

---

---

**Peintures et vernis — Mouillabilité —**  
**Partie 2:**  
**Détermination de l'énergie libre de**  
**surface des surfaces solides par la**  
**mesure de l'angle de contact**

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
*Paints and varnishes — Wettability —*  
*Part 2: Determination of the surface free energy of solid surfaces by*  
*measuring the contact angle*

[ISO 19403-2:2017](https://standards.iso.org/iso-19403-2-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e893ab01-8e02-4544-9444-50602335b69f/iso-19403-2-2017>



**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 19403-2:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e893ab01-8e02-4544-9444-50602335b69f/iso-19403-2-2017>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2017

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8  
CH-1214 Vernier, Genève  
Tél.: +41 22 749 01 11  
Fax: +41 22 749 09 47  
E-mail: [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web: [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>1</b>
<b>5</b> <b>Appareillage et produits</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Échantillonnage</b> .....	<b>3</b>
<b>7</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>4</b>
7.1    Généralités concernant le mesurage sur la goutte horizontale.....	4
7.1.1    Installation du système de mesure d'angle de contact.....	4
7.1.2    Conditions d'essai.....	4
7.1.3    Conditionnement des panneaux d'essai.....	4
7.2    Mesurage.....	4
7.2.1    Généralités.....	4
7.2.2    Méthode statique.....	4
7.2.3    Méthode dynamique (angle de contact progressif).....	5
7.2.4    Détermination de l'angle de contact.....	6
<b>8</b> <b>Évaluation</b> .....	<b>6</b>
8.1    Généralités.....	6
8.2    Méthode d'Owens-Wendt-Rabel-Kaelble (méthode OWRK).....	7
8.3    Méthode de Wu.....	8
<b>9</b> <b>Fidélité</b> .....	<b>8</b>
9.1    Généralités.....	8
9.2    Limite de répétabilité, $r$ .....	8
9.3    Limite de reproductibilité, $R$ .....	8
9.4    Calcul conformément à la méthode d'Owens-Wendt-Rabel-Kaelble (méthode OWRK).....	8
<b>10</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>9</b>
<b>Annexe A (informative) Notes sur la pratique de mesurage</b> .....	<b>10</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>14</b>

## Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir [www.iso.org/brevets](http://www.iso.org/brevets)).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

(standards.iteh.ai)

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [www.iso.org/iso/fr/avant-propos](http://www.iso.org/iso/fr/avant-propos).

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*, sous-comité SC 9, *Méthodes générales d'essais des peintures et vernis*.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 19403 se trouve sur le site web de l'ISO.

# Peintures et vernis — Mouillabilité —

## Partie 2:

# Détermination de l'énergie libre de surface des surfaces solides par la mesure de l'angle de contact

## 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode d'essai permettant de mesurer l'angle de contact afin de déterminer l'énergie libre de surface d'une surface solide. Cette méthode peut être utilisée pour la caractérisation de substrats et revêtements.

NOTE 1 La détermination de l'énergie libre de surface de polymères et de revêtements se fait de préférence conformément à la méthode d'Owens, Wendt, Rabel et Kaelble ou à la méthode de Wu.

NOTE 2 L'homogénéité morphologique et chimique influe sur les résultats des mesurages.

NOTE 3 Les modes opératoires indiqués dans le présent document s'appuient sur les dernières techniques connues employant la méthode de projection de la goutte dans la pénombre. Les autres méthodes ne sont pas exclues.

NOTE 4 Le mesurage de l'angle de contact sur des poudres ne fait pas partie du présent document. Pour plus d'informations, voir la Bibliographie.

## 2 Références normatives

ISO 19403-2:2017

<http://www.iso.org/standards/catalog/standards/sist/e893ab01-8e02-4544-9444-50602335b69f/iso-19403-2-2017>

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 4618, *Peintures et vernis — Termes et définitions*

ISO 19403-1, *Peintures et vernis — Mouillabilité — Partie 1: Terminologie et principes généraux*

## 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions de l'ISO 4618 et l'ISO 19403-1 s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>;
- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <http://www.iso.org/obp>.

## 4 Principe

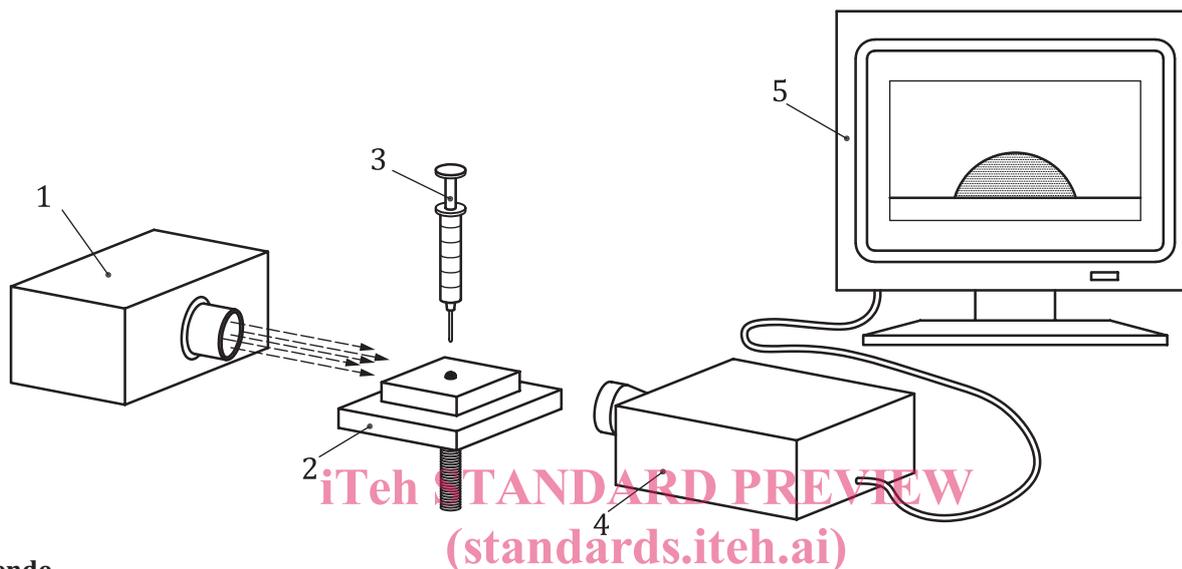
Un minimum de trois gouttes d'au moins deux liquides d'essai sont dosées sur la surface plane d'une éprouvette. L'angle de contact est mesuré pour chaque goutte. Les angles de contact moyens de chaque liquide, leurs tensions superficielles, ainsi que de leurs fractions polaire et dispersive permettent de calculer l'énergie libre de surface du solide à l'aide d'un modèle approprié, divisé en fractions polaire et dispersive.

## 5 Appareillage et produits

Appareillage courant de laboratoire, et ce qui suit.

### 5.1 Système de mesure d'angle de contact

N'importe quel appareil de mesure d'angle de contact à la pointe de la technologique, de préférence des systèmes avec capture et analyse d'image numérique pour mesurer l'angle de contact. La [Figure 1](#) donne un exemple schématique de système de mesure d'angle de contact.



#### Légende

- 1 source de lumière
- 2 porte-éprovette
- 3 microseringue graduée
- 4 système optique
- 5 écran

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e893ab01-8e02-4544-9444-50602335b69f/iso-19403-2-2017>  
 ISO 19403-2:2017

NOTE 1 Le système de capture d'image est orienté de manière à pouvoir utiliser le rapport de résolution d'image optimal (rapport largeur/hauteur).

NOTE 2 L'appareil utilisé peut différer du schéma au niveau du trajet de la lumière et de la disposition des éléments.

**Figure 1 — Schéma d'un système de mesure d'angle de contact**

### 5.2 Unité de dosage

L'unité de dosage permet d'appliquer avec précision des gouttes de l'ordre du microlitre sur la surface.

### 5.3 Liquides d'essai

Au moins deux des liquides d'essai suggérés dans le [Tableau 1](#). Le niveau de pureté des liquides d'essai doit au moins correspondre à une qualité analytique. L'eau doit avoir une tension superficielle d'au moins 71,5 mN/m.

Il est recommandé de soumettre à essai la pertinence des liquides utilisés conformément à l'ISO 19403-3 ou à l'EN 14370 avant de mesurer leurs tensions superficielles. Le [Tableau 1](#) donne des recommandations de valeurs de tension superficielle,  $\sigma_f$ , tirées de la littérature. Il est également possible d'utiliser une valeur de tension superficielle mesurée de manière individuelle comme valeur de référence. Selon

l'expérience, il convient que la valeur mesurée ne s'écarte pas de plus de  $\pm 2\%$  de la valeur indiquée dans la littérature ou de la valeur déterminée de manière individuelle.

Les liquides d'essai ne doivent pas altérer physiquement ou chimiquement la surface. Les liquides d'essai ont un maximum de différentes fractions polaires et dispersives de tension superficielle.

La fraction polaire d'au moins un liquide d'essai doit être supérieure à 0 mN/m (voir [Tableau 1](#)).

Si seuls deux liquides d'essai sont utilisés, il est recommandé d'utiliser de l'eau et du di-iodométhane. Dans le cas de trois liquides d'essai, il convient d'utiliser également de l'éthylène glycol.

Si les liquides d'essai ont une viscosité élevée (comme le glycérol et l'éthylène glycol), une aiguille de diamètre interne supérieur pourrait se révéler nécessaire pour atteindre le débit de dosage recommandé.

NOTE Les valeurs du [Tableau 1](#) se réfèrent à une température de mesure de 25 °C. Dans le cas de mesurages sous atmosphère normalisée (voir [7.1.2](#)), aucun écart significatif ne peut être présumé.

**Tableau 1 — Liquides d'essai suggérés**

Liquide d'essai	Tension superficielle $\sigma_l$ mN/m	Fraction dispersive $\sigma_l^d$ mN/m	Fraction polaire $\sigma_l^p$ mN/m	Source
Eau	72,8	21,8	51,0	Référence [4]
Di-iodométhane <sup>a</sup>	50,8	50,8	0,0	Référence [4]
1,2-éthanediol (éthylène glycol)	47,7	30,9	16,8	Référence [4]
1,2,3-propanetriol (glycérol)	63,4	37,0	26,4	Référence [4]
Hexadécane	27,6	27,6	0,0	Référence [4]
1-bromo-naphtalène <sup>b</sup>	44,6	44,6	0,0	Référence [4]
Alcool benzylique	38,9	29,0	9,9	Référence [5]
Décaline (mélange d'isomères)	30,6	30,6	0,0	Référence [4]
cis-Décaline	32,2	32,2	0,0	Référence [2]
trans-Décaline	29,9	29,9	0,0	Référence [2]

<sup>a</sup> Le di-iodométhane est relativement instable et jaunit en peu de temps sous l'effet de la libération d'iode.  
Le di-iodométhane fait gonfler et dissout un grand nombre de plastiques et de revêtements organiques.  
Le di-iodométhane réagit avec les métaux couramment rencontrés (le magnésium, par exemple).

<sup>b</sup> Le 1-bromo-naphtalène réagit avec les métaux couramment rencontrés (le magnésium, par exemple).  
Le 1-bromo-naphtalène a tendance à faire gonfler et à dissoudre les composés de masse moléculaire élevée.

## 6 Échantillonnage

Prélever un échantillon représentatif du substrat à soumettre à essai. Les échantillons ne doivent pas être contaminés avant le mesurage.

Il convient, de préférence, que les échantillons aient une taille minimale de 10 cm × 10 cm.

Voir également l'[Annexe A](#).

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Généralités concernant le mesurage sur la goutte horizontale

#### 7.1.1 Installation du système de mesure d'angle de contact

Choisir l'emplacement du système de mesure d'angle de contact afin qu'il ne soit pas exposé:

- à des vibrations;
- à de forts courants d'air (provoqués par une climatisation, par exemple); et
- à une exposition intense à la lumière extérieure (fenêtres, lumière vive, par exemple).

Aligner horizontalement le système de mesure d'angle de contact.

#### 7.1.2 Conditions d'essai

Effectuer l'essai à une température de  $(23 \pm 2)$  °C et à une humidité relative de  $(50 \pm 5)$  % (voir l'ISO 3270) et veiller à ce que tous les produits d'essai soient à cette température.

#### 7.1.3 Conditionnement des panneaux d'essai

Conditionner les panneaux d'essai à une température de  $(23 \pm 2)$  °C et à une humidité relative de  $(50 \pm 5)$  % pendant minimum 16 h avant la réalisation des essais. Effectuer les essais immédiatement après le conditionnement.

Full STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

## 7.2 Mesurage

ISO 19403-2:2017

### 7.2.1 Généralités

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e893ab01-8e02-4544-9444-50602335b69f/iso-19403-2-2017>

Placer sur le porte-échantillon une éprouvette de préférence plate de la surface à mesurer. Ajuster le porte-échantillon de façon que la surface de l'éprouvette soit alignée horizontalement et située dans la moitié inférieure de l'image.

Remplir le système de dosage avec le liquide choisi. Veiller à ce que le remplissage n'occasionne aucune contamination ou bulle d'air.

Régler le système de façon que l'image ait une luminosité et un contraste suffisants (tenir compte des spécifications du fabricant).

NOTE 1 Si possible, régler la source de lumière de l'appareil de mesure d'angle de contact de façon que les valeurs de gris à l'intérieur de la goutte à proximité de l'interface des phases ne dépassent pas la valeur 40 (en se référant à une échelle de gris contenant 256 nuances de gris) et soient au moins de 170 à l'extérieur de la goutte.

NOTE 2 Il peut être raisonnable de soumettre à essai les modes de fonctionnement des composants optiques à l'aide d'images de gouttes en deux dimensions. De telles images de référence sont disponibles dans le commerce.

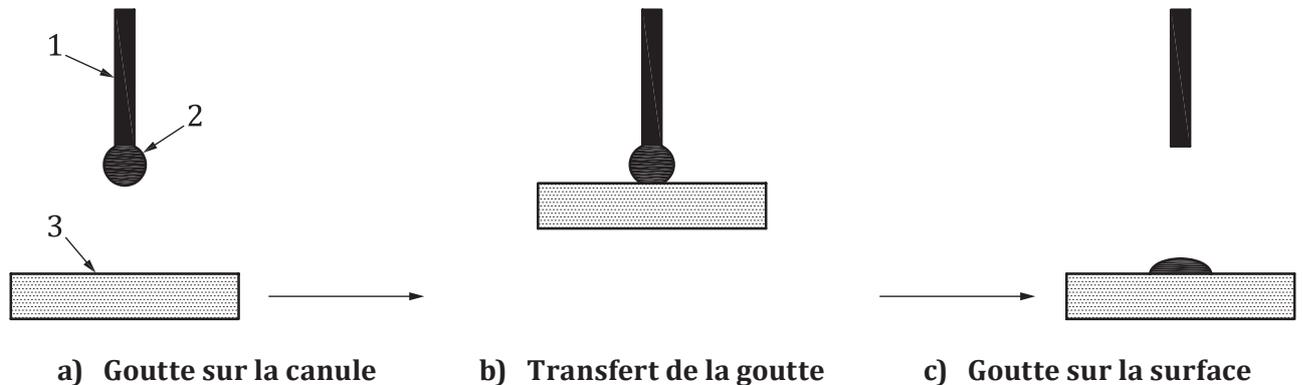
Déplacer l'aiguille vers le bord supérieur de l'image et réaliser la mise au point. Régler le zoom de l'appareil de mesure d'angle de contact de façon que la largeur du contour de la goutte occupe les deux tiers de la largeur de l'image.

#### 7.2.2 Méthode statique

Positionner l'aiguille de dosage à environ 3 mm à 6 mm au-dessus de la surface de l'éprouvette. Doser la goutte de façon que son volume soit compris entre 2 µl et 6 µl, en fonction du liquide choisi (pour le diiodométhane, entre 1 µl et 3 µl).

Appliquer une goutte de liquide d'essai sur la surface (voir [Figure 2](#)).

NOTE 1 Le contact entre la goutte et la surface solide peut être obtenu en abaissant l'aiguille ou en relevant le plateau sur lequel repose l'échantillon.



#### Légende

- 1 canule
- 2 liquide d'essai
- 3 surface de l'éprouvette

**Figure 2 — Dépôt de la goutte par abaissement de la canule ou élévation du plateau porte-échantillon**

Aligner la ligne de base de façon qu'elle passe par les points triphasés de la goutte.

NOTE 2 Un angle de vue de dessus peut être défini pour faciliter la recherche des points triphasés.

Commencer à mesurer l'angle de contact immédiatement après la fin du dosage. Avant et pendant le mesurage, il convient qu'aucune transformation mutuelle ne se produise entre les substances du liquide d'essai et les produits de la surface.

### 7.2.3 Méthode dynamique (angle de contact progressif)

Choisir la distance entre l'aiguille de dosage et la surface de façon à réduire autant que possible l'influence sur le contour attendu de la goutte.

NOTE 1 Il est possible d'appliquer, en guise de première recommandation pour la distance entre l'aiguille et la surface de l'éprouvette, un écart correspondant à une fois et demie le diamètre de l'aiguille.

Réduire le plus possible la remontée du liquide sur l'aiguille, en particulier aux faibles angles de contact, en utilisant si nécessaire une aiguille dont le matériau est peu mouillable.

Choisir la vitesse de dosage la plus lente possible de façon que l'angle de contact de la goutte soit aussi proche que possible de l'angle de contact à l'équilibre thermodynamique.

NOTE 2 Les débits de dosage sont typiquement de l'ordre de 10 µl/min.

NOTE 3 Il est courant de commencer le mesurage après un dosage correspondant au volume minimal de 3 µl seulement.

NOTE 4 En raison de la section d'image limitée, il n'est pas idéal de mesurer des angles de contact inférieurs à 10° par la méthode dynamique.

Aligner la ligne de base de façon qu'elle passe par les points triphasés de la goutte.

NOTE 5 Il est possible d'orienter l'angle de vue de la caméra légèrement de dessus par rapport à l'horizontale pour faciliter la recherche des points triphasés. L'angle de vue de dessus provoque une erreur d'image au niveau de la projection de la goutte. Cela peut avoir une influence sur le résultat du mesurage de l'angle de contact et peut être corrigé.

Commencer à mesurer l'angle de contact immédiatement après dosage du volume minimal. Enregistrer les valeurs mesurées en fonction du temps. Avant et pendant le mesurage, aucune transformation mutuelle ne doit se produire entre les substances du liquide d'essai et les produits de la surface.

NOTE 6 Comparativement à la méthode de mesure de l'angle de contact statique, la méthode de l'angle de contact dynamique génère généralement moins d'interférences dues à la transformation des substances et produits.

#### 7.2.4 Détermination de l'angle de contact

Déterminer l'angle de contact à l'aide de la méthode numérique qui décrit le mieux le contour de la goutte.

En fonction de la façon dont se comportent les gouttes de liquide individuelles sur différentes surfaces solides, plusieurs méthodes de détermination de l'angle de contact doivent être utilisées [par exemple, équation de cercle pour les angles de contact inférieurs à 20°, équation de section conique pour les angles de contact compris entre 20° et 110°, équation polynômiale ou équation de Young-Laplace pour les angles de contact supérieurs à 110° (voir les notes de l'Annexe A)]. Dans le cas de la méthode dynamique, il convient de prendre connaissance des recommandations du fabricant; normalement, la méthode polynômiale donne de bons résultats.

Réaliser des mesurages en au moins trois points de mesure différents de l'éprouvette afin d'obtenir suffisamment d'informations sur l'homogénéité de l'éprouvette. Les positions précédemment mouillées ne doivent pas être utilisées. Les mesures discutables pouvant être dues à des poussières, des contaminations, etc. ne doivent pas être incluses dans le calcul de la valeur moyenne.

Répéter le mesurage avec au moins un autre liquide sélectionné conformément aux critères indiqués en 5.3.

## 8 Évaluation

### 8.1 Généralités

La valeur de l'angle de contact pour chaque liquide est calculée sous forme d'une moyenne arithmétique des valeurs mesurées.

Dans le cas de la détermination de l'énergie libre de surface, il convient que l'écart-type ne dépasse pas 3° pour la méthode statique et 5° pour la méthode dynamique.

Si l'écart-type est supérieur à 5° pour la méthode dynamique, les valeurs individuelles mesurées doivent être vérifiées. La valeur moyenne peut être calculée sur des durées plus courtes afin d'améliorer la fiabilité.

Utiliser de préférence la méthode d'Owens-Wendt-Rabel-Kaelble pour calculer l'énergie libre de surface. Pour les surfaces à faible énergie, dont l'énergie libre de surface est inférieure ou égale à  $(20 \pm 2)$  mJ/m<sup>2</sup>, il peut être nécessaire d'utiliser la méthode de calcul de Wu.

Il est recommandé, pour les deux méthodes, d'obtenir l'écart-type de l'énergie libre de surface et de ses composantes conformément à la propagation des erreurs de Gauß (voir Références [7] et [8]). Il est recommandé d'obtenir l'erreur de mesurage de  $\sigma_1^d$  conformément à la propagation des erreurs de Gauß (voir Références [7] et [8]).

## 8.2 Méthode d'Owens-Wendt-Rabel-Kaelble (méthode OWRK)

Les fractions polaire et dispersive des liquides d'essai sont utilisées aux fins d'évaluation (voir [Tableau 1](#)). Pour calculer l'énergie libre de surface, la [Formule \(1\)](#):

$$\frac{(1 + \cos \theta) \cdot \sigma_1}{2\sqrt{\sigma_1^d}} \quad (1)$$

est tracée en fonction de la [Formule \(2\)](#) pour chaque liquide d'essai individuel:

$$\sqrt{\frac{\sigma_1^p}{\sigma_1^d}} \quad (2)$$

où

$\theta$  est la valeur moyenne de l'angle de contact mesuré pour le liquide respectif;

$\sigma_1$  est la tension superficielle du liquide respectif;

$\sigma_1^p$  et  $\sigma_1^d$  sont les fractions polaire et dispersive de la tension superficielle.

Les valeurs de  $\sqrt{\frac{\sigma_1^p}{\sigma_1^d}}$  ( $= x$ ) et  $\frac{\sigma_1}{2\sqrt{\sigma_1^d}}$  [ $= y/(1 + \cos \theta)$ ] peuvent être tirées du [Tableau 2](#).

**Tableau 2 — Valeurs calculées à intégrer à l'équation linéaire**

Liquide	$\sqrt{\frac{\sigma_1^p}{\sigma_1^d}}$	$\frac{\sigma_1}{2\sqrt{\sigma_1^d}} = y/(1 + \cos \theta)$ mN/m
Eau	1,529 5	7,796 0
Di-iodométhane	0,000 0	3,563 7
1,2-éthanediol (éthylène glycol)	0,737 4	4,290 5
1,2,3-propanetriol (glycérol)	0,844 7	5,211 4
Hexadécane	0,000 0	2,626 8
1-bromo-naphthalène	0,000 0	3,339 2
Alcool benzylique	0,584 3	3,611 8
Décaline (mélange d'isomères)	0,000 0	2,765 9
cis-Décaline	0,000 0	2,837 3
trans-Décaline	0,000 0	2,734 0

Remplacer  $x$  par la valeur de la colonne du milieu. Multiplier la valeur de la colonne de droite par la valeur de  $(1 + \cos \theta)$  correspondant au liquide respectif et remplacer  $y$  par le résultat obtenu. Appliquer ensuite une régression linéaire afin de connaître le gradient  $m$  et l'ordonnée à l'origine  $b$  de la ligne droite. Calculer la fraction polaire de l'énergie libre de surface du solide  $\sigma_s^p$  correspondant au carré du gradient, et la fraction de dispersion  $\sigma_s^d$  correspondant au carré de l'ordonnée à l'origine  $b$ . Calculer l'énergie de surface du solide,  $\sigma_s$ , correspondant à la somme des deux fractions.

NOTE Il est également possible d'utiliser les méthodes statistiques proposées par les fabricants des appareils.