

## 一种测量液滴接触角的方法

陈陶<sup>1,2</sup>, 胡晨晨<sup>1</sup>, 方圆<sup>1,2</sup>, 梁忠诚<sup>1,2</sup><sup>1</sup>南京邮电大学微流控光学技术研究中心, 江苏 南京 210023;<sup>2</sup>南京邮电大学光电工程学院, 江苏 南京 210023

**摘要** 采用垂直拍摄-测量直径法代替传统的侧面拍摄-提取轮廓-函数拟合求导法测量液滴接触角,省去了函数拟合过程,提高了测量效率。推导出液滴接触角的理论计算公式,利用计算机结合图像处理技术提取出液滴投影图像的边缘轮廓,测量得到边缘的直径,将其代入所推导出的理论公式求解出液滴接触角。实验获得了与理论计算一致的导电液滴接触角随电压变化的关系曲线,验证了该方法的可行性。

**关键词** 表面光学; 微流控; 液滴接触角; 垂直拍摄; 直径测量

**中图分类号** TN2; O43 **文献标识码** A

**doi:** 10.3788/LOP54.082402

## A Method for Measuring Contact Angles of Droplets

Chen Tao<sup>1,2</sup>, Hu Chenchen<sup>1</sup>, Fang Yuan<sup>1,2</sup>, Liang Zhongcheng<sup>1,2</sup><sup>1</sup>Center of Optofluidic Technology, Nanjing University of Posts and Telecommunications, Nanjing, Jiangsu 210023, China;<sup>2</sup>School of Optoelectronic Engineering, Nanjing University of Posts and Telecommunications, Nanjing, Jiangsu 210023, China

**Abstract** The contact angles of droplets are measured by using the vertical shooting-diameter measurement method instead of the traditional lateral shooting-contour extraction-function fitting method. The measuring efficiency is improved because the process of function fitting is omitted. The theoretical formula for contact angles is derived. With the combination of computer with image processing technology, the edge contours of projected images of droplets are extracted and the diameters of these edges are measured. By substituting the diameter value into the derived theoretical formula, the contact angles of droplets are obtained. The relation curves of contact angle versus applied voltage obtained by the experiment and theoretical calculation are consistent, which confirms the feasibility of this proposed method.

**Key words** optics at surfaces; microfluidics; contact angle of droplets; vertical shooting; diameter measurement

**OCIS codes** 240.6648; 220.4840; 230.3990

## 1 引言

在气、液、固三相的交界处作气-液界面与固-液界面的切线,两切线在液体内部所成的夹角 $\theta$ 为固-液接触角。接触角的测量对衡量材料表面润湿性能非常重要,同时也是探测材料表面的重要技术手段之一。固-液、气-液、气-固界面相互作用的许多重要信息可以通过接触角的测量来获得。

在将微流控技术与光电技术结合与重组的微型化芯片实验器件中,介质上电润湿(EWOD)是一种新型的液滴操控和驱动方法,可以实现液滴的创造、传输、混合和分割。在EWOD中,液滴置于疏水且绝缘的表面上或通道中,在液滴和与其接触的绝缘层的电极之间施加电压,由于张力发生改变,这个接触表面由疏水性变成亲水性,液滴接触角也随着电压的增大而减小。由于接触角能够显示润湿、覆盖性、表面粗糙度、表面

**收稿日期:** 2017-02-22; **收到修改稿日期:** 2017-04-14

**基金项目:** 江苏省科技型中小企业技术创新基金资助项目(BC2014138)

**作者简介:** 陈陶(1974—),男,博士,副教授,主要从事微流控光学、电润湿理论及器件方面的研究。

E-mail: chent@njupt.edu.cn

能和界面张力等信息<sup>[1-2]</sup>,故接触角的测量是非常重要的。

传统接触角的测量方法主要有光放射法、Wilhelmy 吊片法<sup>[3]</sup>、液饼高度法和球冠测量法。此类方法虽然操作简单,但在人工操作下,视觉分辨易产生较大误差。利用液饼高度法与球冠测量法测量时,接触角的大小都与液体的高度有关,且实际操作中很难形成理想的液饼或者球冠状。随着计算机技术的发展,液滴外形法越来越多被采用,它所需液滴量少、实验操作简单,后期采用计算机拟合液滴表面轮廓,提高了测量的精度。

结合计算机技术与经典图像处理技术<sup>[4-7]</sup>,接触角测量的精确化、自动化和迅速化得以实现。测量接触角的基本步骤<sup>[8]</sup>:1) 获取侧面液滴图像;2) 利用图像处理工具提取液滴轮廓;3) 定义接触点;4) 利用理论曲线,从接触点开始沿着液滴轮廓拟合一部分像素点;5) 计算该理论曲线在接触点的一阶导数。

接触点的定义对接触角测量精度的影响非常大,需要拍摄具有反射面的液滴图像,此法不适用于反射率低的表面。侧面拍摄法要求拍摄镜头与液滴严格保持水平,这需要精密的水平调节平台和熟练的操作技术,增加了测量成本。文献[8]论述了采用侧面拍摄法的过程。多种函数拟合数据的对比结果表明,采用圆函数拟合数据最精确<sup>[9-11]</sup>,这也表明液滴的形状是完美球形的一部分(球缺)。因此,本文提出了一种以垂直拍摄-测量圆直径法代替传统的侧面拍摄-提取轮廓-函数拟合法来测量液滴接触角,省去了水平调节平台和函数拟合步骤,从而提高了测量效率。

## 2 结构设计与测量原理

### 2.1 垂直拍摄测量系统的结构设计

垂直拍摄测量系统示意图如图 1 所示,将待测液滴置于载物台上,利用垂直于固-液接触面放置的带电荷耦合器件(CCD)摄像头的显微拍摄系统,直接拍摄液滴的透射或反射图像,得到圆形的二维液体投影图像,通过测量投影圆的直径直接计算液体的接触角。

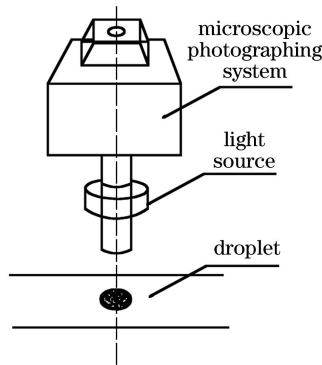


图 1 垂直拍摄测量系统示意图

Fig. 1 Diagram of vertical shooting and measuring system

### 2.2 液滴接触角的计算原理

液滴接触角的理论计算模型如图 2 所示,对于定体积的液滴,在电润湿电压的作用下,其形状发生改变,其中钝角对应疏水状态,锐角对应亲水状态。假定液滴表面仍为球面,设液滴体积为  $V$ (阴影部分为液滴),则

$$V = \frac{1}{3} \pi h^2 (3R - h), \quad (1)$$

$$h = R \sin \theta' + R = R(1 - \cos \theta), \quad (2)$$

综合(1)、(2)式可得

$$V = \frac{1}{3} \pi R^3 (1 - \cos \theta)^2 (2 + \cos \theta). \quad (3)$$

当接触角  $\theta = 90^\circ$  时,即  $h = R_\theta = R_{90^\circ}$ ,代入(1)式可得  $V = \frac{2}{3} \pi R_{90^\circ}^3$ ,由此算出半球液滴的理论半径  $R_{90^\circ} = [3V/(2\pi)]^{1/3}$ ,并作为比较标准。

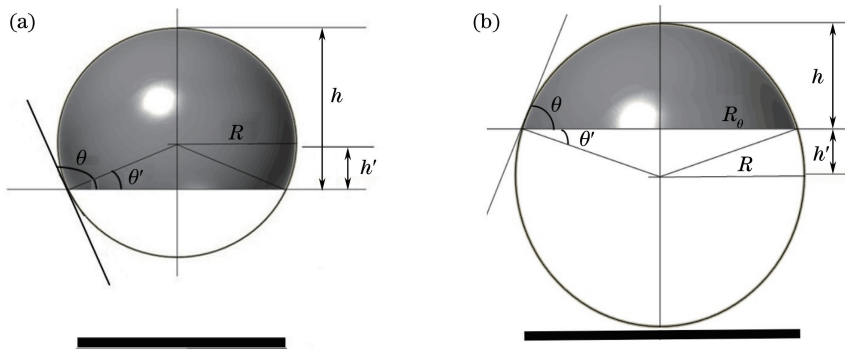
图2 液滴接触角 $\theta$ 分别为(a)钝角和(b)锐角时的理论计算模型

Fig. 2 Theoretical calculation models when contact angle  $\theta$  is (a) obtuse angle and (b) acute angle, respectively

当液滴处于疏水状态,即 $\theta > 90^\circ$ 时,由图 2(a)可看出,此时投影半径 $R_\theta$ 为球半径值,即

$$R_\theta = R = \left[ \frac{3V}{\pi (1 - \cos \theta)^2 (2 + \cos \theta)} \right]^{\frac{1}{3}}. \quad (4)$$

当液滴处于亲水状态,即 $\theta < 90^\circ$ 时,由图 2(b)可看,出实测的投影半径为 $R_\theta$ ,且有

$$R_\theta = R \cos \theta' = R \sin \theta, \quad (5)$$

即

$$R_\theta = \left[ \frac{3V}{\pi (1 - \cos \theta)^2 (2 + \cos \theta)} \right]^{\frac{1}{3}} \sin \theta. \quad (6)$$

通过测量 $R_\theta$ ,并解(4)、(6)式即可算出 $\cos \theta$ 和接触角 $\theta$ 。

根据杨氏方程<sup>[12]</sup>可得

$$\cos \theta = \cos \theta_0 + \frac{\epsilon_r \epsilon_0}{2d\gamma_{SL}} U^2, \quad (7)$$

式中 $\theta_0$ 和 $\theta$ 分别为电压施加前后的接触角, $\epsilon_0$ 和 $\epsilon_r$ 分别为真空的介电常数和绝缘介质的相对介电常数, $\gamma_{SL}$ 为固-液界面的张力, $U$ 为所加电压, $d$ 为绝缘层的厚度。

### 2.3 液滴接触角测量的实验步骤

- 1) 精确测量微液滴的体积 $V$ ,并计算此液滴形成半球时的理论半径 $R_{90^\circ} = [3V/(2\pi)]^{1/3}$ ;
- 2) 采用 CCD 垂直拍摄液滴的正面投影图像;
- 3) 利用图像处理技术提取图像边缘轮廓;
- 4) 测量获得的图像边缘轮廓的半径实测值 $R_\theta$ ,比较 $R_{90^\circ}$ 、 $R_\theta$ 大小以判断接触角为钝角还是锐角;
- 5) 将 $R_\theta$ 代入(4)式,通过数学计算获得接触角值 $\theta$ 。

## 3 实验与仿真设计

### 3.1 图像采集

实验的总体方案如图 3 所示,图像采集系统为带有 CCD 的显微目镜。利用 CCD 代替人眼来接收显微镜放大后的图像,经驱动电路和模拟/数字转换后将其输入微机进行信号处理,可以实现实时、高精度手动或自动拍摄图像。显微镜的放大倍率为 $5 \sim 50$ ,EWOD 芯片是由导电基片、绝缘膜层和液滴构成。选用导电玻璃作为导电基片,在上面旋涂 AF1600 特氟龙作为绝缘疏水膜层。

将 $5 \mu\text{L}$ 的液滴滴于绝缘疏水层上,导电玻璃的氧化钢锡接线作为一个电极,另一电极与液滴相连来并调节两电极间电压。本系统适用于研究芯片上的各种类型的 EWOD 液体,例如去离子水、溶液和体液等。一系列随电压变化的液滴图片被记录下来,部分图像如图 3(a)和 3(b)所示。外加电压过高或固-液接触面非常不理想等因素会导致液滴形状发生畸变,此时再讨论接触角已经毫无意义,因此,本测量系统增设一个侧视 CCD 镜头来监视球形形状。

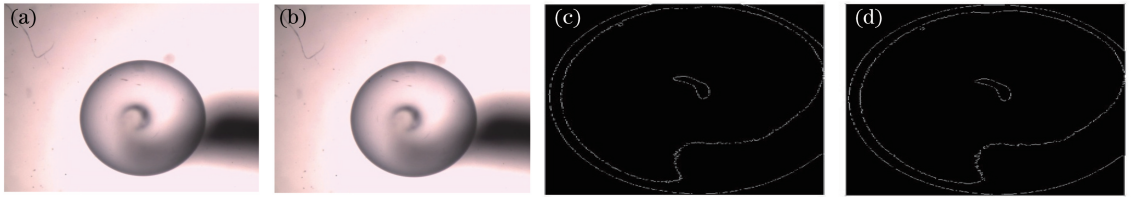


图3 不同电压下(a)(b)垂直拍摄的液滴形貌和(c)(d)对应的投影图像边缘轮廓。(a)(c) 0 V;(b)(d) 30 V

Fig. 3 (a)(b) Droplet shapes obtained by vertical shooting and (c)(d) corresponding edge contours of projected images under different voltages. (a)(c) 0 V; (b)(d) 30 V

### 3.2 提取边界

液滴轮廓可由控制标记点的分水岭算法得到,并由 MATLAB 软件实现自动提取。首先,裁剪所采集图的多余部分以统一图像大小,从而减小计算量;其次将原始三原色(RGB)图像转换成灰度图像,并进行二值化;最后进行边界提取,获得一系列单像素宽的边界图像,如图 3(c)和 3(d)所示。检测图像中的边缘点,并保存其坐标位置。图像边沿的锐利程度越高则表明测量精度越高。

### 3.3 图像边缘轮廓的直径测量与接触角的数值计算

在自动检测和计算时,可在图像边沿上任意选取一点作为基点,然后遍历计算边沿上每一点到基点的距离,其中最大值即为投影圆的直径。再将上述测量出来的直径或半径代入(4)式即可算出  $\cos \theta$  和接触角  $\theta$ 。

### 3.4 结果与讨论

利用垂直镜头 CCD,以 10 V 为间隔,依次记录外加电压为 0~150 V 时的液滴图像,同时以侧视镜头 CCD 监控液滴的形状变化,获取部分图像如图 3(a)和 3(b)所示。利用 MATLAB 对图像进行二值化、降噪、分割、边缘提取,计算出直径,通过半径求出接触角,从而找到电压与接触角间的关系。通过计算得到的接触角与电压间的关系符合理论结果,如图 4 所示,其中固-液界面的张力  $\gamma_{sl}$  为  $38.1 \times 10^{-5} \text{ N} \cdot \text{m}^{-1}$ ,绝缘层的厚度  $d$  为  $5 \mu\text{m}$ 。可以看出,当电压增加到 130 V 后,测得的接触角与理论接触角产生了较大的偏离,且测得的接触角趋于稳定,这是由于电压过高出现了饱和现象,在饱和电压下电润湿作用逐渐减弱甚至消失。在实验中,当电压增加至 150 V 后,液滴形状无明显变化。实验中可能出现的误差主要来自两方面,一是液滴本身重力作用的影响,二是测量圆半径时的测量误差。解决方案为:前者要求液滴体积在微升及以下以避免重力影响,后者可以使用多点采样取平均值。

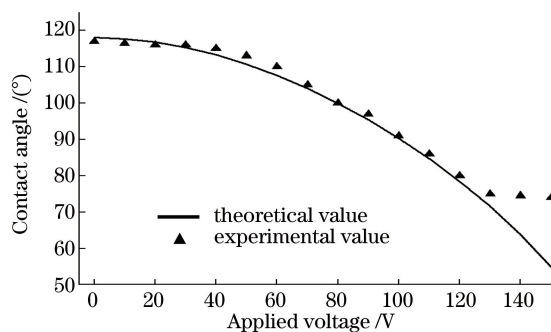


图4 接触角随外加电压的变化

Fig. 4 Contact angle versus applied voltage

## 4 结 论

提出了一种可测量固-液界面液滴接触角的方法,通过测量定体积液滴的投影直径,代入数学理论公式,从而求出接触角。可以提取出像素点宽度连续的轮廓,提取出来的轮廓可以直接用于曲线拟合中,从而精确测量出液滴直径而不需要后期处理,简化了测量流程,同时保证了结果的正确性。这种方法也可以测量其他微流体器件中的固着或下垂的定体积液滴的接触角。

## 参 考 文 献

- [1] Lin P A, Ortega A. The influence of surface tension and equilibrium contact angle on the spreading and receding of water droplets impacting a solid surface[C]. 13th IEEE Intersociety Conference on Thermal and Thermomechanical Phenomena in Electronic Systems, 2012: 1379-1386.
- [2] Morishige Y, Suzumori K, Wakimoto S, *et al.* Contact angle of water droplet on deforming rubber sheet with micro surface structures[C]. IEEE/SICE International Symposium on System Integration, 2015: 948-951.
- [3] Xie Weidong, Yang Haomiao, Li Wenjuan, *et al.* Wetting process and dynamic contact angle measurement of single glass fiber/resin by Wilhelmy method[J]. Material Review, 2012, 26(7): 119-121.  
谢卫东, 杨浩邈, 李文娟, 等. 单一玻璃纤维/树脂润湿过程分析及动态接触角的 Wilhelmy 法测量[J]. 材料导报, 2012, 26(7): 119-121.
- [4] Koszmider T, Bakala M, Fabijańska A, *et al.* An improved method for contact angles determination from images of heat-emitting objects[C]. Proceedings of VIIth International Conference on Perspective Technologies and Methods in MEMS Design, 2011: 133-134.
- [5] Goclawski J, Urbaniak-Domagala W. The method of solid-liquid contact angle measurement using the images of sessile drops with shadows on substratum[C]. International Conference on Perspective Technologies and Methods in MEMS Design, 2007: 135-140.
- [6] Wang Xiaohui, Li Junjian, Yang Wei, *et al.* Measurement on contact angles based on image process[J]. Optoelectronic Technology, 2011, 31(1): 14-19.  
王晓辉, 李军建, 杨 威, 等. 接触角的图像处理与检测[J]. 光电子技术, 2011, 31(1): 14-19.
- [7] Zhang Pei, Wan Yongjing, Zhou Youling. A new boundary extraction algorithm and its application in the contact angle measurement[J]. Journal of East China University of Science and Technology(Natural Science Edition), 2014, 40(6): 746-762.  
张 佩, 万永菁, 周又玲. 一种新的边界提取算法及其在接触角测量中的应用[J]. 华东理工大学学报(自然科学版), 2014, 40(6): 746-762.
- [8] Li L, Kang W, Ye D. A contact angle measurement method for the droplets in EWOD-based chips[C]. IEEE International Conference on Nano/Micro Engineered and Molecular Systems, 2007: 1071-1075.
- [9] Xu Z N, Lü F C. A static contact angle algorithm and its application to hydrophobicity measurement in silicone rubber corona aging test[C]. IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, 2013, 20(5): 1820-1831.
- [10] Lü Peng, Li Mingyuan, Li Nannan. Method of measuring contact angle of liquid in capillary[J]. Science Technology and Engineering, 2015, 15(23): 92-94.  
吕 鹏, 李明远, 李楠楠. 液体在毛细微孔中接触角测量方法[J]. 科学技术与工程, 2015, 15(23): 92-94.
- [11] Liu Zhaomiao, Zhao Tingting, Shen Feng. The influence of gravity and contact angle on the liquid flow in the surface tension tank[J]. Chinese Journal of Theoretical and Applied Mechanics, 2015, 47(3): 430-440.  
刘赵淼, 赵婷婷, 申 峰. 重力和接触角对表面张力贮箱内液体流动的影响[J]. 力学学报, 2015, 47(3): 430-440.
- [12] Mugele M, Baret J C. Electrowetting: from basics to applications[J]. Journal of Physics: Condensed Matter, 2005, 17(28): R705.