

JJF (沪苏浙皖)

沪苏浙皖地方计量校准规范

JJF (皖) 99—2020

影像法接触角测试仪校准规范

Calibration Specification for Instrument for
measuring contact angle with image method

2020-10-22 发布

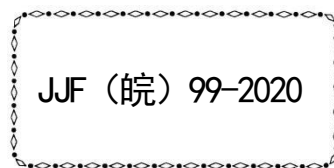
2020-11-15 实施

上海市市场监督管理局
江苏省市场监督管理局 发布
浙江省市场监督管理局
安徽省市场监督管理局

影像法接触角测试仪校准规范

Instrument for measuring contact

angle with image method



归口单位：上海市市场监督管理局

江苏省市场监督管理局

浙江省市场监督管理局

安徽省市场监督管理局

主要起草单位：江苏省计量科学研究院

工业和信息化部电子第五研究所华东分所

苏州市计量测试院

本规范委托江苏省几何量计量专业技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

秦 洁（江苏省计量科学研究院）

周涵瀛（工业和信息化部电子第五研究所华东分所）

王云祥（苏州市计量测试研究所）

参加起草人：

刘 滨（江苏省计量科学研究院）

牛方君（工业和信息化部电子第五研究所华东分所）

目 录

目 录.....	I
引 言.....	II
1 范围.....	1
2 引用文件.....	1
3 术语.....	1
4 概述.....	2
5 计量特性.....	2
6 校准条件.....	3
7 校准项目和校准方法.....	3
8 复校时间间隔.....	5
附录 A 标准角度片示意图.....	6
附录 B 标准角度片溯源方法.....	7
附录 C 像法接触角测试仪角度示值误差测量不确定度评定.....	8

引 言

本规范是针对圆弧法测量的接触角测试仪校准制定的计量技术规范。

本规范的编写是以 JJF 1071-2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1001-2011《通用计量术语及定义》和 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》为基础和依据。

本规范为首次发布。

影像法接触角测试仪校准规范

1 范围

本规范适用于基于圆弧法、测量范围 $6^{\circ} \sim 180^{\circ}$ 的影像法接触角测试仪的校准。

2 引用文件

本规程引用下列文件：

JJF 1094-2002 测量仪器特性评定

GB/T 24368-2009 玻璃表面疏水污染物检测接触角测量法

GB/T 30693-2014 塑料薄膜与水接触角的测量

GB/T 30447-2013 纳米薄膜接触角测量方法

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范，凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有修改单）适用于本规范。

3 术语

接触角 contact angle

接触角是指在气、液、固三相交点处所作的气-液界面的切线穿过液体与固-液交界线之间的夹角 θ （见图 1 所示）。

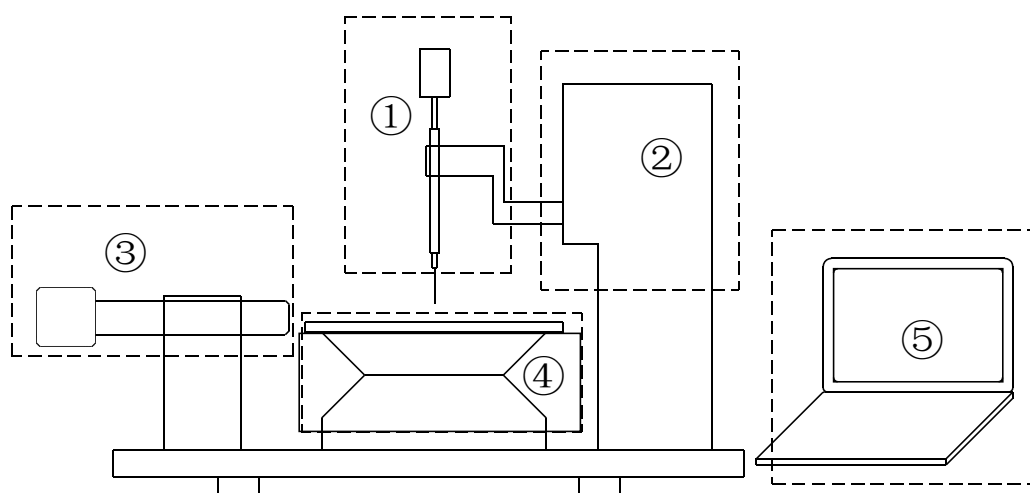


图 1 接触角示意图

4 概述

影像法接触角测试仪是采用光学显微镜头以及摄像机成像的原理来测量接触角的仪器，一般由样品平台、进样系统、图像采集系统、影像分析系统组成，图2为影像法接触角测试仪结构示意图。进样系统将液滴滴于工作台面，在光源下通过图像采集系统采集液滴图形，最后由影像分析软件计算液滴与工作面构成的接触角大小。

影像法接触角测试仪广泛应用于材料、电子、光学、石油等行业。



1 进样系统 2 图像采集系统 3 光源 4 样品平台 5 影像分析系统

图2 影像法接触角测试仪结构示意图

5 计量特性

角度示值误差

一般角度示值最大允许误差为： $\pm 1^\circ$ ，也可参照相关仪器说明书技术要求或满足客户实际使用要求。

示值重复性

接触角测试仪的示值重复性应不大于最大允许误差的绝对值。

6 校准条件

环境条件

校准实验室环境应满足以下要求：温度（ 20 ± 5 ）℃、湿度（30~70）%RH。

无影响正常校准的外磁场、周围无强烈振动。

校准设备

主要校准设备见表 1。

表 1 校准项目、计量器具一览表

序号	校准项目	主要校准设备
1	角度示值误差	标准角度片
2	示值重复性	$6^\circ \sim 180^\circ$, ($U=0.3^\circ$, $k=2$)

7 校准项目和校准方法

校准前检查

接触角测试仪的外壳、机械调节部件、外露光学元件、按键、电器连接件、显示效果不应有影响正常使用的缺陷。

根据接触角测试仪使用说明书要求清洁光学系统元件，如用户有要求，则安装附加光学镜头。

在开展校准工作前，应用仪器自带标准器进行自校。

角度示值误差

角度测量点选择

角度测量点的选择最小角度值一般不超过 10° ，如果角度太小仪器无法分辨，起校点可适当增加，但最小校准点不能大于 30° ，后续校准点在 180° 范围内均匀选择不少于 5 个点，也可根据客户要求适当增加校准点。

角度示值误差校准方法

1) 调整工作台水平，与光轴平行；

2) 用量块或夹具将标准角度片垂直放置在工作台上, 见图 3;



图 3 标准片放置图

3) 上下调节工作台, 使标准片图形位于仪器视场中央, 前后调整标准片位置, 使标准片液滴影像清晰地出现在屏幕上, 操作仪器获取图片信息;

4) 在图片上, 选择接触点、接触面等要素, 通过软件测量出接触角大小; 以测量角度 30° 为例, 如图 4 所示, 接触点为 A (或 B), 接触面可认为是 AB 两点连线, 用接触角测试仪的测量软件计算角度 θ , 即为接触角度值。按照上述步骤测量 6 次, 取平均值。

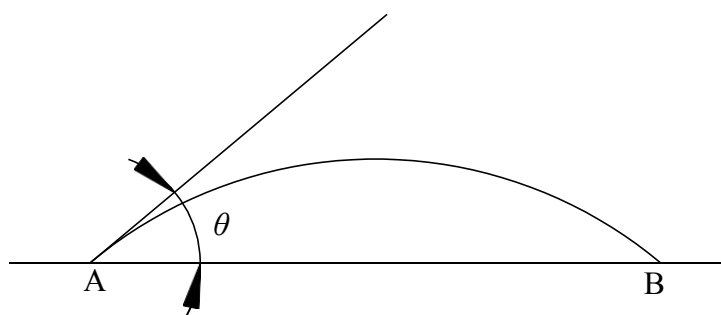


图 4 角度示值误差校准示意图

角度示值误差计算

角度示值误差按公式 1 计算

$$\delta_{\theta} = \theta - \bar{\theta}_0 \quad (1)$$

δ_{θ} ——角度示值误差;

$\bar{\theta}$ ——接触角测试仪测得角度示值平均值;

θ_0 ——角度标准片标准角度值。

角度示值重复性计算

任意一点的六次测量结果，用极差法计算其角度示值重复性，取各校准点的最大值为最终结果。

按公式 3 计算

$$\Delta_{\theta} = \frac{\theta_{\max} - \theta_{\min}}{C} \quad (2)$$

Δ_{θ} ——角度示值重复性；

θ_{\max} ——接触角测试仪角度示值最大值；

θ_{\min} ——接触角测试仪角度示值最小值；

C ——极差系数，6 次测量时为 2.53。

8 复校时间间隔

复校时间间隔由用户根据实际使用情况自主决定，建议不超过 1 年。

附录 A

标准角度片示意图

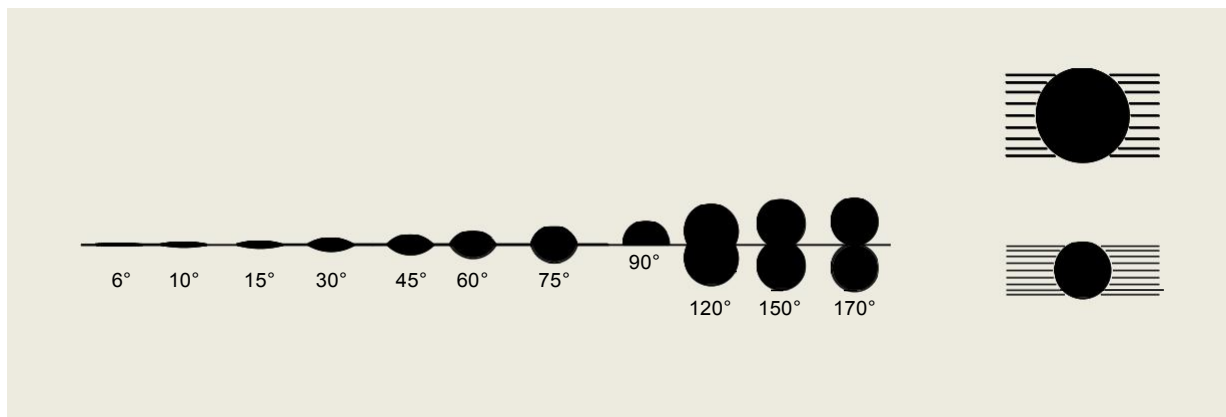


图 A.1 I 型标准片

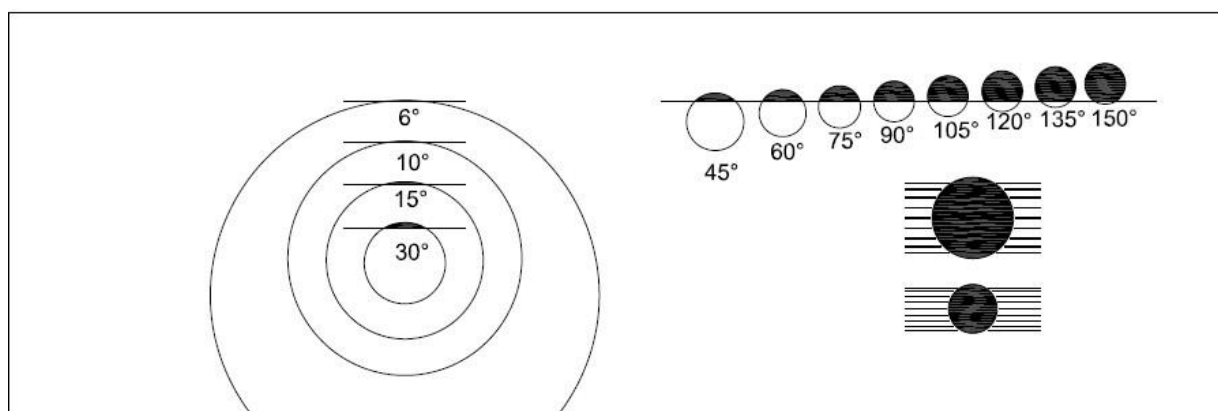


图 A.2 II 型标准片

附录 B

标准角度片溯源方法

根据附录 A 玻璃标准角度片所示，其溯源方法如下：

使用高精度影像仪器测量，先将角度片待测图像调整至合适位置，保持图像清晰。

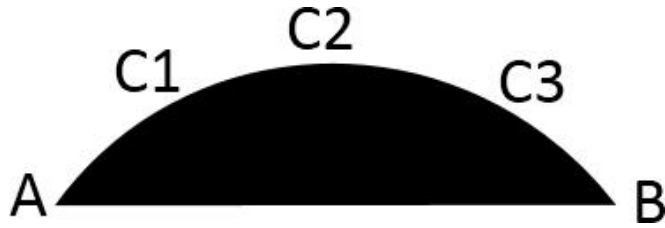


图 B.1

在图像两端直线上取两点建立直线，在圆弧上至少取 3 点（C1，C2，C3），利用仪器自带软件或 CAD 软件找到直线与圆弧的交点 A 和 B，交点处切线与直线的夹角，即为该圆弧所对应的接触角度值，可按照公式 B.1 计算角度值。

$$\theta = 180 - \frac{\angle AC_1B + \angle AC_2B + \angle AC_3B}{3} \quad (\text{B.1})$$

附录 C

像法接触角测试仪角度示值误差测量不确定度评定

概述

依据本校准规范，用标准片测量一台分辨率为 0.01° 的接触角测试仪。

测量模型

$$\delta_\theta = \bar{\theta} - \theta_0$$

δ_θ ——角度示值误差；

$\bar{\theta}$ ——接触角测试仪测得角度示值平均值；

θ_0 ——角度标准片标准角度值。

按照， $u_c^2(y) = \sum \left[\frac{\partial f}{\partial x_i} \right]^2 u^2(x_i)$ 则

$$u^2(\delta_\theta) = c_1^2 u^2(\bar{\theta}) + c_2^2 u^2(\theta_0)$$

$$c_1 = \frac{\partial f}{\partial \bar{\theta}} = 1, \quad c_2 = \frac{\partial f}{\partial \theta_0} = -1$$

由上式可见测量结果带来的误差包括接触角测试仪的测量重复性和标准片角度误差，测量不确定度需要考虑：

- 1) 接触角测试仪的测量重复性引入的标准不确定度分量： $u(\bar{\theta}) = u_1$ ；
- 2) 标准片角度误差引入的标准不确定度分量： $u(\theta_0) = u_2$
- 3) 被检仪器分辨率引入的标准不确定度分量： u_3

接触角测试仪的测量重复性引入的标准不确定度分量和分辨率引入的标准不确定度分类取大值。

以上标准不确定度分量互不相关。

不确定度分量评定

测量重复性引入的标准不确定度分量

以 6° 、 30° 、 60° 、 90° 、 120° 、 150° 角度示例，分别进行六次测量，根据下列公式计算平均值的标准偏差。

$$u_1 = \frac{s}{\sqrt{6}} \frac{R}{\sqrt{6}C}$$

其中, R 为六次测量的最大值与最小值之差, C 为极差系数, 6 次测量时为 2.53。

表 C.1

次数 角度 (°)	1	2	3	4	5	6	s	u_1
6	5.93	5.85	5.78	5.88	5.98	6.00	0.087	0.036
30	30.00	30.17	30.01	30.01	30.14	30.12	0.067	0.027
60	60.02	60.05	59.97	59.99	60.03	59.99	0.032	0.013
90	90.04	90.13	90.08	89.98	89.98	90.10	0.059	0.024
120	120.02	120.00	120.04	119.90	120.11	120.06	0.084	0.034
150	150.34	150.32	150.39	150.16	150.19	150.09	0.119	0.048

标准片角度示值误差引入的标准不确定度分量

用复合式影像测量仪测量标准片的示值误差, 扩展不确定度为 $U=0.05^\circ$, $k=2$, 则

$$u_2 = \frac{0.05^\circ}{2} = 0.025^\circ$$

被检仪器分辨率引入的标准不确定度分量

$$\text{以分辨率为 } 0.01^\circ \text{ 为例, 则 } u_3 = \frac{0.01^\circ}{2\sqrt{3}} = 0.003^\circ$$

由于重复性引起的标准不确定度分量已包含分辨率引入的标准不确定度分量, 故两者取大值即可。

不确定度分量一览表

表 C.2

标准不确定度分量 $u(i)$	不确定度来源	标准 不确定度	c_i	$ c_i u(i)$
u_1	测量重复性	$\frac{s}{6}$	1	$\frac{s}{6}$
u_2	标准片角度误差	0.025°	-1	0.025°

合成标准不确定度

以上各项标准不确定度分量互不相关，故合成标准不确定度为：

$$u_c = \sqrt{(c_1 u_1)^2 + (c_2 u_2)^2}$$

扩展不确定度

取包含因子 $k=2$ ，则

扩展不确定度：

$U=k \cdot u_c$, 详见附表 3

表 C.3

角度 (°)	测量重复性引入的不确定度 u_1 (°)	标准片示值误差引入的不确定度 u_2 (°)	u_c (°)	U (°) ($k=2$)
6	0.036	0.025	0.044	0.09
30	0.027	0.025	0.037	0.08
60	0.013	0.025	0.028	0.06
90	0.024	0.025	0.035	0.07
120	0.034	0.025	0.042	0.09
150	0.048	0.025	0.054	0.11

