



Norme  
internationale

**ISO 19403-2**

**Peintures et vernis —  
Mouillabilité —**

Partie 2:

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

*Paints and varnishes — Wettability —*

*Part 2: Determination of the surface free energy of solid surfaces  
by measuring the contact angle*

**Deuxième édition  
2024-09**

iTeh Standards  
(<https://standards.iteh.ai>)  
Document Preview

[ISO 19403-2:2024](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/d36ff26b-df42-4d3e-a69d-12b91ef090c7/iso-19403-2-2024)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/d36ff26b-df42-4d3e-a69d-12b91ef090c7/iso-19403-2-2024>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2024

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  
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>2</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 .....	5
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 selon la méthode d'Owens-Wendt-Rabel-Kaelble .....	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'ISO attire l'attention sur le fait que la mise en application du présent document peut entraîner l'utilisation d'un ou de plusieurs brevets. L'ISO ne prend pas position quant à la preuve, à la validité et à l'applicabilité de tout droit de propriété revendiqué à cet égard. À la date de publication du présent document, l'ISO n'avait pas reçu notification qu'un ou plusieurs brevets pouvaient être nécessaires à sa mise en application. Toutefois, il y a lieu d'avertir les responsables de la mise en application du présent document que des informations plus récentes sont susceptibles de figurer dans la base de données de brevets, disponible à l'adresse [www.iso.org/brevets](http://www.iso.org/brevets). L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de brevet.

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.

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 [www.iso.org/avant-propos](http://www.iso.org/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*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 139, *Peintures et vernis*, du Comité européen de normalisation (CEN), conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette seconde édition annule et remplace la première édition (ISO 19403-2:2017), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes:

- la taille minimale des échantillons a été modifiée en 4 cm × 4 cm;
- la [définition 3.1](#) de «angle de contact récemment avancé» a été ajoutée;
- l'utilisation de l'éthylène glycol en tant que liquide d'essai a été supprimée;
- en [7.2.1](#), une information sur l'angle d'inclinaison de la caméra a été ajoutée;
- les références normatives ont été mises à jour.

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

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse [www.iso.org/members.html](http://www.iso.org/members.html).

# 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 subjectiles 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 [3],[4],[5] ou à la méthode de Wu.

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

Le mesurage de l'angle de contact sur des poudres ne fait pas partie du présent document.

## 2 Références normatives

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 19403-2:2024  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/d36ff26b-df42-4d3e-a69d-12b91ef090c7/iso-19403-2-2024>  
ISO 4618, *Peintures et vernis — Vocabulaire*

ISO 19403-1:2022, *Peintures et vernis — Mouillabilité — Partie 1: Vocabulaire et principes généraux*

## 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions de l'ISO 4618 et de l'ISO 19403-1 ainsi que les suivants 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:

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

### 3.1

#### **angle de contact récemment avancé**

angle de contact d'une gouttelette au repos après que la ligne de contact des trois phases a avancé sur une surface qui était précédemment sèche

Note 1 à l'article: L'angle de contact récemment avancé n'est pas défini sur le plan thermodynamique.

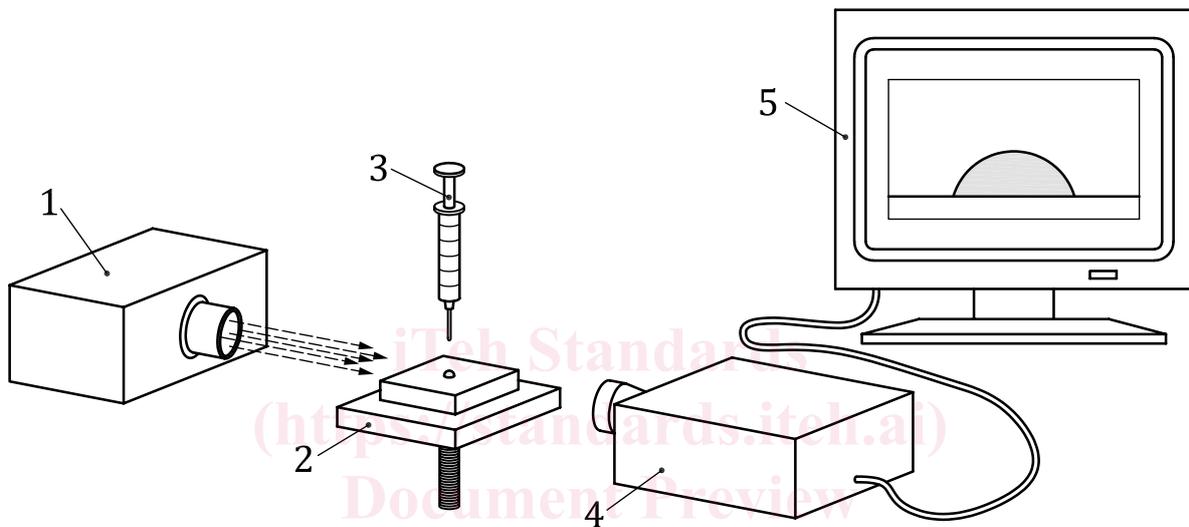
## 4 Principe

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 de surface, 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

Un appareillage courant de laboratoire doit être utilisé, conjointement avec ce qui suit.

**5.1 Système de mesure d'angle de contact**, c'est-à-dire, n'importe quel appareil de mesure d'angle de contact à la pointe de la technologie, de préférence 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-éprouvette
- 3 microseringue graduée ou système de dosage de liquide par aiguille à pression
- 4 système optique
- 5 écran

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** qui permet d'appliquer avec précision des gouttes de l'ordre du microlitre sur la surface. Il convient qu'elle facilite le dépôt d'une goutte garantissant que l'un des angles de contact (tel que décrit dans l'ISO19403-1:2022, 3.1.9) peut être évalué de manière reproductible. L'angle de contact récemment avancé après le dépôt d'une goutte de liquide par une aiguille est le moins influencé par l'homme et est donc recommandé.

**5.3 Liquides d'essai**, dont au moins deux de ceux suggérés dans le [Tableau 1](#). Le niveau de pureté des liquides d'essai doit au moins correspondre à une «qualité analytique». L'eau doit présenter une tension de

## ISO 19403-2:2024(fr)

surface d'au moins 71,5 mN/m en conditions normales de laboratoire, c'est-à-dire (23 ± 2) °C et (50 ± 5) % d'hygrométrie relative.

Il est recommandé de mesurer la tension de surface des liquides à utiliser conformément à l'ISO19403-3. Le [Tableau 1](#) donne des recommandations de valeurs de tension de surface,  $\sigma_l$ , tirées de la littérature. Il est également possible d'utiliser comme valeur de référence, une valeur de tension de surface mesurée de manière individuelle. Selon l'expérience, il convient que la valeur mesurée ne s'écarte pas de plus de ±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 doivent être choisis de manière à présenter une différence aussi grande que possible dans les parties polaire et dispersive de la 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.

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

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

Liquide d'essai	Tension de surface $\sigma_l$ 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 [6]
Di-iodométhane <sup>a</sup>	50,8	50,8	0,0	Référence [6]
1,2,3-propanetriol (glycérol)	63,4	37,0	26,4	Référence [6]
Hexadécane	27,6	27,6	0,0	Référence [6]
1- bromo-naphtalène <sup>b</sup>	44,6	44,6	0,0	Référence [6]
Alcool benzylique	38,9	29,0	9,9	Référence [6]
Décaline (mélange d'isomères)	30,6	30,6	0,0	Référence [6]
cis-Décaline	32,2	32,2	0,0	ISO 19403-3
trans-Décaline	29,9	29,9	0,0	ISO 19403-3

<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 subjectile 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 4 cm × 4 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 hygrométrie 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

Sauf indication contraire, conditionner les panneaux d'essai à une température de  $(23 \pm 2)$  °C et à une hygrométrie relative de  $(50 \pm 5)$  % pendant une durée minimale de 16 h avant les essais. Réaliser les essais immédiatement après le conditionnement.

NOTE D'autres paramètres de conditionnement peuvent être nécessaires si la surface de l'échantillon pour essai change d'état chimique à 50 % d'hygrométrie relative.

## 7.2 Mesurage

### 7.2.1 Généralités

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

Incliner la caméra de l'arrière vers l'avant pour voir le point de contact. Il convient que l'angle d'inclinaison de la caméra soit compris entre 0° et 4°. L'inclinaison permet de mieux voir le reflet de la goutte et de détecter plus facilement et avec précision la ligne de base.

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 manière à obtenir une image ayant une luminosité et un contraste suffisants (tenir compte des spécifications du fabricant).

NOTE Il peut être raisonnable de soumettre à essai les modes opératoires des composants optiques à l'aide d'images de gouttes bidimensionnelles. Ces images de référence sont généralement disponibles auprès des fabricants d'instruments.

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.

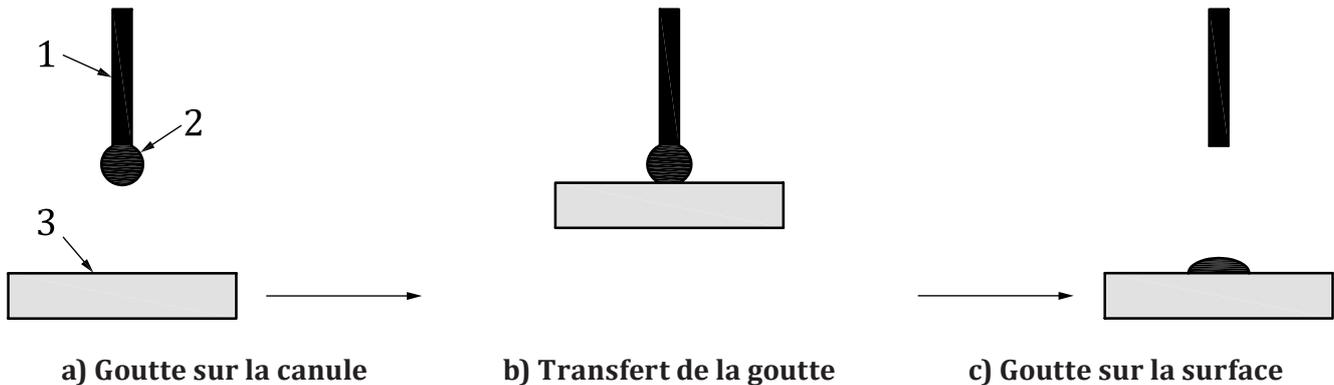
Avant et pendant le mesurage, aucune transformation mutuelle ne doit se produire entre les substances du liquide d'essai et les produits de la surface.

### 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  $\mu\text{l}$  et 6  $\mu\text{l}$ , en fonction du liquide choisi (pour le di-iodométhane, entre 1  $\mu\text{l}$  et 3  $\mu\text{l}$ ).

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 soit en «abaissant» l'aiguille qui dépose la goutte, soit en relevant le plateau sur lequel repose l'éprouvette pour «ramasser» la goutte.



#### 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-éprouvette**

Aligner la ligne de base de façon à ce qu'elle passe par les points des trois phases de la goutte.

Commencer à mesurer l'angle de contact dans les 5 s suivant la fin du dosage.

Il convient d'utiliser la méthode statique uniquement lorsque les liquides d'essai ne modifient pas la surface de l'échantillon d'essai.

NOTE 2 Sur les surfaces à faible énergie, il est possible que la goutte ne se détache pas complètement de l'aiguille.

### 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 sorte que l'angle de contact de la goutte soit aussi proche que possible de l'angle de contact d'équilibre thermodynamique.

NOTE 2 Les débits de dosage sont de l'ordre de 10  $\mu\text{l}/\text{min}$ .

NOTE 3 Il est courant de commencer le mesurage après un dosage correspondant au volume minimal de 3  $\mu\text{l}$  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. Dans ce cas, la méthode des bulles captives peut être utilisée.

Aligner la ligne de base de façon à ce qu'elle passe par les points des trois phases de la goutte.

Commencer à mesurer l'angle de contact immédiatement après dosage du volume minimal. Enregistrer les valeurs mesurées en fonction du temps. Il convient d'observer le processus d'étalement de la goutte lors d'une première étape afin de déterminer ensuite à quel moment l'angle de contact est mesuré après la stabilisation de la goutte.

NOTE 5 Comparativement à la méthode de mesure de l'angle de contact statique, la méthode de l'angle de contact dynamique génère souvent 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. L'angle de contact est ensuite déterminé selon sa définition (voir ISO 19403-1:2022, 3.1.9).

Selon la façon dont les gouttes de liquide individuelles se comportent 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 polynomiale 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 polynomiale donne de bons résultats, en raison de la nature asymétrique de la goutte.

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

ISO 19403-2:2024

### 8.1 Généralités

La valeur de l'angle de contact pour chaque liquide est calculée sous forme de la moyenne arithmétique des valeurs mesurées. Il est recommandé d'utiliser l'angle de contact avancé dynamique ou l'angle de contact récemment avancé comme angles de contact bien définis. Dans tous les cas, les angles de contact utilisés pour calculer l'énergie libre de surface doivent être consignés dans le calcul de l'énergie libre de surface.

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 et l'équation d'état<sup>[11]</sup>.

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 [9] et [10]).