriedades elétricas da interface eléttodo-pele	9
2.2.4 BITalino	11
2.3 Parileno	12
2.4 Técnicas de deposição de filme fino	13
2.4.1 Deposição Química de Vapor (CVD)	14
2.4.2 Evaporação assistida por feixe de eletrões (<i>e-beam</i>)	14
2.4.3 Eletropolimerização	15

2.4.4	Erosão Seca Reativa (RIE)	16
2.5	Caracterização	16
2.5.1	Microscopia Eletrônica de Varrimento (SEM)	16
2.5.2	Difração por Raio-X (XRD)	17
2.5.3	Espetroscopia de Raman	17
2.5.4	Medida de 4 pontas	18
2.5.5	Espetroscopia de impedância	19
3	Estado de Arte	21
3.1	Elérodos de sEMG	21
3.1.1	Elérodos convencionais de Ag/AgCl	22
3.1.2	Elérodos flexíveis	23
4	Materiais e métodos	27
4.1	Produção dos elérodos	27
4.1.1	Etapa 1 - Limpeza dos substratos de transporte	28
4.1.2	Etapa 2 - Deposição de Álcool Polivinílico (PVA)	28
4.1.3	Etapa 3 - Deposição de Parileno C - substrato	28
4.1.4	Etapa 4 - Máscaras mecânicas	29
4.1.5	Etapa 5 - Deposição de metal	30
4.1.6	Etapa 6 - Deposição de Parileno C - encapsulamento	31
4.1.7	Etapa 7 - Erosão Seca Reativa (RIE)	31
4.1.8	Etapa 8 - <i>Peel-off</i> do Parileno C	33
4.1.9	Eletrodeposição de PEDOT:PSS	33
4.2	Técnicas de Caracterização	34
4.2.1	Perfilometria	34
4.2.2	Microscopia Eletrônica de Varrimento (SEM)	34
4.2.3	Difração por Raio-X (XRD)	35
4.2.4	Espetroscopia de Raman	35
4.2.5	Medida de 4 pontas	35
4.2.6	Espetroscopia de impedância dos elérodos em salina	36
4.2.7	Espetroscopia de impedância dos elérodos com a pele	37
4.3	Recolha do Sinal sEMG	39
4.3.1	Protocolo de aquisição	39
4.3.2	Características do sinal	40
5	Análise e Discussão de Resultados	43
5.1	Produção de elérodos em membranas de parileno C	43
5.2	Caracterização	45
5.2.1	Espessura dos elérodos produzidos	45
5.2.2	Caracterização estrutural	47
5.2.2.1	Difração por Raio-X (XRD)	47

5.2.3	Caracterização elétrica	48
5.2.3.1	Resistividade e Condutividade dos elétrodos produzidos	48
5.2.3.2	Impedância dos elétrodos em solução salina	49
5.2.3.3	Impedância dos elétrodos com a pele	50
5.2.3.4	Estabilidade dos elétrodos ao longo do tempo	55
5.2.4	Caraterização morfológica	56
5.2.4.1	Microscopia Eletrónica de Varrimento (SEM)	56
5.3	Sinal sEMG	57
5.3.1	Recolha do sinal	57
5.3.2	Características do sinal	61
5.3.2.1	Densidade Espectral de Potência (PSD)	61
5.3.2.2	Envelope RMS	63
5.3.2.3	Ruído	64
5.3.2.4	Relação Sinal-Ruído (SNR)	66
5.4	Eletrodeposição de PEDOT:PSS	67
5.5	Eletrocardiograma (ECG)	71
6	Conclusões e Perspetivas Futuras	73
	Bibliografia	75
	Apêndices	
A	Apêndice	83
A.1	Máscaras	83
A.2	Impedância dos elétrodos produzidos em solução salina	84
A.3	Eletrodeposição de PEDOT:PSS	85

ÍNDICE DE FIGURAS

2.1	Estrutura do músculo esquelético.	5
2.2	Esquema do processo de contração muscular desde o neurónio motor até à contração muscular.	6
2.3	Esquema da interface eléctrodo-pele e correspondentes modelos de circuitos equivalentes para eléctrodos húmidos (A) e eléctrodos secos (B).	10
2.4	As três variantes de parileno comercialmente viáveis.	12
2.5	Sistema de deposição do parileno C.	14
2.6	Sistema de Evaporação por Feixe de Electrões.	15
2.7	Sistema de RIE.	16
2.8	Esquema da medição de 4 pontas.	18
2.9	Comportamento da impedância com a reatância: a) reatância indutiva e b) reatância capacitiva.	19
3.1	Número de ocorrências encontradas na literatura de diâmetros de eléctrodos circulares de sEMG.	21
3.2	Número de ocorrências encontradas na literatura da distância entre os eléctrodos bipolares de sEMG.	22
3.3	Eléctrodos húmidos de Ag/AgCl a) reutilizáveis e b) descartáveis.	22
3.4	Eléctrodos secos flexíveis: a) eléctrodos secos impressos em <i>screen printing</i> , b) eléctrodos secos em substrato de PI para o controlo neuronal de próteses ativas para indivíduos com uma extremidade inferior amputada e c) eléctrodos secos em forma de barra, de Au e Cu, em substratos de PDMS, utilizando PI como intermediário para a camada de suporte.	25
4.1	Etapas da produção dos eléctrodos flexíveis através de técnicas de microfabricação de filme fino.	27
4.2	Sistema de deposição do parileno C, <i>Specialty Coating System Model PDS 2010 Labcoter 2</i> (esquerda) e plataforma de rotação com as amostras (direita). . .	29
4.3	Design dos eléctrodos no <i>software Adobe Illustrator CC 2015</i>	30
4.4	Aplicação das máscaras de PEN sobre os substratos.	30

4.5	Sistema de <i>e-beam</i> . Vista geral de todo o sistema (esquerda) e vista mais detalhada do interior do sistema (direita).	31
4.6	Vista geral do sistema <i>Minilock – Phantom RIE da Trion Technology</i> (esquerda) e vista mais detalhada do local de colocação da amostra de elétrodos com a máscara sobreposta (direita).	32
4.7	Máscaras com as zonas de abertura dos elétrodos e <i>contact pads</i> , desenhadas no <i>software Adobe Illustrator CC 2015</i>	32
4.8	Desenho 3D da tampa produzida para o processo de eletrodeposição realizado no <i>software SketchUp</i>	33
4.9	Perfilómetro, <i>Ambios XP-Plus 200 Stylus</i> , com uma amostra de parileno C proveniente do sistema de CVD.	34
4.10	Espetro de Raman de filmes finos de PEDOT:PSS, retirado da literatura.	35
4.11	Célula eletroquímica e montagem para as medições das impedâncias dos elétrodos produzidos em solução salina.	36
4.12	Montagem para as medições das impedâncias elétrodo-pele com elétrodos húmidos. Elétrodo produzido de Cu/Au de 10 mm de diâmetro (esquerda) e elétrodo húmido convencional de Ag/AgCl (direita).	37
4.13	Montagem para as medições das impedâncias elétrodo-pele com elétrodos secos. Elétrodo produzido de Cu/Au de 3 mm de diâmetro (esquerda) e elétrodo seco convencional de Ag/AgCl (direita).	38
4.14	Protocolo de aquisição do sinal sEMG.	39
4.15	Montagem para a aquisição de ruído com os elétrodos em solução salina.	40
4.16	Representação dos intervalos de uma medição do sinal sEMG.	41
5.1	Máscaras de PEN produzidas.	43
5.2	Dimensões das máscaras produzidas, onde \varnothing corresponde ao diâmetro dos diferentes elétrodos: a) dimensões de cada elétrodo para a deposição do metal e b) dimensões das zonas de abertura dos elétrodos e <i>contact pads</i>	44
5.3	Membranas finais: a) elétrodos com diferentes diâmetros: 3 mm, 7mm, 10 mm e 15 mm e b) demonstração da flexibilidade dos elétrodos.	45
5.4	Preparação dos elétrodos com um espaçador de 300 μm para permitir a ligação a uma ficha ZIF e, conseqüentemente, a ligação ao BITalino.	45
5.5	Representação das diferentes camadas dos elétrodos: substrato de parileno C (1), metais (2) e encapsulamento de parileno C (3).	46
5.6	Interface entre os elétrodos e o espaçador: a) rompimento da membrana após as medições de sEMG e b) novo elétrodo produzido com um substrato de espessura maior e alteração da disposição da fita cola.	47
5.7	Resultado XRD com um varrimento do ângulo 2θ de 10° a 90°.	48
5.8	Módulo de impedância e da respetiva fase dos elétrodos em solução salina de 0,9% de NaCl, no intervalo de frequência de 1 Hz a 1 MHz.	49

5.9	Módulo de impedância dos elétrodos húmidos com a pele num intervalo de frequências de 1 Hz a 1 MHz.	51
5.10	Módulo de impedância dos elétrodos secos com a pele num intervalo de frequências de 1 Hz a 1 MHz.	52
5.11	Módulo de impedância, numa frequência de 100 Hz, dos elétrodos de 7 mm, 10 mm e 15 mm ao longo de 2 meses.	55
5.12	Caracterização da superfície dos elétrodos: a) elétrodos numa fase inicial com a respetiva imagem SEM de ampliação 120 × e b) elétrodos após dois meses de utilização com a respetiva imagem SEM de ampliação 50 ×.	56
5.13	Montagem dos elétrodos com o sistema de aquisição: a) elétrodo húmido convencional de Ag/AgCl, b) elétrodo húmido de Cu/Au e c) elétrodo seco de Cu/Au.	57
5.14	Movimento realizado para aquisição do sinal sEMG.	58
5.15	Sinal sEMG obtido com o elétrodo húmido convencional de Ag/AgCl.	59
5.16	Sinais sEMG obtidos com os elétrodos húmidos de Cu/Au.	59
5.17	Sinais sEMG obtidos com os elétrodos secos de Cu/Au.	60
5.18	Sinal sEMG ao longo do tempo com a utilização de elétrodos secos de Cu/Au: no início, após 15 minutos e após 1 hora, da adesão do elétrodo à pele.	61
5.19	PSD dos elétrodos: a) húmidos e b) secos.	62
5.20	Média dos envelopes RMS: a) elétrodos húmidos e b) elétrodos secos.	63
5.21	Ruído RMS nas zonas de repouso dos elétrodos húmidos e secos.	64
5.22	Ruído dos elétrodos em solução salina de 0,9% de NaCl.	65
5.23	Resultados SNR: a) elétrodos húmidos e b) elétrodos secos.	66
5.24	Montagem do processo de eletrodeposição e célula eletroquímica produzida.	68
5.25	Espectro Raman referente ao elétrodo Cu/Au revestido com o polímero PEDOT:PSS.	68
5.26	Imagem SEM da superfície do elétrodo com PEDOT:PSS com ampliação de 1000 × e respetiva delimitação da camada.	69
5.27	Processamento de imagem para a obtenção da espessura da camada de PEDOT:PSS. a) Delimitação da camada e aplicação do filtro de binarização. b) Criação de uma imagem com linhas pretas horizontais. c) Resultado da operação lógica AND entre as duas imagens anteriores.	69
5.28	Espectro do módulo de impedância em solução salina de 0,9% de NaCl para os elétrodos secos de 3 mm antes e após do revestimento com PEDOT:PSS.	70
5.29	Sinal sEMG obtido com o elétrodo de 3 mm antes e após a adição de PEDOT:PSS.	70
5.30	Resultados SNR para os elétrodos secos de 3 mm antes e após da deposição de PEDOT:PSS.	71
5.31	Janela de três segundos do sinal ECG para diferentes elétrodos: convencional, 3 mm de Cu/Au/PEDOT:PSS e, 7 mm e 10 mm de Cu/Au.	72

ÍNDICE DE FIGURAS

A.1	Desenhos de máscaras no <i>software Adobe Illustrator CC 2015</i>	83
A.2	Espetro do módulo de impedância e da respetiva fase dos elétrodos em solução salina de 0,9 % de NaCl, após 1 mês.	84
A.3	Espetro do módulo de impedância e da respetiva fase dos elétrodos em solução salina de 0,9 % de NaCl, após 2 meses.	84
A.4	PSD dos elétrodos secos de 3 mm antes e após da deposição de PEDOT:PSS.	85
A.5	Média dos envelopes RMS para os elétrodos secos de 3 mm antes e após da deposição de PEDOT:PSS.	85

ÍNDICE DE TABELAS

2.1	Especificações do BITalino.	12
2.2	Propriedades do Parileno C.	13
3.1	Eléttodos secos flexíveis correspondentes a estudos dos últimos dez anos. .	24
4.1	Parâmetros definidos na deposição do parileno C.	29
4.2	Condições de deposição de Cu e Au por <i>e-beam</i>	31
4.3	Parâmetros RIE utilizados na abertura das áreas de contacto dos eléctrodos e <i>contact pads</i>	33
5.1	Espessuras esperadas e reais das diferentes camadas dos eléctrodos: substrato, metal e encapsulamento.	46
5.2	Espessuras esperadas e reais finais das diferentes camadas dos eléctrodos: substrato, metal e encapsulamento.	47
5.3	Resultados obtidos pelo método de caracterização elétrica de 4 pontas. . . .	49
5.4	Módulo de impedância dos eléctrodos húmidos com a pele numa frequência de 100 Hz.	51
5.5	Módulo de impedância dos eléctrodos secos com a pele numa frequência de 100 Hz.	52
5.6	Impedâncias em solução salina e impedâncias com a pele para os diferentes eléctrodos numa frequência de 100 Hz.	53
5.7	Eléttodos secos flexíveis correspondentes a estudos dos últimos dez anos e ao presente projeto.	54
5.8	Integral das curvas dos gráficos de PSD do eléctrodo convencional de Ag/AgCl e dos eléctrodos húmidos e secos de Cu/Au.	62
5.9	RMS máximo das zonas de ativação para cada eléctrodo.	63
5.10	Média SNR dos diferentes eléctrodos.	67

ACRÓNIMOS E SIGLAS

ACC	Acelerómetro
ACh	Acetilcolina (do inglês, <i>Acetylcholine</i>)
ADC	Conversor Analógico-Digital (do inglês, <i>Analogue-to-Digital Convertor</i>)
ATP	Trifosfato de Adenosina (do inglês, <i>Adenosine Triphosphate</i>)
CNTs	Nanotubos de Carbono
CVD	Deposição Química de Vapor (do inglês, <i>Chemical Vapor Deposition</i>)
DC	Corrente Contínua
EBS	Elétrões <i>Backscattered</i>
ECG	Eletrocardiograma
EDA	Atividade Eletrodérmica
EEG	Eletroencefalograma
EMG	Eletromiografia
ES	Elétrões Secundários
FDA	<i>Food and Drug Administration</i>
IoT	<i>Internet of Things</i>
IPA	Álcool Isopropílico
LUX	Luxímetro
MNPs	Nanopartículas Metálicas (do inglês, <i>Metal Nanoparticles</i>)
MUAP	Potencial de Ação da Unidade Motora (do inglês, <i>Motor Unit Action Potential</i>)
MVTR	Taxa de Transmissão de Vapor e Humidade

PDMS	Polidimetilsiloxano
PEDOT:PSS	Poli(3,4-etilenodioxítiofeno) dopado com Poli(estireno sulfonato)
PEN	Polietileno Naftalato
PET	Polietileno Tereftalato
PI	Poli-imida
PSD	Densidade Espectral de Potência (do inglês, <i>Power Spectral Density</i>)
PVA	Álcool Polivinílico
PVD	Deposição Física de Vapor (do inglês, <i>Physical Vapor Deposition</i>)
rGO	Óxido de Grafeno reduzido
RIE	Erosão Seca Reativa (do inglês, <i>Reactive Ion Etching</i>)
RMS	Raiz Quadrada Média (do inglês, <i>Root Mean Square</i>)
SEM	Microscopia Eletrônica de Varrimento (do inglês, <i>Scanning Electron Microscope</i>)
sEMG	Eletromiografia de Superfície
SENIAM	<i>Surface Electromyography for the Non-Invasive Assessment of Muscles</i>
SNR	Relação Sinal-Ruído (do inglês, <i>Signal-To-Noise Ratio</i>)
USP	<i>United States Pharmacopeia</i>
UV	Ultravioleta
XRD	Difração por Raio X (do inglês, <i>X-Ray Diffraction</i>)
ZIF	<i>Zero-Insertion-Force</i>

SÍMBOLOS

σ	Condutividade
C	Capacitância
\varnothing	Diâmetro
E	Energia
f	Frequência linear
h	Constante de Planck
I	Corrente
L	Indutância
λ	Comprimento de onda
π	Constante pi
R	Resistência
R_s	Resistência folha
ρ	Resistividade
t	Espessura
θ	Ângulo teta
ν	Frequência do fóton

SÍMBOLOS

ΔV Diferença de potencial

ω Frequência angular

X Reatância

Z Impedância

INTRODUÇÃO

1.1 Contextualização

A eletromiografia de superfície (sEMG) é uma técnica não invasiva de medição da atividade elétrica dos músculos esqueléticos. Esta técnica é tradicionalmente limitada ao ambiente hospital ou clínico. Porém, o aparecimento de novos paradigmas tecnológicos como a *Internet of Things* (IoT) e a eletrônica flexível permitem a monitorização omnipresente da saúde [1]. Os dispositivos flexíveis ou a eletrônica epidérmica (do inglês, *electronic skin*), representam um novo conceito de dispositivos *wearables* que se caracterizam pela sua leveza, robustez e flexibilidade [2]. Estes permitem explorar a combinação de materiais rígidos com polímeros flexíveis para a produção de dispositivos finos e mecanicamente compatíveis com a pele. Consequentemente, permitem a medição contínua e de longo prazo de sinais eletrofisiológicos através do fabrico de elétrodos secos flexíveis sendo, por isso, bastante atrativos [3].

O mercado de dispositivos *wearables* apresentou um crescimento anual de 15,5%, entre 2016 e 2022 [4]. Isto motivou investigadores a procurarem novas abordagens e soluções robustas, fiáveis e económicas para atender à crescente procura destes dispositivos [5]. Neste contexto, o estudo da sEMG inspirou recentemente o desenvolvimento de novas aplicações, por exemplo, no campo do diagnóstico de pacientes, terapia de reabilitação, interface homem-máquina e controlo de próteses [3].

Neste sentido, os elétrodos têm um papel preponderante na recolha dos biopotenciais. Quando colocados na superfície da pele comportam-se como transdutores, convertendo a corrente iónica do corpo humano em corrente elétrica. Os elétrodos convencionais de Ag/AgCl representam a maioria da quota de mercado devido à sua conveniência, baixo custo, boa reprodutibilidade e elevada qualidade do sinal [6]. No entanto, estes elétrodos não satisfazem totalmente os requisitos das aplicações acima mencionadas, uma vez que se baseiam em géis condutores e por serem relativamente grandes para conter o gel. Estes fatores provocam alergia na pele e desconforto para o paciente, sendo o seu uso limitado a monitorização de curto prazo e a músculos de grandes dimensões [3], [7]–[9].

O parileno C é um polímero biocompatível com excelentes propriedades mecânicas e

tem sido destacado para substratos com espessuras inferiores a 10 μm , flexíveis e conformáveis [10]. Além disso, possui boa pureza, sem contaminação por solvente, é ecológico e aprovado pela *Food and Drug Administration* (FDA), mostrando assim potencial de ser utilizado com segurança no corpo humano [11]. É ainda compatível com técnicas padrão de microfabricação de filmes finos, nomeadamente, a deposição de metais via deposição física de vapor (PVD), química de vapor (CVD) e a fotolitografia [12].

1.2 Objetivos

O principal objetivo desta dissertação é produzir elétrodos de eletromiografia em substratos flexíveis e conformáveis de parileno C. Além disso, pretende-se realizar a sua validação através da comparação com elétrodos húmidos convencionais de Ag/AgCl. Ambiciona-se obter elétrodos reutilizáveis, que ofereçam o máximo de conforto, elevado contacto conformacional da interface elétrodo-pele e máxima qualidade de sinal.

Para tal, é necessário ter em conta uma lista de objetivos específicos, nomeadamente:

1. **Produzir elétrodos em substrato de parileno C.** A primeira etapa corresponde à produção de máscaras com a forma e dimensão dos elétrodos e seleção dos materiais condutores. Seguidamente, procede-se à aplicação de técnicas de microfabricação de filme fino num ambiente de câmara limpa.
2. **Caracterizar os elétrodos produzidos.** Realização da caracterização morfológica, estrutural, elétrica e composicional dos elétrodos produzidos.
3. **Desenvolver um *setup* de aquisição do sinal sEMG.** Neste passo deve-se ter em conta diferentes aspetos tais como: o sistema de aquisição do sinal a utilizar, a ligação da membrana a esse sistema, a adesão do elétrodo à pele e o local de aquisição.
4. **Analisar a influência do tamanho e a necessidade da presença de gel nos elétrodos.** Neste passo, procede-se à comparação da qualidade do sinal e da impedância, tendo em conta o tamanho dos elétrodos. Tais medições são realizadas com os elétrodos a húmido e a seco.
5. **Comparar o desempenho dos elétrodos convencionais com os produzidos.** A comparação é feita através do valor da impedância da interface elétrodo-pele e pela análise dos sinais de sEMG. Para tal, é necessário o desenvolvimento de um protocolo de aquisição de forma a normalizar as diferentes medições.
6. **Otimizar o processo.** Após a execução das etapas anteriores, é feita uma análise dos aspetos a melhorar e, conseqüentemente, realizadas as alterações necessárias.

1.3 Organização

A presente dissertação está organizada em seis capítulos:

- O **Capítulo 1** apresenta a contextualização do tema, os objetivos e ambições deste projeto.
- O **Capítulo 2** introduz os conceitos teóricos. Começa por abordar a eletrofisiologia do músculo e o sinal sEMG tal como: o equipamento, os elétrodos, o ruído e as propriedades elétricas da interface eletrodo-pele. Além disso, é descrito o sistema de aquisição de biosinais utilizado. Numa segunda parte do capítulo, é apresentado o substrato utilizado na dissertação, são discutidas as técnicas de deposição de filme fino e as técnicas de caracterização.
- O **Capítulo 3** expõe o estado de arte dos elétrodos convencionais e dos elétrodos flexíveis.
- O **Capítulo 4** organiza as metodologias e equipamentos utilizados, por sequência temporal, na produção dos elétrodos flexíveis e ultra-conformáveis. Ademais, são descritas as técnicas de caracterização utilizadas, a sua montagem e apresentado o protocolo de aquisição do sinal sEMG, assim como, as características extraídas.
- O **Capítulo 5** apresenta os principais resultados e as respetivas discussões. Entre os tópicos discutidos estão a caracterização dos elétrodos, a influência da área do eletrodo e da presença de gel na qualidade do sinal e a comparação com o eletrodo convencional.
- O **Capítulo 6** corresponde ao último capítulo da dissertação onde são apresentadas as conclusões finais e as orientações para trabalhos futuros.

CONCEITOS TEÓRICOS

Na primeira parte do capítulo são abordados conceitos base sobre a eletrofisiologia do músculo, eletromiografia (EMG), qualidade do sinal e as propriedades elétricas da interface eletrodo-pele. Para além disso, é descrito o sistema de aquisição de biosinais utilizado nesta dissertação, o BITalino. Por sua vez, no que toca a segunda parte deste capítulo, é realizado um estudo sobre o parileno, substrato utilizado na produção dos eletrodos, são analisadas e discutidas as técnicas de deposição de filme fino e descritas as técnicas de caracterização morfológica, estrutural, composicional e elétrica.

2.1 Eletrofisiologia do músculo

2.1.1 Estrutura dos músculos esqueléticos

A estrutura do músculo esquelético está representada na Figura 2.1. Esta é constituída por um conjunto de células que correspondem às fibras musculares (1). Tendo em conta a escala, cada fibra subdivide-se em miofibrilas (2). As miofibrilas são circundadas pela membrana da célula muscular, o sarcolema, que forma invaginações profundas denominados túbulos transversos (túbulos T). Cada miofibrila contém proteínas contráteis, descritas como filamentos de miosina (4) e actina (5) que são dispostas longitudinalmente em unidades denominadas sarcómeros (3). Quando o músculo está em repouso, os locais de ligação da miosina à actina estão ocultos para impedir a contração muscular [13].

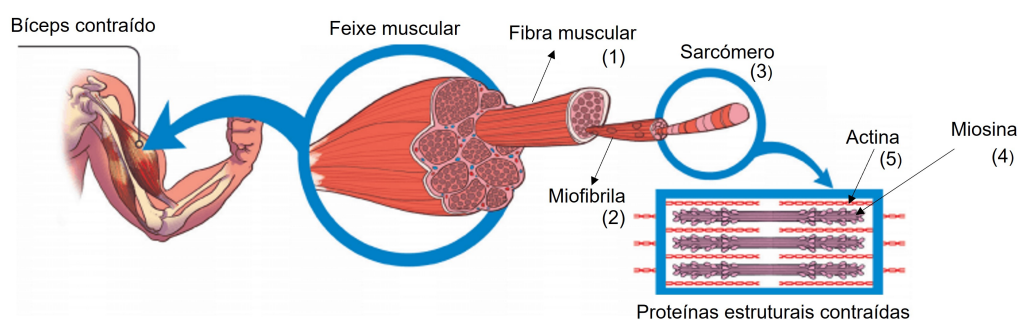


Figura 2.1: Estrutura do músculo esquelético. Adaptado de [14].

2.1.2 Do neurónio motor à contração muscular

Para que ocorra a contração muscular é necessário o envio de uma informação do cérebro, através de neurónios motores, ao músculo. A unidade motora, representada na Figura 2.2 é constituída por um neurónio motor e pelas fibras musculares que este enerva. A contração do músculo esquelético começa na junção neuromuscular que corresponde a uma zona de sinapse entre o neurónio motor e a fibra muscular. A propagação de potenciais de ação para o neurónio motor e a subsequente despolarização causa a libertação de neurotransmissores, acetilcolina (ACh), na junção neuromuscular que se difunde para a membrana pós-sináptica, conhecida como placa motora. A ACh liga-se aos recetores localizados na placa motora abrindo canais de sódio que iniciam potenciais de ação na fibra muscular.

O processo excitação-contracção refere-se ao mecanismo que converte os potenciais de ação nas fibras musculares em contração da fibra muscular. Os potenciais de ação propagam-se para os túbulos T e são transmitidos da superfície para o interior da fibra libertando Ca^{2+} . Este, a nível intracelular, provoca uma alteração conformacional no filamento de actina que liberta as regiões de ligação à miosina. Em seguida, ocorre um ciclo pelo qual os filamentos de miosina e actina deslizam um sobre o outro produzindo uma contração muscular. Este mecanismo requer a presença ATP.

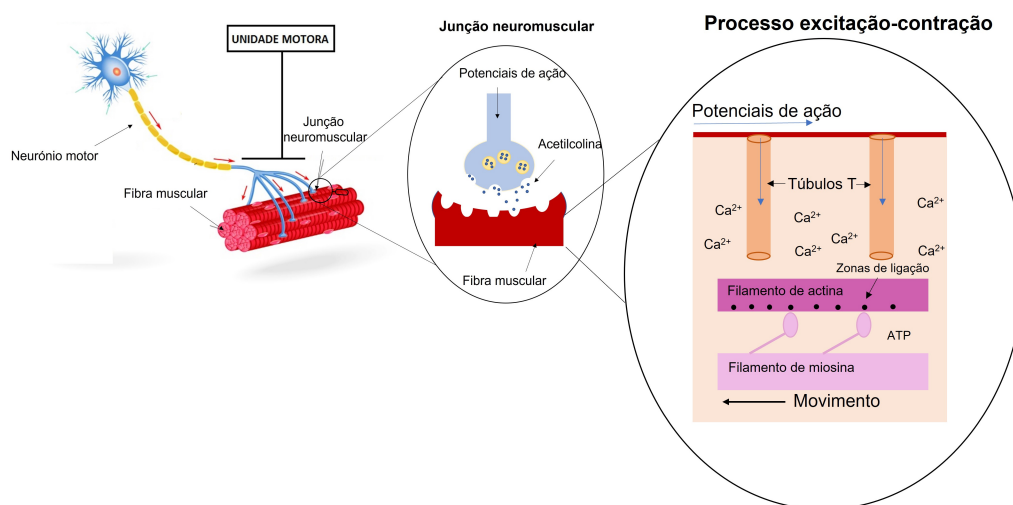


Figura 2.2: Esquema do processo de contração muscular desde o neurónio motor até à contração muscular: representação da unidade motora, da junção neuromuscular e do processo de excitação-contracção. Adaptado de [15].

Assim, para que ocorra a contração muscular é fundamental quer a presença de Ca^{2+} como de ATP, sendo que a contração é contínua até que o cérebro deixe de enviar a informação que quer contrair. Ou seja, a contração mantém-se até deixar de ocorrer a geração de potenciais de ação [13], [16].

Neste sentido, quando ocorre uma contração muscular, são desenvolvidos potenciais de ação que são medidos pela técnica de EMG, discutida na próxima secção.

2.2 Eletromiografia (EMG)

A EMG é uma técnica de medição da atividade elétrica dos músculos esqueléticos. Esta é realizada pela aplicação de elétrodos na superfície da pele, ou invasivamente dentro do músculo. A eletromiografia invasiva implica a inserção de agulhas no ventre muscular, possibilitando a medição de potenciais de ação de unidades motoras isoladas. Por outro lado, a sEMG é o método mais comum, uma vez que não é invasivo e pode ser realizado por profissionais que não sejam médicos. O sinal obtido corresponde a uma composição de sinais representativos dos potenciais de ação das fibras musculares das unidades motoras, juntamente com ruído, podendo ser modulado matematicamente pela Equação 2.1 [17]:

$$x(n) = \sum_{r=0}^{N-1} h(r)e(n-r) + w(n) \quad (2.1)$$

Onde $x(n)$ representa o sinal EMG modelado, $h(r)$ representa o potencial de ação da unidade motora (MUAP), $e(n)$ o impulso de disparo, $w(n)$ o ruído branco e N o número de unidades motoras em ação.

O equipamento de eletromiografia é constituído por *hardware* e *software* adequados para amostragem de dados, armazenamento e processamento do sinal. Após amplificação do sinal analógico, o conversor analógico-digital (ADC) discretiza o sinal no tempo e na amplitude e atribui um valor digital à amplitude em pontos de tempo definidos. Neste processo de conversão, deve ser cumprido o teorema de Nyquist que diz que a frequência de amostragem deve ser pelo menos o dobro da frequência máxima do sinal de interesse a analisar, a fim de representar de forma fiável o sinal analógico original [18].

Em relação às características do sinal sEMG, a amplitude está entre 0-10 mV [17] e a banda de frequências, referente à taxa de disparo das unidades motoras, pertence a 10-500 Hz [19].

Para a aquisição e análise do sinal sEMG é necessário a utilização de elétrodos de superfície, de um sistema de aquisição, compreender o ruído associado ao sinal de forma a minimizá-lo e conhecer as propriedades elétricas da interface elétrodo-pele. Estes parâmetros são fundamentais para a obtenção da máxima qualidade de sinal sendo, por isso, detalhados nas próximas subsecções.

2.2.1 Elétrodos de superfície

Começando pelos elétrodos de superfície, estes podem ser divididos em dois tipos: elétrodos húmidos e secos. Os primeiros correspondem a elétrodos que incluem uma camada de gel condutor, hidrogel ou esponja saturada com uma solução eletrolítica, que constitui um caminho condutor entre o elétrodo e a pele. Já os elétrodos secos não necessitam de gel [20]. Em relação à configuração, os elétrodos podem ser: monopolares, bipolares e multipolares (vetores e matrizes). A configuração bipolar é a mais utilizada para adquirir sinais de exercícios de contração voluntária e estimulação elétrica. A principal razão está

relacionada com a utilização de amplificadores diferenciais que fazem a subtração dos sinais advindos dos elétrodos. Assim, o ruído que é comum aos dois é cancelado, enquanto que a diferença é amplificada [21].

2.2.2 Ruído

Relativamente ao ruído, este é definido como um sinal que não contém informação relevante, sendo importante entender a sua origem e como eliminá-lo ou reduzi-lo. Este pode ser de origem extrínseca ou intrínseca.

2.2.2.1 Extrínseca

A causa mais frequente de artefactos é a radiação eletromagnética proveniente de fontes de energia de 50/60 Hz. Esta apresenta, por vezes, uma amplitude três vezes superior ao sinal sEMG de interesse. Pode ser eliminada pela aplicação de um filtro, no entanto, elimina frequências de interesse do sinal [18]. Por outro lado, os elétrodos podem apresentar artefactos de movimento que causam irregularidades nos dados. Estes surgem durante a contração muscular com a diminuição do comprimento do músculo que provoca uma movimentação entre a pele e os elétrodos. As fontes principais são a interface dos elétrodos e os cabos, e podem ser reduzidos pelo design e configuração adequados do circuito eletrónico. A faixa de frequência dos artefactos de movimento é geralmente de 1 a 10 Hz e apresenta uma tensão comparável à amplitude do sEMG [22]. A impedância da interface elétrodo-pele é outro parâmetro importante. Autores referem que quanto maior a impedância, maior é o ruído [23], [24]. Adicionalmente, pode surgir ruído proveniente do próprio equipamento sEMG, como por exemplo, dos amplificadores e de dispositivos biomédicos inseridos no corpo, como *pacemakers* [18].

2.2.2.2 Intrínseca

O ruído intrínseco tem origem biológica. Este provém de sinais indesejados de outros órgãos e tecidos. Por exemplo, em alguns casos, o eletrocardiograma (ECG) soma-se ao sEMG. Além disso, pode ocorrer *Cross-Talk* que corresponde a sinais provenientes da ação de músculos vizinhos [1].

2.2.2.3 Relação sinal-ruído

A relação sinal-ruído (SNR) é utilizada como critério para avaliar a qualidade do sinal, o qual matematicamente, pode ser representada por [25]:

$$SNR(dB) = 20 \log_{10} \frac{S_{rms}}{N_{rms}} \quad (2.2)$$

Sendo S_{rms} a raiz quadrada média (RMS), também designada de valor eficaz, do sinal sEMG durante o período de ativação muscular e N_{rms} o valor RMS da linha de base. O

RMS é calculado pela Equação 2.3:

$$RMS = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_i x_i^2} \quad (2.3)$$

onde, n representa o número de medidas e x_i corresponde a cada valor. Assim, quanto maior SNR, maior a qualidade de sinal.

Para reduzir o impacto do ruído na qualidade do sinal deve-se: isolar o sistema de aquisição sEMG de dispositivos elétricos e luzes presentes na sala e evitar a utilização de luzes fluorescentes; reduzir a impedância da pele através da limpeza da superfície com álcool a 70% antes de colocar os eletrodos; selecionar o tamanho e a distância dos eletrodos adequados de acordo com o volume muscular para reduzir o efeito de *cross-talk* e filtrar o sinal de modo a remover frequências fora da banda fisiológica conhecida [18].

2.2.3 Propriedades elétricas da interface eletrodo-pele

O mecanismo de transferência de carga que ocorre na interface eletrodo-paciente é de extrema importância na projeção de um eletrodo. A corrente é transportada por íons dentro do corpo e por elétrons no dispositivo eletrônico e nas suas derivações. Tanto a interface eletrodo-eletrólito quanto a pele subjacente, conhecidas coletivamente como "contacto", dão origem a potenciais e impedâncias que podem afetar a medição do biosinal. Idealmente, o contacto com o paciente deve dar origem a um potencial e uma impedância iguais a zero. Contudo, tal não é possível e, o objetivo mais realista é atingir um potencial mais baixo e estável possível e uma impedância baixa e o mais semelhante entre os eletrodos [26].

De forma a compreender as propriedades elétricas da interface eletrodo-pele são representados na Figura 2.3 os modelos de circuitos equivalentes para eletrodos húmidos e secos.

O modelo de circuito equivalente para eletrodos húmidos consiste num circuito paralelo RC em série com uma resistência R [27]. Neste circuito, C_{de} representa a dupla camada, R_{ct} é a resistência que ocorre na interface eletrodo-eletrólito e R_{ep} corresponde à resistência de contacto na interface eletrólito-pele. Ressalta-se que R_{ep} inclui a resistência dos géis condutores e dos cabos. E_{eq} refere-se à diferença de potencial dos eletrodos e é, consideravelmente, reduzida nos eletrodos húmidos, mas pode ser elevada no sistema de eletrodos secos, onde o eletrólito não é suficiente para formar uma dupla camada estável [28]. De modo a completar o modelo, as camadas da pele devem ser consideradas. A pele é formada por três camadas principais: a epiderme, a derme e a camada subcutânea. Assim, ocorre um acoplamento capacitivo entre o eletrodo de metal, colocado na superfície da pele, e os tecidos condutores subjacentes devido às propriedades dielétricas do estrato córneo e à sua espessura. Pode-se assumir que o estrato córneo é relativamente não condutor e encontra-se entre o eletrodo e os tecidos condutores. Consequentemente, é modelado por um condensador, C_p . Os inúmeros canais, glândulas sudoríparas e folículos pilosos dentro da pele, que conectam as camadas, são representados pela resistência

R_p . A camada de tecido subcutâneo é suprida de sangue e, por isso, é representada pela resistência R_{sub} . Dado as camadas do estrato córneo serem semipermeáveis, uma diferença de potencial, E_p , surge caso haja uma diferença de concentração iónica através da membrana [29].

Na Figura 2.3 (B), é representado o modelo de elétrodos secos. Quando o eletrólito é insuficiente, o contacto elétrodo-pele é instável e não uniforme e, ocasionalmente, ficam retidas bolhas de ar entre o elétrodo e a pele. Além disso, a ligação galvânica é realizada, principalmente, pelo suor e humidade na pele. A presença de bolhas de ar ou lacunas é representada por um condensador (C_{ep}). Neste caso, a presença ou ausência de suor implica uma diferença significativa na interface elétrodo-pele. A interface elétrodo-pele é assim modulada por uma resistência R_{ep} em paralelo com C_{ep} [28].

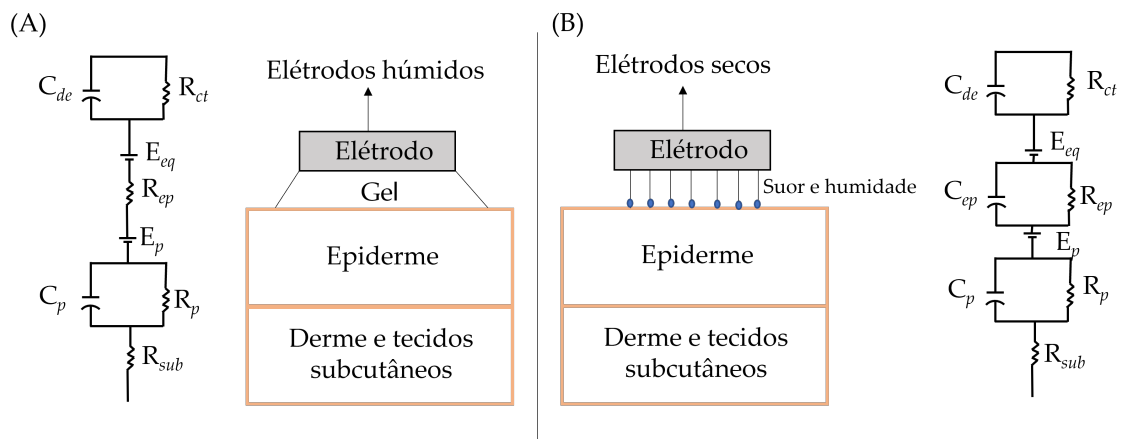


Figura 2.3: Esquema da interface elétrodo-pele e correspondentes modelos de circuitos equivalentes para elétrodos húmidos (A) e elétrodos secos (B). Adaptado de [28].

Por fim, é de ter em consideração que a impedância elétrodo-eletrólito é, geralmente, de forma significativa, menor que a impedância da pele [26].

As diferenças de impedâncias entre os elétrodos e as suas variações no tempo são causadas por vários fatores:

- **Área do elétrodo:** a impedância é inversamente proporcional à área de contacto do elétrodo com a pele. Para aumentar a área de contacto são utilizadas, por exemplo, microestruturas piramidais na superfície do elétrodo que aumentam a área de contacto com a pele sem a necessidade de aumentar a dimensão do elétrodo [30].
- **Condução da pele:** a impedância da pele varia consoante o indivíduo e locais do corpo. Pela equação $C = \frac{\epsilon_0 A}{d}$, a capacitância, C_p , aumenta com a diminuição da espessura do estrato córneo e com o aumento da constante dielétrica e da área do elétrodo. A capacitância da pele tem um valor normal na faixa de 0,02-0,06 $\mu\text{F}/\text{cm}^2$, quando medido com elétrodos húmidos, após vários minutos da sua aplicação. O estrato córneo é pelo menos 10 vezes mais espesso nas palmas das mãos e na sola dos pés do que em outras áreas do corpo. Além disso, a resistência da pele, R_p , varia

consoante o paciente, o local do corpo e com o tempo. Esta é mais reduzida nas áreas com uma densidade de glândulas sudoríparas maiores, como nas palmas das mãos, especialmente quando as glândulas são ativadas pela resposta a um estímulo térmico ou psicológico [26].

- **Distância entre os elétrodos:** a impedância na pele é diretamente proporcional à distância entre os elétrodos [30].
- **Composição do eletrólito utilizado para fazer o contacto.**
- **Frequência:** Impedâncias elevadas no contacto podem causar atenuação de sinal, filtragem, distorção e interferência no sinal. Se as impedâncias de contacto forem significativamente próximas em comparação com a impedância de entrada do amplificador, podem dar origem a uma atenuação do sinal como resultado do "efeito divisor de tensão". A atenuação do sinal não é um grande problema uma vez que, normalmente, são utilizados amplificadores que amplificam o sinal num fator de 1000. Contudo, um problema significativo surge do facto da impedância total do circuito variar com a frequência. A dependência da frequência é consequência da presença de condensadores em paralelo na interface eléctrodo-eletrólito e na pele. Nas altas frequências do sinal, as impedâncias são pequenas e, portanto, não há atenuação. Pelo contrário, a baixas frequências as impedâncias podem ser elevadas e, portanto, há atenuação significativa. Além da atenuação, o sinal é distorcido, uma vez que o sistema se comporta como um filtro passa-alto [26].

2.2.4 BITalino

O BITalino (*revolution*) (Plux - Wireless Biosignals, S.A, www.pluxbiosignals.com) é um sistema de aquisição de biosinais, desenvolvido e comercializado pela PLUX, uma empresa portuguesa. Este permite a aquisição de diferentes sinais integrados numa placa de dimensões reduzidas: EMG, ECG, atividade eletrodérmica (EDA), eletroencefalograma (EEG), acelerómetro (ACC) e luxímetro (LUX). O kit inclui todos os acessórios básicos necessários, nomeadamente os módulos de *hardware*, bateria e cabos. É ainda possível o acesso ao *software OpenSignals* que permite a visualização em tempo real dos biosinais e a sua gravação. As especificações da placa BITalino encontram-se na Tabela 2.1.

O sensor EMG integrado na placa possui um design bipolar, sendo que requer três derivações: positiva, negativa e referência. Os elétrodos positivo e negativo são colocados sobre o ventre muscular alinhado com as fibras musculares e o eléctrodo de referência é colocado numa zona eletricamente neutra, o osso.

Tabela 2.1: Especificações do BITalino [31].

Frequência de amostragem	10,100 ou 1000 Hz
Portas analógicas	4 entradas (10 bits) + 2 entradas (6 bits) + 1 entrada auxiliar (bateria) + 1 saída (8 bits)
Portas digitais	2 entradas (1 bit) + 2 saídas (1 bit)
Comunicação	<i>Bluetooth</i> ou BLE
Alcance	Até ~10 m (na linha de visão)
Sensores	EMG, ECG, EEG, EDA, ACC, LUX
Dimensões	(100 × 65 × 6) mm

2.3 Parileno

Parileno é o nome comum dado a uma família de polímeros termoplásticos semi-cristalinos (poli(para-xilileno)), tendo sido descoberto em Manchester em 1947, por Michael Szwarc [32]. Existem três variantes consideradas comercialmente viáveis: o parileno N (monómero base), o parileno C (monómero base onde ocorre substituição de um átomo de hidrogénio por um de cloro) e o parileno D (monómero base onde ocorre a substituição de dois átomos de hidrogénio por dois de cloro) (Figura 2.4) [10].

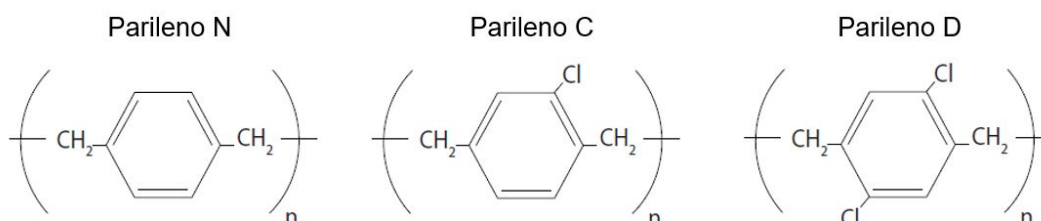


Figura 2.4: As três variantes de parileno comercialmente viáveis.

Fisicamente, no que diz respeito ao peso, transparência e flexibilidade, as propriedades das diferentes variantes são muito semelhantes, no entanto, o mais utilizado é o parileno C dada a sua estabilidade e baixo custo.

As características do parileno C estão representadas na Tabela 2.2. Este pertence à classe VI ISSO 10993 da *United States Pharmacopeia* (USP), a classificação mais elevada de biocompatibilidade para plásticos nos Estados Unidos [10]. Caracteriza-se por ser uma boa barreira de gases e líquidos com absorção de água inferior a 0,1% devido à sua baixa permeabilidade, por ter boas propriedades dielétricas e por ser quimicamente inerte.

Tabela 2.2: Propriedades do Parileno C. Adaptado de [33].

Tipo de polímero	Termoplástico cristalino CVD
Propriedades térmicas Temperatura de transição vítrea (°C) Temperatura de fusão (°C) Coeficiente de dilatação térmica a 25 °C $\times 10^5$ (C ⁻¹)	 < 90 290 3,5
Propriedades da barreira Absorção de água (%) Resistência a solventes	 < 0,1 Inerte
Propriedades elétricas Constante dielétrica Fator de dissipação a 1 MHz	 2,95 0,013
Outras propriedades Módulo de Young (Gpa) Transparência ótica Biocompatibilidade	 3,2 Transparente Biocompatível

Por outro lado, o parileno C é considerado ecológico, uma vez que a sua polimerização não requer um iniciador e produtos químicos para encerrar a cadeia e os revestimentos podem ser aplicados à temperatura ambiente ou próximo dela sem a adição de solvente. Além disso, é aprovado pela FDA, que indica a sua capacidade para ser utilizado com segurança em dispositivos com aplicação humana [11]. É ainda compatível com técnicas padrões de microfabricação de filmes finos, nomeadamente, a fotolitografia, a CVD e a PVD [12].

O método de polimerização de parileno mais utilizado é a CVD, desenvolvido por William Gorham em 1965 [10].

2.4 Técnicas de deposição de filme fino

Esta secção tem o intuito de fornecer uma visão sobre as técnicas de microfabricação de filme fino utilizadas para produzir os elétrodos flexíveis. Nomeadamente, as técnicas de CVD para a deposição de parileno C, a evaporação assistida por feixe de eletrões (*e-beam*) e eletropolimerização para a deposição dos filmes condutores e a erosão seca reativa (RIE) para a remoção de material que se encontra sobre a superfície do substrato.

2.4.1 Deposição Química de Vapor (CVD)

A deposição de filmes finos de parileno é realizada utilizando a técnica CVD. Nesta técnica, a deposição ocorre numa atmosfera rarefeita através de um monómero gasoso numa câmara de vácuo à temperatura ambiente. O monómero reveste uniformemente todas as superfícies disponíveis. O processo de deposição de parileno, representado na Figura 2.5, consiste nas seguintes fases: vaporização, pirólise e polimerização [34].

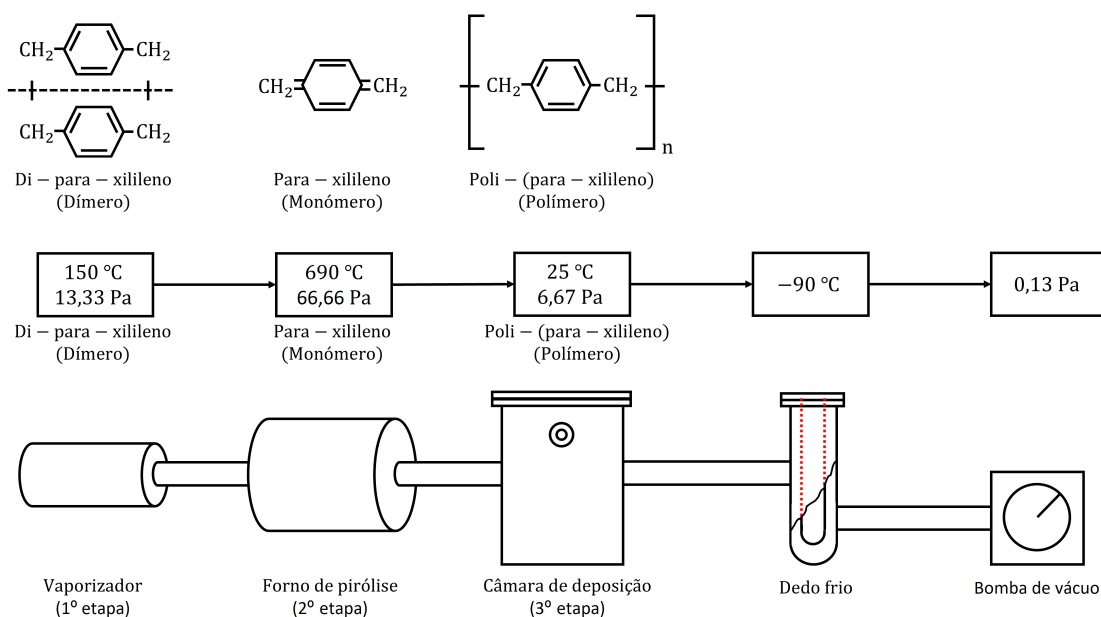


Figura 2.5: Sistema de deposição do parileno C. Adaptado de [34].

Na primeira etapa, o parileno é sublimado a partir da sua forma dimérica (di-para-xilileno) com a aplicação de calor a 13,33 Pa. Esta etapa ocorre na câmara do vaporizador, um tubo horizontal onde é colocado o dímero. Em seguida, o dímero passa para o forno de pirólise que é capaz de atingir temperaturas entre 650 °C e 750 °C, dividindo a molécula em monómeros (para-xilileno). Por fim, os monómeros entram numa câmara de deposição, que é mantida à temperatura ambiente com pressão de 6,67 Pa, e a polimerização ocorre em todas as superfícies disponíveis. Além disso, um dedo frio a -90 °C é utilizado entre a câmara de vácuo e a câmara de deposição com intuito de condensar os subprodutos de parileno e evitar a contaminação da bomba de vácuo [10], [32].

A espessura do filme de parileno depende da massa do dímero colocada no vaporizador. Após a deposição de parileno, o passo seguinte é a deposição do material condutor que pode ser realizada recorrendo ao método de evaporação por *e-beam* e à eletropolimerização.

2.4.2 Evaporação assistida por feixe de elétrons (*e-beam*)

O método *e-beam* é uma das técnicas de PVD. Este é composto por três etapas principais que consistem na evaporação de um material sólido, o seu transporte e posterior

condensação com deposição na superfície do substrato alvo [35].

O sistema *e-beam* está representado na Figura 2.6. Este é constituído, principalmente, por um canhão de eletrões e por um magneto. O feixe de eletrões é produzido pela aplicação de uma tensão elevada no filamento, criando correntes que originam emissões de eletrões. O magneto tem a função de, após a emissão dos eletrões, defletir e acelerar o feixe eletrónico em direção ao material alvo colocado num cadinho, de modo a ser aquecido localmente a temperaturas que podem chegar a 3000 °C. O processo de aquecimento surge da transformação da energia cinética em energia térmica devido ao impacto dos eletrões, vaporizando o material alvo. Em seguida, o material reveste um substrato posicionado acima do cadinho [36]. O *e-beam* é uma técnica bastante utilizada na deposição de materiais como o Au, Cu, Pt e Ti e trabalha com pressões na ordem dos 10^{-4} Pa.

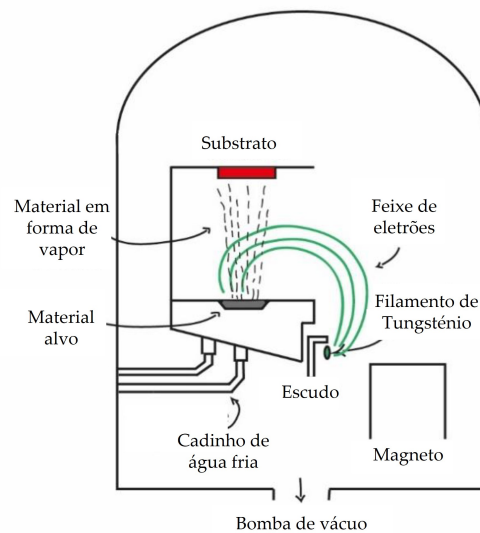


Figura 2.6: Sistema de evaporação assistida por feixe de eletrões. Adaptado de [36].

A medição da espessura do filme fino depositado e o controlo da taxa de deposição (na ordem dos nm/s) é realizada através da incorporação de um cristal piezoelétrico no sistema.

2.4.3 Eletropolimerização

A eletropolimerização é uma técnica de eletrodeposição na qual um polímero condutor é formado e depositado a partir de uma solução de monómeros sobre um substrato condutor. Deve-se ter em conta o potencial e a corrente aplicados, ou seja, o potencial aplicado deve ser alto o suficiente para oxidar o monómero e polimerizá-lo. No entanto, não pode ser demasiado alto para não dissolver o metal ou induzir a sua corrosão. O revestimento eletroquímico geralmente é realizado numa célula eletroquímica composta pelo eletrodo de trabalho, que corresponde ao substrato a ser revestido, e por dois materiais inertes, o contra eletrodo, geralmente de Pt, e o eletrodo de referência, geralmente de Ag/AgCl [37].

2.4.4 Erosão Seca Reativa (RIE)

A RIE, também conhecida como plasma *etching* ou *dry etching*, é um processo cuja função é a remoção de material que se encontra sobre a superfície de um substrato, através da combinação de processos químicos e físicos [38]. Durante o processo de RIE, são formados compostos voláteis com origem na interação entre os substratos e partículas excitadas (iões e radicais livres) geradas por um plasma de baixa pressão. Estes compostos são, posteriormente, removidos da amostra, sendo atingido o perfil desejado. RIE é um método eficiente, uma vez que o bombardeamento de iões é direcional, o que lhe confere um caráter anisotrópico e uma taxa de *etching* lateral reduzida [39].

O equipamento representado na Figura 2.7, consiste numa câmara de vácuo com dois elétrodos que criam um campo elétrico que ioniza as moléculas do gás, criando o plasma. Uma vez estabelecido o plasma, a tensão de polarização de corrente contínua (DC) extrai iões e acelera-os em direção ao substrato, desempenhando um papel na direccionalidade do ataque e, conseqüentemente, leva à dessorção dos subprodutos da reação do substrato. Os gases utilizados neste processo podem ser de CF_4 , O_2 e SF_6 [38], [39].

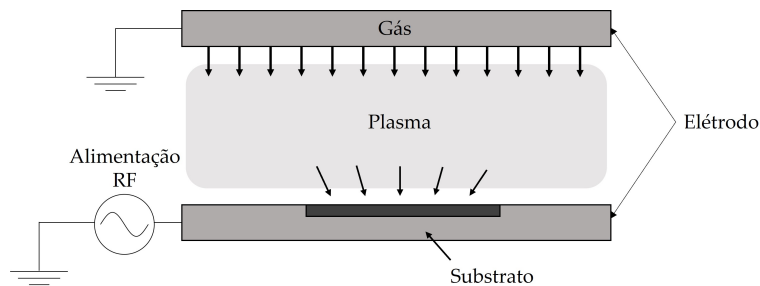


Figura 2.7: Sistema de RIE. Adaptado de [40].

2.5 Caracterização

2.5.1 Microscopia Eletrónica de Varrimento (SEM)

SEM é uma técnica de caracterização morfológica que consiste num microscópio eletrónico que utiliza um feixe de eletrões para reagir com a amostra em estudo.

A formação da imagem SEM está diretamente relacionada com a deteção de sinais correspondentes às interações dos eletrões com as amostras e podem ser de dois tipos: elásticas e inelásticas. Na interação inelástica, eletrões secundários (ES) de baixa energia são emitidos das amostras. Como os eletrões incidentes têm energias relativamente baixas, a deteção apenas consegue atingir alguns nanómetros da superfície da amostra. Assim, os ES produzem o contraste topológico da amostra, como a textura e rugosidade da superfície. Por outro lado, a interação elástica ocorre devido à deflexão do eletrão primário ao entrar em contacto com o núcleo atómico da amostra ou com eletrões de energias comparáveis. Os eletrões cujas deflexões correspondem a um ângulo superior a 90°

são denominados elétrons *backscattered* (EBS). Estes envolvem, principalmente, a detecção de elétrons com energias superiores a 50 eV e carregam uma informação significativa relativamente às estruturas que se encontram sob a superfície das amostras [41], [42].

2.5.2 Difração por Raio-X (XRD)

A XRD é uma técnica de estudo da cristalinidade dos materiais e baseia-se na incidência de um feixe de raios-X seguida da interferência com os planos cristalinos da amostra em ângulos específicos. Assim, quando um raio-X, de comprimento de onda λ atinge uma amostra com determinado ângulo θ , vários fenômenos podem ocorrer. No entanto, o fenômeno de difração ocorre para condições expressas pela Lei de Bragg (Equação 2.4), onde λ possui um valor da mesma ordem de grandeza do espaçamento interplanar d . Deste modo, faz-se um varrimento no ângulo de modo a verificar em que posições ocorre difração (picos ou reflexões de Bragg).

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (2.4)$$

Onde n representa o grau de difração e θ o ângulo entre o raio de incidência e o plano do material. Para ângulos diferentes, a intensidade do feixe difratado é distinta, sendo possível traçar um difratograma com picos de intensidades variáveis. Deste modo, o padrão de difração funciona como impressão digital de arranjos atômicos num determinado material. Através de bases de dados, que contêm informações acerca de determinados materiais cristalinos e fases, realiza-se comparações com as posições e intensidades relativas dos picos do padrão obtido em laboratório, identificando quais deles se encontram presentes na amostra em estudo [43], [44].

2.5.3 Espetroscopia de Raman

A técnica de espectroscopia de Raman é uma técnica analítica não invasiva e não destrutível que apresenta a capacidade de analisar amostras a nível molecular ao identificar os modos vibracionais da amostra. A técnica consiste em irradiar uma amostra com um feixe laser de radiação eletromagnética monocromática e, de seguida, analisar a parcela de radiação dispersa. Quando um fóton interage com uma molécula tem a capacidade de induzir a sua transição para um nível excitado devido à transferência de energia, se esta for suficiente. Posteriormente, a molécula ao relaxar perde energia regressando ao estado fundamental. Se a quantidade de energia emitida do estado excitado para o estado fundamental for igual à inicial, estamos perante uma dispersão de Rayleigh. Pelo contrário, no caso de a quantidade de energia ser diferente da quantidade de energia transferida pelo fóton, temos uma dispersão de Raman [45]. Esta técnica assenta no facto de a energia de um fóton ser proporcional à sua frequência, pela Equação 2.5:

$$E = h \times \nu \quad (2.5)$$

Onde E é a energia do fóton, h é a constante de Planck e ν é a frequência do fóton. Visto que as ligações moleculares vibram a determinadas frequências características, é possível identificar as moléculas que estão presentes na amostra. O espectro típico de Raman representa a intensidade da dispersão da radiação eletromagnética em função da diferença do número de onda (cm^{-1}), proporcional à frequência, das radiações incidente e dispersa [45].

2.5.4 Medida de 4 pontas

A resistência de folha R_s é uma propriedade elétrica do material que é utilizada para caracterizar filmes de materiais semicondutores e condutores. Esta corresponde a uma medida de resistência lateral por área quadrada de um filme com espessura uniforme, e quantifica a capacidade da carga elétrica se deslocar no plano do filme. A técnica padrão para medir R_s é a medida de 4 pontas [46].

O equipamento consiste em quatro pontas de provas colineares e igualmente espaçadas que são utilizadas para realizar o contacto elétrico com o material a ser caracterizado (Figura 2.8). Para calcular a R_s , uma corrente DC é aplicada através das pontas externas (1 e 4) que induzem uma tensão nas duas pontas internas (2 e 3). Ao medir esta diferença de potencial, a R_s pode ser calculada pela Equação 2.6:

$$R_s = \frac{\pi}{\ln 2} \frac{\Delta V}{I} = 4,53236 \frac{\Delta V}{I} \quad (2.6)$$

Onde R_s é a resistência folha (expressa em $\frac{\Omega}{\square}$), ΔV é a diferença de potencial medida nas pontas internas e I é a corrente aplicada nas pontas externas.

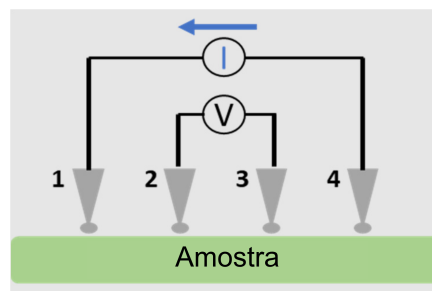


Figura 2.8: Esquema da medição de 4 pontas. Adaptado de [46].

Se a espessura do material que está a ser medido for conhecida, pode-se calcular a resistividade pela seguinte equação:

$$R_s = \frac{\rho}{t} \quad (2.7)$$

Onde ρ é a resistividade ($\Omega \cdot \text{m}$) e t é a espessura do filme.

A condutividade elétrica, σ , corresponde ao valor inverso da resistividade, ou seja, $\frac{1}{\rho}$, e fornece informações sobre a facilidade com que o dispositivo conduz a corrente elétrica.

2.5.5 Espetroscopia de impedância

A impedância Z é definida como a oposição que um circuito oferece à passagem de uma corrente variável no tempo, sendo expressa como um valor complexo. Esta é representada por uma parte real e por uma parte imaginária, que correspondem à componente resistiva, a resistência R e à reatância X . Assim, a impedância pode ser apresentada pelas suas coordenadas cartesianas ou polares como representado na Equação 2.8:

$$Z = R + iX = |Z| \cdot e^{i\theta} \quad (2.8)$$

As componentes da impedância representam o comportamento resistivo, capacitivo e indutivo do circuito e a sua análise é realizada considerando a impedância de cada um destes elementos. Assim, consoante o facto de o circuito possuir uma componente indutiva ou capacitiva, a reatância X_L e X_C , comporta-se de forma distinta apresentando expressões diferentes (Equação 2.9 e 2.10) e afeta a impedância do circuito, como se constata pela Figura 2.9 [47].

$$X_L = 2\pi fL = \omega L \quad (2.9)$$

$$X_C = \frac{1}{2\pi fC} = \frac{1}{\omega C} \quad (2.10)$$

Onde X_L e X_C é reatância indutiva e capacitiva, respetivamente, L a indutância, C a capacitância, f a frequência linear e ω a frequência angular.

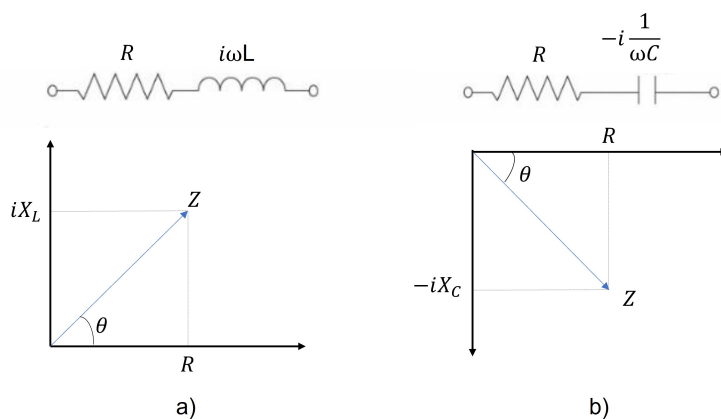


Figura 2.9: Comportamento da impedância com a reatância: a) reatância indutiva e b) reatância capacitiva. Adaptado de [47].

A espectroscopia de impedância eletroquímica é uma técnica de caracterização elétrica que consiste na aplicação de um potencial elétrico variável com a utilização de um potenciostato, através de uma célula eletroquímica, e na posterior medição da corrente elétrica produzida. A célula eletrolítica é constituída por um eléctrodo de trabalho, eléctrodo de referência, contra eléctrodo e uma solução eletrolítica. O potenciostato controla o potencial do eléctrodo de interesse de estudo, chamado de eléctrodo de trabalho, em relação a um

elétrodo de referência. Assim, a corrente é medida entre o elétrodo de trabalho e o contra elétrodo, sendo que a impedância obtém-se pela Equação 2.11 [48]:

$$Z = \frac{V}{I} \quad (2.11)$$

Onde V é o potencial elétrico aplicado e I a corrente elétrica medida.

ESTADO DE ARTE

Na primeira parte deste capítulo é realizado um estudo sobre o design dos elérodos com base na forma, tamanho e distância entre eles. De seguida, é aprofundada a composição do elédrodo convencional e, por último, é descrita a necessidade atual da utilização de elérodos secos flexíveis, bem como os materiais utilizados. Mencionar ainda que, neste capítulo, são apresentados resultados de estudos recentes que comparam os elérodos secos flexíveis com os húmidos convencionais de Ag/AgCl.

3.1 Elérodos de sEMG

O projeto “*Surface Electromyography for the Non-Invasive Assessment of Muscles*” (SENIAM) fornece recomendações para o design de elérodos bipolares sEMG com base na forma, tamanho e distância entre elérodos. No que diz respeito à forma, os elérodos podem ser circulares, retangulares, quadrados e ovais, sendo que na bibliografia os mais aplicados são os circulares. Dentro dos elérodos circulares, os mais utilizados são os de 10 mm (Figura 3.1) de diâmetro e 20 mm de distância entre eles (Figura 3.2) [49].

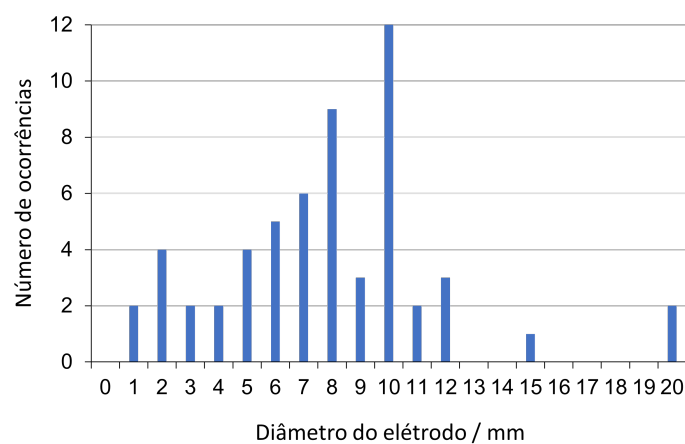


Figura 3.1: Número de ocorrências encontradas na literatura de diâmetros (mm) de elérodos circulares de sEMG. Adaptado de [49].

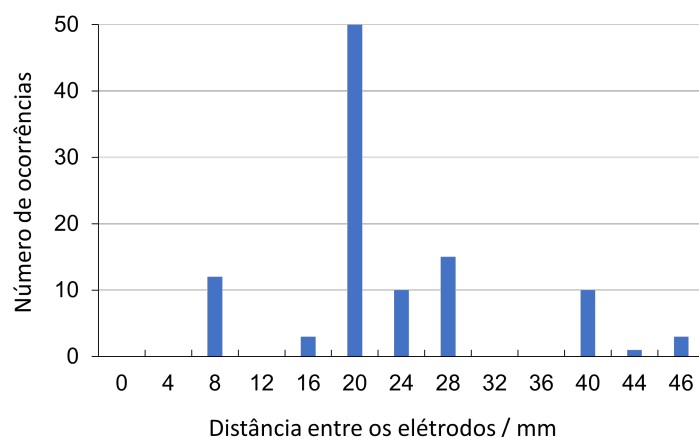


Figura 3.2: Número de ocorrências encontradas na literatura da distância entre os eletrodos (mm) bipolares de sEMG. Adaptado de [49].

3.1.1 Eletrodos convencionais de Ag/AgCl

O eletrodo convencional é constituído por um metal condutor, Ag, revestido com o respetivo sal, AgCl, e é conectado ao corpo humano através de um gel eletrolítico. Esta configuração produz potenciais de interface reduzidos e estáveis. Estes potenciais resultam de interfaces eletrolíticas diferentes e são uma fonte de artefactos baseados no movimento dos eletrodos. Assim, um gel eletrolítico tipicamente à base de cloreto de sódio ou potássio é aplicado ao eletrodo. Uma concentração de gel na ordem de 0,1 M permite boa condutividade e baixo potencial de interface sem causar irritação na pele. No mercado, existem eletrodos húmidos de Ag/AgCl reutilizáveis ou descartáveis (Figura 3.3), sendo estes últimos os mais utilizados [50].



Figura 3.3: Eletrodos húmidos de Ag/AgCl a) reutilizáveis e b) descartáveis.

Ao contrário dos eletrodos húmidos, os eletrodos secos são menos comuns no mercado e são desenhados para operarem sem a necessidade de um eletrólito, fazendo um contacto capacitivo com a pele. Estes consistem num material inerte e condutivo que não deve ser irritante. No entanto, a captação do sinal torna-se mais complicada devido ao aumento

da impedância da interface eletrodo-pele e à variação da área de contacto durante o movimento [26].

3.1.2 Eléttodos flexíveis

Os eletrodos convencionais representam a maioria da quota de mercado durante décadas devido à conveniência, baixo custo, boa reprodutibilidade e elevada qualidade do sinal [6]. No entanto, em vários estudos são reportadas desvantagens na sua utilização, tais como: a possibilidade do gel eletrolítico causar irritação cutânea e problemas de inflamação dérmica; a vida útil do gel ser muito curta (apenas de 24 a 48 horas [24]), limitando assim a sua aplicação na monitorização a longo prazo [5], [7], [51]; o facto deste tipo de eletrodos serem relativamente grandes para conter o gel condutor, o que impede a sua utilização para medições de alta densidade [52] e, ainda, a dificuldade que este tipo de eletrodos apresentam na medição da atividade de músculos pequenos.

Em cenários de monitorização não supervisionada a longo prazo ou na medição de múltiplos canais ou de músculos de pequenas dimensões, os eletrodos secos têm demonstrado um grande potencial para superar as limitações acima mencionadas [20]. Contudo, são produzidos principalmente em substratos rígidos tendo limitações tais como, a elevada impedância de contacto com a pele e a variação da área de contacto durante o movimento [53].

Para solucionar estes problemas, têm sido desenvolvidos eletrodos secos em substratos de materiais flexíveis. Vários polímeros têm sido utilizados para este fim incluindo, polietileno tereftalato (PET), polietileno naftalato (PEN), poli-imida (PI) e polidimetilsiloxano (PDMS). Estes servem de suporte para o material condutor dos eletrodos e são conformáveis e compatíveis com a pele humana. O filme de PET possui uma boa flexibilidade, contudo uma baixa temperatura de transição vítrea ($T_g \approx 100 \text{ }^\circ\text{C}$). À semelhança de PET, também a membrana de PEN apresenta uma baixa temperatura de transição vítrea, o que se torna uma desvantagem em processos que requerem temperaturas mais elevadas. Por outro lado, filmes de PI, para além da alta flexibilidade, apresentam maior estabilidade térmica ($T_g \approx 300 \text{ }^\circ\text{C}$) devido à forte ligação do grupo imida. Elastómeros, tais como o PDMS são, também, muito utilizados devido à sua flexibilidade e elasticidade [54].

Para além destes, surge o parileno C que, apesar de apresentar uma temperatura de transição vítrea menor que $90 \text{ }^\circ\text{C}$, possui como vantagem a possibilidade de se fabricar filmes com 1 a $10 \text{ }\mu\text{m}$ de espessura, sendo assim altamente conformável. O mesmo não é possível para materiais como o PET e PEN. Apesar das propriedades mecânicas do parileno não serem muito diferentes das dos outros polímeros [55], ao contrário do PI, que requer cura ou recozimento, ou PET e PEN que requerem etapas de limpeza e preparação da superfície, os filmes de parileno não requerem nenhum tratamento pós-deposição [56]. Além disso, é depositado pela técnica CVD, o que confere elevada uniformidade à membrana. Desta forma, o parileno torna-se um forte candidato como substrato dos eletrodos.

Em 2020, Golda-Cepa *et al.* [32] realizou uma análise de pesquisas sobre o parileno

C para aplicações biomédicas entre 2008 e 2018. É referido que os substratos de parileno são amplamente utilizados comercialmente devido à combinação única das suas propriedades físico-químicas, ou seja, o facto de o parileno ser flexível e dielétrico. Para além disso, caracteriza-se por ser anticorrosivo, biocompatível e por ter funções terapêuticas. O processo de CVD permite que os revestimentos conformáveis de parileno C sejam aplicados em próteses neuronais, doenças da retina e até mesmo a dispositivos médicos como *pacemakers* [57]. Na área da eletrofisiologia o parileno C tem sido intensamente estudado na atividade neurológica fazendo parte da constituição de elétrodos invasivos [58]–[62].

Em seguida, é apresentada a Tabela 3.1 que resume o que se tem vindo a produzir na área dos elétrodos secos flexíveis.

Tabela 3.1: Elétrodos secos flexíveis correspondentes a estudos dos últimos dez anos.

Ano	Material condutor	Substrato	Espessura μm	Área ¹ mm^2	Impedância (100 Hz) $\text{k}\Omega$	Ref.
2012	CNT	PDMS	100-300	314-1257	50-250	[63]
2015	Au	PET	~ 60	~ 38	-	[64]
2015	Tinta de NP de Ag	PI	~75	~50	2900-3200	[65]
2016	Pt/Au	Parileno C/ PDMS	~153	~ 0,1	-	[58]
2016	Tinta de Ag/AgCl	Tecido	~7000	79-707	30-300	[66]
2018	Carbono/ NP de Ag	PET	~120	50-201	60-300	[67]
2019	Cu/Au	PDMS	~1132	100	~2000	[23]
2020	Cu/Au	PDMS	~105	40	~1000	[68]
2020	Ti/Au	Parileno C	~19	~ 3	20-80	[69]
2020	rGO	PDMS	~50	~ 79	~200	[70]
2021	Ag	PDMS/ Silicone	~1800	~ 9	37-134	[24]
2021	Cu/Au	PI	80-100	~ 79	-	[71]

¹Quando esta corresponde a um intervalo significa que o estudo produziu várias dimensões de elétrodos, sendo que o valor inferior e superior correspondem à área menor e maior dos elétrodos, respetivamente.

Na Tabela 3.1 pode-se encontrar o trabalho de Chlaihawi *et al.* [67] que recorreu à técnica de *screen printing* utilizando uma tinta de Ag e um substrato de PET para fabricar eléttodos secos. Estes eléttodos não necessitam de preparação prévia da pele nem utilizam gel. O desempenho foi testado medindo a impedância do eléttodo, com raios entre 8 e 16 mm com a pele, sendo que o de maior área apresentou menor impedância. Observou-se ainda, que o eléttodo de maior área apresentou uma correlação de 0,95 relativamente ao sinal ECG, quando comparado com o sinal produzido com o eléttodo convencional de Ag/AgCl. Além disso, verificou-se menor ruído com o movimento relativamente aos eléttodos de Ag/AgCl, devido ao melhor contacto conformacional da interface eléttodo-pele (Figura 3.4-a).

Por outro lado, em 2020 Shahandashti *et al.* [68] desenvolveu um processo de micro-fabricação para realizar padrões metálicos de Au e Cu mecanicamente flexíveis e elásticos em substratos de PDMS, utilizando PI como intermediário para a camada de suporte. Foram produzidos eléttodos secos em forma de barra, incluindo dois eléttodos de entrada e um de referência com o tamanho de 10×4 mm. A monitorização e reutilização a longo prazo, e o custo de fabrico relativamente baixo são vantagens dos eléttodos propostos (Figura 3.4-c).

Recentemente, em 2021 Yeon *et al.* [71] apresentou um design flexível de eléttodos secos em substrato de PI para o controlo neuronal, baseado em sEMG, de próteses ativas para indivíduos com uma extremidade inferior amputada. Os eléttodos produzidos são circulares de 10 mm de diâmetro, constituídos por um filme condutor de Cu revestidos por Au e um substrato de PI com uma espessura de 80 ~ 100 µm. A análise quantitativa sugere qualidade do sinal equivalente aos eléttodos convencionais (Figura 3.4-b).

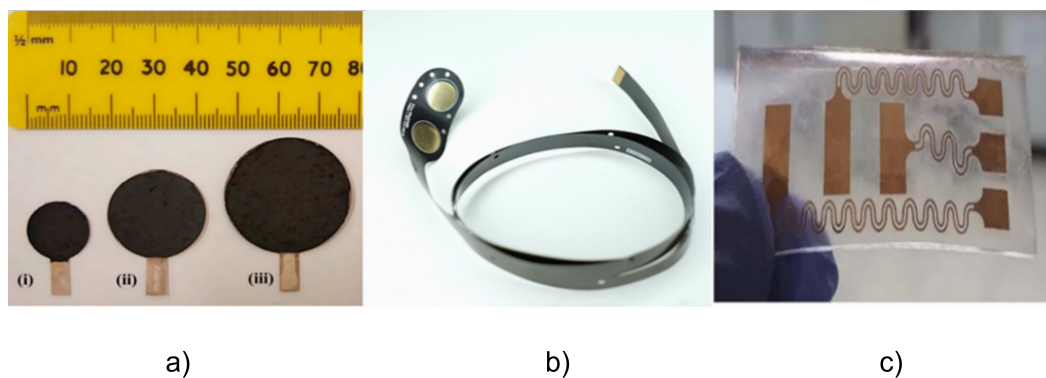


Figura 3.4: Eléttodos secos flexíveis: a) eléttodos secos impressos em *screen printing*: (i) raio = 8 mm, (ii) raio= 12 mm, (iii) raio = 16 mm. Retirado de [67]; b) eléttodos secos em substrato de PI para o controlo neuronal, baseado em sEMG, de próteses ativas para indivíduos com uma extremidade inferior amputada. Retirado de [71]; c) eléttodos secos em forma de barra, de Au e Cu, mecanicamente flexíveis em substratos de PDMS, utilizando PI como intermediário para a camada de suporte. Retirado de [68].

Relativamente aos materiais condutores dos eléttodos, para produzir eléttodos sEMG flexíveis com baixa impedância eléttodo-pele, têm sido explorados como alternativa aos

contactos metálicos, nanofios e nanopartículas metálicas (MNPs) [72], óxido de grafeno reduzido (rGO) [70] e nanotubos de carbono (CNTs). Além destes, são estudados polímeros condutores como poli(3,4-etilenodioxitiofeno) dopado com poli(estireno sulfonato) (PEDOT:PSS), tintas metálicas líquidas que podem ser utilizadas diretamente na superfície da pele e géis líquidos iónicos que possuem a vantagem de não secarem à temperatura ambiente como os géis convencionais [69]. Os polímeros condutores, em particular, têm sido amplamente explorados em aplicações biológicas como revestimento de elétrodos. A razão consiste nas propriedades que estes possuem de melhorar a interação tecido/eléttrodo pela diminuição geral da impedância do dispositivo [73]. Isto deve-se, principalmente, à sua capacidade de conduzir iões e electrões, facto que fornece valores de capacitância extremamente elevadas [74].

MATERIAIS E MÉTODOS

Na primeira parte deste capítulo, é apresentado o procedimento experimental da produção dos elétrodos. Em seguida, são abordadas as técnicas de caracterização morfológica, estrutural, composicional e elétrica utilizadas. Por último, são descritos o protocolo de aquisição do sinal sEMG e as características do sinal extraídas para a comparação com os elétrodos húmidos convencionais de Ag/AgCl.

4.1 Produção dos elétrodos

A produção dos elétrodos consistiu num conjunto de 8 etapas representadas no esquema da Figura 4.1. Cada uma das etapas é descrita nos próximos subcapítulos.

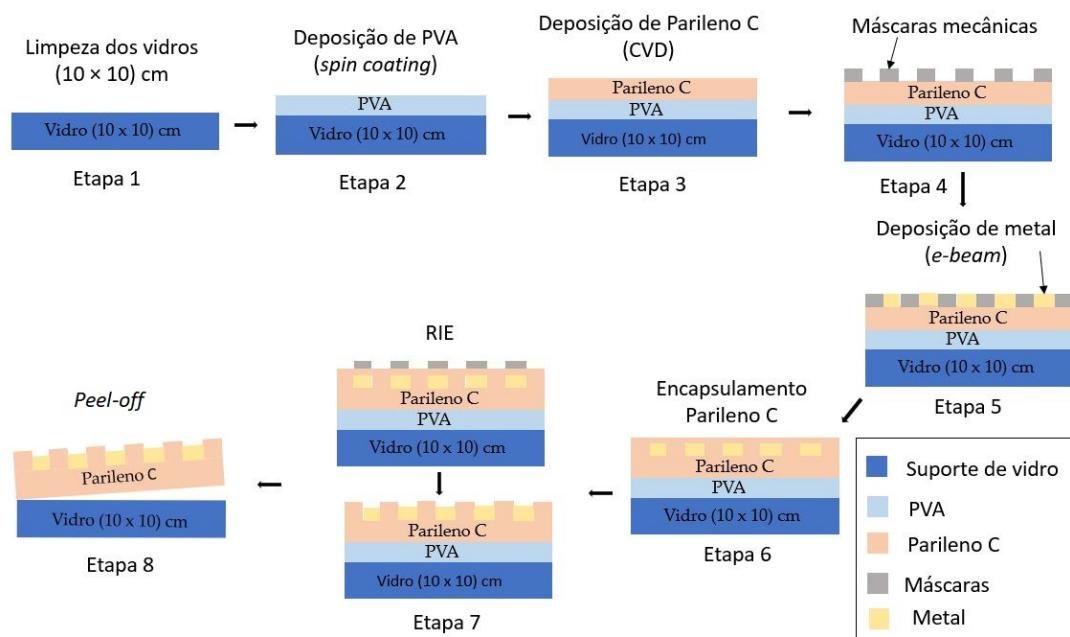


Figura 4.1: Etapas da produção dos elétrodos flexíveis através de técnicas de microfabricação de filme fino.

4.1.1 Etapa 1 - Limpeza dos substratos de transporte

No decorrer deste projeto foram utilizados substratos de transporte de vidro de tamanho (10 × 10) cm. A limpeza do substrato de transporte foi um passo de extrema importância para a eliminação de partículas e resíduos de forma a evitar a formação de filmes não uniformes. Este processo compreende as seguintes etapas:

1. Banho de ultrassom em acetona durante 10 minutos;
2. Banho de ultrassom em álcool isopropílico (IPA) durante 10 minutos;
3. Lavagem em água destilada;
4. Secagem do vidro com jato de N₂;
5. Secagem numa placa de aquecimento a cerca de 80 °C durante 10 minutos.

4.1.2 Etapa 2 - Deposição de Álcool Polivinílico (PVA)

Após a limpeza dos vidros, o primeiro passo da microfabricação é a deposição de PVA por *spin coating*. Esta técnica de deposição tira partido da força centrífuga, ou seja, a amostra é acelerada e mantida a uma velocidade constante, fazendo com que a força centrífuga espalhe, uniformemente, a solução de PVA por todo o substrato.

O PVA foi utilizado como camada sacrificial, pois é um polímero solúvel em água, característica que permite o *peel-off* da membrana de parileno C do vidro. Para tal, foi preparada uma solução de PVA de 5% a partir de 400 ml de H₂O e 20 g de PVA 88% hidrolisado com massa molecular média de 20000 – 30000, misturados com um agitador magnético numa placa a 110 °C e 800 rpm, durante 24 horas.

De forma a depositar a solução, foi necessário:

1. Colocar o substrato de vidro sobre o *spinner* e, com uma pipeta, espalhar a solução de PVA sem a formação de bolhas;
2. Configurar o *spinner* de forma a girar durante 20 segundos a 2000 rpm com uma aceleração de 10 segundos e, em seguida, ligar a bomba de vácuo;
3. Após a deposição, mover o vidro para uma placa de aquecimento a 110 °C durante 2 minutos.

4.1.3 Etapa 3 - Deposição de Parileno C - substrato

Após a deposição de PVA, segue-se o passo da produção do substrato dos elétrodos. O material utilizado para esta camada foi o parileno C, cuja deposição foi feita através de um sistema de CVD, nomeadamente, o *Specialty Coating System Model PDS 2010 Labcoater 2*, ilustrado na Figura 4.2. Neste sistema é possível controlar a temperatura do vaporizador, temperatura do forno e respetivas pressões.

Em primeiro lugar, mediu-se o peso de parileno numa balança consoante a espessura desejada. Por exemplo, para uma espessura $3,5 \mu\text{m}$ colocam-se 7 g de dímero. Em segundo, colocou-se o parileno num barco de folha de alumínio dentro do vaporizador e as amostras sobre as prateleiras da plataforma de rotação da câmara de deposição. Posteriormente, ligou-se o sistema, colocou-se o dedo frio e ligou-se a bomba de vácuo. Quando a pressão diminuiu até 2,13 Pa, ligaram-se os botões referentes às temperaturas do sistema.

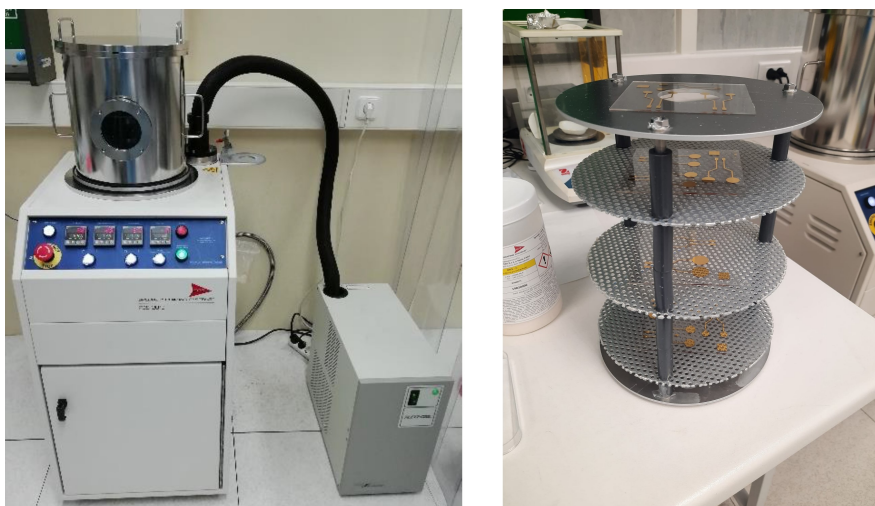


Figura 4.2: Sistema de deposição do parileno C, *Specialty Coating System Model PDS 2010 Labcoter 2* (esquerda) e plataforma de rotação com as amostras (direita).

De modo a medir a espessura experimental do parileno colocaram-se, juntamente com as amostras, quadrados de vidros com fita cola de *kapton* nas prateleiras para posterior análise no perfilómetro.

O processo tem início após todos os botões serem ligados e os parâmetros corresponderem às condições pré-definidas pelo utilizador. Os parâmetros utilizados neste projeto estão indicados na Tabela 4.1.

Tabela 4.1: Parâmetros definidos na deposição do parileno C.

Vaporizador (°C)	Forno de pirólise (°C)	Câmara de deposição (°C)	Pressão (Pa)
175	690	135	2,13

4.1.4 Etapa 4 - Máscaras mecânicas

De forma a fabricar e definir o design dos eléctrodos é necessário a utilização de máscaras. Para tal, foram projetados vários desenhos de eléctrodos de diâmetros de 3 mm, 7 mm, 10 mm e 15 mm, através do *software Adobe Illustrator CC 2015* representados na Figura 4.3. Em seguida, procedeu-se ao recorte a laser. O material utilizado para as máscaras foi o PEN comercial, um poliéster transparente semi-aromático.

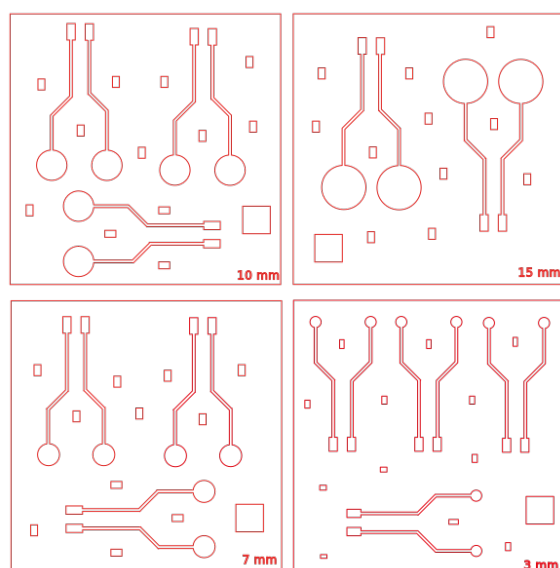


Figura 4.3: Design dos elétrodos no *software Adobe Illustrator CC 2015*.

Após o recorte a laser, procedeu-se à limpeza das máscaras com o intuito de eliminar possíveis resíduos. A limpeza consistiu no banho de ultrassons com IPA durante 10 minutos.

4.1.5 Etapa 5 - Deposição de metal

Para depositar o metal com o desenho dos elétrodos, em primeiro lugar, aplicaram-se as máscaras sobre os substratos com fita cola de *Kapton* (Figura 4.4) e, em seguida, recorreu-se ao processo de *e-beam*, ilustrado na Figura 4.5. É de notar que os filmes de parileno não requerem nenhum tratamento pós-deposição.

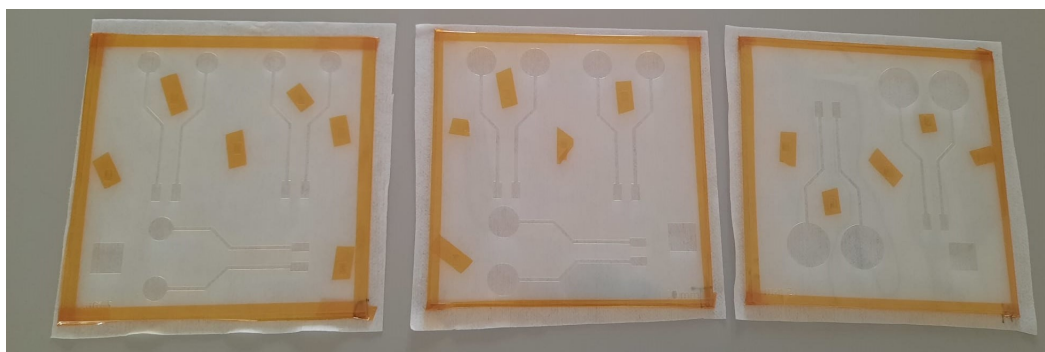


Figura 4.4: Aplicação das máscaras de PEN sobre os substratos.

Os metais seleccionados para a produção dos elétrodos foram Cu e Au. As condições de deposição dos filmes metálicos encontram-se sintetizadas na Tabela 4.2. Depositaram-se 300 nm de Cu e 60 nm de Au.



Figura 4.5: Sistema de *e-beam*. Vista geral de todo o sistema (esquerda) e vista mais detalhada do interior do sistema (direita).

Tabela 4.2: Condições de deposição de Cu e Au por *e-beam*.

Material	Cu/Au
Pressão inicial (mbar)	$1,30 \times 10^{-5}$
Temperatura inicial (°C)	21
Densidade (g.cm^{-3})	8,93/19,3
Impedância acústica ($\times 10^5 \text{ g.cm}^{-2}.\text{s}^{-1}$)	20,2/23,2
Corrente aplicada (mA)	0,04/0,05
Taxa de deposição (nm/s)	0,5/0,03
Espessura esperada (nm)	300/60

4.1.6 Etapa 6 - Deposição de Parileno C - encapsulamento

Depois da camada de metal, procedeu-se à segunda deposição de parileno que permitiu encapsular e proteger o caminho condutor dos elétrodos contra corrosão e desgaste. As condições desta deposição foram as mesmas da deposição do substrato à exceção da massa do dímero que foi 2 g. Esta massa corresponde a $1 \mu\text{m}$ de espessura.

4.1.7 Etapa 7 - Erosão Seca Reativa (RIE)

Após o encapsulamento, torna-se necessário abrir as zonas dos elétrodos e *contact pads*, que correspondem a regiões onde se pretende remover o parileno de modo a fazer o contacto elétrico com a pele e com o sistema de aquisição. Dentro dos métodos de fabricação,

a RIE, descrita no Capítulo 2 na secção 2.4.4, é a mais eficaz e adequada na fabricação de microestruturas onde o parileno é utilizado [75]. Desta forma, aplicou-se a RIE através do sistema *Minilock – Phantom RIE da Trion Technology* representado na Figura 4.6, com plasma de O₂.

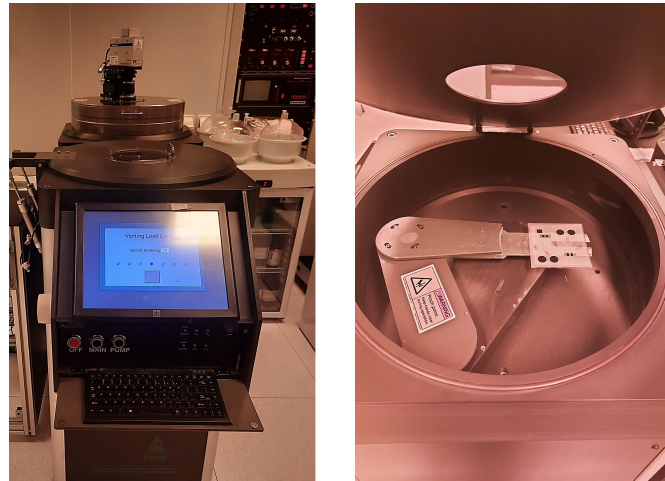


Figura 4.6: Vista geral do sistema *Minilock – Phantom RIE da Trion Technology* (esquerda) e vista mais detalhada do local de colocação da amostra de elétrodos com a máscara sobreposta (direita).

Utilizou-se uma máscara de PEN contendo apenas as zonas dos elétrodos e *contact pads* de forma a proteger o resto da amostra. As máscaras mecânicas utilizadas estão apresentadas na Figura 4.7 e as condições utilizadas no processo, encontram-se sintetizadas na Tabela 4.3.

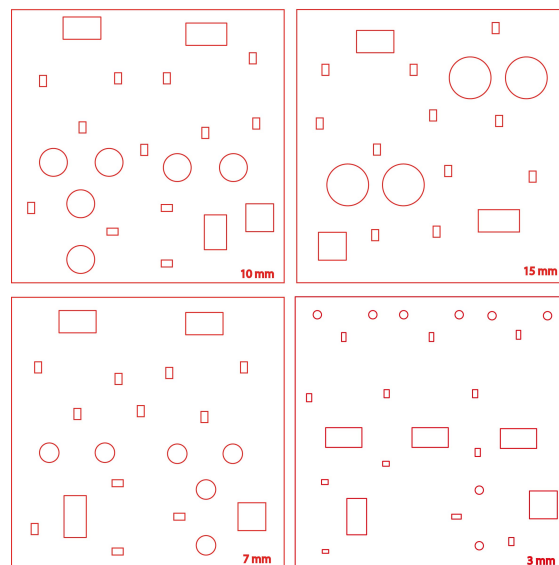


Figura 4.7: Máscaras com as zonas de abertura dos elétrodos e *contact pads*, desenhadas no software *Adobe Illustrator CC 2015*.

Tabela 4.3: Parâmetros RIE utilizados na abertura das áreas de contacto dos eléctrodos e *contact pads*.

Temperatura (°C)	Fluxo de O ₂ (ccm)	Potência do RIE (W)	Pressão (mT)	Duração do processo (s)
26	10	50	50	800

4.1.8 Etapa 8 - *Peel-off* do Parileno C

O último passo do processo de produção dos eléctrodos é designado por *peel-off* e consiste na remoção da membrana de eléctrodos depositada sobre o vidro. Para tal, a amostra foi mergulhada numa tina de água aquecida a 90 °C durante 1 hora, possibilitando a dissolução do PVA e, conseqüentemente, a obtenção de uma membrana flexível. De maneira a tornar o processo mais rápido, passou-se uma lâmina nas arestas do vidro, retirando o parileno aí presente, facilitando a infiltração de água até à camada sacrificial.

4.1.9 Eletrodeposição de PEDOT:PSS

Após o estudo do sinal sEMG com os eléctrodos produzidos e feita a análise de comparação com os eléctrodos convencionais, procedeu-se à eletrodeposição de PEDOT:PSS, um polímero condutor, na superfície dos eléctrodos. Para tal, recorreu-se ao potenciostato *PalmSense* no programa de cronopotenciometria, que consiste na aplicação de uma corrente DC constante durante um tempo definido pelo utilizador, obtendo-se um gráfico de potencial ao longo do tempo. A célula eletroquímica foi produzida de forma a manter constante as posições dos eléctrodos. Para tal, foi desenhada e impressa uma tampa em 3D no *software SketchUp*, ilustrada na Figura 4.8.



Figura 4.8: Desenho 3D da tampa produzida para o processo de eletrodeposição realizado no *software SketchUp*.

O eléctrodo de trabalho foi o de Cu/Au, o contra eléctrodo foi curto circuitado com o de referência e ligado a um fio de Pt colocado à volta de um gobelé de 50 ml. A solução de EDOT:PSS foi sintetizada a partir de 400 ml de H₂O, 56,8 mg de EDOT e 100 mg de PSS. A corrente aplicada e o tempo foram estudados de modo a ser observada alguma alteração na superfície do eléctrodo pois, o PEDOT:PSS é um polímero de tonalidade preta

e, por isso, a sua deposição é visível.

O objetivo da eletrodeposição de PEDOT:PSS foi estudar a possibilidade da diminuição da impedância do eletrodo e avaliar o seu impacto na qualidade do sinal. Para tal, mediram-se as impedâncias em solução salina (0,9% de NaCl) antes e após a eletrodeposição. Cada medição foi realizada 5 vezes consecutivas, sendo apresentadas as médias com o respetivo desvio padrão.

4.2 Técnicas de Caracterização

4.2.1 Perfilometria

Para a caracterização da espessura dos filmes finos, recorreu-se a um perfilómetro, *Ambios XP-Plus 200 Stylus*, ilustrado na Figura 4.9. O equipamento é constituído por uma ponta de diamante, que se desloca na vertical até atingir a amostra. Posteriormente, ocorre um varrimento na horizontal com a aplicação de uma força de contacto (entre $2,94 \times 10^{-4}$ N a $9,80 \times 10^{-2}$ N). O varrimento é realizado num determinado intervalo definido pelo utilizador e, caso exista um degrau cuja causa corresponde às diferenças de alturas do substrato, o ADC obtém o perfil dessas diferenças[47].

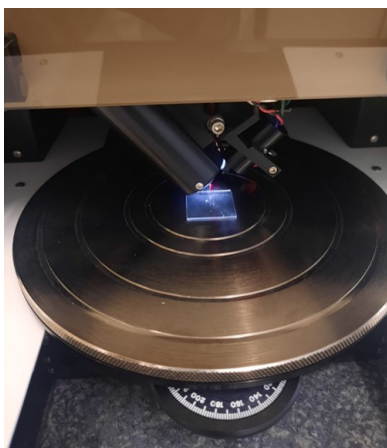


Figura 4.9: Perfilómetro, *Ambios XP-Plus 200 Stylus*, com uma amostra de parileno C proveniente do sistema de CVD.

O perfilómetro foi utilizado na obtenção das espessuras reais da camada do substrato de parileno, dos materiais condutores e do encapsulamento. Estes valores foram, posteriormente, comparados com os valores esperados.

4.2.2 Microscopia Eletrónica de Varrimento (SEM)

A SEM foi utilizada para estudar a superfície dos eletrodos. Esta técnica requer uma preparação específica das amostras. Em primeiro, procede-se ao recorte dos eletrodos em pequenos quadrados e cola-se a uma fita cola condutora à base de carbono e, em seguida, adere-se ao suporte metálico circular. Com recurso ao microscópio eletrónico de

varrimento (modelo TM3030 Plus Hitachi) foram observadas duas amostras de elétrodos de Cu/Au, referentes a uma fase inicial, antes da utilização dos elétrodos, e após 2 meses do uso dos elétrodos na medição do sinal sEMG. Além disso, observou-se uma amostra de elétrodos de Cu/Au após a eletrodeposição de PEDOT:PSS.

4.2.3 Difração por Raio-X (XRD)

O estudo da caracterização estrutural dos elétrodos foi realizado por um sistema XRD da PANalytical de modelo X'Pert Pro. Realizou-se a análise de duas espessuras diferentes do substrato de parileno, contendo a mesma espessura de metal depositado. Tal como foi mencionado no Capítulo 2 na secção 2.3, o parileno é um polímero semi-cristalino. De forma a confirmar a sua cristalinidade, foi feita uma análise no XRD com um varrimento do ângulo 2θ de 10° a 90° . Além disso, foram observados os picos correspondentes aos materiais condutores. Posteriormente, comparou-se com a base de dados, de modo a obter os planos cristalinos correspondentes a cada um, Cu e Au, e ainda descobrir a possibilidade da presença de algum óxido nas amostras, característico da oxidação do Cu.

4.2.4 Espectroscopia de Raman

Após a eletrodeposição de PEDOT:PSS foi preparada uma amostra para análise no espectrómetro confocal de Raman. Posteriormente, procedeu-se à comparação do espectro obtido com o da bibliografia, representado na Figura 4.10 [76], para confirmar a presença do polímero.

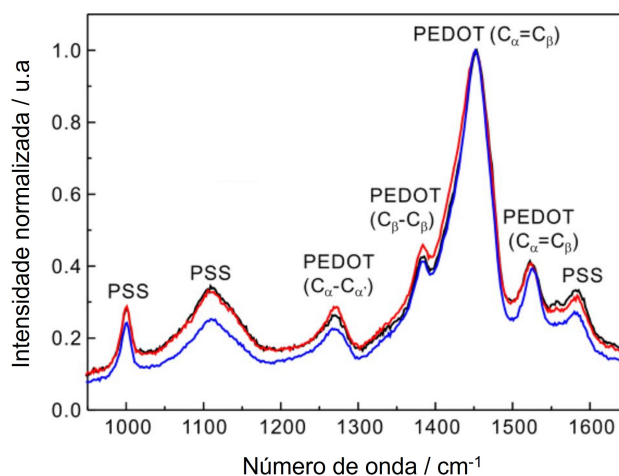


Figura 4.10: Espectro de Raman de filmes finos de PEDOT:PSS, retirado da literatura. Adaptado de [76].

4.2.5 Medida de 4 pontas

Esta técnica permitiu caracterizar eletricamente os elétrodos quanto à resistência folha do filme fino de Cu/Au. Assim, aplicaram-se duas correntes DC de $5000 \mu\text{A}$ e $2500 \mu\text{A}$

e mediram-se as respectivas diferenças de potencial. Tendo em conta que os diferentes elétrodos possuem aproximadamente a mesma espessura, a caracterização foi realizada apenas numa amostra quadrada de filme condutor produzida juntamente com os elétrodos. Assim, perante a espessura do filme condutor medida no perfilómetro obteve-se, posteriormente, a resistividade dos elétrodos e, conseqüentemente, a sua condutividade.

4.2.6 Espectroscopia de impedância dos elétrodos em salina

Neste projeto mediram-se as impedâncias eletroquímicas dos diferentes elétrodos produzidos numa solução salina de 0,9% NaCl. Esta caracterização permitiu estudar a influência da área dos elétrodos na impedância obtida. Além disso, a impedância foi medida 3 vezes com o intuito de estudar a sua estabilidade ao longo do tempo. A primeira medição ocorreu logo após a obtenção da membrana final, ou seja, antes da aquisição do sinal sEMG. Por sua vez, a segunda e terceira medições foram realizadas após 1 e 2 meses, respetivamente, após várias aquisições (aproximadamente 16 aquisições entre cada mês).

A célula eletrolítica e a respetiva montagem estão representadas na Figura 4.11. Utilizaram-se os elétrodos de Cu/Au como elétrodos de trabalho, um elétrodo Ag/AgCl como referência, um contra elétrodo de Pt e uma solução salina. A célula foi colocada numa gaiola de Faraday de modo a ser isolada de ruído externo. A diferença de potencial alternada aplicada foi de 10 mV RMS e as impedâncias foram obtidas numa gama de frequências de 1 Hz a 1 MHz, definidas para conter a gama de frequências do sinal sEMG. Cada medição correspondeu a 6 medições em cada frequência (3 vezes em cada elétrodo da membrana) e, em seguida, foram calculadas e apresentadas as médias com o respetivo desvio padrão.

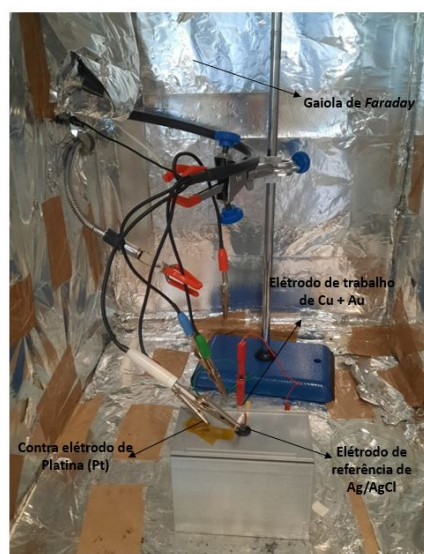


Figura 4.11: Célula eletroquímica e montagem para as medições das impedâncias dos elétrodos produzidos em solução salina.

4.2.7 Espectroscopia de impedância dos elétrodos com a pele

A impedância da interface elétrodo-pele foi medida com um potenciostato portátil *Palm-Sense*, num sujeito feminino de 23 anos, ligado a um computador portátil com a respetiva bateria, sem estar ligado à corrente. A banda de frequências analisada e a tensão aplicada foram as mesmas que as utilizadas na caracterização anterior, ou seja, de 1 Hz a 1 MHz e 10 mV RMS. Esta caracterização teve como propósito comparar a impedância com a pele dos elétrodos produzidos com os elétrodos convencionais de Ag/AgCl. Além disso, fez-se a análise da impedância a seco e a húmido com a aplicação de uma pasta condutora *Ten20*. Deste modo, obteve-se uma comparação de impedâncias entre os elétrodos húmidos, os elétrodos secos e os elétrodos convencionais de Ag/AgCl.

A montagem para as medições de impedância dos elétrodos húmidos está representada na Figura 4.12.

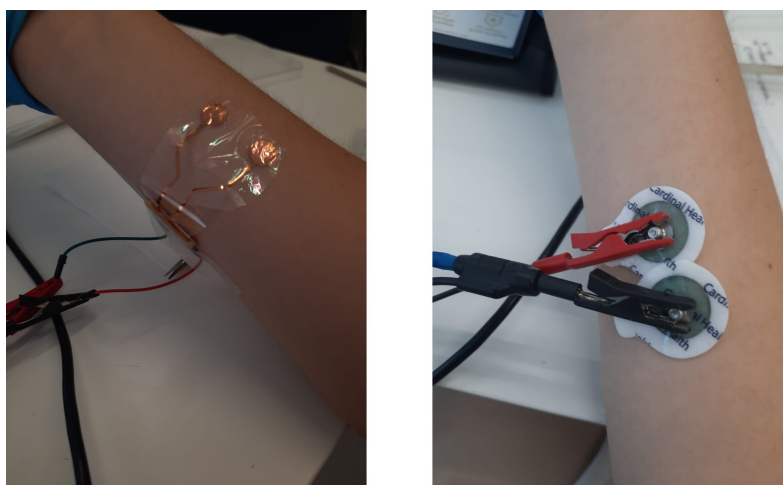


Figura 4.12: Montagem para as medições das impedâncias elétrodo-pele com elétrodos húmidos. Elétrodo produzido de Cu/Au de 10 mm de diâmetro (esquerda) e elétrodo húmido convencional de Ag/AgCl (direita).

Para a medição da impedância dos elétrodos húmidos foi necessário:

1. Aplicar a pasta *Ten20* com uma espátula na superfície do elétrodo;
Nota: A quantidade de pasta *Ten20* aplicada nos diferentes elétrodos foi semelhante.
2. Colocar os elétrodos produzidos no antebraço, sem preparação prévia da pele;
3. Ligar o potenciostato e, após 5 minutos começar a recolha;
4. Repetir as medições 5 vezes em cada frequência;
5. Após as medições, limpar o elétrodo com água morna de forma a retirar a pasta condutora;
6. Repetir o processo para os diferentes tamanhos de elétrodos produzidos;

7. Realizar 5 medições com os eletrodos húmidos convencionais de Ag/AgCl, utilizando exatamente a mesma configuração.

A montagem para as medições de impedância dos eletrodos secos está representada na Figura 4.13.

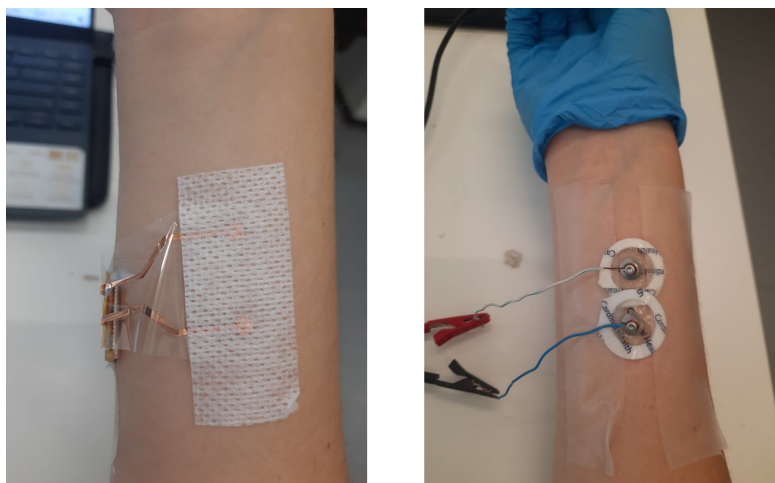


Figura 4.13: Montagem para as medições das impedâncias eletrodo-pele com eletrodos secos. Eletrodo produzido de Cu/Au de 3 mm de diâmetro (esquerda) e eletrodo seco convencional de Ag/AgCl (direita).

Para a medição da impedância dos eletrodos secos foi necessário:

1. Aplicar um adesivo solúvel em álcool sobre os eletrodos para permitir a adesão destes com a pele;
2. Colocar os eletrodos no antebraço, no mesmo local de medição dos eletrodos húmidos, sem preparação prévia da pele;
3. Ligar o potenciostato e, após 5 minutos começar a recolha;
4. Repetir as medições 5 vezes em cada frequência;
5. Após as medições, mergulhar os eletrodos em álcool de forma a retirar o adesivo;
6. Repetir o processo para os diferentes tamanhos de eletrodos produzidos;
7. Realizar 5 medições com os eletrodos secos convencionais de Ag/AgCl, utilizando exatamente a mesma configuração..

Nota: Para tornar o eletrodo húmido convencional de Ag/AgCl em seco, retirou-se o gel presente na sua constituição.

4.3 Recolha do Sinal sEMG

Com o propósito de comparar a qualidade dos eléctrodos produzidos com os eléctrodos convencionais, recorreu-se à recolha do sinal sEMG de um sujeito de 23 anos, do sexo feminino e saudável. O músculo estudado foi o bíceps braquial devido à sua acessibilidade durante a colocação de eléctrodos. Além disso, é um local com menor densidade de pelo e relativamente isolado de outros músculos. A aquisição foi realizada com os eléctrodos húmidos, com a aplicação da pasta *Ten20*, e a seco.

4.3.1 Protocolo de aquisição

O protocolo de aquisição do sinal, representado na Figura 4.14, consistiu num conjunto de 11 medições, espaçadas de 2 minutos, para os diferentes eléctrodos. Cada medição compreendeu a realização de 5 contrações com o auxílio de um peso de 2 kg. Inicialmente, os eléctrodos bipolares foram colocados sobre o ventre do bíceps braquial alinhado com as fibras musculares, juntamente com um eléctrodo convencional de referência no cotovelo. Esta posição foi constante em todas as medições. O exercício iniciou-se 15 minutos após a aplicação dos eléctrodos numa posição de repouso (membro superior estendido ao longo do corpo) seguido de flexão até 90° durante 5 segundos e, posterior extensão até ao repouso. O repouso teve uma duração de 10 segundos seguindo-se uma nova contração. A aquisição de sinal foi realizada com um BITalino a uma taxa de amostragem de 1000 Hz. O sensor EMG integrado no BITalino contém um filtro analógico passa-banda de 25 a 482 Hz, filtrando o sinal de modo a obter-se apenas as frequências de interesse. Por fim, foi realizada a análise do sinal em *Python*.

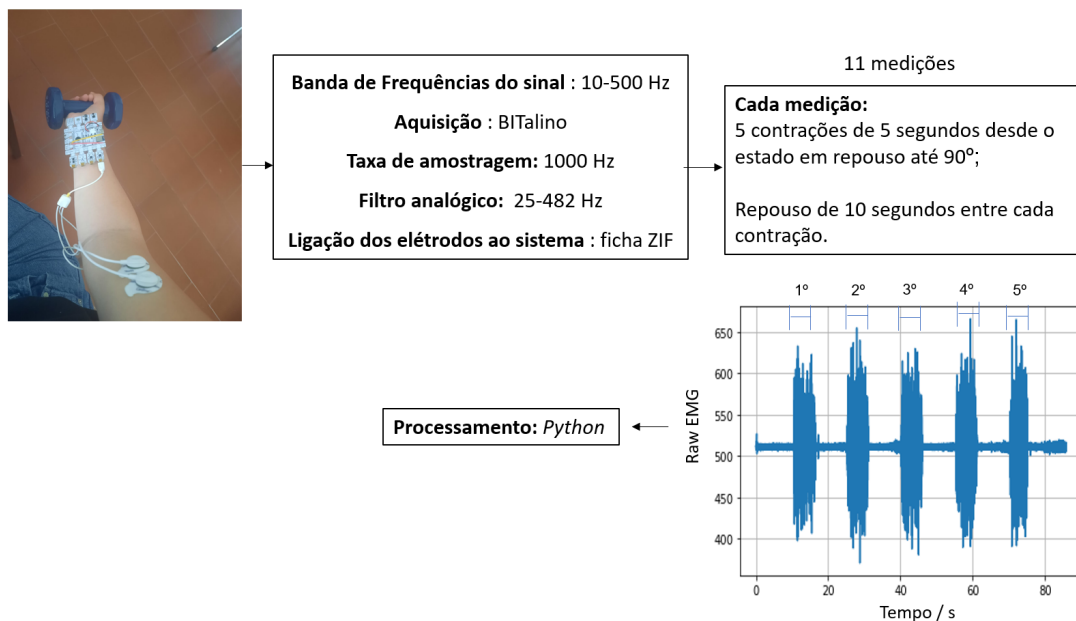


Figura 4.14: Protocolo de aquisição do sinal sEMG.

Numa fase posterior, com o propósito de medir o ruído ambiente dos diferentes elétrodos, sem influência do tónus muscular, colocou-se os elétrodos numa solução salina de 0,9% NaCl e procedeu-se à aquisição com o BITalino durante 60 segundos. As medições foram repetidas 5 vezes para cada elétrodo. A montagem de aquisição do ruído está representada na Figura 4.15.

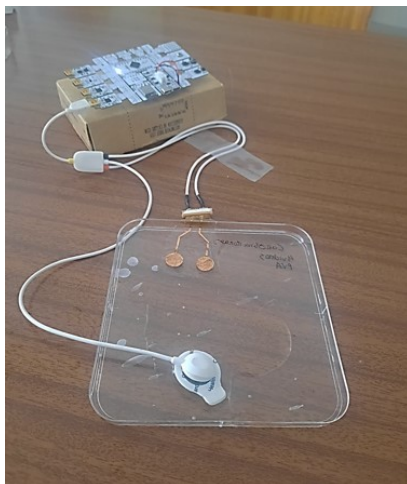


Figura 4.15: Montagem para a aquisição de ruído com os elétrodos em solução salina.

4.3.2 Características do sinal

Após as aquisições de sinal procedeu-se ao processamento automatizado do sinal sEMG. Para tal, foi necessário recorrer à linguagem de programação *Python*. O código desenvolvido encontra-se disponível em <https://github.com/Carolina52455/processamentoEMG>. Este permite extrair várias características do sinal, nomeadamente: a densidade espectral de potência (PSD), o envelope RMS, a amplitude RMS das zonas de ativação e das zonas de repouso, a amplitude máxima do sinal original e o SNR.

A PSD é uma característica do domínio da frequência que representa a forma como a potência de um sinal é distribuída pelas suas frequências. Esta permitiu validar a medição da resposta fisiológica, tendo em conta o espetro da resposta do elétrodo convencional. Para tal, calculou-se a PSD para as 11 medições e apresentou-se a média. Além disso, calculou-se a área sob os espetros.

O envelope RMS, a amplitude das zonas de ativação e das zonas de repouso são características do domínio temporal e permitiram avaliar a possível influência do tamanho do elétrodo na amplitude e sua comparação com o elétrodo convencional. Além disso, através do RMS médio das zonas de repouso, analisou-se o ruído proveniente das aquisições.

Por fim, o SNR foi a característica fundamental para aferir sobre a qualidade do sinal em relação ao elétrodo convencional, às dimensões dos elétrodos e à presença ou ausência de gel. Para o cálculo do SNR dividiu-se o sinal em intervalos (Figura 4.16).

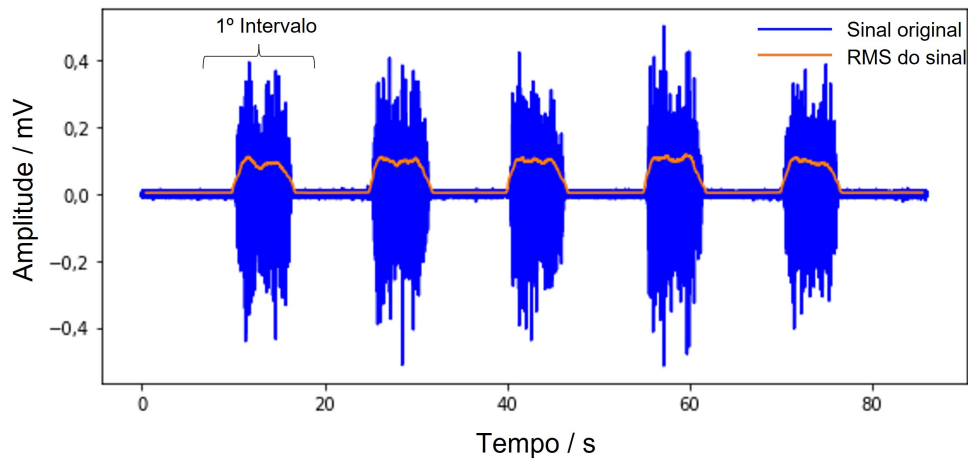


Figura 4.16: Representação dos intervalos de uma medição do sinal sEMG.

O intervalo foi definido como os 5 s de contração ± 2 s. Dentro de cada intervalo, a amplitude do sinal correspondeu ao máximo do envelope RMS durante a contração voluntária, enquanto o ruído foi definido como o RMS médio nos 2 s anteriores à contração (linha de base). Assim, o SNR em cada intervalo foi calculado como a razão desses dois valores (através da equação 2.2). O SNR final resultou da média dos SNRs das 11 medições (cada uma com 5 intervalos).

ANÁLISE E DISCUSSÃO DE RESULTADOS

Este capítulo apresenta os principais resultados e as respectivas discussões. Estes incluem o design, dimensões e espessuras dos elétrodos produzidos, a caracterização estrutural, elétrica e morfológica dos elétrodos, a influência da área do elétrodo e da presença de gel na qualidade do sinal e a comparação com o elétrodo convencional.

5.1 Produção de elétrodos em membranas de parileno C

Numa fase inicial deste projeto a escolha do design dos elétrodos foi fundamental, sendo que a geometria dos mesmos foi escolhida tendo em conta as recomendações do SENIAM. Inicialmente, vários desenhos foram produzidos com recurso ao *software Adobe Illustrator CC 2015*, os quais se encontram apresentados no Apêndice A.1. O design selecionado foi o elétrodo bipolar circular. Na Figura 5.1 a) é possível visualizar as máscaras mecânicas produzidas para a deposição do metal, enquanto que na Figura 5.1 b) se visualizam as máscaras com as zonas de aberturas dos elétrodos e dos *contact pads*.

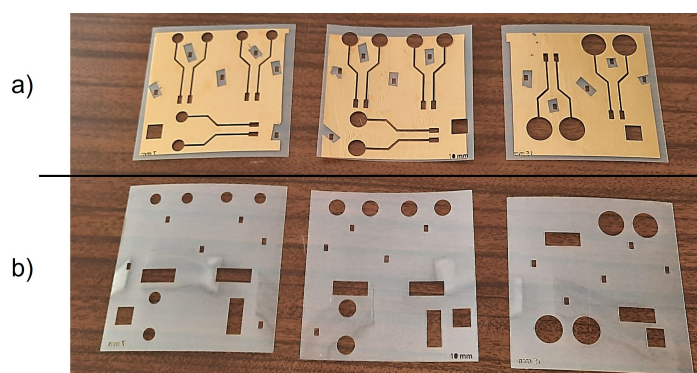


Figura 5.1: Máscaras de PEN produzidas: a) utilizadas para a deposição de metal e b) utilizadas para a abertura das zonas dos elétrodos e dos *contact pads*.

Relativamente às dimensões de cada elétrodo, o comprimento corresponde a 50 mm, a distância entre os elétrodos a 20 mm, os *contact pads* a uma área de 18 mm² e \varnothing corresponde aos diferentes diâmetros dos elétrodos: 3 mm, 7 mm, 10 mm e 15 mm (Figura 5.2

a)). Por outro lado, a Figura 5.2 b) representa as dimensões correspondentes às máscaras da Figura 5.1 b), das zonas de abertura dos eléttodos e *contact pads*.

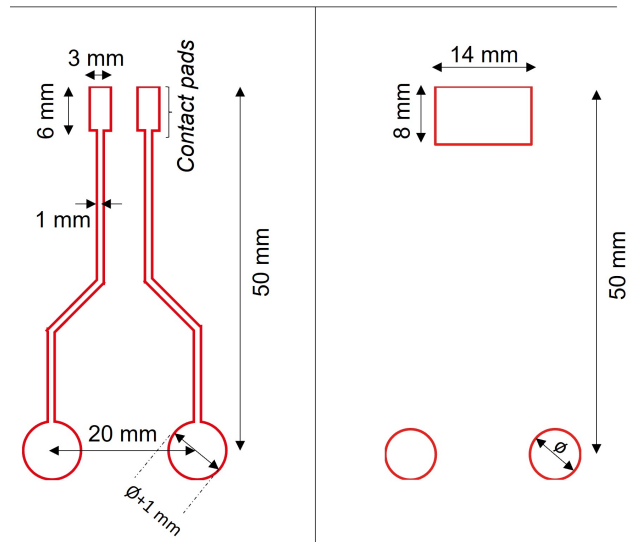


Figura 5.2: Dimensões das máscaras produzidas, onde \varnothing corresponde ao diâmetro dos diferentes eléttodos: a) dimensões de cada eléttodo para a deposição do metal e b) dimensões das zonas de abertura dos eléttodos e *contact pads*.

A utilização de máscaras mecânicas permitiu um processo de produção mais rápido do que aquele que seria esperado caso se tivesse recorrido ao processo de fotolitografia. No entanto, a sua utilização apenas foi possível porque as dimensões dos eléttodos, das linhas de conexão e dos *contact pads* foram superiores a $900\ \mu\text{m}$. Para geometrias com elevado pormenor e dimensões muito reduzidas, o processo de fotolitografia torna-se uma etapa imprescindível para que ocorra a transferência de um padrão para um substrato. Para que esta transferência ocorra é necessário a presença de uma fonte luz ultravioleta (UV), a utilização de uma máscara e de um fotoresiste, o qual quando exposto a luz UV cria então um padrão sobre o substrato. Sendo assim, trata-se de um processo mais demorado e dispendioso.

Numa fase seguinte, com a aplicação das 8 etapas de técnicas de microfabricação de filme fino mencionadas no Capítulo 4 na secção 4.1, obtiveram-se os eléttodos ilustrados na Figura 5.3 a). Estes são constituídos por uma camada de Cu, que é utilizada como principal material condutor, e por uma camada fina de Au, sobreposta à camada anterior. O Au assumiu um papel fundamental na biocompatibilidade dos eléttodos, de modo a poderem estar em contacto com a pele. Isto deve-se ao facto de este ser um material inerte, o qual não reage com os tecidos biológicos. Por outro lado, é possível visualizar pela Figura 5.3 b) que os eléttodos apresentam grande flexibilidade, sendo altamente conformáveis com a pele humana.

Relativamente à ligação dos eléttodos com o sistema de aquisição, foi necessário garantir um bom contacto elétrico entre a membrana e uma ficha *zero-insertion-force* (ZIF).

Para tal, inseriram-se 6 camadas de fita cola de *kapton*, também denominada de espaçador, na extremidade do elétrico, com uma espessura total equivalente a 300 μm (Figura 5.4).

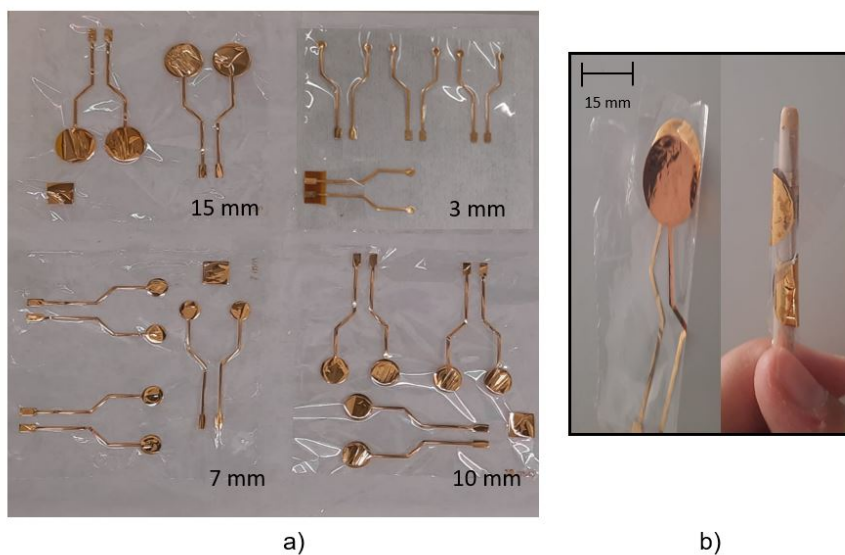


Figura 5.3: Membranas finais: a) eléctros com diferentes diâmetros: 3 mm, 7mm, 10 mm e 15 mm e b) demonstração da flexibilidade dos eléctros.

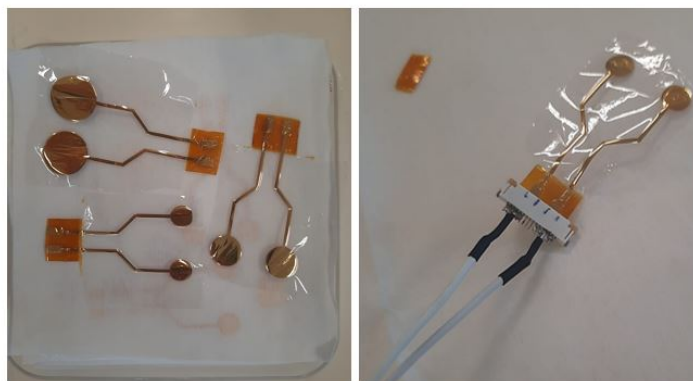


Figura 5.4: Preparação dos eléctros com um espaçador de 300 μm para permitir a ligação a uma ficha ZIF e, conseqüentemente, a ligação ao BITalino.

5.2 Caracterização

5.2.1 Espessura dos eléctros produzidos

De modo a obter a espessura total dos eléctros recorreu-se ao perfilómetro e mediram-se as espessuras das diferentes camadas ilustradas na Figura 5.5. Inicialmente, mediu-se a camada do substrato de parileno C (1), em seguida, a camada de material condutor de Cu/Au (2) e, por fim, o encapsulamento de parileno C (3).

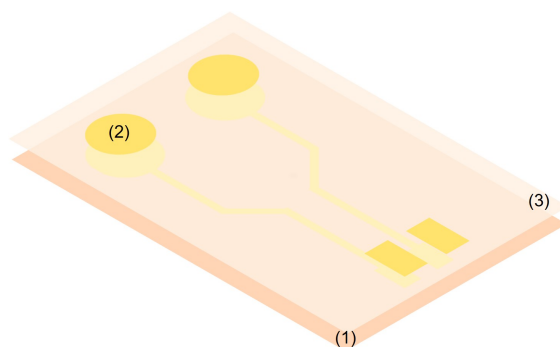


Figura 5.5: Representação das diferentes camadas dos elétrodos: substrato de parileno C (1) , metais (2) e encapsulamento de parileno C (3).

Na Tabela 5.1 estão presentes as espessuras esperadas e reais das respectivas camadas, sendo que cada medida real é o resultado da média de 5 medições de locais diferentes da camada em estudo.

Tabela 5.1: Espessuras esperadas e reais das diferentes camadas dos elétrodos: substrato, metal e encapsulamento.

Espessura	Esperada	Real
Substrato de Parileno (1) (μm)	3,50	$3,54 \pm 0,03$
Metal (Cu+Au) (2) (nm)	360	372 ± 4
Encapsulamento de Parileno (3) (μm)	1	1 ± 1
Total (μm)	5	5 ± 1

Relativamente ao substrato de parileno observou-se grande uniformidade devido à técnica utilizada de CVD. Por outro lado, a camada de metal apresentou mais variações ao longo do perfil, justificada pela técnica de deposição utilizada, o *e-beam*, que produz filmes com alguma variabilidade na espessura. Face esta observação, a espessura total dos elétrodos produzidos foi de aproximadamente $5 \mu\text{m}$.

No decorrer das medições do sinal sEMG ocorreram problemas na interface do elétrodo com o local de ligação à ZIF devido à tensão criada, em consequência da diferença de espessuras entre os elétrodos e o espaçador ($5 \mu\text{m}$ e $300 \mu\text{m}$, respetivamente). Como observado na Figura 5.6 a), a membrana rompeu-se após algumas medições. De forma a solucionar o problema, aumentou-se a espessura do substrato de parileno para $15 \mu\text{m}$ de

dímero e alterou-se a disposição da fita cola. Como é possível visualizar, pela Figura 5.6 b), substituiu-se o ângulo de 90° entre a fita cola e a membrana por um ângulo superior, de modo a reduzir a tensão na interface.

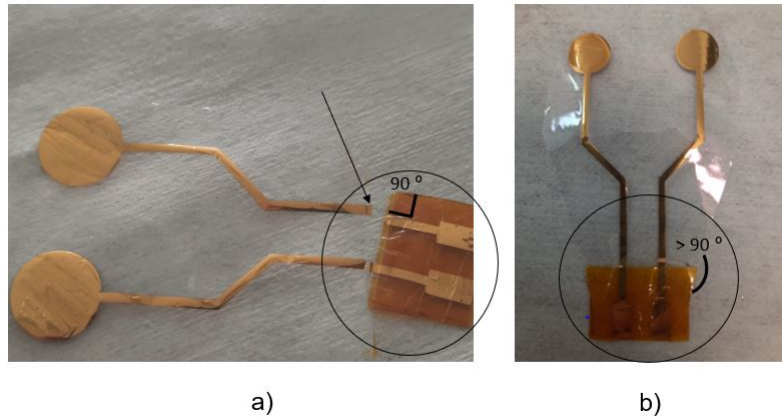


Figura 5.6: Interface entre os elétrodos e o espaçador: a) rompimento da membrana após as medições de sEMG e b) novo elétrodo produzido com um substrato de espessura maior e alteração da disposição da fita cola.

As espessuras esperadas e reais dos novos elétrodos estão presentes na Tabela 5.2, obtendo-se elétrodos finais de $(8,5 \pm 0,2) \mu\text{m}$.

Tabela 5.2: Espessuras esperadas e reais finais das diferentes camadas dos elétrodos: substrato, metal e encapsulamento.

Espessura	Esperada	Real
Substrato de Parileno (1) (μm)	7,5	$7,4 \pm 0,2$
Metal (Cu+Au) (2) (nm)	360	367 ± 6
Encapsulamento de Parileno (3) (μm)	1,00	$0,77 \pm 0,01$
Total (μm)	8,9	$8,5 \pm 0,2$

5.2.2 Caracterização estrutural

5.2.2.1 Difração por Raio-X (XRD)

Relativamente à caracterização estrutural, o resultado XRD está presente no gráfico da Figura 5.7. Esta caracterização foi realizada para os elétrodos produzidos inicialmente e para os elétrodos finais.

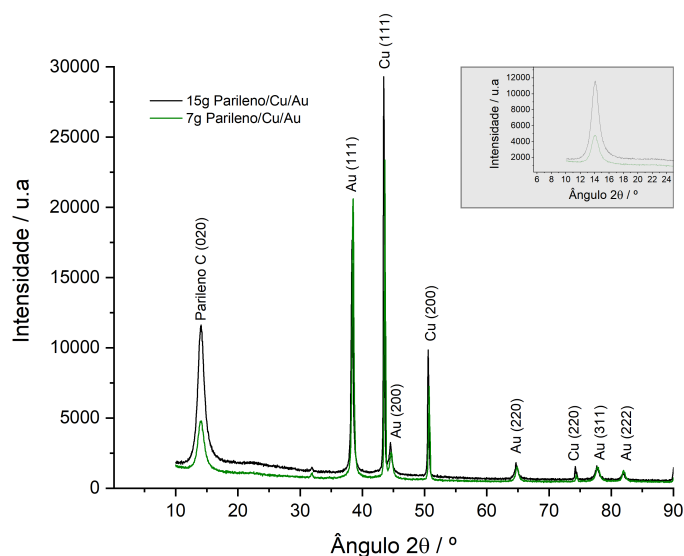


Figura 5.7: Resultado XRD com um varrimento do ângulo 2θ de 10° a 90° .

Pela análise do XRD, confirma-se a cristalinidade da camada do substrato de parileno C, surgindo um pico de difração aproximadamente aos 14° , o qual corresponde ao plano cristalino (020) da sua estrutura [77]. Para além disso, com a visualização deste gráfico, observa-se também um aumento da intensidade do pico de difração com o aumento da espessura do filme de parileno. No que diz respeito à camada de metais, obtiveram-se um conjunto de picos nos quais se identificou a presença de Cu e Au após a análise dos mesmos com recurso à base de dados. As espessuras dos metais foram aproximadamente as mesmas em ambas as amostras (372 nm e 367 nm), o qual foi também possível deduzir dado à semelhança das intensidades dos picos. O pico de maior intensidade corresponde ao plano cristalino (111), sendo a direção predominante da estrutura cristalina do Cu e do Au. Além disso, a oxidação de Cu não foi visível através da comparação da base de dados do varrimento obtido com o do óxido de cobre.

5.2.3 Caracterização elétrica

5.2.3.1 Resistividade e Condutividade dos elétrodos produzidos

Passando à caracterização elétrica, os elétrodos finais produzidos apresentaram uma resistência de folha de $3,6 \times 10^{-2} \Omega/\square$ (calculada a partir da Equação 2.6 pela medida de 4 pontas). De modo a obter a resistividade, recorreu-se à espessura real do filme de metal que pela visualização da Tabela 5.2 corresponde aproximadamente a 367 nm. Sendo assim, face os valores anteriores, a resistividade obtida foi de $1,3 \times 10^{-8} \Omega.m$ e a condutividade de $7,5 \times 10^7 (\Omega.m)^{-1}$ (Tabela 5.3). Assim, conclui-se que os elétrodos produzidos são bons condutores, apresentando uma condutividade na ordem de $10^7 (\Omega.m)^{-1}$, característica importante para a medição do sinal elétrico muscular.

Tabela 5.3: Resultados obtidos pelo método de caracterização elétrica de 4 pontas.

Corrente (A)	Tensão (V)	Resistência folha (Ω/\square)	Resistividade ($\Omega.m$)	Condutividade ($\Omega.m$) ⁻¹
$5,0 \times 10^{-3}$	$4,0 \times 10^{-5}$	$3,6 \times 10^{-2}$	$1,3 \times 10^{-8}$	$7,5 \times 10^7$
$2,5 \times 10^{-3}$	$2,0 \times 10^{-5}$	$3,6 \times 10^{-2}$	$1,3 \times 10^{-8}$	$7,5 \times 10^7$

Relativamente aos valores teóricos [78], a resistividade do Cu é de $1,7 \times 10^{-8} \Omega.m$, que corresponde a uma condutividade de $5,9 \times 10^7 (\Omega.m)^{-1}$. Por outro lado, o Au apresenta uma resistividade de $2,3 \times 10^{-8}$ e condutividade de $4,4 \times 10^7 (\Omega.m)^{-1}$. Comparando com os valores obtidos, no conjunto dos dois metais, observa-se uma ligeira diminuição na resistividade e, conseqüentemente, a obtenção de um valor superior de condutividade.

5.2.3.2 Impedância dos elétrodos em solução salina

O módulo de impedância e as respetivas fases dos elétrodos produzidos, em solução salina, entre frequências de 1 Hz e 1 MHz, estão presentes no gráfico Figura 5.8 . Estas medições foram realizadas numa fase inicial, antes da aquisição do sinal sEMG. O procedimento destas medições, tal como a montagem encontram-se descritos no Capítulo 4 na secção 4.2.6. Analisando, observa-se que a resposta é influenciada pela área dos elétro-

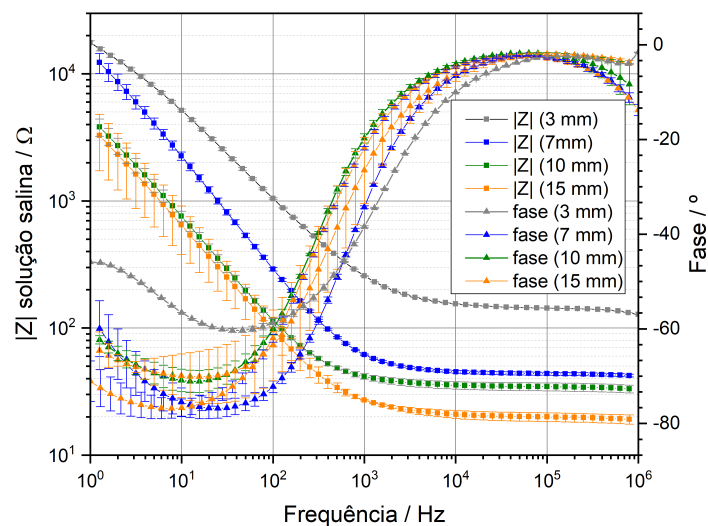


Figura 5.8: Módulo de impedância e da respetiva fase dos elétrodos em solução salina de 0,9% de NaCl, no intervalo de frequência de 1 Hz a 1 MHz.

dos, o que é justificado pelo facto da impedância ser inversamente proporcional à área de contacto do elétrodo, como mencionado no Capítulo 2 na secção 2.2.3. Por exemplo,

a impedância diminuiu de $(1045 \pm 14) \Omega$ para $(96 \pm 6) \Omega$ com o aumento da área de contacto do eléctrodo de 3 mm para 15 mm, numa frequência de 100 Hz.

Outro aspeto a observar é o aumento da impedância com a diminuição da frequência que remete para o carácter capacitivo do dispositivo. Além disso, pelo gráfico de fase conclui-se que o sistema é, maioritariamente, resistivo para frequências superiores a 10 kHz, apresentando um ângulo próximo de zero e uma impedância constante. Com a diminuição da frequência, a fase aumenta no sentido negativo aproximando-se do eixo vertical de -90° , constatando-se a predominância do comportamento capacitivo. É de notar que os eléctrodos não atingem um comportamento capacitivo ideal, uma vez que o valor mínimo de fase é próximo de -80° o que indica a presença de uma componente resistiva, ainda que reduzida.

5.2.3.3 Impedância dos eléctrodos com a pele

A impedância dos eléctrodos com a pele teve como objetivo obter uma comparação entre os eléctrodos húmidos e secos de Cu/Au e os eléctrodos convencionais de Ag/AgCl. O procedimento e as respetivas montagens para os eléctrodos húmidos, secos e convencional encontram-se no Capítulo 4 na secção 4.2.7. Dado que o tratamento da pele sob cada um dos eléctrodos e o ambiente de aquisição foram idênticos, as diferenças no comportamento da impedância devem ser atribuídas, maioritariamente, aos materiais e áreas dos eléctrodos e não à variabilidade na condição da pele. Além disso, é esperado que estas impedâncias sejam maiores em relação às impedâncias dos eléctrodos em solução salina, verificadas no subcapítulo anterior, devido à natureza complexa da interface eléctrodo-pele.

• Eléctrodos húmidos

Em relação aos eléctrodos húmidos, para obter uma comparação mais normalizada, além da comparação com o eléctrodo convencional de Ag/AgCl com o gel da sua constituição, fez-se a comparação com o mesmo eléctrodo adicionando a pasta *Ten20*. Assim, o gráfico da Figura 5.9 contém o módulo das impedâncias dos eléctrodos produzidos de Cu/Au, do eléctrodo húmido convencional de Ag/AgCl e desse mesmo eléctrodo com a pasta *Ten20*, num intervalo de frequência entre 1 Hz e 1 MHz. Além disso, de modo a analisar com mais pormenor, evidenciaram-se as impedâncias dos diferentes eléctrodos para uma frequência de 100 Hz, representadas na Tabela 5.4.

Através do gráfico, é novamente possível verificar que a impedância é inversamente proporcional à área do eléctrodo. Além disso, observa-se que o eléctrodo convencional com gel se aproxima do comportamento do eléctrodo produzido de 15 mm. Já o eléctrodo convencional com a pasta aproxima-se da curva do eléctrodo de 7 mm. Por exemplo, pela Tabela 5.4, é possível verificar que a impedância do eléctrodo Ag/AgCl com gel e do de 15 mm correspondem a $(160 \pm 1) \text{ k}\Omega$ e $(173 \pm 17) \text{ k}\Omega$, respetivamente, demonstrando a sua proximidade. No que toca ao eléctrodo Ag/AgCl com a pasta, é verificado um aumento

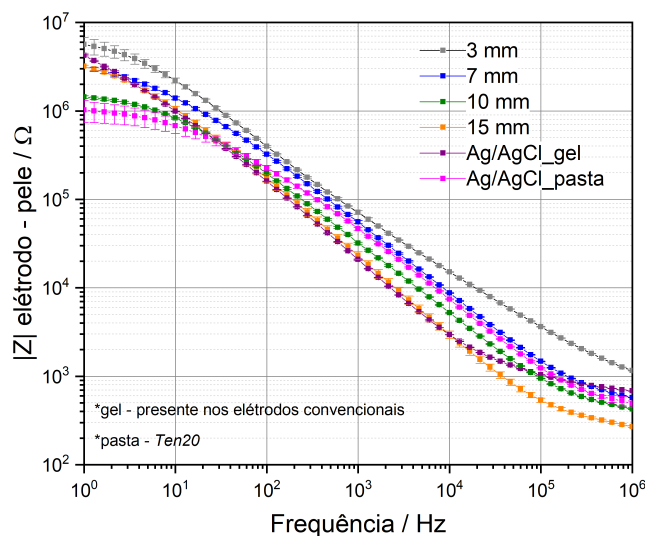


Figura 5.9: Módulo de impedância dos eletrodos húmidos com a pele num intervalo de frequências de 1 Hz a 1 MHz.

Tabela 5.4: Módulo de impedância dos eletrodos húmidos com a pele numa frequência de 100 Hz.

Eléttrodo	Dimenso (mm)	Impedncia a 100 Hz (k Ω)
Cu/Au Húmido	3	397 \pm 9
	7	324 \pm 10
	10	196 \pm 4
	15	173 \pm 17
Ag/AgCl-gel	7	160 \pm 1
Ag/AgCl-pasta	7	228 \pm 14

de aproximadamente 43% da impedncia em relao ao elttrodo de Ag/AgCl com gel. Este pode ser justificado pela diferena do eletrólito, concluindo-se que o gel permite uma reduo de impedncia maior em comparao com a pasta *Ten20*. Relativamente aos elttrodos de 10 mm e 15 mm, apresentam impedncias menores, (196 \pm 4) k Ω e (173 \pm 17) k Ω , respetivamente, em relao ao de Ag/AgCl com pasta. Por fim, conclui-se que os elttrodos húmidos produzidos tm uma resposta eltttrica comparvel  dos convencionais,

uma vez que pertencem à mesma ordem de grandeza.

● **Eléttodos secos**

Em relação aos eléctrodos secos, os resultados estão presentes na Figura 5.10 e as respectivas impedâncias a 100 Hz estão representadas na Tabela 5.5.

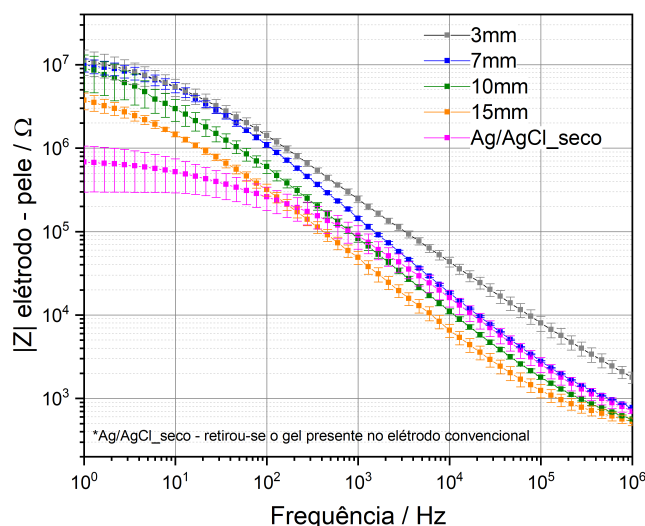


Figura 5.10: Módulo de impedância dos eléctrodos secos com a pele num intervalo de frequências de 1 Hz a 1 MHz.

Tabela 5.5: Módulo de impedância dos eléctrodos secos com a pele numa frequência de 100 Hz.

Eléttrodo	Dimensão (mm)	Impedância a 100 Hz (kΩ)
Cu/Au Seco	3	1414 ± 160
	7	1095 ± 68
	10	601 ± 101
	15	318 ± 52
Ag/AgCl-seco	7	260 ± 81

Através da análise, observa-se novamente uma tendência idêntica, ou seja, a redução da área do eléctrodo implica o aumento da sua impedância. Comparando com o eléctrodo Ag/AgCl seco é de notar que, para frequências superiores a 1 kHz, os eléctrodos de 10 mm

e 15 mm apresentam impedâncias inferiores. Já os elétrodos de 3 mm e 7 mm apresentam impedâncias de (1414 ± 160) k Ω e (1095 ± 68) k Ω , respetivamente, cerca de 5 e 4 vezes superiores ao elétrodo Ag/AgCl. Por outro lado, os elétrodos de 10 mm e 15 mm apresentam impedâncias na mesma ordem de grandeza.

- **Relação entre a impedância dos elétrodos em solução salina e com a pele**

Por outro lado, de modo a relacionar as impedâncias dos elétrodos em solução salina com as impedâncias na pele dos elétrodos húmidos, secos e convencionais, construiu-se a Tabela 5.6.

Tabela 5.6: Impedâncias em solução salina e impedâncias com a pele para os diferentes elétrodos numa frequência de 100 Hz.

Dimensão (mm)	Impedância a 100 Hz					
	(Ω)			(k Ω)		
	Salina	Pele				
	Cu/Au	Cu/Au		Convencional		
		Húmido	Seco	Húmido	Seco	
3	1045 ± 14	397 ± 9	1414 ± 160			
7	290 ± 9	324 ± 10	1095 ± 68	160 ± 1	260 ± 81	
10	115 ± 4	196 ± 4	601 ± 101			
15	96 ± 6	173 ± 17	318 ± 52			

Averigua-se que as impedâncias na pele são 3 ordens de grandezas superiores relativamente às impedâncias obtidas em solução salina. Isto deve-se a fatores fisiológicos como o suor e as várias camadas de gordura subcutânea que atenuam os sinais elétricos que atingem a superfície da pele, acrescentando uma impedância biológica ao circuito. Esta impedância pode variar significativamente dependendo do sujeito e das condições ambientais durante a aquisição de sinal. Por outro lado, é possível verificar, na impedância com a pele, que os elétrodos secos apresentam impedâncias 2 a 4 vezes superiores em comparação aos elétrodos húmidos. Este aumento era expectável, devido ao facto de o contacto elétrodo-pele para os secos ser mais instável e não uniforme. Por fim, comparando com os convencionais, constata-se que todos os elétrodos húmidos produzidos e os elétrodos secos com 10 mm e 15 mm de dimensão apresentam uma impedância elétrodo-pele da mesma ordem de grandeza.

- **Comparação com o estado de arte**

De acordo com o estado de arte presente no Capítulo 3, mais especificamente com recurso à Tabela 3.1 aí apresentada, é possível comparar as características dos elétrodos

secos produzidos com os da bibliografia (Tabela 5.7).

Tabela 5.7: Eléttodos secos flexíveis correspondentes a estudos dos últimos dez anos e ao presente projeto.

Ano	Material condutor	Substrato	Espessura μm	Área ¹ mm^2	Impedância (100 Hz) $\text{k}\Omega$	Ref.
2012	CNT	PDMS	100-300	314-1257	50-250	[63]
2015	Au	PET	~ 60	~ 38	-	[64]
2015	Tinta de NP de Ag	PI	~75	~50	2900-3200	[65]
2016	Pt/Au	Parileno C/ PDMS	~153	~ 0,1	-	[58]
2016	Tinta de Ag/AgCl	Tecido	~7000	79-707	30-300	[66]
2018	Carbono/ NP de Ag	PET	~120	50-201	60-300	[67]
2019	Cu/Au	PDMS	~1132	100	~2000	[23]
2020	Cu/Au	PDMS	~105	40	~1000	[68]
2020	Ti/Au	Parileno C	~19	~ 3	20-80	[69]
2020	rGO	PDMS	~50	~ 79	~200	[70]
2021	Ag	PDMS/ Silicone	~1800	~ 9	37-134	[24]
2021	Cu/Au	PI	80-100	~ 79	-	[71]
Neste Estudo	Cu/Au	Parileno C	~9	7-177	318-1414	

¹Quando esta corresponde a um intervalo significa que o estudo produziu várias dimensões de eléctrodos, sendo que o valor inferior e superior correspondem à área menor e maior dos eléctrodos, respetivamente.

Pela observação da Tabela 5.7, em relação às impedâncias da interface eléctrodo-pele numa frequência de 100 Hz, o resultado obtido nesta dissertação pertence a um intervalo amplo correspondente às diferentes áreas dos eléctrodos estudados. No entanto, em estudos anteriores [65] e [23], cujas áreas dos eléctrodos pertencem ao intervalo da área dos eléctrodos produzidos neste projeto, foram verificadas impedâncias bastantes superiores

às obtidas. Além disso, é possível verificar que no estudo [23] o material condutor utilizado (Cu/Au) foi exatamente o mesmo que o utilizado nesta dissertação, demonstrando assim a possível influência do substrato fino de parileno C na redução da impedância eletrodo-pele. De facto, visualiza-se que os eletrodos deste projeto apresentam espessuras bastante inferiores ($\sim 9 \mu\text{m}$), o que permite um elevado contacto conformacional da interface eletrodo-pele. Por um lado, é vantajoso mas, por outro, devido à reduzida espessura, é requerido um cuidado especial no manuseamento dos eletrodos. Tendo em conta o supramencionado, em trabalhos futuros, poder-se-á estudar o aumento da espessura do substrato, de modo a não influenciar a sua flexibilidade e conformabilidade.

5.2.3.4 Estabilidade dos eletrodos ao longo do tempo

O estudo da impedância em solução salina ao longo do tempo permitiu aferir sobre a estabilidade elétrica dos eletrodos de 7 mm, 10 mm e 15 mm de dimensão e validar a possibilidade de serem reutilizáveis. O gráfico que se segue, presente na Figura 5.11, corresponde às impedâncias dos eletrodos, numa frequência de 100 Hz, avaliadas em três momentos distintos: no início, após 1 mês e após 2 meses. Entre cada mês os eletrodos foram utilizados cerca de 16 vezes na aquisição do sinal sEMG.

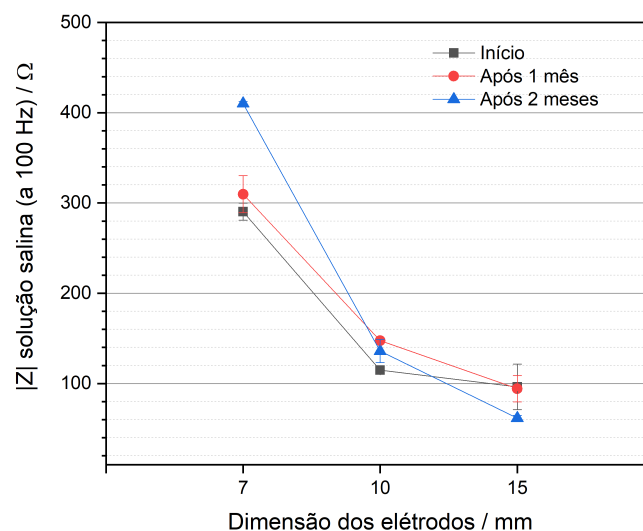


Figura 5.11: Módulo de impedância, numa frequência de 100 Hz, dos eletrodos de 7 mm, 10 mm e 15 mm ao longo de 2 meses. O gráfico da foi construído a partir dos gráficos da Figura 5.8 e das Figuras A.2 e A.3, presentes no Apêndice A, extraindo a impedância correspondente a uma frequência de 100 Hz, no início, após 1 mês e após 2 meses, respetivamente. Esta análise não se realizou para os eletrodos de 3 mm, uma vez que estes foram produzidos numa fase mais final do estudo presente.

Pela análise do gráfico anterior, averigua-se que o eletrodo que sofreu maior alteração foi o de 7 mm, cuja impedância aumentou de $(290 \pm 9) \Omega$ para $(410 \pm 2) \Omega$. Por outro

lado, os elétrodos de 10 mm e 15 mm apresentaram maior estabilidade elétrica. Estas variações de impedância ao longo do tempo podem ser justificadas por alterações da superfície dos elétrodos. É de notar que as medições do primeiro e segundo meses foram realizadas após cerca de 16 aquisições sEMG, ou seja, no total, cada elétrodo foi utilizado aproximadamente 32 vezes ao longo dos dois meses e, por isso, espera-se observar um certo desgaste dos elétrodos.

5.2.4 Caracterização morfológica

5.2.4.1 Microscopia Eletrónica de Varrimento (SEM)

Neste contexto, de modo a observar o estado da superfície dos elétrodos, procedeu-se à análise de SEM em dois momentos distintos: numa fase inicial e após dois meses da utilização dos elétrodos. Pela Figura 5.12, é possível visualizar que a superfície dos elétrodos sofreu alterações. De facto, com o passar do tempo, a probabilidade do aparecimento de fissuras na camada do metal aumenta, devido ao desgaste dos elétrodos após a utilização recorrente dos mesmos. Pela Figura 5.12 b), referente à análise de SEM após 2 meses de utilização dos elétrodos, é possível visualizar a presença de algumas fissuras. Porém, verificou-se que as mesmas não afetaram a qualidade do sinal obtido.

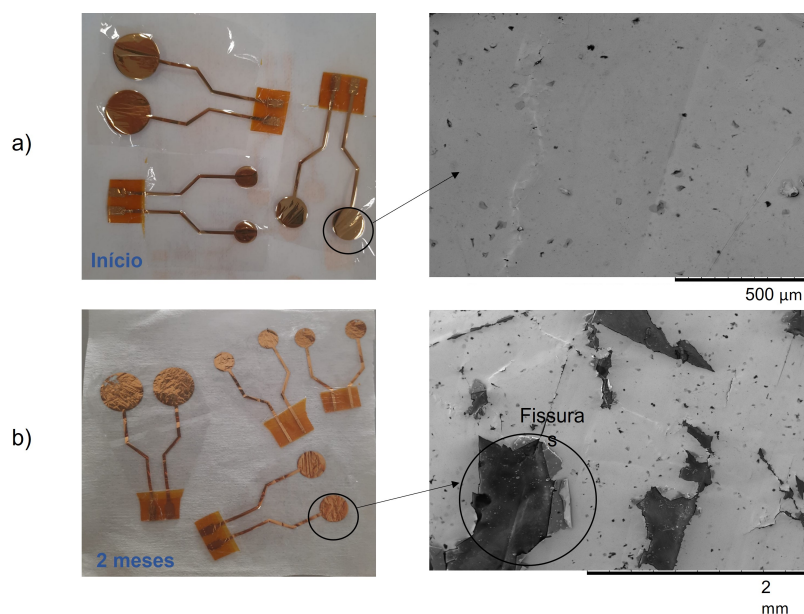


Figura 5.12: Caracterização da superfície dos elétrodos: a) elétrodos numa fase inicial com a respetiva imagem SEM de ampliação $120\times$ e b) elétrodos após dois meses de utilização com a respetiva imagem SEM de ampliação $50\times$.

5.3 Sinal sEMG

Após a caracterização dos eléttodos, nesta secção é realizada uma análise do sinal sEMG, onde se procede à apresentação da montagem utilizada para aquisição do sinal medido com os eléttodos produzidos. Para além disso, são retiradas conclusões acerca da qualidade do sinal comparativamente ao eléttodo convencional.

5.3.1 Recolha do sinal

Na recolha do sinal, teve-se em conta diferentes aspetos, tais como: o sistema de aquisição a utilizar, a ligação dos eléttodos a esse sistema, a adesão dos eléttodos à pele e, ainda, o local de aquisição.

Em primeiro lugar, o sistema de aquisição utilizado foi o BITalino, que tem a vantagem de integrar o *software OpenSignals*, que permitiu a visualização em tempo real dos sinais e a sua gravação. A montagem dos eléttodos com o BITalino está representada na Figura 5.13. A ligação dos eléttodos produzidos com os cabos foi realizada através de uma ficha ZIF. Os cabos utilizados foram os do Kit da placa BITalino, posteriormente cortados e soldados à ZIF. Foi essencial manter os cabos e o seu comprimento de 5 cm, semelhantes ao eléttodo convencional, de modo a normalizar o sinal para posterior comparação. Adicionalmente, o BITalino foi mantido numa posição constante entre as diferentes medições, no antebraço, suportado por dois elásticos.

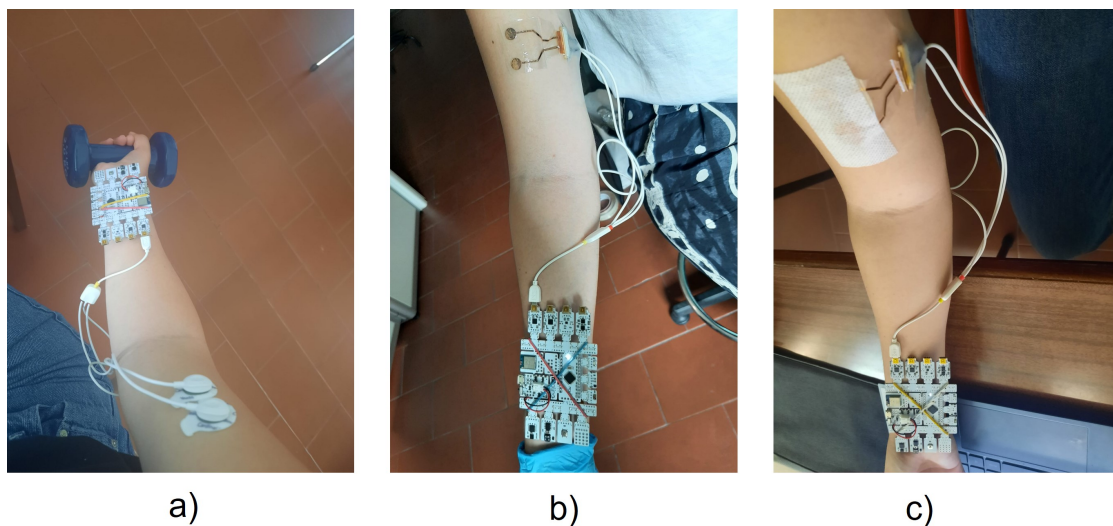


Figura 5.13: Montagem dos eléttodos com o sistema de aquisição: a) eléttodo húmido convencional de Ag/AgCl, b) eléttodo húmido de Cu/Au e c) eléttodo seco de Cu/Au. Para os eléttodos húmidos de Cu/Au a adesão à pele foi realizada apenas com a aplicação da pasta *Ten20*. Por outro lado, com os eléttodos secos de Cu/Au utilizou-se o adesivo MED 5718P para a adesão.

Por outro lado, a adesão dos eléttodos com a pele foi um passo de extrema importância. Os eléttodos húmidos, devido à elevada conformabilidade e a serem ultra-finos, aderiram

à pele apenas com a aplicação da pasta *Ten20*. Por outro lado, com os eléttodos a seco, foi necessário fazer um estudo de adesivos, tendo em consideração um adesivo que não condicionasse a capacidade de reutilização dos eléttodos. Para tal, utilizou-se o adesivo MED 5718P (Avery Dennison Medical, medical.averydennison.com), um adesivo acrílico poroso, o qual possui uma elevada taxa de transmissão de vapor e humidade (MVTR), permitindo que o ar e a humidade passem livremente através dele, o que suporta o desgaste prolongado e reduz a probabilidade de maceração da pele. Paralelamente, é um adesivo elástico sendo, por isso, altamente conformável com a pele e também solúvel em álcool, possibilitando assim a reutilização dos eléttodos. Importa também referir que a posição dos eléttodos húmidos e secos no ventre do bicipíte braquial se manteve constante entre as diferentes aquisições.

Por fim, o local de aquisição foi escolhido de modo a evitar equipamentos ligados e luzes acessas, para reduzir a probabilidade da presença de ruído ambiente no sinal sEMG adquirido.

A Figura 5.14 ilustra o movimento realizado na aquisição do sinal sEMG. O exercício começou numa posição de repouso (membro superior estendido ao longo do corpo), seguido de uma flexão até 90° durante 5 segundos, e posterior extensão até ao repouso. O repouso teve uma duração de 10 segundos e, em seguida, repetiu-se o mesmo processo cinco vezes. O exercício foi executado com um peso de 2 kg, o que permitiu assim normalizar a força exercida na contração.

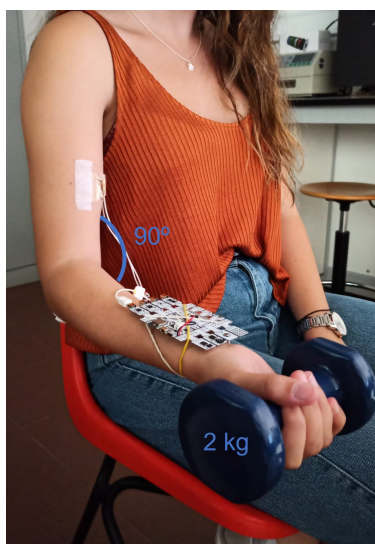


Figura 5.14: Movimento realizado para aquisição do sinal sEMG. O exercício começou numa posição de repouso (membro superior estendido ao longo do corpo) seguido de flexão até 90° e posterior extensão até ao repouso, com auxílio de um peso de 2 kg.

Em seguida é apresentada uma medição sEMG para cada tipo de eléttodo: eléttodo húmido convencional de Ag/AgCl (Figura 5.15), eléttodos húmidos de Cu/Au (Figura 5.16) e, por último, eléttodos secos de Cu/Au (Figura 5.17).

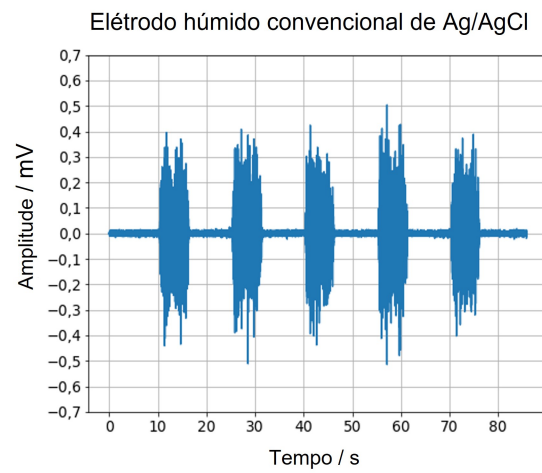


Figura 5.15: Sinal sEMG obtido com o eléctrodo húmido convencional de Ag/AgCl.

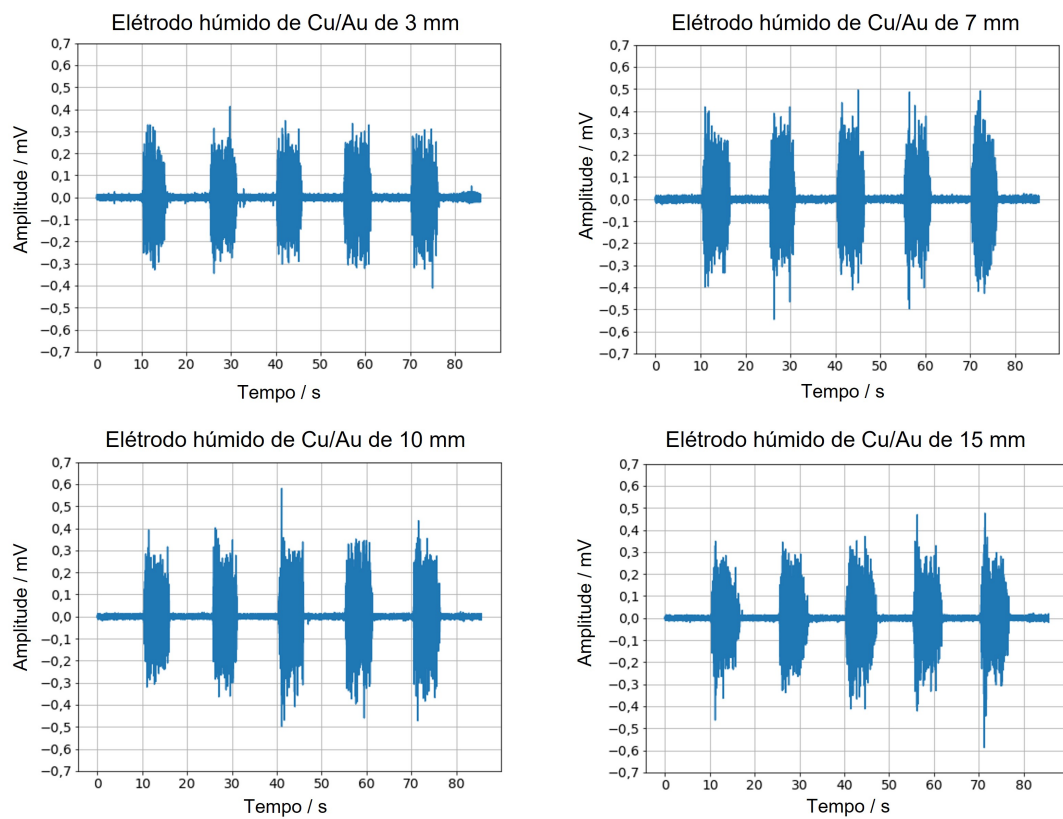


Figura 5.16: Sinais sEMG obtidos com os eléctrodos húmidos de Cu/Au.

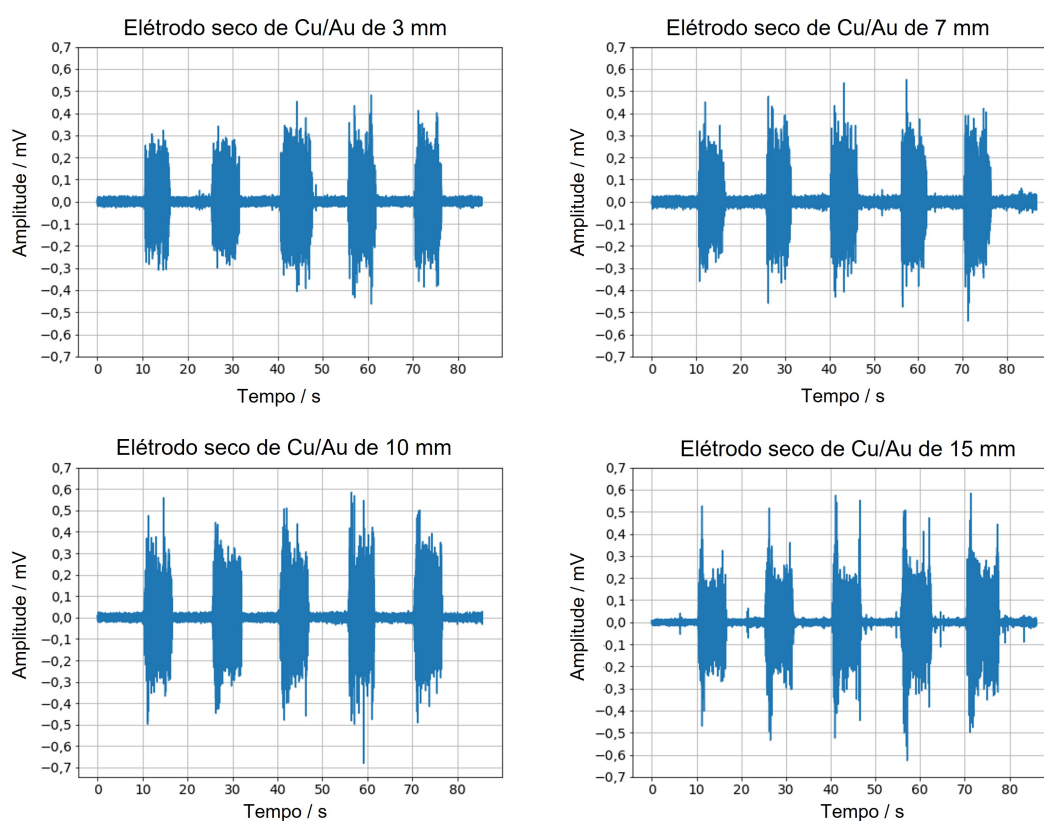


Figura 5.17: Sinais sEMG obtidos com os eléttodos secos de Cu/Au.

Por análise qualitativa, é possível concluir que todos os eléttodos satisfazem o propósito primário da aquisição do sinal EMG, ou seja, a distinção entre as zonas de ativação muscular e as zonas de repouso. Observa-se, também, que existe uma grande semelhança dos eléttodos húmidos produzidos com o eléttodo convencional. Verifica-se ainda que o ruído é maior aquando da utilização de eléttodos secos, demonstrado pelo aumento da amplitude nas zonas de repouso. Relativamente às diferenças de tamanho, não é possível aferir sobre o eléttodo que apresenta melhor qualidade de sinal, sendo necessário, para tal, uma análise quantitativa.

Um aspeto a salientar é que os sinais, para cada eléttodo, foram adquiridos após 15 minutos da sua aplicação no músculo. Este passo foi importante para estabilizar o contacto eléttodo-pele, principalmente na utilização de eléttodos secos. Pela observação da Figura 5.18, constata-se que, numa fase inicial, o sinal é instável e muito ruidoso. No entanto, após 15 minutos, verifica-se uma melhoria significativa na qualidade do sinal, que se mantém por um longo período de tempo. Isto deve-se ao facto de a impedância eléttodo-pele diminuir ao longo do tempo em virtude do aumento da circulação sanguínea superficial que induz a transpiração.

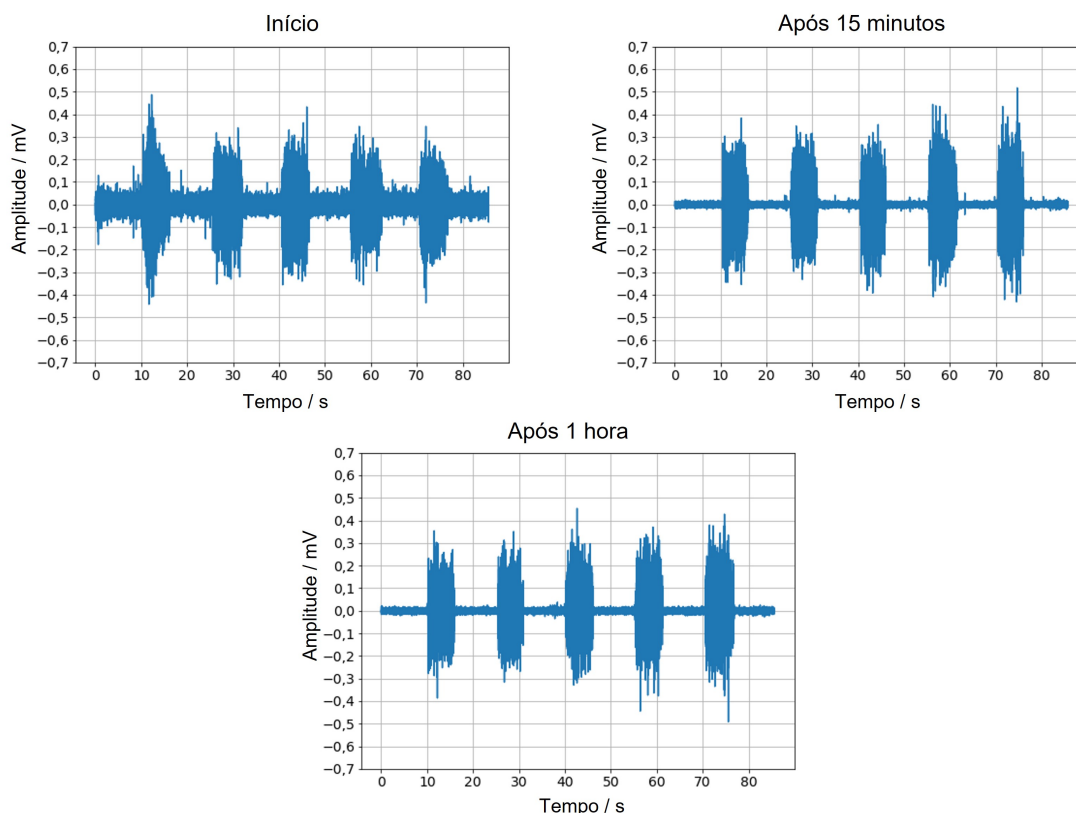


Figura 5.18: Sinal sEMG ao longo do tempo com a utilização de elétrodos secos de Cu/Au: no início, após 15 minutos e após 1 hora, da adesão do elétrodo à pele.

5.3.2 Características do sinal

Em seguida, é feita uma análise dos sinais, recorrendo às características extraídas através da linguagem de programação *Python*, de modo a realizar um estudo comparativo entre as diferentes dimensões de elétrodos produzidos de Cu/Au e o elétrodo convencional de Ag/AgCl.

5.3.2.1 Densidade Espectral de Potência (PSD)

Em primeiro lugar, analisou-se a PSD, que permitiu validar se os elétrodos detetam todas as frequências presentes no exercício executado. Para tal, comparou-se o espectro proveniente do elétrodo convencional com os elétrodos húmidos e secos de Cu/Au produzidos (Figura 5.19).

Numa análise geral, é possível concluir que os espectros dos elétrodos produzidos são bastante semelhantes ao espectro do elétrodo convencional, apresentando densidades máximas numa banda de frequências de 40 a 80 Hz. Por outro lado, observam-se alguns picos isolados nas frequências múltiplas de 50 Hz, os quais poderão ser justificados pela presença de ruído extrínseco causado pela radiação eletromagnética proveniente de fontes de energia de 50 Hz.

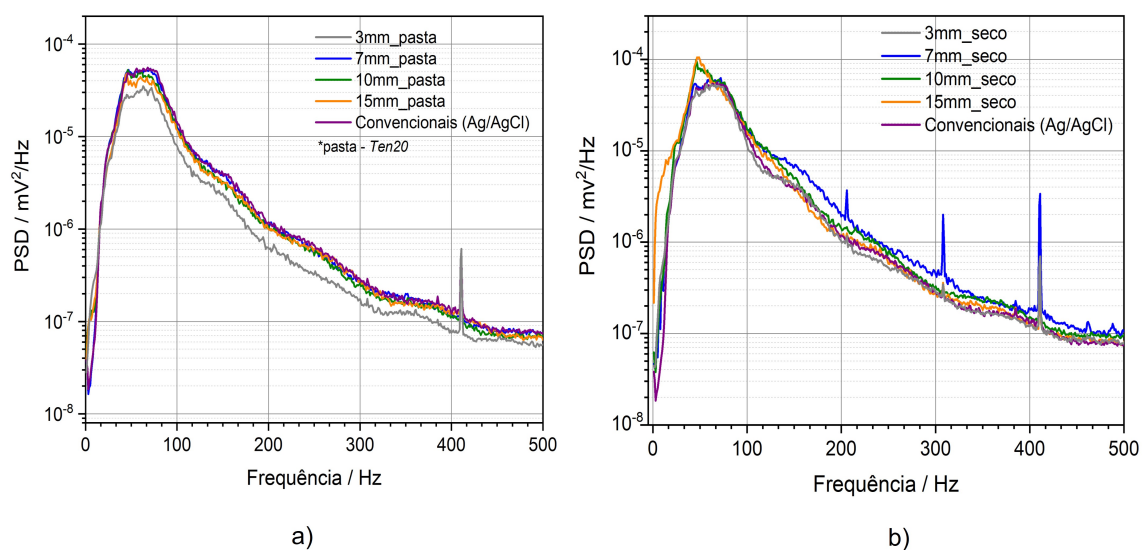


Figura 5.19: PSD dos elétrodos: a) húmidos e b) secos.

Para analisar o comportamento de cada elétrodo, procedeu-se à integração dos espectros, representados na Tabela 5.8. Segundo a análise, o integral do espectro do elétrodo convencional é de $3,30 \times 10^{-3} \text{ mV}^2/\text{Hz}$, que corresponde à mesma ordem de grandeza obtida nos elétrodos húmidos e secos, confirmando assim que estes detetam de forma eficaz a resposta fisiológica.

Tabela 5.8: Integral das curvas dos gráficos de PSD do elétrodo convencional de Ag/AgCl e dos elétrodos húmidos e secos de Cu/Au.

Elétrodo	Dimensão (mm)	Integral da curva (mV^2/Hz)
Convencional	7	$3,30 \times 10^{-3}$
Cu/Au Húmido	3	$1,94 \times 10^{-3}$
	7	$3,23 \times 10^{-3}$
	10	$2,94 \times 10^{-3}$
	15	$2,63 \times 10^{-3}$
Cu/Au Seco	3	$3,10 \times 10^{-3}$
	7	$3,85 \times 10^{-3}$
	10	$4,34 \times 10^{-3}$
	15	$4,24 \times 10^{-3}$

5.3.2.2 Envelope RMS

Em segundo lugar, obtiveram-se os envelopes RMS de cada medição. Cada envelope representado na Figura 5.20 corresponde à média dos envelopes das 11 medições para cada eletrodo.

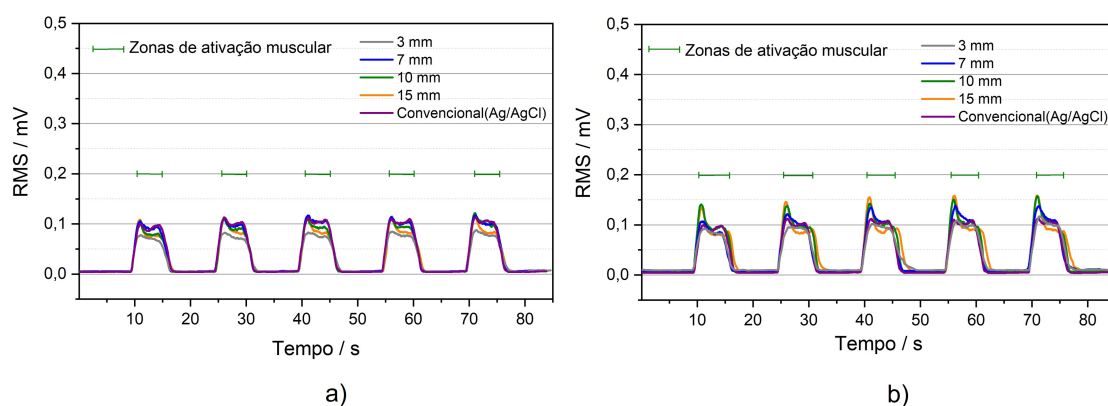


Figura 5.20: Média dos envelopes RMS: a) eletrodos húmidos e b) eletrodos secos.

Pela análise dos envelopes, é notória a distinção entre as zonas de ativação e as zonas de repouso e que as amplitudes de ativação muscular atingem valores de aproximadamente 0,1 mV. De modo a obter informações sobre a possível relação da amplitude com o tamanho dos eletrodos, extraíram-se as amplitudes máximas do envelope RMS e construiu-se a Tabela 5.9.

Tabela 5.9: RMS máximo das zonas de ativação para cada eletrodo.

Eléttrodo	Dimensão (mm)	RMS máximo das zonas de ativação (mV)
Convencional	7	$0,11 \pm 0,01$
Cu/Au Húmido	3	$0,09 \pm 0,01$
	7	$0,12 \pm 0,01$
	10	$0,12 \pm 0,02$
	15	$0,12 \pm 0,01$
Cu/Au Seco	3	$0,12 \pm 0,02$
	7	$0,14 \pm 0,02$
	10	$0,16 \pm 0,02$
	15	$0,16 \pm 0,02$

Pela observação da mesma, constata-se um aumento de aproximadamente 33% da amplitude máxima RMS com o aumento da dimensão do elétrodo de 3 mm para 15 mm. Por exemplo, no caso dos elétrodos secos, observa-se que a amplitude RMS é de $(0,12 \pm 0,02)$ mV para o elétrodo de 3 mm e de $(0,16 \pm 0,02)$ mV para os elétrodos de 15 mm. Para além disso, verifica-se que, à medida que a dimensão do elétrodo aumenta, a amplitude máxima tende a estabilizar, como se pode verificar pelos elétrodos com 10 mm e 15 mm (quer nos elétrodos húmidos como nos elétrodos secos).

5.3.2.3 Ruído

O ruído foi calculado extraíndo a amplitude RMS média das zonas de repouso. Para tal, um dos requisitos durante a aquisição dos sinais foi que o sujeito, durante as zonas de repouso, relaxasse o músculo o mais possível. A Figura 5.21 expressa os resultados dos ruídos obtidos para os elétrodos húmidos e secos, sendo igualmente possível observar o grau de semelhança entre os diferentes elétrodos com recurso ao teste estatístico *t*-Student.

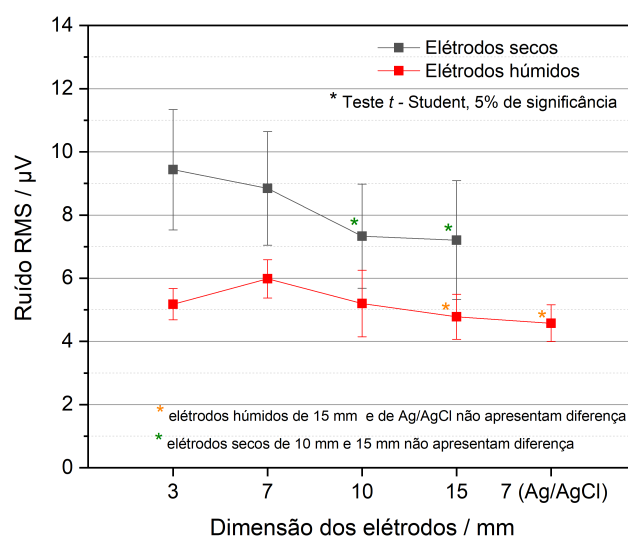


Figura 5.21: Ruído RMS nas zonas de repouso dos elétrodos húmidos e secos. Foi aplicado o teste estatístico *t*-Student, com nível de significância de 5%, entre todos os elétrodos dois a dois. Apenas os elétrodos com asteriscos da mesma cor são considerados não apresentar diferença significativa no ruído obtido.

Analisando a Figura 5.21, verifica-se que os secos apresentam um ruído cerca de 2 vezes superior ao dos húmidos. Os elétrodos húmidos possuem um ruído de $(5,2 \pm 0,5)$ μ V, $(6,0 \pm 0,6)$ μ V, (5 ± 1) μ V e $(4,8 \pm 0,7)$ μ V para as dimensões de 3 mm, 7 mm, 10 mm e 15 mm, respetivamente, e o elétrodo húmido convencional de Ag/AgCl produz um ruído de $(4,6 \pm 0,6)$ μ V. Realizando a análise estatística, observou-se, com um nível de significância de 5%, que o ruído com o elétrodo de 15 mm não apresenta diferença significativa em

relação ao eletrodo convencional. Por outro lado, os restantes apresentam uma redução do ruído cerca de 23% com o aumento da área do eletrodo de 7 mm para 15 mm.

Relativamente aos eletrodos secos, estes apresentam um ruído RMS entre 7 μV e 9 μV e verifica-se uma redução de ruído de aproximadamente 23% com o aumento da área do eletrodo de 3 mm para 15 mm. Confirma-se, assim, que existe uma tendência decrescente de ruído com o aumento do tamanho do eletrodo.

Um aspeto a considerar é que, apesar do máximo relaxamento muscular nas zonas de repouso, a influência do tónus muscular está sempre presente, o que significa que as amplitudes extraídas correspondem ao somatório do ruído com o tónus muscular. Deste modo, mediu-se o ruído dos diferentes eletrodos em solução salina de 0,9% de NaCl (Figura 5.22), os quais constataam uma diminuição do ruído em relação ao gráfico da Figura 5.21. Por exemplo, com o eletrodo convencional de Ag/AgCl, obteve-se uma redução de aproximadamente 26%. Isto era expectável pois, para além de não ser considerado o tónus muscular, também são eliminados os ruídos inerentes à interface eletrodo-pele, ruídos intrínsecos e artefactos de movimento. Ou seja, esta análise refere-se unicamente ao ruído eletrónico de base proveniente dos eletrodos e ao equipamento de medição.

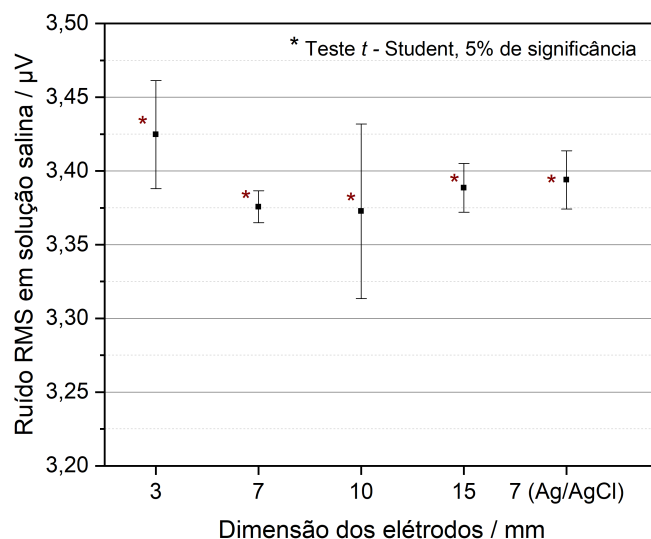


Figura 5.22: Ruído dos eletrodos em solução salina (0,9% de NaCl). Foi aplicado o teste estatístico *t*-Student, com nível de significância de 5%, entre todos os eletrodos dois a dois. Apenas os eletrodos com asteriscos da mesma cor são considerados não apresentar diferença significativa no ruído obtido.

Pela análise da Figura 5.22, obtiveram-se ruídos de $(3,42 \pm 0,04)$ μV , $(3,38 \pm 0,01)$ μV , $(3,37 \pm 0,06)$ μV , $(3,39 \pm 0,02)$ μV e $(3,39 \pm 0,02)$ μV para os eletrodos de 3 mm, 7 mm, 10 mm, 15 mm e convencional, respetivamente. Por análise estatística, é possível aferir, com um nível de significância de 5%, que os eletrodos não apresentam diferença significativa em relação ao convencional, ou seja, os eletrodos comportam-se de forma

igual ao ruído proveniente de fontes elétricas e de interferências com o equipamento. Posto isto, tudo indica que a influência da área do eletrodo no ruído tem origem na impedância da interface eletrodo-pele e em artefactos de movimento.

5.3.2.4 Relação Sinal-Ruído (SNR)

O SNR foi a característica preponderante para concluir sobre a qualidade do sinal e a sua relação com o tamanho dos eletrodos. Os resultados obtidos estão expressos na Figura 5.23 e, na Tabela 5.10, são apresentados os respectivos valores médios de SNR para cada eletrodo. Novamente, procedeu-se à análise estatística *t*-Student, com nível de significância de 5%, de forma a concluir sobre a semelhança dos eletrodos na qualidade do sinal obtido.

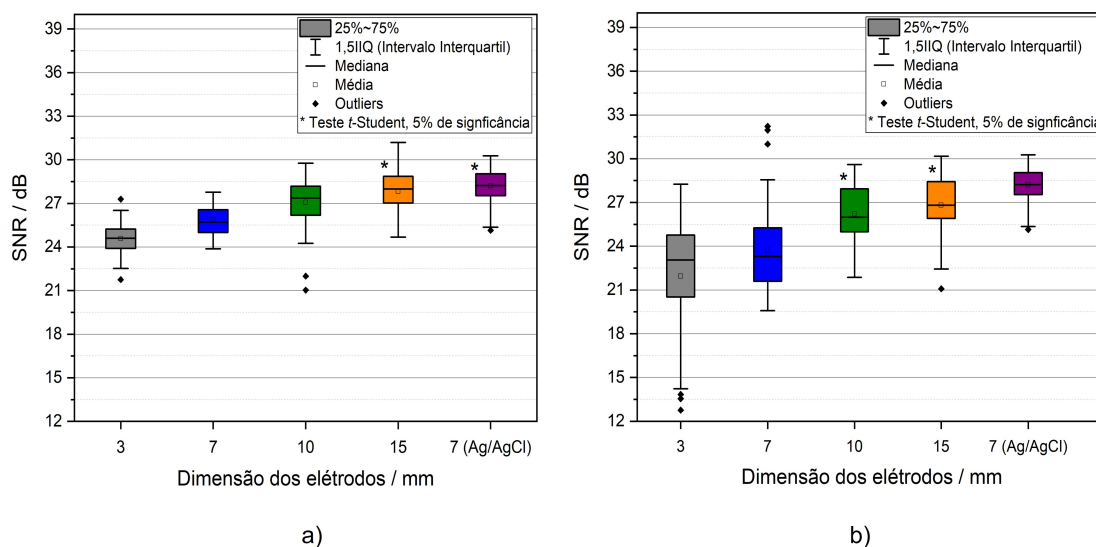


Figura 5.23: Resultados SNR: a) eletrodos húmidos e b) eletrodos secos. Foi aplicado o teste estatístico *t*-Student, com nível de significância de 5%, entre todos os eletrodos dois a dois. Apenas os eletrodos com asteriscos da mesma cor são considerados não apresentar diferença significativa na qualidade de sinal obtida.

Pelo gráfico da Figura 5.23 a) e Tabela 5.10, verifica-se que os eletrodos húmidos de 3 mm, 7 mm, 10 mm e 15 mm apresentam um SNR médio de $(24,6 \pm 1,0)$ dB, $(25,8 \pm 1,0)$ dB, $(27,1 \pm 1,8)$ dB e $(27,8 \pm 1,5)$ dB, respetivamente. Assim, conclui-se que a qualidade do sinal aumenta com o aumento da área do eletrodo. Comparando com o eletrodo convencional, cujo SNR médio é de $(28,2 \pm 1,2)$ dB, apenas o eletrodo de 15 mm não apresenta diferença significativa. Posto isto, conclui-se que o eletrodo húmido de Cu/Au de 15 mm possui uma qualidade de sinal igual à do eletrodo convencional. Pelo contrário, o eletrodo de 3 mm é o que apresenta pior resposta.

Tabela 5.10: Média SNR dos diferentes elétrodos.

Elétrodo	Dimensão (mm)	SNR (dB)
Convencional	7	$28,2 \pm 1,2$
Cu/Au Húmido	3	$24,6 \pm 1,0$
	7	$25,8 \pm 1,0$
	10	$27,1 \pm 1,8$
	15	$27,8 \pm 1,5$
Cu/Au Seco	3	$22,0 \pm 4,1$
	7	$23,9 \pm 2,8$
	10	$26,2 \pm 1,8$
	15	$26,8 \pm 2,0$

Relativamente aos elétrodos secos (Figura 5.23 b) e Tabela 5.10), foram obtidos SNRs médios de $(22,0 \pm 4,1)$ dB, $(23,9 \pm 2,8)$ dB, $(26,2 \pm 1,8)$ dB e $(26,8 \pm 2,0)$ dB para as dimensões de 3 mm, 7 mm, 10 mm e 15 mm, respetivamente. Constata-se, novamente, a tendência crescente da qualidade do sinal com o aumento da área do eletrodo. No entanto, verifica-se uma redução desses valores em relação ao elétrodos húmidos. Por exemplo, o eletrodo húmido de 3 mm apresenta um SNR de $(24,6 \pm 1,0)$ dB, que diminui para $(22,0 \pm 4,1)$ dB a seco. Comparando com o eletrodo convencional, o eletrodo seco de 3 mm demonstra uma redução de aproximadamente 22% na qualidade do sinal. Esta diminuição é significativa e pode estar relacionada com a elevada impedância da interface eletrodo-pele (1414 ± 160 k Ω), discutida no subcapítulo 5.2.3.3. Ainda assim, considerando a análise feita até ao momento, é possível validar a utilização dos elétrodos produzidos a seco. A sua utilização tem a vantagem de não conter gel, evitando assim irritações cutâneas, e de viabilizar uma monitorização a longo prazo.

Neste sentido, apesar de o eletrodo com melhor resposta ser o de 15 mm, para certas aplicações, como medições de alta densidade, ou seja, com a utilização de *arrays* de elétrodos, e para estudar a atividade de músculos pequenos, é essencial o uso de elétrodos de dimensões reduzidas. Assim, os próximos passos foram no sentido de se obter uma qualidade de sinal superior para os elétrodos de 3 mm a seco.

5.4 Eletrodeposição de PEDOT:PSS

Neste contexto, procedeu-se ao revestimento de PEDOT:PSS sobre os elétrodos de Cu/Au de 3 mm de diâmetro. A montagem do processo e a célula produzida estão ilustradas na Figura 5.24. Após um estudo de correntes entre 30 nA e 600 μ A, verificou-se que, para valores inferiores a 300 μ A, não ocorreu a deposição de PEDOT:PSS. Por outro lado, a 300

μA , observou-se tonalidade preta na superfície do eletrodo, logo após 5 segundos. Assim, a corrente aplicada foi de $300 \mu\text{A}$, o tempo definido de 360 s e o potencial obtido de 2,5 V.

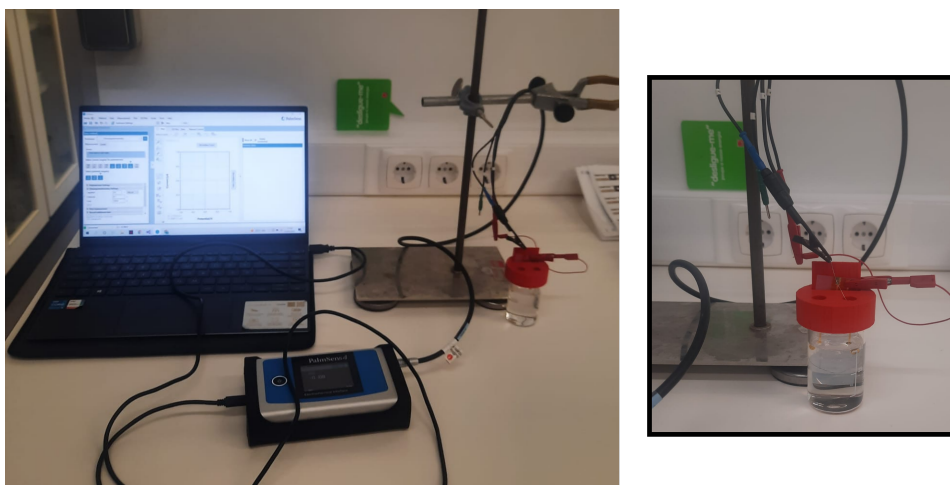


Figura 5.24: Montagem do processo de eletrodeposição e célula eletroquímica produzida.

Com o objetivo de confirmar a presença de PEDOT:PSS após a eletrodeposição, recorreu-se à análise de espectroscopia de Raman (Figura 5.25) e comparou-se com o espectro da bibliografia [76] (ver Figura 4.10 do Capítulo 4). Os picos representam as várias ligações moleculares que vibram a frequências características. Assim, comparando os dois espectros, observou-se que estes ocorrem nos mesmos valores de números de ondas, ou seja, identificaram-se as mesmas ligações moleculares e, como tal, a presença do polímero.

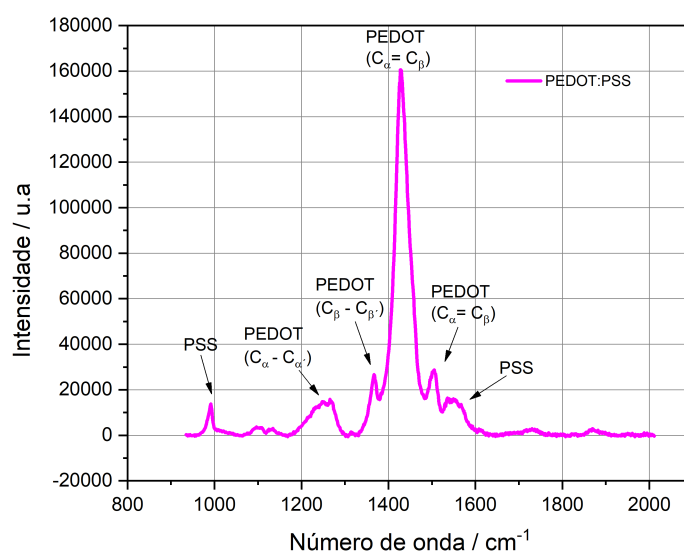


Figura 5.25: Espectro Raman referente ao eletrodo Cu/Au revestido com o polímero PEDOT:PSS.

Para obter a espessura do polímero recorreu-se à imagem SEM, ilustrada na Figura 5.26 e, em seguida, procedeu-se ao processamento no *software ImageJ*. Este consistiu, em primeiro lugar, delimitar a camada de PEDOT:PSS observada na imagem e aplicar o filtro de binarização (Figura 5.27 a)). Em segundo lugar, criou-se uma nova imagem com linhas pretas horizontais (Figura 5.27 b)) e realizou-se uma operação lógica *AND* entre as duas imagens, obtendo-se a interseção das linhas horizontais com a camada em estudo, dando origem a segmentos de retas correspondentes à espessura do polímero (Figura 5.27 c)). Por último, mediram-se os comprimentos dos segmentos de reta, tendo em conta a escala da imagem SEM da Figura 5.26, e calculou-se a média e o respetivo desvio padrão. Deste modo, a espessura de PEDOT:PSS obtida foi de $(5,4 \pm 0,1) \mu\text{m}$.

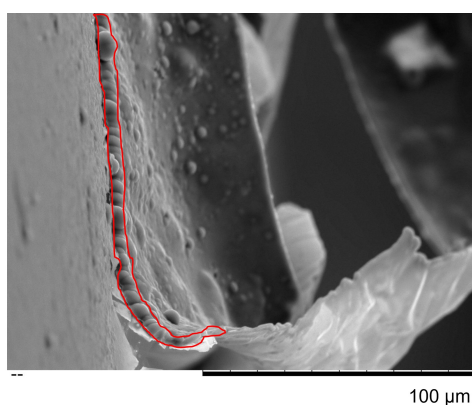


Figura 5.26: Imagem SEM da superfície do eléctrodo com PEDOT:PSS com ampliação de $1000\times$ e respetiva delimitação da camada.

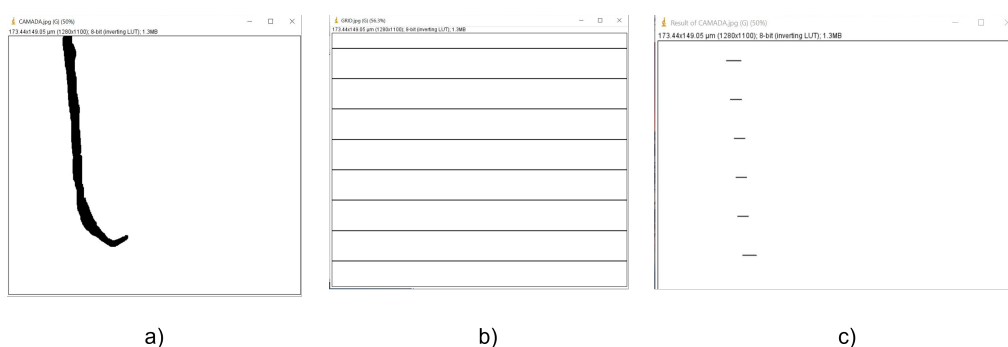


Figura 5.27: Processamento de imagem para a obtenção da espessura da camada de PEDOT:PSS. a) Delimitação da camada e aplicação do filtro de binarização. b) Criação de uma imagem com linhas pretas horizontais. c) Resultado da operação lógica *AND* entre as duas imagens anteriores.

De forma a estudar a possibilidade do PEDOT:PSS reduzir a impedância do dispositivo, mediu-se a impedância dos eléctrodos em solução salina antes e após a eletrodeposição. Os resultados estão presentes na Figura 5.28 e confirmam a diminuição da impedância com a adição de PEDOT:PSS. Por exemplo, para a frequência de 100 Hz, a

impedância diminuiu de $(1045 \pm 14) \Omega$ para $(304 \pm 3) \Omega$. Isto deve-se ao facto do revestimento com PEDOT:PSS ter potencial para melhorar o contacto tecido-material pela pseudocapacitância que este adiciona [74], [79].

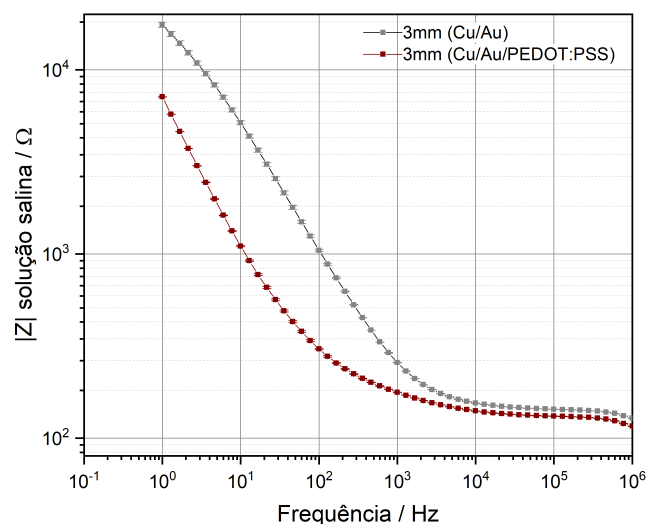


Figura 5.28: Espectro do módulo de impedância em solução salina de 0,9% de NaCl para os elétrodos secos de 3 mm antes e após do revestimento com PEDOT:PSS.

De seguida, procedeu-se à recolha do sinal sEMG e, posteriormente, à extração de características de forma semelhante ao descrito no Capítulo 4 na secção 4.3.

Em baixo é apresentada uma medição do sinal sEMG correspondente a 15 minutos após a aplicação dos elétrodos na pele (Figura 5.29) e o SNR (Figura 5.30) para os elétrodos secos de 3 mm, antes e após da deposição do polímero. O espectro PSD e o envelope RMS encontram-se no Apêndice A.3.

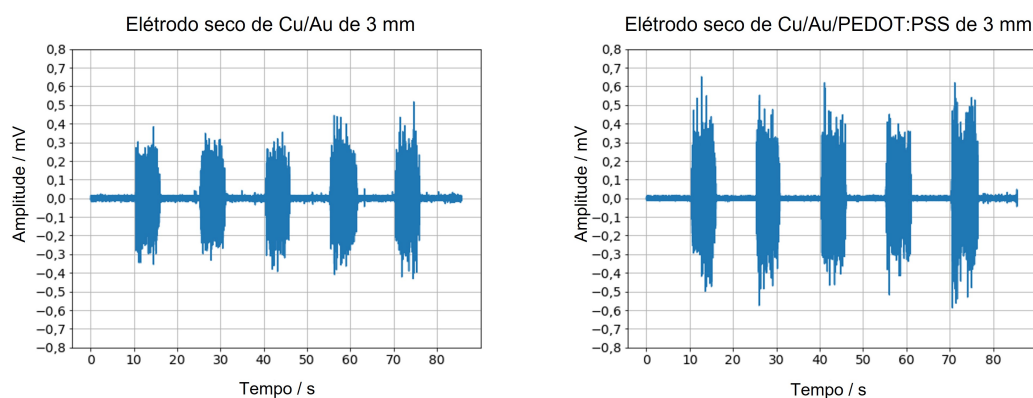


Figura 5.29: Sinal sEMG obtido com o eléttrodo de 3 mm antes e após a adição de PEDOT:PSS.

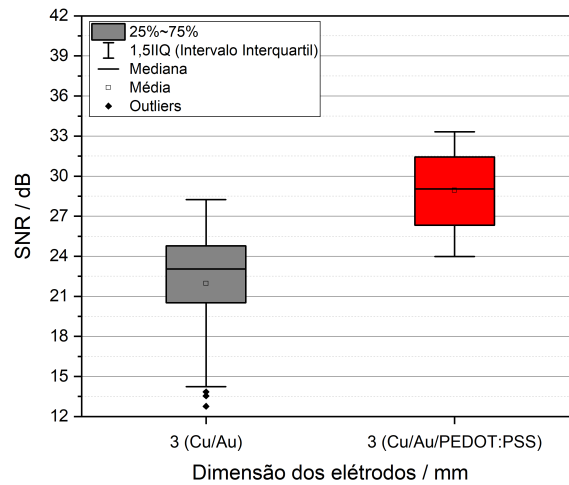


Figura 5.30: Resultados SNR para os eléttodos secos de 3 mm antes e após da deposição de PEDOT:PSS.

Pela análise, mais especificamente, pela visualização do gráfico da Figura 5.30, verifica-se que o SNR do eléttodo seco de 3 mm passou de $(22,0 \pm 4,1)$ dB para $(28,9 \pm 2,7)$ dB, ou seja, a qualidade do sinal com a adição de PEDOT:PSS, teve um aumento de aproximadamente 31%. Por fim, comparando com o eléttodo húmido convencional, cujo SNR obtido foi de $(28,2 \pm 1,2)$ dB, estes resultados revelam com um nível de significância de 5%, não apresentarem diferença significativa na qualidade do sinal. Assim, é validada a possibilidade de se produzir eléttodos mais reduzidos, sem por em causa a qualidade do sinal, pela adição de PEDOT:PSS.

5.5 Eletrocardiograma (ECG)

Adicionalmente, foi realizado um estudo preliminar no sentido de averiguar a capacidade de os eléttodos produzidos medirem outro tipo de sinal, nomeadamente o ECG. Para tal, procedeu-se à aquisição da atividade elétrica do coração, no mesmo sujeito, com o BITalino a uma taxa de amostragem de 100 Hz durante 60 segundos, as quais se encontram evidenciadas nos gráficos da Figura 5.31. Constata-se que as características típicas do ECG (complexo QRS, onda P e onda T) são visíveis. O complexo QRS ocorre quando os ventrículos despolarizam enquanto que as ondas P e T ocorrem antes e após o complexo, respetivamente.

Relativamente ao eléttodo húmido convencional, o pico R atinge uma amplitude próxima de 0,2 mV que é comparável com ao eléttodo de 3 mm de Cu/Au/PEDOT:PSS e com o eléttodo seco de 10 mm de Cu/Au. Para o eléttodo de 7 mm a seco de Cu/Au observou-se que a amplitude do pico sofreu uma redução aproximadamente de 50%. De modo geral, é possível validar qualitativamente a utilização dos eléttodos produzidos na

medição do ECG. No entanto, em estudos futuros, dever-se-á realizar um estudo mais detalhado deste sinal.

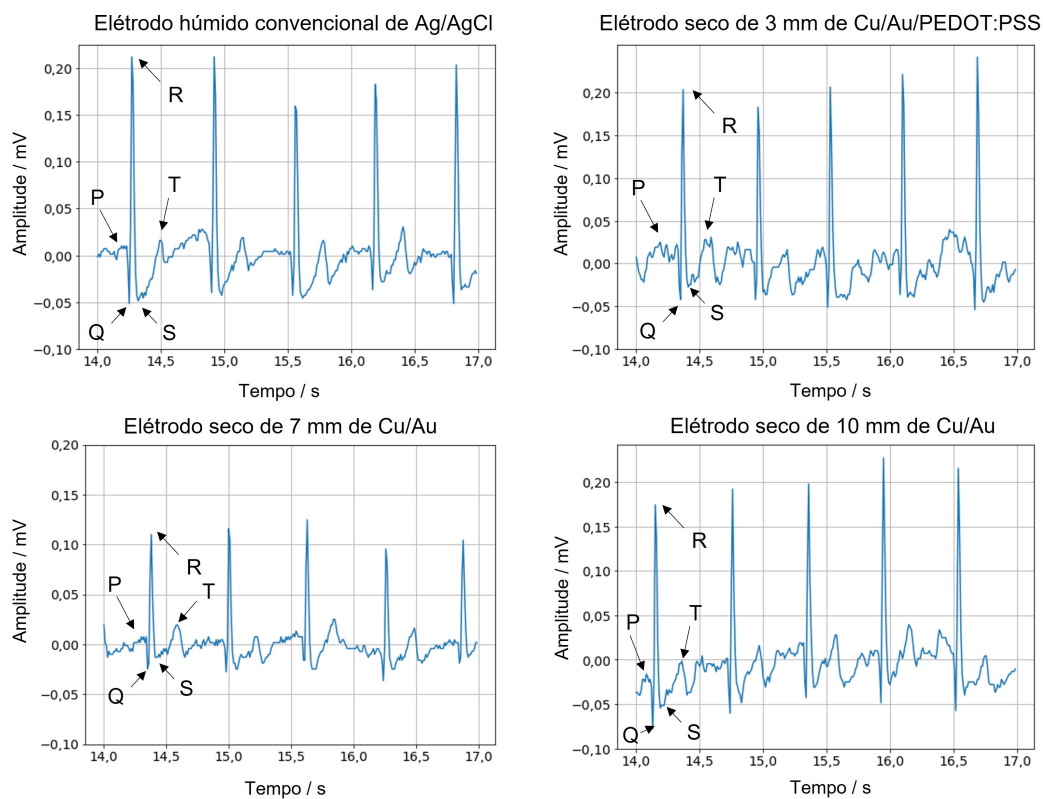


Figura 5.31: Janela de três segundos do sinal ECG para diferentes eléctrodos: convencional, 3 mm de Cu/Au/PEDOT:PSS e, 7 mm e 10 mm de Cu/Au.

CONCLUSÕES E PERSPETIVAS FUTURAS

O principal objetivo deste trabalho consistia na projeção de elétrodos em substratos flexíveis e conformáveis de parileno C, procedendo à sua validação através da comparação com os elétrodos convencionais de Ag/AgCl. Além disso, pretendia-se obter elétrodos reutilizáveis, que oferecessem o máximo de conforto, elevado contacto conformacional da interface eletrodo-pele e máxima qualidade de sinal.

Neste sentido, através de técnicas de microfabricação de filme fino, foram fabricados elétrodos de diferentes diâmetros (3, 7, 10 e 15 mm) de Cu/Au em substratos conformáveis de parileno C. O design escolhido teve por base as recomendações do projeto SENIAM, sendo produzidos elétrodos bipolares circulares distanciados de 20 mm. A transferência do design para o substrato foi realizada através de máscaras mecânicas, o que permitiu um processo de fabricação mais rápido e menos dispendioso do que seria pelo recurso ao processo de fotolitografia.

Em suma, os objetivos deste projeto foram cumpridos, obtendo-se elétrodos biocompatíveis com espessuras aproximadamente de 9 μm que permitiram que estes fossem altamente conformáveis com a pele. Além disso, demonstraram a capacidade de serem reutilizáveis, sendo que foram utilizados pelo menos 32 vezes na medição do sinal sEMG.

Relativamente à influência da dimensão dos elétrodos, quer a análise da impedância em salina como a da pele, concluíram que o aumento da área do eletrodo implicou a redução da impedância e, conseqüentemente, o aumento da qualidade do sinal. No entanto, averiguou-se que as impedâncias dos elétrodos com a pele foram 3 ordens de grandezas superiores relativamente às impedâncias em salina, devido à natureza complexa da interface eletrodo-pele que acrescenta uma impedância biológica ao circuito.

Por outro lado, a presença ou ausência de gel teve influência nos resultados, obtendo-se impedâncias 2 a 4 vezes superiores nos elétrodos a secos em relação aos húmidos. Na qualidade do sinal o mesmo foi observado, sendo que o ruído RMS da linha de base nos elétrodos secos foi cerca de 2 vezes superior aos húmidos. Ainda assim, foi possível a distinção clara das zonas de ativação muscular e de repouso.

Comparando com o eletrodo convencional, todos os elétrodos húmidos produzidos e os secos de 10 mm e 15 mm apresentaram impedâncias com a pele na mesma ordem de

grandeza. Em relação à qualidade de sinal obtida, os elétrodos de 15 mm apresentaram a melhor resposta com um SNR de $(27,8 \pm 1,5)$ dB a húmido e de $(26,8 \pm 2,0)$ dB a seco. Pela análise estatística, o eletrodo húmido de 15 mm foi considerado apresentar uma qualidade de sinal igual ao eletrodo convencional. Pelo contrário, o eletrodo de 3 mm a seco foi o que apresentou pior resposta, com uma redução do SNR de aproximadamente 22% em relação ao convencional, podendo estar relacionado com a elevada impedância da interface eletrodo-pele obtida, (1414 ± 160) k Ω a 100 Hz.

A otimização dos elétrodos secos de Cu/Au de 3 mm, através do revestimento com PEDOT:PSS, permitiu reduzir a impedância eletrodo-pele, obtendo-se um aumento de 31% na qualidade do sinal, ou seja, o SNR final foi de $(28,9 \pm 2,7)$ dB, o qual, estatisticamente, não apresentou diferença significativa em relação ao eletrodo convencional. Assim, estes elétrodos revelaram ser os mais promissores, podendo ser utilizados para uma monitorização de músculos de pequenas dimensões, sem a utilização de gel e com elevado contacto conformacional da interface eletrodo-pele.

Face ao que se precede, no que diz respeito a perspetivas futuras, poder-se-á reduzir ainda mais as dimensões dos elétrodos de Cu/Au, revestindo-os com PEDOT:PSS. Adicionalmente, seria interessante fabricar matrizes e vetores de elétrodos para aplicações onde se pretende, por exemplo, analisar a velocidade de condução do sinal elétrico. Um aspeto fulcral na continuação deste projeto, seria proceder à análise do sinal sEMG numa amostra populacional maior e diversificada. Além disso, seria fundamental analisar o comportamento destes elétrodos numa medição a longo prazo e otimizar o aumento de espessura do substrato de parileno, de forma a melhorar o manuseamento dos elétrodos sem por em causa a sua flexibilidade. Ainda seria importante averiguar o número máximo de utilizações dos elétrodos, sem perderem a sua funcionalidade.

Por outro lado, um estudo mais aprofundado na medição de outro tipo de sinal, como o ECG ou EDA, seria também interessante para demonstrar a versatilidade dos elétrodos produzidos para a aquisição de diferentes sinais. Outro aspeto a ter em consideração em trabalhos futuros é a ligação dos elétrodos ao sistema de aquisição, pois apesar de se ter obtido elétrodos ultra-conformáveis e flexíveis, a configuração de aquisição oferece limitações para uma monitorização a longo prazo. Isto deve-se ao facto de a configuração ser realizada por cabos e o BITalino ser ainda relativamente grande, proporcionando algum desconforto ao paciente a longo prazo. A placa BITalino contém um conjunto de sensores integrados que podem ser isolados da placa. Assim, uma forma de melhorar a configuração seria utilizar apenas a parte do sensor sEMG. Outra solução mais desafiante, seria integrar o circuito do sensor sEMG na membrana de elétrodos e estudar a possibilidade da comunicação ser realizada sem fios.

BIBLIOGRAFIA

- [1] M. Usman, M. Kamal e M. Tariq, “Improved and Secured Electromyography in the Internet of Health Things”, *IEEE Journal of Biomedical and Health Informatics*, vol. 26, n.º 5, pp. 2032–2040, 2022. DOI: 10.1109/JBHI.2021.3118810 (ver pp. 1, 8).
- [2] J. C. Yang, J. Mun, S. Y. Kwon, S. Park, Z. Bao e S. Park, “Electronic Skin: Recent Progress and Future Prospects for Skin-Attachable Devices for Health Monitoring, Robotics, and Prosthetics”, *Advanced Materials*, vol. 31, n.º 48, p. 1904765, 2019. DOI: 10.1002/adma.201904765 (ver p. 1).
- [3] X. Zeng, Y. Dong e X. Wang, “Flexible Electrode by Hydrographic Printing for Surface Electromyography Monitoring”, *Materials*, vol. 13, n.º 10, p. 2339, 2020. DOI: 10.3390/ma13102339 (ver p. 1).
- [4] S. Wilson e R. M. Laing, “Wearable Technology: Present and Future”, em *91st World Conference of The Textile Institute*, 2018 (ver p. 1).
- [5] G. Acar, O. Ozturk, A. J. Golparvar, T. A. Elboshra, K. Böhringer e M. K. Yapici, “Wearable and Flexible Textile Electrodes for Biopotential Signal Monitoring: A review”, *Electronics*, vol. 8, n.º 5, p. 479, 2019. DOI: 10.3390/electronics8050479 (ver pp. 1, 23).
- [6] P. Tallgren, S. Vanhatalo, K. Kaila e J. Voipio, “Evaluation of commercially available electrodes and gels for recording of slow EEG potentials”, *Clinical Neurophysiology*, vol. 116, n.º 4, pp. 799–806, 2005. DOI: 10.1016/j.clinph.2004.10.001 (ver pp. 1, 23).
- [7] Y. Xiao, M. Wang, Y. Li et al., “High-Adhesive Flexible Electrodes and Their Manufacture: A Review”, *Micromachines*, vol. 12, n.º 12, p. 1505, 2021. DOI: 10.3390/mi12121505 (ver pp. 1, 23).
- [8] J.-W. Lee e K.-S. Yun, “ECG Monitoring Garment Using Conductive Carbon Paste for Reduced Motion Artifacts”, *Polymers*, vol. 9, n.º 9, p. 439, 2017. DOI: 10.3390/polym9090439 (ver p. 1).

- [9] F. J. Romero, E. Castillo, A. Rivadeneyra et al., “Inexpensive and flexible nanographene-based electrodes for ubiquitous electrocardiogram monitoring”, *npj Flexible Electronics*, vol. 3, n.º 1, p. 12, 2019. DOI: 10.1038/s41528-019-0056-2 (ver p. 1).
- [10] D. C., W. Li, J. D., M. S. e Y.-C. Tai, “Flexible Circuit Technologies for Biomedical Applications”, em *Advances in Micro/Nano Electromechanical Systems and Fabrication Technologies*, May, InTech, 2013. DOI: 10.5772/55308 (ver pp. 2, 12–14).
- [11] M. Lin, Q. Chen, Z. Wang et al., “Flexible Polymer Device Based on Parylene-C with Memory and Temperature Sensing Functionalities”, *Polymers*, vol. 9, n.º 12, p. 310, 2017. DOI: 10.3390/polym9080310 (ver pp. 2, 13).
- [12] J. Maeng, C. Meng e P. P. Irazoqui, “Wafer-scale integrated micro-supercapacitors on an ultrathin and highly flexible biomedical platform”, *Biomedical Microdevices*, vol. 17, n.º 1, p. 7, 2015. DOI: 10.1007/s10544-015-9930-4 (ver pp. 2, 13).
- [13] A. C. Gytho e J. E. Hall, *Medical Physiology*, 11 th, ELSEVIER, ed., ISBN: 0721602401 (ver pp. 5, 6).
- [14] C. A. Matos, *Contração Muscular*. URL: <https://www.coladaweb.com/biologia/corpo-humano/contracao-muscular> (accedido em 05/05/2022) (ver p. 5).
- [15] C. Berlin e C. Adams, *Production Ergonomics: Designing Work Systems to Support*. 2017, p. 296, ISBN: 9781911529125 (ver p. 6).
- [16] S. Pham e Y. Puckett, *Physiology, Skeletal Muscle Contraction*. Treasure Island: StatPearls. URL: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/books/NBK430685/> (ver p. 6).
- [17] M. B. I. Reaz, M. S. Hussain e F. Mohd-Yasin, “Techniques of EMG signal analysis: detection, processing, classification and applications”, *Biological Procedures Online*, vol. 8, n.º 1, pp. 11–35, 2006. DOI: 10.1251/bpo115 (ver p. 7).
- [18] H. Tankisi, D. Burke, L. Cui et al., “Standards of instrumentation of EMG”, *Clinical Neurophysiology*, vol. 131, n.º 1, pp. 243–258, 2020. DOI: 10.1016/j.clinph.2019.07.025 (ver pp. 7–9).
- [19] M. Zhu, H. Wang, S. Li et al., “Flexible Electrodes for In Vivo and In Vitro Electrophysiological Signal Recording”, *Advanced Healthcare Materials*, vol. 10, n.º 17, p. 2100646, 2021. DOI: 10.1002/adhm.202100646 (ver p. 7).
- [20] A. Searle e L. Kirkup, “A direct comparison of wet, dry and insulating bioelectric recording electrodes”, *Physiological Measurement*, vol. 21, n.º 2, pp. 271–283, 2000. DOI: 10.1088/0967-3334/21/2/307 (ver pp. 7, 23).
- [21] R. Merletti e H. Hermes, “Electromyography: Physiology, Engineering, and Non-Invasive Applications”, em *System*, R. Merletti e P. Parker, eds., Netherlands, cap. 5, pp. 107–131, ISBN: 0471675806 (ver p. 8).

- [22] N. Nazmi, M. Abdul Rahman, S.-I. Yamamoto, S. Ahmad, H. Zamzuri e S. Mazlan, “A Review of Classification Techniques of EMG Signals during Isotonic and Isometric Contractions”, *Sensors*, vol. 16, n.º 8, p. 1304, 2016. DOI: 10.3390/s16081304 (ver p. 8).
- [23] P. Fayyaz Shahandashti, H. Pourkheyrollah, A. Jahanshahi e H. Ghafoorifard, “Highly conformable stretchable dry electrodes based on inexpensive flex substrate for long-term biopotential (EMG/ECG) monitoring”, *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 295, pp. 678–686, 2019. DOI: 10.1016/j.sna.2019.06.041 (ver pp. 8, 24, 54, 55).
- [24] Y. Jiang, L. Liu, L. Chen et al., “Flexible and Stretchable Dry Active Electrodes With PDMS and Silver Flakes for Bio-Potentials Sensing Systems”, *IEEE Sensors Journal*, vol. 21, n.º 10, pp. 12 255–12 268, 2021. DOI: 10.1109/JSEN.2021.3061949 (ver pp. 8, 23, 24, 54).
- [25] J. Feng, H. Chang, H. Jeong e J. Kim, “Design of a Flexible High-Density Surface Electromyography Sensor”, em *2020 42nd Annual International Conference of the IEEE Engineering in Medicine Biology Society (EMBC)*, IEEE, 2020, pp. 4130–4133. DOI: 10.1109/EMBC44109.2020.9175484 (ver p. 8).
- [26] E. McAdams, “Biomedical Electrodes For Biopotential Monitoring and Electrostimulation”, em 2011, pp. 31–124. DOI: 10.1007/978-1-4419-6597-4_3 (ver pp. 9–11, 23).
- [27] C. C. Oliveira, J. Machado da Silva, I. G. Trindade e F. Martins, “Characterization of the electrode-skin impedance of textile electrodes”, em *Design of Circuits and Integrated Systems*, IEEE, 2014, pp. 1–6. DOI: 10.1109/DCIS.2014.7035526 (ver p. 9).
- [28] G. Li, S. Wang e Y. Y. Duan, “Towards conductive-gel-free electrodes: Understanding the wet electrode, semi-dry electrode and dry electrode-skin interface impedance using electrochemical impedance spectroscopy fitting”, *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 277, n.º August, pp. 250–260, 2018. DOI: 10.1016/j.snb.2018.08.155 (ver pp. 9, 10).
- [29] L. Beckmann, C. Neuhaus, G. Medrano et al., “Characterization of textile electrodes and conductors using standardized measurement setups”, *Physiological Measurement*, vol. 31, n.º 2, pp. 233–247, 2010. DOI: 10.1088/0967-3334/31/2/009 (ver p. 10).
- [30] S. Wang, J. Yan, C. Zhu, J. Yao, Q. Liu e X. Yang, “A Low Contact Impedance Medical Flexible Electrode Based on a Pyramid Array Micro-Structure”, *Micromachines*, vol. 11, n.º 1, p. 57, 2020. DOI: 10.3390/mi11010057 (ver pp. 10, 11).
- [31] PLUX - Wireless Biosignals, *BITalino (r)evolution*. URL: <https://bitalino.com/products/board-kit-bt> (acedido em 12/02/2022) (ver p. 12).

- [32] M. Golda-Cepa, K. Engvall, M. Hakkarainen e A. Kotarba, “Recent progress on parylene C polymer for biomedical applications: A review”, *Progress in Organic Coatings*, vol. 140, n.º November 2019, p. 105 493, 2020. DOI: 10. 1016/ j . porgcoat . 2019 . 105493 (ver pp. 12, 14, 23).
- [33] H.-s. Noh, K.-s. Moon, A. Cannon, P. J. Hesketh e C. P. Wong, “Wafer bonding using microwave heating of parylene intermediate layers”, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 14, n.º 4, pp. 625–631, 2004. DOI: 10 . 1088/0960- 1317/14 /4/025 (ver p. 13).
- [34] S. C. System, “PDS 2010 LABCOTER™ 2 Parylene Deposition System Operator ’ s Manual”, 2010 (ver p. 14).
- [35] B. Navinšek, P. Panjan e I. Milošev, “PVD coatings as an environmentally clean alternative to electroplating and electroless processes”, *Surface and Coatings Technology*, vol. 116-119, pp. 476–487, 1999. DOI: 10. 1016/S0257- 8972(99)00145-0 (ver p. 15).
- [36] P. A. Savale, “Physical Vapor Deposition (PVD) Methods for Synthesis of Thin Films: A Comparative Study”, em *Scholars Research Library Archives of Applied Science Research*, 5, vol. 8, 2016, pp. 1–8. URL: <http://scholarsresearchlibrary.com/archive.html> (ver p. 15).
- [37] A. de Leon e R. C. Advincula, “Conducting Polymers with Superhydrophobic Effects as Anticorrosion Coating”, em *Intelligent Coatings for Corrosion Control*, Elsevier, 2015, pp. 409–430. DOI: 10 . 1016/B978-0- 12- 411467- 8 . 00011- 8 (ver p. 15).
- [38] F. Laermer, S. Franssila, L. Sainiemi e K. Kolari, “Deep Reactive Ion Etching”, em *Handbook of Silicon Based MEMS Materials and Technologies*, Elsevier, 2010, pp. 349–374. DOI: 10. 1016/B978-0-8155- 1594-4 . 00023- 1 (ver p. 16).
- [39] C. References, S.-d. C. F. Systems, M. C. Method et al., “Reynolds Number”, em *Encyclopedia of Microfluidics and Nanofluidics*, Boston, MA: Springer US, 2008, pp. 1790–1790. DOI: 10 . 1007/978-0-387-48998-8_1358 (ver p. 16).
- [40] F. Zhu, C. Wang, X. Zhang, X. Zhao e H. Zhang, “A three-step model of black silicon formation in Deep Reactive Ion Etching process”, em *2015 28th IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS)*, vol. 2015-Febru, IEEE, 2015, pp. 365–368. DOI: 10 . 1109/MEMSYS . 2015 . 7050965 (ver p. 16).
- [41] M. Abd Mutalib, M. Rahman, M. Othman, A. Ismail e J. Jaafar, “Chapter 9 - Scanning Electron Microscopy (SEM) and Energy-Dispersive X-Ray (EDX) Spectroscopy”, em *Membrane Characterization*, N. Hilal, A. F. Ismail, T. Matsuura e D. Oatley-Radcliffe, eds., Elsevier, 2017, pp. 161–179. DOI: <https://doi.org/10.1016/B978-0-444-63776-5.00009-7> (ver p. 17).

- [42] O. P. Choudhary e P. Ka, “Scanning Electron Microscope: Advantages and Disadvantages in Imaging Components”, *International Journal of Current Microbiology and Applied Sciences*, vol. 6, n.º 5, pp. 1877–1882, 2017. DOI: 10.20546/i.jcmas.2017.605.207 (ver p. 17).
- [43] M. G. Lagally, “5. Diffraction Techniques”, em *Methods in Experimental Physics*, C, R. L. Park e M. Lagally G., eds., 2ª ed., vol. 22, California, 1985, cap. 12, pp. 237–298. DOI: 10.1016/S0076-695X(08)60319-1 (ver p. 17).
- [44] H. Stanjek e W. Häusler, “Basics of X-ray Diffraction”, *Hyperfine Interactions*, vol. 154, n.º 1-4, pp. 107–119, 2004. DOI: 10.1023/B:HYPE.0000032028.60546.38 (ver p. 17).
- [45] K. J. I. Ember, M. A. Hoeve, S. L. McAughtrie et al., “Raman spectroscopy and regenerative medicine: a review”, *npj Regenerative Medicine*, vol. 2, n.º 1, p. 12, 2017. DOI: 10.1038/s41536-017-0014-3 (ver pp. 17, 18).
- [46] M. Naftaly, S. Das, J. Gallop et al., “Sheet Resistance Measurements of Conductive Thin Films: A Comparison of Techniques”, *Electronics*, vol. 10, n.º 8, p. 960, 2021. DOI: 10.3390/electronics10080960 (ver p. 18).
- [47] L. Duarte, “Fabrico de Antenas de Radiofrequência em membranas de Parileno-C para dispositivos wearable”, Mestrado, Universidade Nova de Lisboa, 2019, p. 57. URL: <http://hdl.handle.net/10362/89840> (ver pp. 19, 34).
- [48] M. C. H. McKubre e D. D. Macdonald, “Measuring Techniques and Data Analysis”, em *Impedance Spectroscopy*, Wiley, abr. de 2005, pp. 129–204. DOI: 10.1002/0471716243.ch3 (ver p. 20).
- [49] A. Y. Karatayev, L. E. Burlakova, T. D. Miller e M. F. Perrelli, “Reconstructing historical range and population size of an endangered mollusc: long-term decline of *Popenaias popeii* in the Rio Grande, Texas”, *Hydrobiologia*, vol. 810, n.º 1, pp. 333–349, 2018. DOI: 10.1007/s10750-015-2551-3 (ver pp. 21, 22).
- [50] N. V. Thakor, “Biopotentials and Electrophysiology Measurement”, em *Measurement, Instrumentation, and Sensors Handbook*, CRC Press, 2017, pp. 64–1–64–18. DOI: 10.1201/b15664-64 (ver p. 22).
- [51] Y. M. Chi, T.-P. Jung e G. Cauwenberghs, “Dry-Contact and Noncontact Biopotential Electrodes: Methodological Review”, *IEEE Reviews in Biomedical Engineering*, vol. 3, pp. 106–119, 2010. DOI: 10.1109/RBME.2010.2084078 (ver p. 23).
- [52] D. Farina, L. Arendt-Nielsen, R. Merletti, B. Indino e T. Graven-Nielsen, “Selectivity of spatial filters for surface EMG detection from the tibialis anterior muscle”, *IEEE Transactions on Biomedical Engineering*, vol. 50, n.º 3, pp. 354–364, 2003. DOI: 10.1109/TBME.2003.808830 (ver p. 23).

- [53] J.-Y. Baek, J.-H. An, J.-M. Choi, K.-S. Park e S.-H. Lee, “Flexible polymeric dry electrodes for the long-term monitoring of ECG”, *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 143, n.º 2, pp. 423–429, 2008. DOI: 10.1016/j.sna.2007.11.019 (ver p. 23).
- [54] B. W. An, J. H. Shin, S.-Y. Kim et al., “Smart Sensor Systems for Wearable Electronic Devices”, *Polymers*, vol. 9, n.º 12, p. 303, 2017. DOI: 10.3390/polym9080303 (ver p. 23).
- [55] Y. Khan, A. Thielens, S. Muin, J. Ting, C. Baumbauer e A. C. Arias, “A New Frontier of Printed Electronics: Flexible Hybrid Electronics”, *Advanced Materials*, vol. 32, n.º 15, pp. 1–29, 2020. DOI: 10.1002/adma.201905279 (ver p. 23).
- [56] J. Jean, A. Wang e V. Bulović, “In situ vapor-deposited parylene substrates for ultrathin, lightweight organic solar cells”, *Organic Electronics*, vol. 31, pp. 120–126, 2016. DOI: 10.1016/j.orgel.2016.01.022 (ver p. 23).
- [57] M. F. El-Chami, J. Mayotte, M. Bonner, R. Holbrook, K. Stromberg e M. R. Sohail, “Reduced bacterial adhesion with parylene coating: Potential implications for Micra transcatheter pacemakers”, *Journal of Cardiovascular Electrophysiology*, vol. 31, n.º 3, pp. 712–717, 2020. DOI: 10.1111/jce.14362 (ver p. 24).
- [58] J. Jeong, N. Chou e S. Kim, “Long-term characterization of neural electrodes based on parylene-caulked polydimethylsiloxane substrate”, *Biomedical Microdevices*, vol. 18, n.º 3, p. 42, 2016. DOI: 10.1007/s10544-016-0065-z (ver pp. 24, 54).
- [59] T. Kaiju, K. Doi, M. Yokota et al., “High spatiotemporal resolution ECoG recording of somatosensory evoked potentials with flexible micro-electrode arrays”, *Frontiers in Neural Circuits*, vol. 11, pp. 1–13, 2017. DOI: 10.3389/fncir.2017.00020 (ver p. 24).
- [60] T. Matsuo, K. Kawasaki, T. Osada et al., “Intrasulcal Electrocorticography in Macaque Monkeys with Minimally Invasive Neurosurgical Protocols”, *Frontiers in Systems Neuroscience*, vol. 5, n.º MAY 2011, pp. 1–9, 2011. DOI: 10.3389/fnsys.2011.00034 (ver p. 24).
- [61] H. Toda, T. Suzuki, H. Sawahata, K. Majima, Y. Kamitani e I. Hasegawa, “Simultaneous recording of ECoG and intracortical neuronal activity using a flexible multi-channel electrode-mesh in visual cortex”, *NeuroImage*, vol. 54, n.º 1, pp. 203–212, 2011. DOI: 10.1016/j.neuroimage.2010.08.003 (ver p. 24).
- [62] N. De La Oliva, M. Mueller, T. Stieglitz, X. Navarro e J. Del Valle, “On the use of Parylene C polymer as substrate for peripheral nerve electrodes”, *Scientific Reports*, vol. 8, n.º 1, pp. 1–12, 2018. DOI: 10.1038/s41598-018-24502-z (ver p. 24).
- [63] Ha-Chul Jung, Jin-Hee Moon, Dong-Hyun Baek et al., “CNT/PDMS Composite Flexible Dry Electrodes for Long-Term ECG Monitoring”, *IEEE Transactions on Biomedical Engineering*, vol. 59, n.º 5, pp. 1472–1479, 2012. DOI: 10.1109/TBME.2012.2190288 (ver pp. 24, 54).

- [64] S. Yang, Y.-C. Chen, L. Nicolini et al., ““Cut-and-Paste” Manufacture of Multiparametric Epidermal Sensor Systems”, *Advanced Materials*, vol. 27, n.º 41, pp. 6423–6430, 2015. DOI: 10.1002/adma.201502386 (ver pp. 24, 54).
- [65] R. Scalisi, M. Paleari, A. Favetto et al., “Inkjet printed flexible electrodes for surface electromyography”, *Organic Electronics*, vol. 18, pp. 89–94, 2015. DOI: 10.1016/j.orgel.2014.12.017 (ver pp. 24, 54).
- [66] M. A. Yokus e J. S. Jur, “Fabric-Based Wearable Dry Electrodes for Body Surface Biopotential Recording”, *IEEE Transactions on Biomedical Engineering*, vol. 63, n.º 2, pp. 423–430, 2016. DOI: 10.1109/TBME.2015.2462312 (ver pp. 24, 54).
- [67] A. A. Chlaihawi, B. B. Narakathu, S. Emamian, B. J. Bazuin e M. Z. Atashbar, “Development of printed and flexible dry ECG electrodes”, *Sensing and Bio-Sensing Research*, vol. 20, n.º March, pp. 9–15, 2018. DOI: 10.1016/j.sbsr.2018.05.001 (ver pp. 24, 25, 54).
- [68] P. F. Shahandashti, H. Pourkheyrollah e A. Jahanshahi, “Performance of PDMS-Based Inexpensive Stretchable Dry Electrodes in Long-Term sEMG Monitoring”, *2020 28th Iranian Conference on Electrical Engineering, ICEE 2020*, pp. 2020–2023, 2020. DOI: 10.1109/ICEE50131.2020.9261003 (ver pp. 24, 25, 54).
- [69] B. B. Murphy, P. J. Mulcahey, N. Driscoll et al., “A Gel-Free Ti₃C₂T_x-Based Electrode Array for High-Density, High-Resolution Surface Electromyography”, *Advanced Materials Technologies*, vol. 5, n.º 8, p. 2000325, 2020. DOI: 10.1002/admt.202000325 (ver pp. 24, 26, 54).
- [70] Z. Li, W. Guo, Y. Huang, K. Zhu, H. Yi e H. Wu, “On-skin graphene electrodes for large area electrophysiological monitoring and human-machine interfaces”, *Carbon*, vol. 164, pp. 164–170, 2020. DOI: 10.1016/j.carbon.2020.03.058 (ver pp. 24, 26, 54).
- [71] S. H. Yeon, T. Shu, H. Song et al., “Acquisition of Surface EMG Using Flexible and Low-Profile Electrodes for Lower Extremity Neuroprosthetic Control”, *IEEE Transactions on Medical Robotics and Bionics*, vol. 3, n.º 3, pp. 563–572, 2021. DOI: 10.1109/TMRB.2021.3098952 (ver pp. 24, 25, 54).
- [72] S. Cha, I. Kim, E. Lee, E. Jang e G. Cho, “AgNW Treated PU Nanofiber/PDMS Composites as Wearable Strain Sensors for Joint Flexion Monitoring”, *Fibers and Polymers*, vol. 21, n.º 11, pp. 2479–2484, 2020. DOI: 10.1007/s12221-020-0018-2 (ver p. 26).
- [73] D. A. Koutsouras, L. V. Lingstedt, K. Lieberth et al., “Probing the Impedance of a Biological Tissue with PEDOT:PSS-Coated Metal Electrodes: Effect of Electrode Size on Sensing Efficiency”, *Advanced Healthcare Materials*, vol. 8, n.º 23, p. 1901215, 2019. DOI: 10.1002/adhm.201901215 (ver p. 26).

- [74] D. C. Martin e G. G. Malliaras, "Interfacing Electronic and Ionic Charge Transport in Bioelectronics", *ChemElectroChem*, vol. 3, n.º 5, pp. 686–688, 2016. DOI: 10.1002/ce1c.201500555 (ver pp. 26, 70).
- [75] E. Meng, P.-Y. Li e Y.-C. Tai, "Plasma removal of Parylene C", *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 18, n.º 4, p. 045 004, 2008. DOI: 10.1088/0960-1317/18/4/045004 (ver p. 32).
- [76] Sheng Hsiung Chang, Chien-Hung Chiang, Feng-Sheng Kao, Chuen-Lin Tien e Chun-Guey Wu, "Unraveling the Enhanced Electrical Conductivity of PEDOT:PSS Thin Films for ITO-Free Organic Photovoltaics", *IEEE Photonics Journal*, vol. 6, n.º 4, pp. 1–7, 2014. DOI: 10.1109/JPHOT.2014.2331254 (ver pp. 35, 68).
- [77] H. T. Kim, C.-D. Kim, S.-Y. Lee e Y.-S. Sohn, "Effects of Annealing Temperature on Parylene-C Films Formed by Chemical Vapor Condensation Method", *Molecular Crystals and Liquid Crystals*, vol. 618, n.º 1, pp. 139–145, 2015. DOI: 10.1080/15421406.2015.1076330 (ver p. 48).
- [78] C. Birch e J. Landers, "Electrode Materials in Microfluidic Systems for the Processing and Separation of DNA: A Mini Review", *Micromachines*, vol. 8, n.º 3, p. 76, mar. de 2017. DOI: 10.3390/mi8030076 (ver p. 49).
- [79] R. A. Green, N. H. Lovell, G. G. Wallace e L. A. Poole-Warren, "Conducting polymers for neural interfaces: Challenges in developing an effective long-term implant", *Biomaterials*, vol. 29, n.º 24-25, pp. 3393–3399, 2008. DOI: 10.1016/j.biomaterials.2008.04.047 (ver p. 70).

A.1 Máscaras

Numa fase inicial, foram produzidos vários esboços de design dos elétrodos no *software Adobe Illustrator CC 2015*. Todos os desenhos tiveram em conta as recomendações do SENIAM, ou seja, a distância entre os elétrodos foi mantida a 20 mm, sendo estes de forma circular.

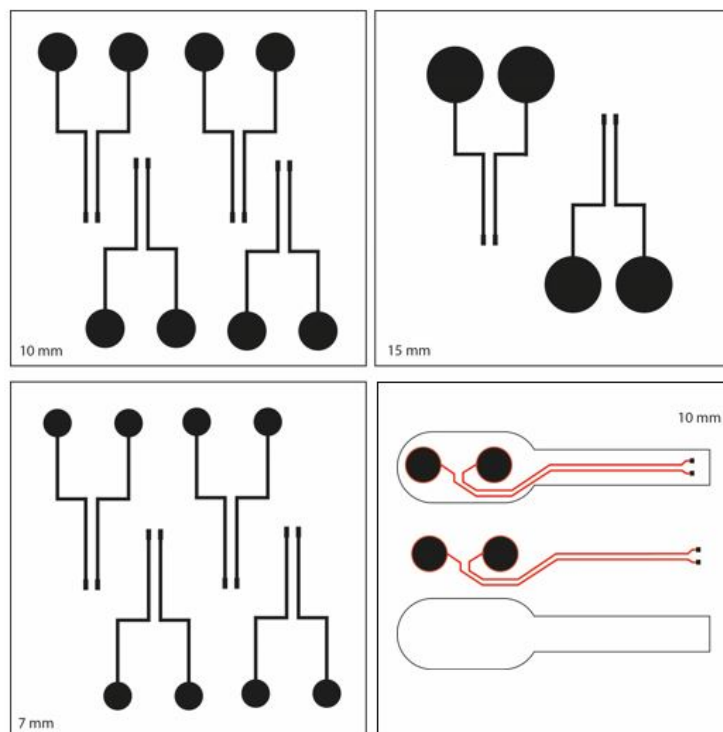


Figura A.1: Desenhos de máscaras no *software Adobe Illustrator CC 2015*.

A.2 Impedância dos eletrodos produzidos em solução salina

Os gráficos representados a seguir foram utilizados para construir o gráfico da Figura 5.11, extraindo o valor do módulo de impedância a uma frequência de 100 Hz.

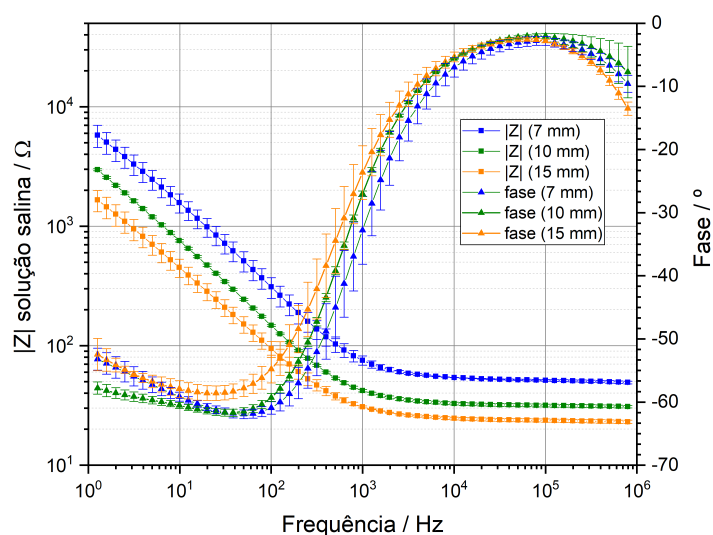


Figura A.2: Espectro do módulo de impedância e da respectiva fase dos eletrodos em solução salina de 0,9 % de NaCl, após 1 mês.

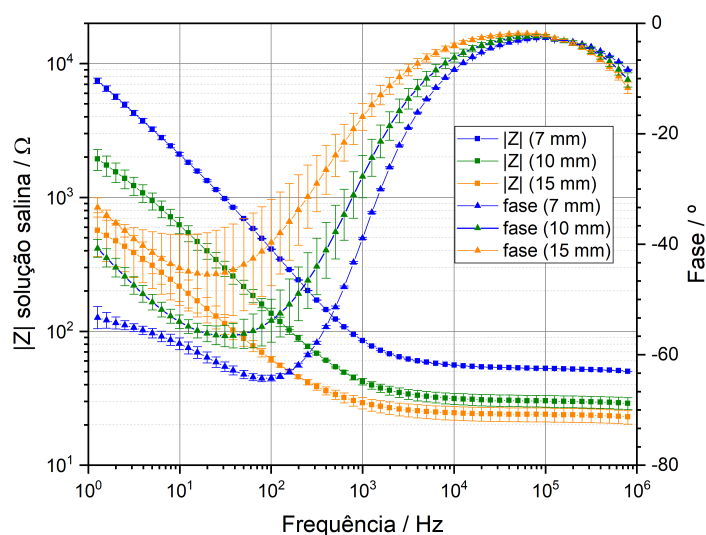


Figura A.3: Espectro do módulo de impedância e da respectiva fase dos eletrodos em solução salina de 0,9 % de NaCl, após 2 meses.

A.3 Eletrodeposição de PEDOT:PSS

As características do sinal sEMG obtidas para o elétrodo de 3 mm antes e após a deposição de PEDOT:PSS estão representadas nos seguintes gráficos.

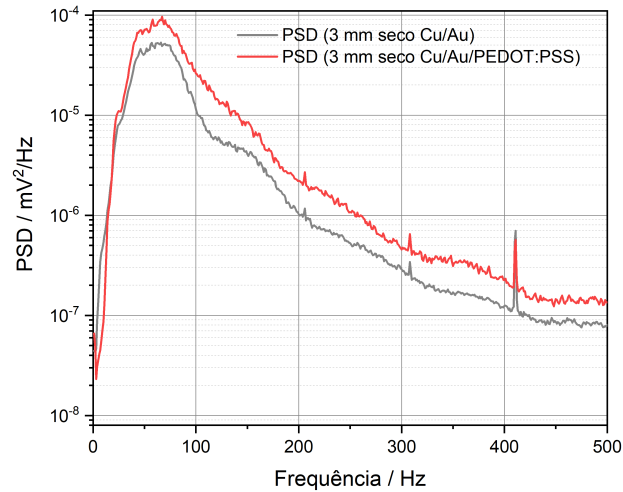


Figura A.4: PSD dos elétrodos secos de 3 mm antes e após da deposição de PEDOT:PSS.

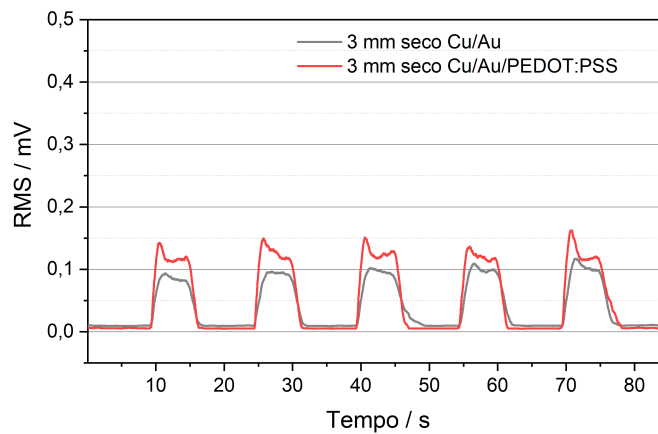


Figura A.5: Média dos envelopes RMS para os elétrodos secos de 3 mm antes e após da deposição de PEDOT:PSS.

