

DSA100 (Drop Shape Analysis) series 操作指南


接触角测量---座滴法 Sessile drop.

1. 接通电源，打开位于仪器左后侧的开关。




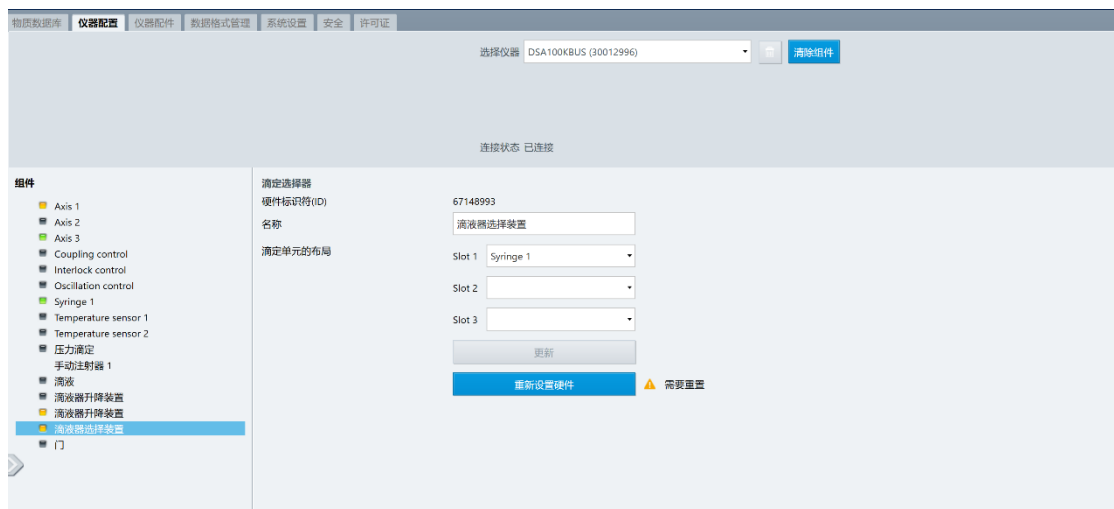
2. 打开蓝色 LED 光源，一般情况下是一档（如需高速录像，选择二档）



3. 双击打开 Advance 软件，点击软件右侧中间按钮, 选择仪器配置页，选择相应的 COM 口，确认软件与仪器已连接。选择 Syringe1, 并确认注射器型号正确。玻璃注射器为 SY20, 一次性注射器为 SY3601; 如 syringe1 显示为橙色, 取下注射器, 并点击右侧的“重新设置硬件”。自动轴 Axis 如出现橙色, 需对其进行重新设置硬件。



4. 液滴器升降装置每次开机后首次连软件必须进行重新设置硬件：液滴器选择装置，需根据实际单个滴液器装载情况选择对应的位置，如下图：slot1 装载了 syringe1。确认所有已连接器件都是绿色后，点击  回到测试页面。



5. 选择“座滴法”，在右侧双击模板，或者选择模板后，右下方点击创建新测量。




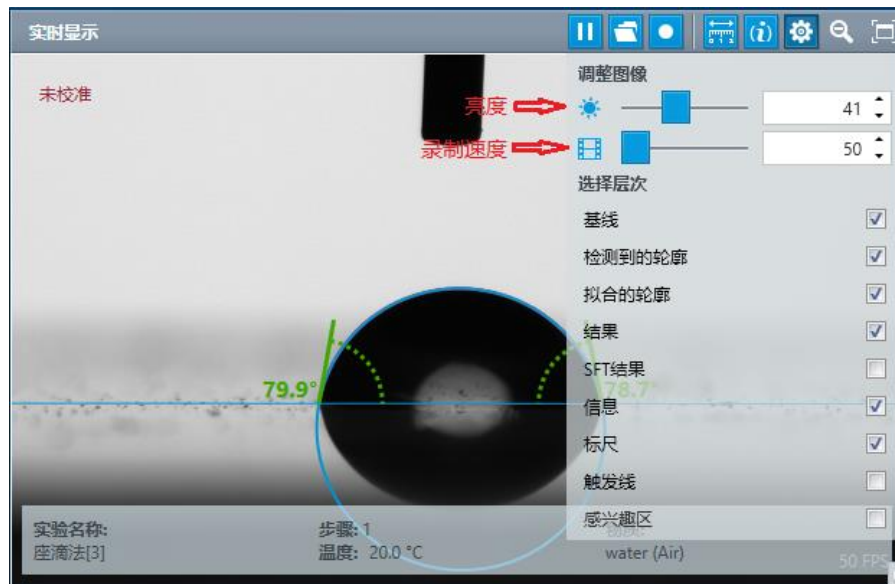
6. 在“Measurement (测量)”磁贴右下角滴落相/环绕相物质，1. 选择注射器 syringe1，选择 Water 或 diiodo-methane。2. 选择环绕相，一般选择 Air。



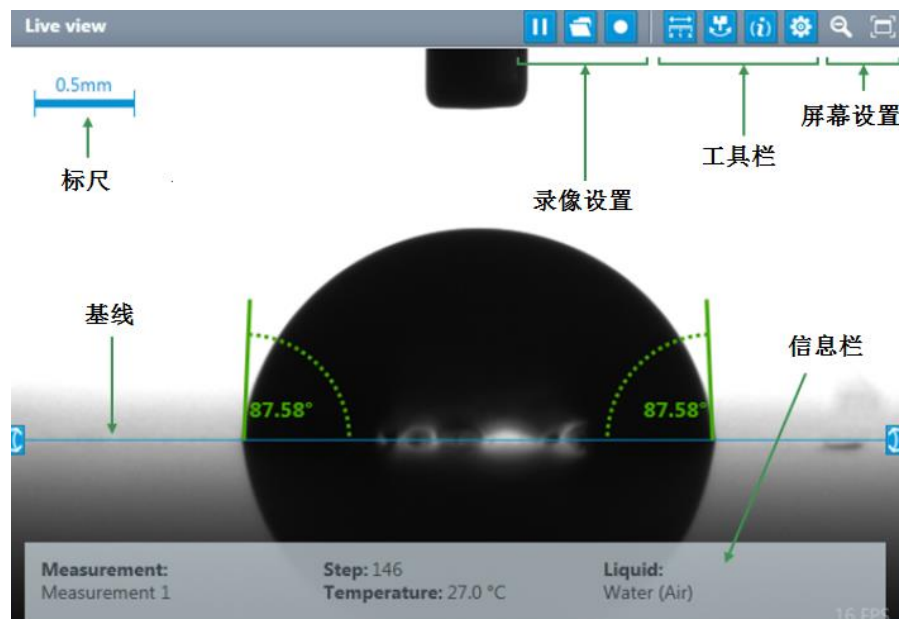
如物质数据库里没有名称，可以选择自定义。



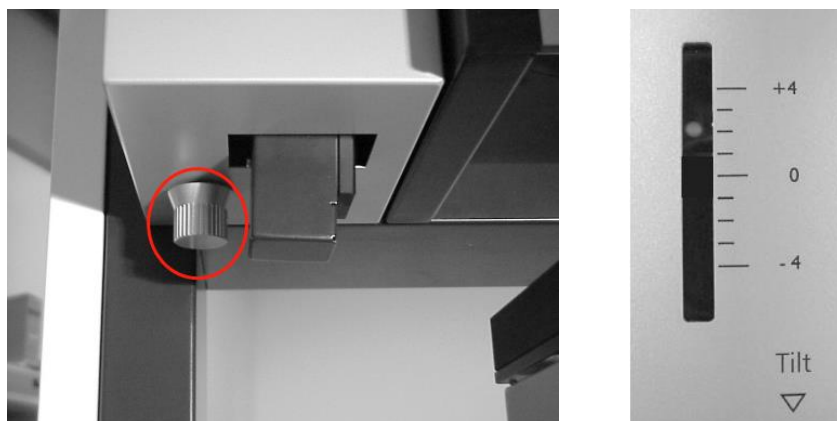
7. 观察“实时显示”窗口，界面选择“”，滑动“调节图像”的亮度使图像达到光线背景良好的状态。亮度值通常在 40-60 左右，最理想是有灰偏白的画面。




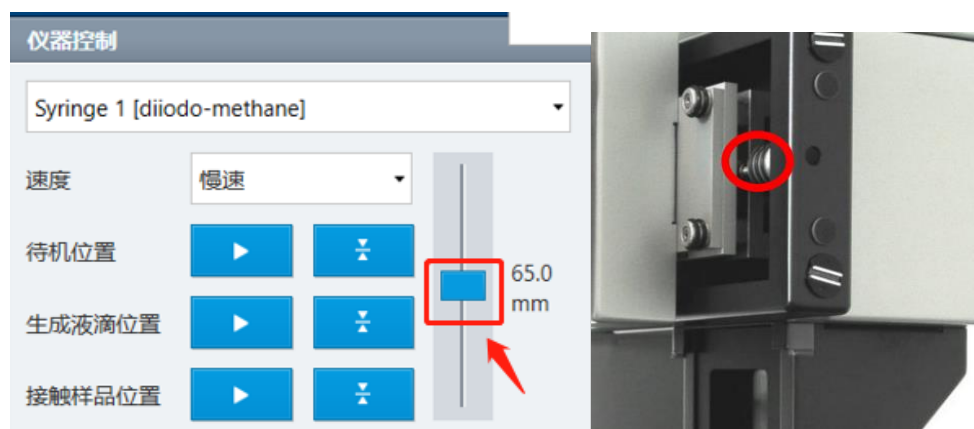
下图为各功能图标说明。



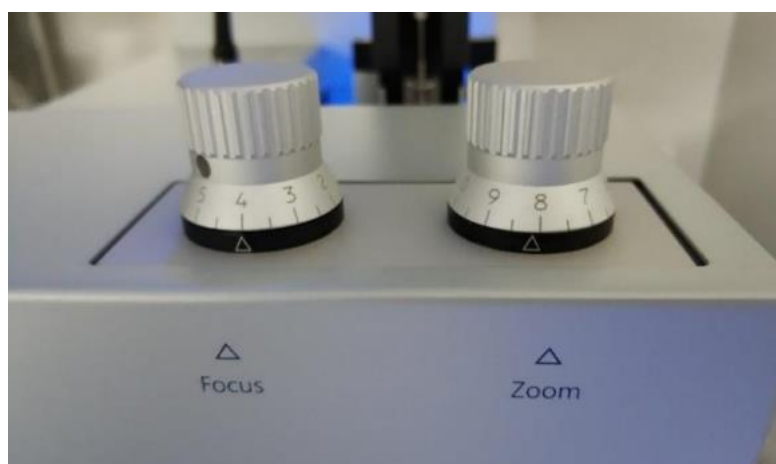
8. 旋转镜头视角（千分尺）旋钮，**推荐**将摄像头视角调整为+2°。（或根据相应要求调整视角角度）




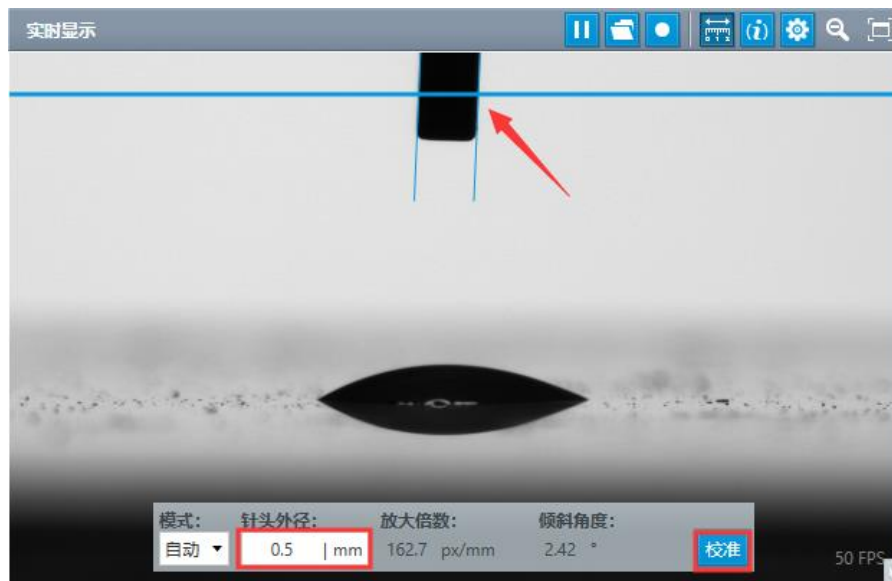
9. 在“仪器控制”窗口中，选择需要用的滴液器（syringe1 或者其他），在升降平台控制区域右侧，鼠标按住“”键上下拖动调整注射器上下位置，使注射器针头处于观测的窗口上方大约 1/5 处内位置。如果针头偏左或者偏右，可以旋转滴液模块架子上的旋钮，调整到中间位置



10. 调整针头在图像中露出一小段长度大小及清晰状态，调节对焦（Focus）和缩放（Zoom）旋钮，**使针头边缘清晰**。对焦旋钮用于调整清晰，缩放旋钮用于视觉范围放大缩小。




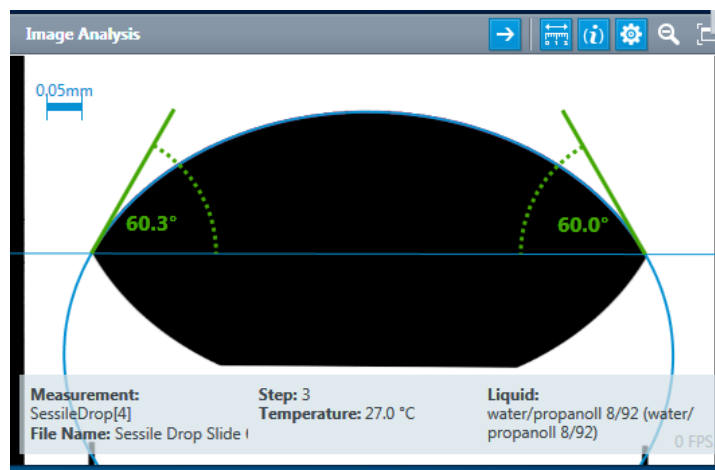
11. 使用针头外径进行比例尺校准。选取“实时显示”中的“”，拖动出现的水平蓝色线必须穿过针头，输入注射器直径（标配 NE44 针头是 0.517mm），点击“校准”获得比例尺。



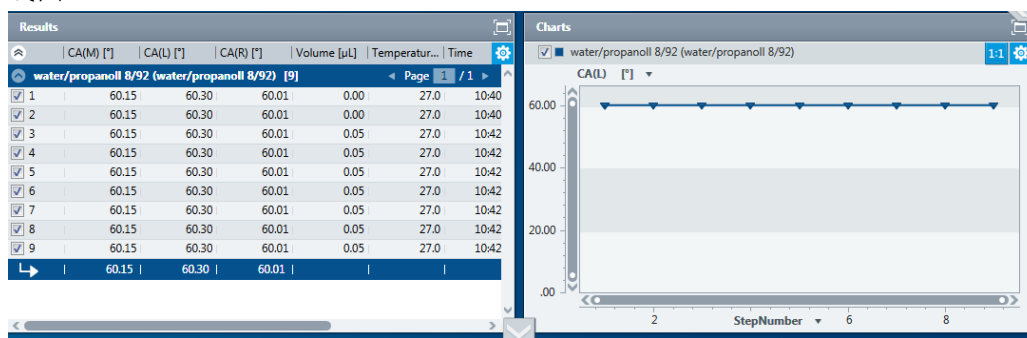
12. 注射器和滴液窗口（左下图）处，确认选择当前注射器，手动输入滴液体积（推荐 1-4ul）&加液速度，点击“定体积滴液”滴出液体。如需滴出较小液滴如 0.2ul，需将加液速度改为 0.2ul/s。




13. 在“分析”窗口，实验类型为座滴法，选择合适的拟合方法（默认为 Ellipse (Tangent-1)），基线选择“自动基线”，点击  “单次测量”，获取并记录接触角。



14. 测试结果数据在“结果”窗口显示，并且“图表”窗口内会显示接触角 VS 步骤编号的曲线图。




15. 点击中间三角形  或者快捷键 page down, 最底部, 可以看到“导出”, 可选择导出 excel 或者 pdf 文档。

The screenshot shows the '导出' (Export) dialog box. It has two sections: '导出' (Export) and '报告' (Report). In the '导出' section, the '输出格式' (Output Format) is set to 'Excel'. A red box highlights the '导出' (Export) button. In the '报告' section, the '输出格式' (Output Format) is set to 'Simple report template'. At the bottom, there are three buttons: '预览' (Preview), 'PDF', and '打印' (Print), with a red box highlighting the '打印' button.

接触角自动化程序 1（简易）

1. 在图像框设置处，勾选触发线，将出现的红色触发线拉至针头底端稍低位置（请勿和针头平齐！）



2. 在自动化程序磁贴处，选择并设置自动化程序动作。点击分析模块的  或者快捷键 F3 执行自动化程序。然后上升样品台，接住液滴，等待程序结束出结果。下图示例为移液后 5 秒进行单次测量。

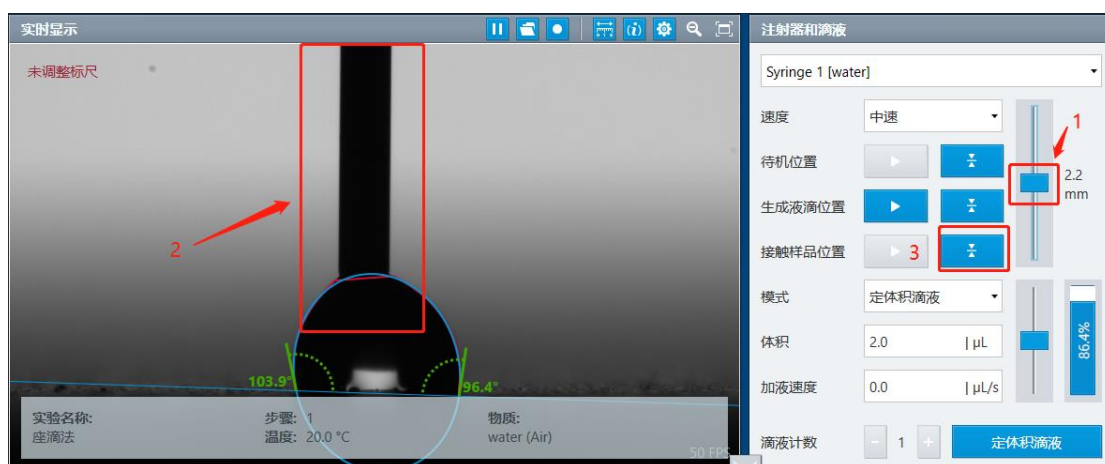
自动化程序					
步骤	等待, 直到	等待时间	动作	模式	间隔
<input checked="" type="checkbox"/> 1			定体积滴液 2.0 μL 2.67 $\mu\text{L}/\text{s}$	完成后进入下一步	
<input checked="" type="checkbox"/> 2	物体离开触发线		重置计时器	完成后进入下一步	
<input checked="" type="checkbox"/> 3		5 s	单次测量	完成后进入下一步	

如需确定液滴平衡时间，可在动作栏设置多次测量（需设置测量时长及取样速率），等待时间改为 0。便可得到一条随时间变化的接触角曲线。

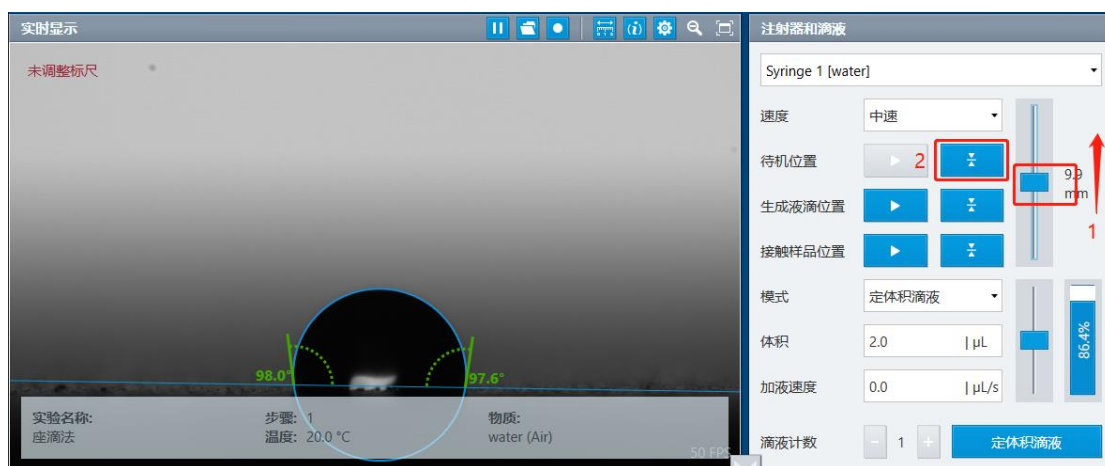
自动化程序					
步骤	等待, 直到	等待时间	动作	模式	间隔
<input checked="" type="checkbox"/> 1			定体积滴液 2.0 μL 2.67 $\mu\text{L}/\text{s}$	完成后进入下一步	
<input checked="" type="checkbox"/> 2	物体离开触发线		重置计时器	完成后进入下一步	
<input checked="" type="checkbox"/> 3			多次测量 30.0 s 2.0 fps	完成后进入下一步	

接触角自动化程序 2 (针头自动定位)

1. 调整样品(台)高度至信息栏平齐, 拖动滴液器升降平台, 对“生成液滴位置”“接触样品位置”“待机位置”进行保存, 如下图:



往上拖动滑块, 使针头至不被看见, 点击保存为“待机位置”



2. 可设置程序如下:

下图为 2ul 液滴, 移液后 5s 单次取值。

自动化程序					
步骤	等待, 直到	等待时间	动作	模式	间隔
<input checked="" type="checkbox"/> 1			选择注射器 Syringe 1	完成后进入下一步	
<input checked="" type="checkbox"/> 2			放置滴液器 生成液滴的位置 600 ml...	完成后进入下一步	
<input checked="" type="checkbox"/> 3			定体积滴液 2.0 μ L 2.67 μ L/s	完成后进入下一步	
<input checked="" type="checkbox"/> 4			放置滴液器 接触样品的位置 600 ml...	完成后进入下一步	
<input checked="" type="checkbox"/> 5			放置滴液器 生成液滴的位置 600 ml...	完成后进入下一步	
<input checked="" type="checkbox"/> 6		5 s	单次测量	完成后进入下一步	

单击此处添加一个新步骤。

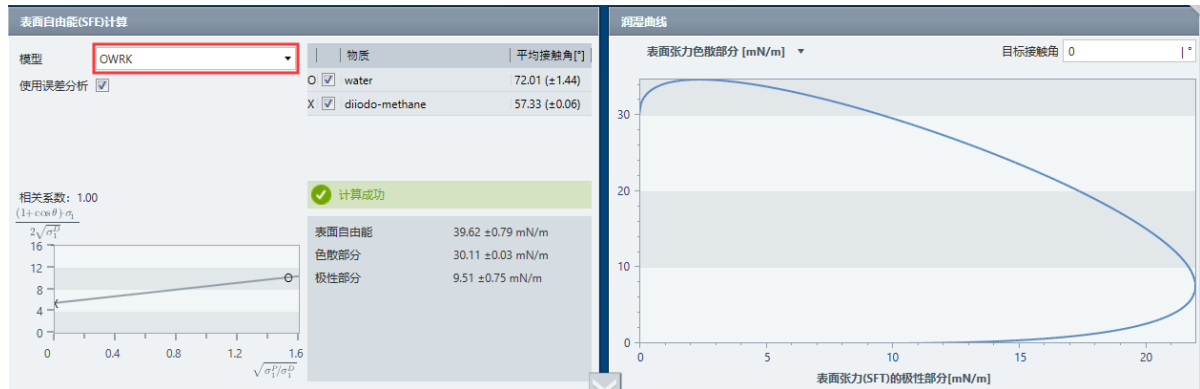
也可以多次测量

自动化程序					
步骤	等待, 直到	等待时间	动作	模式	间隔
<input checked="" type="checkbox"/> 1			选择注射器 Syringe 1	完成后进入下一步	
<input checked="" type="checkbox"/> 2			放置滴液器 生成液滴的位置 600 ml...	完成后进入下一步	
<input checked="" type="checkbox"/> 3			定体积滴液 2.0 μ L 2.67 μ L/s	完成后进入下一步	
<input checked="" type="checkbox"/> 4			放置滴液器 接触样品的位置 600 ml...	完成后进入下一步	
<input checked="" type="checkbox"/> 5			放置滴液器 生成液滴的位置 600 ml...	完成后进入下一步	
<input checked="" type="checkbox"/> 6			多次测量 15.0 s 2.0 fps	完成后进入下一步	

单击此处添加一个新步骤。

表面自由能测定（Surface free energy measurement）

1. ADVANCE 软件在接触角测试界面下方直接计算固体的表面（自由）能。
2. 按 pagedown, 或者向下箭头图标, 可以到表面自由能计算磁贴部分。
3. 选择状态方程“OWRK”计算方法, 勾选计算的液体接触角平均值, 软件自行显示出对应的固体表面能结果和润湿曲线。



如 OWRK 计算得表面能值小于 20mN/m, 可更换为 Wu 计算模型

表/界面张力测定

---悬滴法 Pendant Drop

1. 接通电源，打开开关，等待仪器初始化结束，光源点亮。




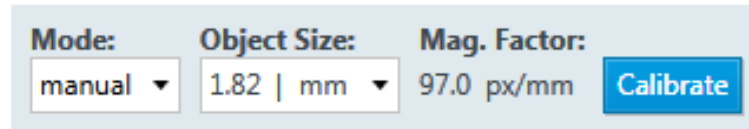
2. 双击 **ADVANCE**，打开软件，确认仪器已连接。选择“悬滴法”，在右侧选择模板双击，或者选择模板后，再右下方点击新建测试。




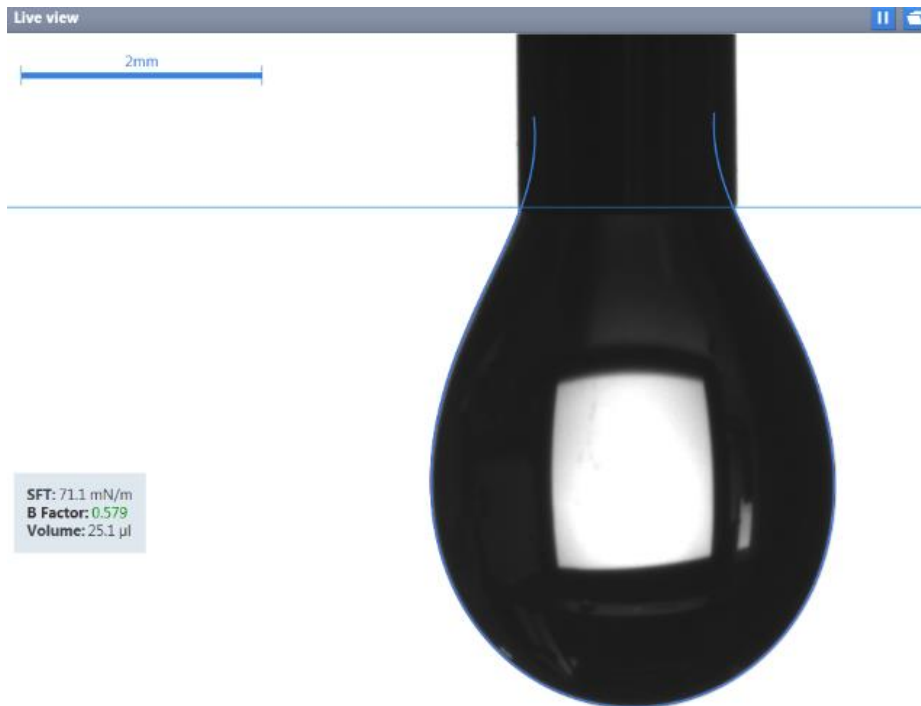
3. 旋转镜头倾斜旋钮，将镜头的视角调整为 0° 。（详见座滴法操作说明书）
4. 在“实时显示”窗口调整显示亮度。灰白背景最佳。
5. “滴落相/环绕相物质”选取对应注射器和液体信息。“滴落相/环绕相”选取对应液体物质信息。也可以自定义，**重点在于需要正确的液滴密度。**

滴落相/环绕相物质	滴落相/环绕相物质
环绕相	手动注射器 1 [手动]
物质: Air	物质: (自定义)
	名称: 水
	密度: 0.998 g/cm ³

6. 选取粗针头（推荐绿色 1.830mm 外径针头），手动调整使注射器针头处于观测的窗口上方大约 1/5 处内位置。调整放大旋钮及对焦旋钮，使针头放大倍数适宜，边沿清晰。
7. 对针头进行校准，选取“实时显示”中的“”，将出现的蓝色横线，拖至横穿针头，在下方输入注射器直径（NE45 外径为 1.830mm），点击“校准”校准尺寸。**此步重要。**



8. 使用鼠标拖动蓝色分界线至注射器针头和液体的分界略下方，调整液滴体积至液滴 **B factor** 理想数值为 0.6 ± 0.06 ，次理想为 $0.45-0.75$ 之间。点击“”获取并记录液体表面张力。测量结果在图像中显示，可以对应的保存需要的图像数据。



9. 导出数据。

自动化程序部分可参考座滴法测量接触角部分。


液体极性分析

--仅色散型固体表面的接触角法

注意：该方法是计算方法。不涉及到直接测量。但需要提前获得测量量：

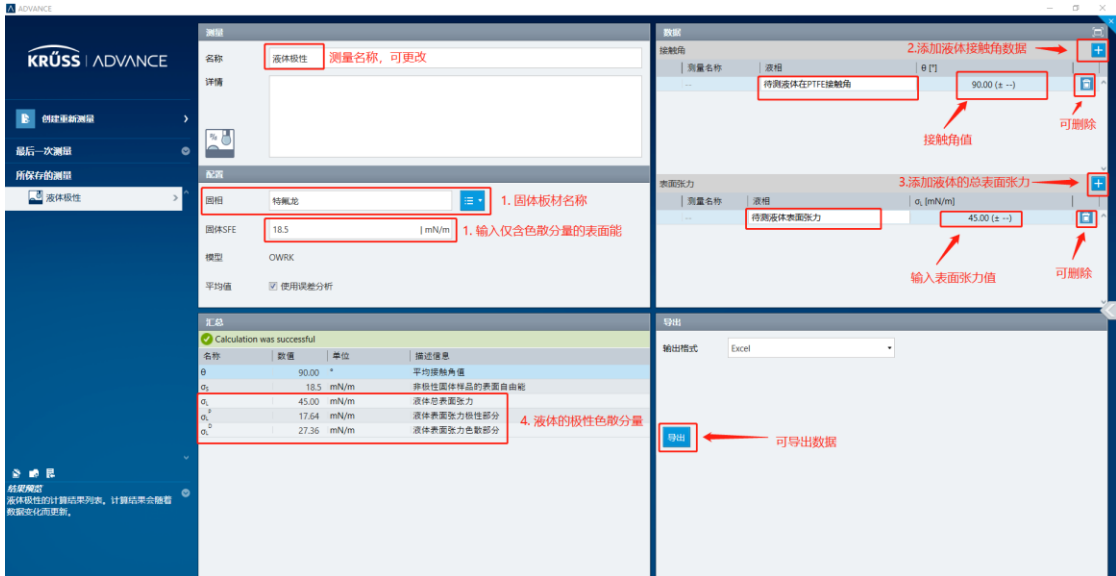
1. 待测液体的表面张力（可通过悬滴法或力学法测得）
2. 需有一个仅含色散分量表面能的标准固体板材（如 PTFE 或者石蜡，粗糙度要求 $Ra^2 < 0.3\mu m$ ，表面能值可以使用水和二碘甲烷分别测量接触角并使用 OWRK 方法计算可得）
3. 使用待测液体在上述板材上测得接触角（可通过座滴法或力学法测得）

注：可参考 ISO 19403-5 2017

1. 双击 ，打开 Advance 软件，选择“液体极性”方法后，选择模板“液体极性”，创建新的测量。



2. 在测量页面分别在对应位置输入表面能值，待测液体在标准固体板材的接触角，待测液体的总表面张力值。如下图：




粘附分析

--基于 WORK 模型分析极性与色散相互作用分析

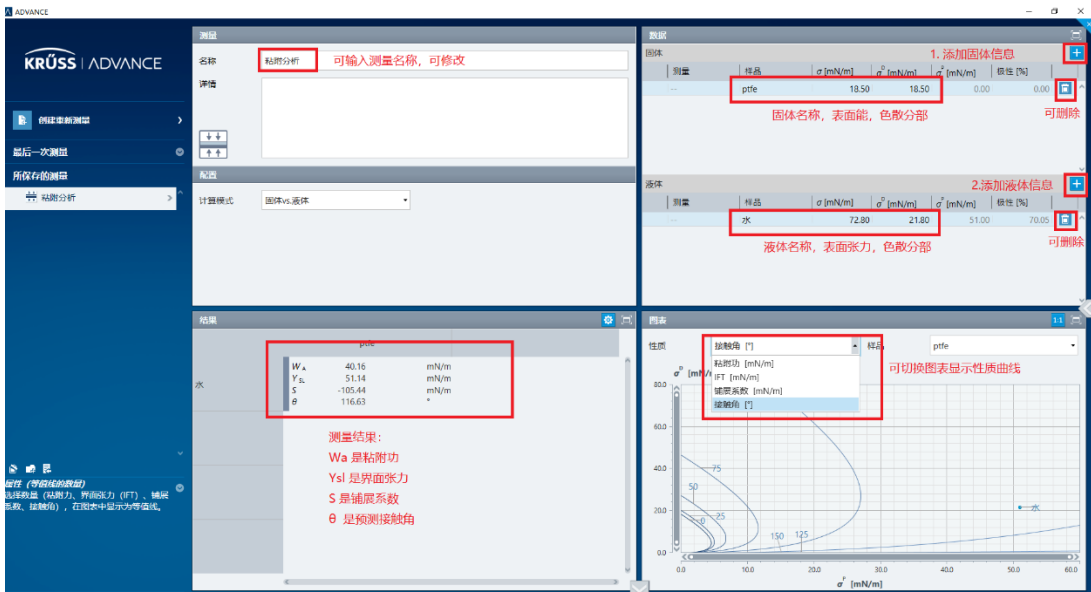
注意：该方法是计算方法。不涉及到直接测量。但需要提前获得测量量：

1. 已知液体的表面张力及色散分部，极性分部（可通过液体极性分析获得）
2. 已获得固体表面能值及色散分部，极性分部，（可以使用水和二碘甲烷分别测量接触角并使用 OWRK 方法计算可得）

1. 双击 ，打开 Advance 软件，选择“粘附分析”方法后，选择模板“粘附分析”，创建新的测量：



2. 在测量页面分别在对应位置输入固体表面能信息，液体表面张力及分部。软件即可自行计算出结果。如下图：



接触角测量仪常见问题

Q: 图像太暗?

A1: 可以在“实时显示”处“”处调整亮度，并降低录制速度。


A2: 通过切换灯箱更高亮度的挡位。

Q: 样品粗糙，软件无法找准液滴的接触角基线？基线跳动大？

A1: 在“分析”窗口“基线”处，选择手动基线。然后在“实时图像”窗口拖动基线至真实位置。

A2: 调高背景亮度。

Q: 样品面积小？同个实时显示窗口 有超过 1 个液滴的情况，系统无法选择计算哪个对象的接触角？

A: 可以适当减少移液量，然后在“实时显示”处“”勾选“感兴趣区域”，然后拖动方框覆盖需要计算的液滴接触角。

Q: 接触角移液量需要多少 μL ?

A: 推荐 1-6 μL 液体。液滴体积过大可能会受重力影响改变轮廓，过小容易受蒸发影响。

Q: 接触角拟合曲线应该选择哪个？

A: 20° -120° 可以选择 Ellipse (tangent-1)，小于 20° 可以选择 Circle 或者 Height/Width，130° 以上可以选择 Young-Laplace 或者 Tangent，倾斜台请使用 Tangent。

Q: 样品太过疏水，移液过程出现爬针现象？

A1: 建议选择较小外径的且带有特氟龙镀层的针头（NE30）液滴到 6 μL 左右自行滴落；

A2: DSA25 可以使用滴液器弹跳功能，使 4 μL 自行滴落

Q: 样品较小，需要使用较小液滴，如何设置？

A: 建议选择较小外径平头针头(如外径 0.2mm 针头)，更小容量注射器（如 SY10），再通用设置里的仪器配置设置注射器型号或者注射器内径，设置液滴体积（如 0.3 μL ）的同时需要设置较低滴出速率（如 0.1 $\mu\text{L}/\text{s}$ ）

Q: 悬滴法测量表/界面张力，通过调整液滴体积都无法使 B factor 形状系数落在绿色区间 0.4-0.75 之间？

A: 此时只能更换不同外径的针头，如最大形状系数小于 0.4，则需更换成更大外径的针头；如最小形状系数大于 0.75 则需换成更小的针头。

Q: 座滴法多次测量，基线一直跳动理想的变化曲线，如何快速处理？

A: 可以在结果磁贴中，选中最开始的一个结果，在出现对应的图片中，选择“手动基线”，拖动基线到准确位置，按 shift 键选中所有需要重新计算的结果，然后点击“覆盖”，软件将会对选中的结果重新计算。