



中华人民共和国国家标准

GB/T 30447—2013

纳米薄膜接触角测量方法

Measurement method for contact angle of nano-film surface

2013-12-31 发布

2014-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

纳米薄膜接触角测量方法

GB/T 30447—2013

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.gbl68.cn

服务热线: 400-168-0010

010-68522006

2014年3月第一版

*

书号: 155066 · 1-48418

版权专有 侵权必究

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国科学院提出。

本标准由全国纳米技术标准化技术委员会(SAC/TC 279)归口。

本标准主要起草单位:中国建筑材料科学研究总院、中国建材检验认证集团股份有限公司、宣城晶瑞新材料有限公司、北京中科赛纳(玻璃)技术有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人:庞世红、张继军、韩松、戴石锋、徐进、张珩、张庆华、王润梅、王立闯、张平、张丛丛。

纳米薄膜接触角测量方法

1 范围

本标准规定了纳米薄膜接触角测量中涉及的术语、原理、试验设备、环境、样品制备、分析步骤、结果计算和试验报告等。

本标准适用于衬底为表面平整的纳米薄膜涂层。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 19619 纳米材料术语

GB/T 24368—2009 玻璃表面疏水污物检测 接触角测量法

YY/T 0282 注射针

3 术语和定义

GB/T 19619 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

接触角 **contact angle**

气、液、固三相交界处的气-液界面和固-液界面切线之间的夹角。符号记为 θ ,单位为度($^{\circ}$)。

3.2

座滴法 **sessile drop method**

利用探测液滴测量待测表面液滴形状而计算出接触角的方法。

3.3

静态接触角 **static contact angle**

液滴体积不变的座滴法在指定时间测量的接触角。符号记为 θ_{sta} ,单位为度($^{\circ}$)。

3.4

前进接触角 **advancing contact angle**

在液固界面取代气固界面过程中形成的不随液滴体积增大而变化的接触角。符号记为 θ_{adv} ,单位为度($^{\circ}$)。

4 测量原理

如图 1 所示,将液体滴在固体表面上,在固-液-气三相交界处作气-液界面的切线,此切线与固液交界线之间的夹角就是接触角。对于给定的体系,接触角大小取决于三相界面(液/气、固/气和液/固)间的相互作用。

根据测量状态的不同,接触角分为静态接触角和动态接触角。静态接触角反映了液体对固体的浸润程度;前进接触角是动态接触角的一种,它不仅反映液体对固体的浸润,还反映了材料的表面粗糙度等信息。

静态接触角具有时间效应,即不同接触时间测量的接触角不同,因此测量接触角时要选择液滴和待测表面接触一定时间后的接触角作为静态接触角,对于水滴,一般选择接触时间为 60 s;前进接触角避免了静态接触角的时间效应。

目前应用最广泛的接触角测量方法是外形图像分析法,即将液滴滴于固体样品表面,通过显微镜或相机获得液滴的外形图像,然后运用特定的数学模型(如液滴可视为球、椭球或圆锥的一部分),通过特定的参数(如宽、高)拟合计算出接触角。

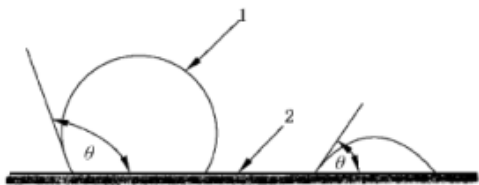


图 1 接触角示意图

5 试验设备和测试用水

5.1 接触角测量仪:测定范围 $0^{\circ} \sim 180^{\circ}$,测试分辨率 0.1° ,测定精度 $\pm 1^{\circ}$ 。

5.2 超声波清洗器。

5.3 注射器:满足 YY/T 0282 要求,针头直径为 0.5 mm 和 0.9 mm。

5.4 测试用水:满足 GB/T 6682—2008 要求的三级水。

6 试验环境

实验室温度为 $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$,相对湿度为 $(50 \pm 10)\%$ 。

7 样品制备

在样品或材料上选取平整的部分,切成 $(50 \text{ mm} \pm 2 \text{ mm}) \times (50 \text{ mm} \pm 2 \text{ mm})$ 的方形样品,数量为 3 个。在切割样品时应防止油等有机物污染样品表面。

用丙酮或中性洗涤剂清洗样品后,放入装满去离子水的超声波清洗器中继续清洗,5 min 后取出样品,然后自然干燥 10 h 以上。

8 试验步骤和结果计算

8.1 静态接触角的测量

8.1.1 当采用带有量角刻度的显微镜测量静态接触角时,按 GB/T 24368—2009 第 4 章中方法 a 规定的方法进行。

8.1.2 当采用能够自动测量接触角的设备时,按照以下步骤测量:

- a) 检查聚焦。选取与待测样品厚度相同的试样,在其表面中央滴一体积大约为 4 μL 的去离子水滴,调节摄像系统,使针头、水滴轮廓在接触角测量仪中的成像清楚。
- b) 将样品待测表面向上放置在接触角测量仪的试验台上,调整样品台高度,使水滴体积约 4 μL (水滴流速约 0.5 $\mu\text{L/s}$) 时能够和待测样品表面接触而脱离针头(针头直径为 0.9 mm),并在样品表面形成座滴,用接触角测定仪将座滴的形成以及座滴的铺展以不小于 2 帧/s 的速度拍摄成照片,座滴的铺展时间为 180 s。
- c) 接触角计算

方法一:在照片中找出接触时间为 55 s~65 s 范围内的 5 张照片,用球形算法计算其接触角,分别记为 θ_{11} 、 θ_{12} 、 θ_{13} 、 θ_{14} 、 θ_{15} 。取上述接触角的平均值作为样品的静态接触角,见式(1):

$$\theta_{\text{sta},1} = (\theta_{11} + \theta_{12} + \theta_{13} + \theta_{14} + \theta_{15}) / 5 \quad \cdots \cdots (1)$$

式(1)中,计算结果按 GB/T 8170 取小数点后两位有效数字。接触角不能用球形方法计算时,可以协商采用非球形方法计算。

方法二:用球形算法计算 180 s 内所有座滴照片的接触角,并绘制接触角-时间曲线,如图 2 所示,从曲线中计算出接触时间为 60 s 的接触角作为样品的接触角 $\theta_{\text{sta},1}$ 。

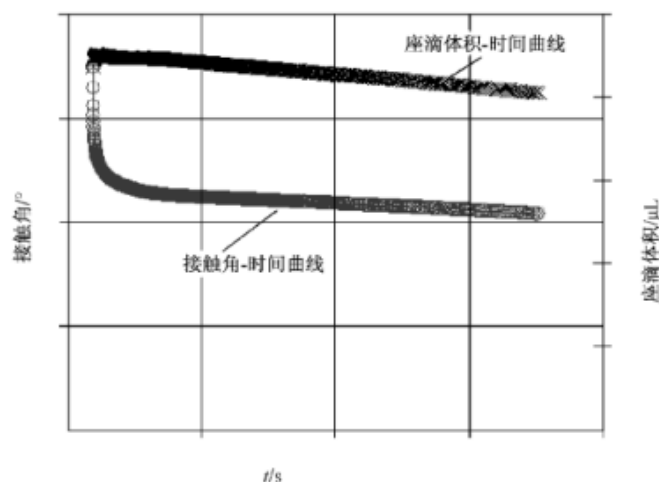


图 2 静态接触角随时间变化曲线示意图

8.1.3 按 8.1.2 步骤,分别测量另外两个样品的接触角 $\theta_{\text{sta},2}$ 、 $\theta_{\text{sta},3}$ 。用式(2)计算出样品的接触角:

$$\theta_{\text{sta}} = (\theta_{\text{sta},1} + \theta_{\text{sta},2} + \theta_{\text{sta},3}) / 3 \quad \cdots \cdots (2)$$

式(2)中,计算结果按 GB/T 8170 取小数点后两位有效数字。

8.2 前进接触角的测量

8.2.1 调整样品台高度及测量仪摄像系统焦距,使样品表面的图像能够清晰地显示在电脑上。

8.2.2 将样品待测表面向上放置在接触角测量仪的试验台上。调节针头(针头直径为 0.5 mm)和待测样品之间距离,使水滴长大到 2 μL (水滴流速约 0.1 $\mu\text{L/s}$) 时能够接触待测样品表面。测量过程中针头始终不能离开水滴,即使已经形成座滴,针头也不能离开。

8.2.3 开始测量时,座滴体积随时间增加缓慢增加,增加到 10 μL 后,针头开始吸水,座滴体积随时间增加缓慢减小,直到停止测量(座滴增大和减小时水滴流速约 0.1 $\mu\text{L/s}$);将座滴增大和减小的过程以不小于 2 帧/s 的速度拍摄成照片。

8.2.4 用非球形算法计算每张照片上的接触角,绘制接触角-时间曲线和座滴体积-时间曲线,如图 3。接触角不能用非球形计算方法时,可以采用球形计算方法。

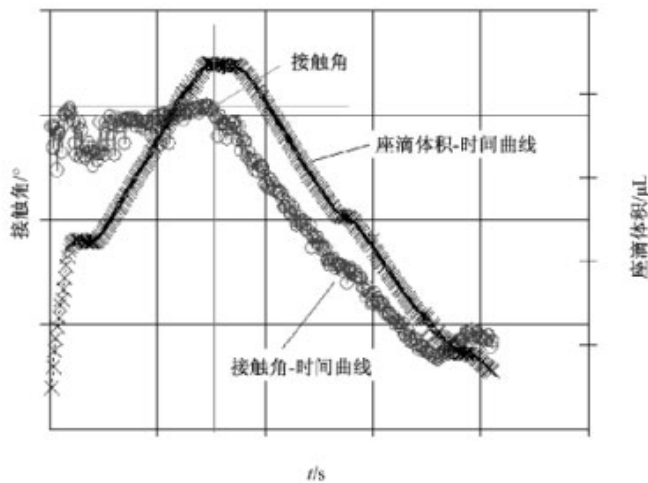


图 3 前进接触角随时间的变化示意图

8.2.5 在座滴体积-时间曲线达到平坦部分的时刻,此时接触角-时间曲线上的角度即为样品的前进接触角,记为 $\theta_{adv,1}$ 。

8.2.6 按 8.2.2 ~ 8.2.5 步骤,分别测量出另外两个样品的前进接触角 $\theta_{adv,2}$ 、 $\theta_{adv,3}$ 。

8.2.7 用式(3)计算出样品的前进接触角:

$$\theta_{adv} = (\theta_{adv,1} + \theta_{adv,2} + \theta_{adv,3}) / 3 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式(3)中,计算结果按 GB/T 8170 取小数点后两位有效数字。

9 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 本标准号;
- b) 被测样品名称、种类、厚度、编号;
- c) 委托单位;
- d) 检测方法、检测仪器、检测条件、检验单位、检验人员、检验日期;
- e) 检测结果。



GB/T 30447-2013