

TRACKER™ HTHP

自动悬滴界面流变仪 高温 & 高压



TRACKER™ HTHP – 200°C / 700 bar

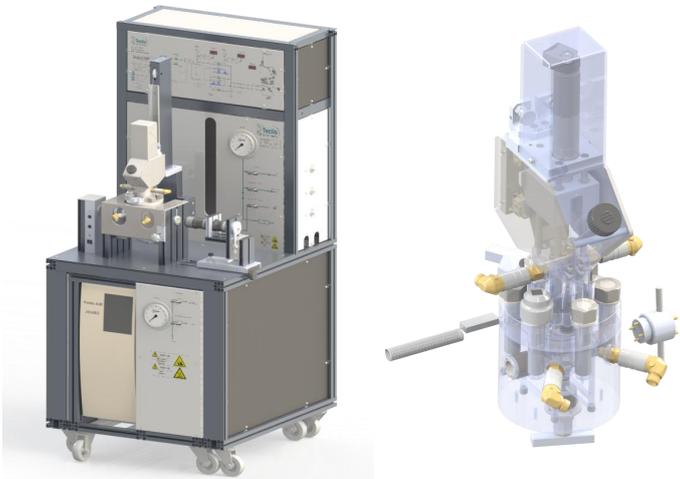
TRACKER™ HTHP 用于表征表面性能，研究界面流变特性，测量表面或界面张力、接触角，以满足最苛刻的应用。

TRACKER™ HTHP可以在最高200°C的温度和最高700 bar的压力下进行测量。高压腔的设计已通过**CETIM *认证**。

TRACKER™ HTHP 实现了模块化和多多值化。它可以测量：

- 液滴体积/面积频率和振幅可调的界面流变及粘弹性模量的计算
- 采用**悬滴或升滴**测量液/液或气/液界面张力
- 置于固体上**表面或下表面**的液体接触角
- 液体在固体上表面或固体下表面的前进和后退角

TRACKER™ HTHP 与所有非爆炸性气体和超临界二氧化碳相容。该仪器有3个最大压力版本：350/500/700bar。



测量设备

压力传感器将注射器、针头、样品池等部件封装起来，以适应各种应用：垂滴、上升滴、躺滴...整个设备是模块化的，易于使用和清洁。

接触角测量可用于测量放置在固体上表面或下表面的液滴的液/固角度来完成。旋转平台**允许连续放置多个液滴**以在带压状态下执行多个接触角测量，而无需打开压力单元。

注射器专门设计用于精确的处理带压状态下的液滴或气泡。它可以通过软件直接和持续地控制，非常精确地调节液滴/气泡的体积和面积，或在实验过程中进行振荡，以获得界面流变数据。

压力腔不可从设备上拆卸下来。TRACKER™ HTHP 可以在常压状态下使用，但测试只能在压力强内执行。

光学系统

TRACKER™ HTHP 配备了分辨率为640x480像素的单体色CCD摄像机和远心镜头。该相机的记录速度高达60帧/秒 (fps)，可满足大多数应用需求。当研究速度非常快的现象时，可提供一台快速摄像机（高达600帧/秒）。

光源以均匀、恒定的方式照射样品。256个像素中，一个像素的灰度只有±10个灰度的变化。光源有2种发光强度，以适应较高光密度的溶液。

通过蓝宝石窗口进行滴形分析。

温度和压力系统

TRACKER™ HTHP配备了一个增压器，可将压力提高到700bar，并配备了一个油循环器，可将温度提高到200°C

TRACKER™ HTHP 是一套完整的仪器。测量装置、光学系统、温度和压力系统集合在一个紧凑的移动式机箱中，形成一个独立的测量仪器，不需要增加其他设备。

*Centre Technique des Industries Mécaniques
法国机械工业技术中心 www.cetim.fr

应用

- 超临界二氧化碳
- 石油 沥青
- 熔融聚合物
- 带压环境下接触角
- 与甲烷兼容
- EOR 测试

TRACKER™ 自动多功能界面流变仪

软件

界面张力可由具有旋转对称性的滴轮廓来计算。

滴的实际形状是由界面张力和重力效应相互作用的结果。界面张力使滴呈球形，而重力使滴拉长，因此滴变成梨形，或者在无柄滴的情况下变平。如果这些对立效应的绝对值相同，就有可能确定所产生的轮廓的形状，以及滴与其支撑物之间的接触角。

该计算基于两个基本方程：

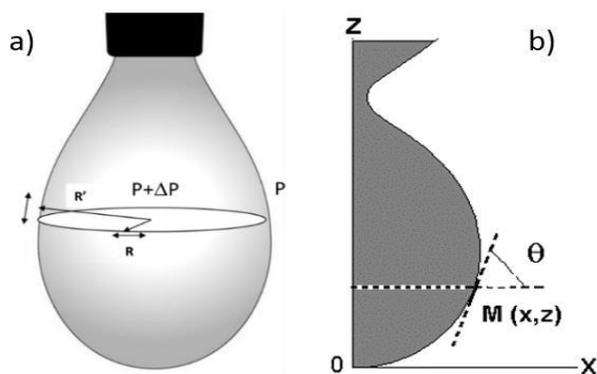


Figure 1.a/滴的表面曲率
b/滴表面某点M的坐标

- 拉普拉斯-杨方程表述了表面曲率产生的压强差与平均曲率成正比，比例系数等于界面张力。

$$\Delta P = \gamma \cdot \left(\frac{1}{R} + \frac{1}{R'} \right)$$

R 和 *R'* 为滴面主要半径
 ΔP 是跨界面的压力变化 (Figure 1.a).

- 第二个方程是基于任何水平面上的力的平衡：

$$2\pi \cdot x \cdot \gamma \cdot \sin\theta = V \cdot (\rho_1 - \rho_2) \cdot g + \pi \cdot x^2 \cdot p$$

p 施加在滴表面的压力
 γ 界面张力
R 和 *R'* 滴面主要曲率半径
x 是以 *z* 为做的的子午线的横坐标
 θ 是 *M* (*s*) 的切线与轴 *Ox* 的极角
V 是平面下流体的体积
 ρ_1 和 ρ_2 是流体密度
g 是重力加速度
(Figure 1.b).

滴的形状只取决于非维度的形状因子，名为形状因子或邦德数：

$$Bo = \frac{g\Delta\rho}{\gamma b^2} = \frac{c}{b^2}$$

$\Delta\rho$ 为两种流体的密度差
g 是重力加速度
b 是滴顶点曲率半径的倒数
 γ 是界面张力
c 毛细管常数 $c = \frac{g\Delta\rho}{\gamma}$

Bo 越低，液滴的球形程度越高，测量的精度越低 (Figure 2-3)。为了增大 *Bo*，必须增大滴顶点的曲率半径，从而增大滴的体积。滴的形状越梨形，测量效果越好。

邦德数的值也会受到相机镜头的光学变形和滴垂直度的误差影响。

精确测量滴形状的一个良好指标是 *Bo* 数值高于 0.1。

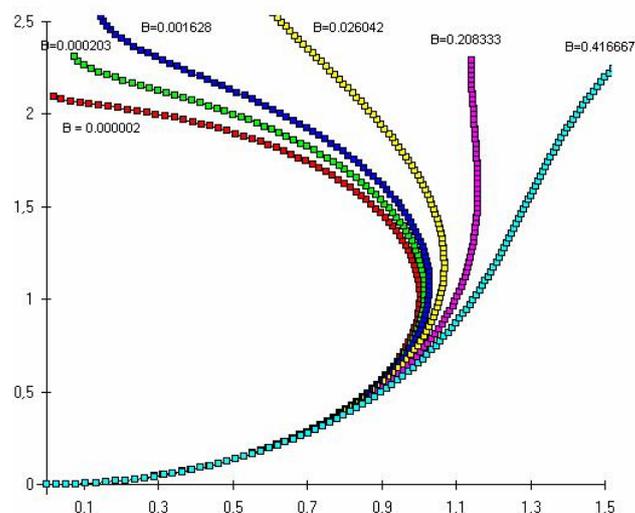


Figure 2 不同邦德数值下的滴轮廓

	Bo = 0.1	Bo = 0.01
Gaussian noise (mm)	Relative error	Relative error
0.001	0.25 %	2.3 %
0.005	1.7 %	12.15 %
0.009	2.2 %	28.6 %
0.013	2.7 %	27.6 %
0.017	2.4 %	42.0 %
0.021	5.0 %	53.7 %

Figure 3 根据2个Bo值的高斯噪声，由滴的拉普拉斯分布给出的相对误差

TRACKER™ HTHP - 压力范围 350 - 700bar

软件

TRACKER™ HTHP 能进行准确的自动化测量，产生可重复的结果。

TRACKER™ HTHP 软件控制实验温度和压力参数以及测量设置。实时处理获得的数据。

该软件利用算法分析液滴轮廓，并用基于Young-Laplace方程的模型拟合，以确定液滴的表面张力、界面张力或接触角。

表面张力和界面张力的测量是通过上升或悬垂的液滴或气泡来进行的，这取决于流体的密度。它还控制滴的体积或面积，以便：

- 在实验过程中保持恒定的滴体积/面积
- 提供滴体积/面积的正弦变化，其频率和振幅可由用户编程。这些实验用于确定膨胀粘弹模量
- 提供具有突然变化的线性状态：脉冲

软件测量液体滴在固体上表面或下表面的动态接触角、前进接触角和后退接触角（Ex3）。借助旋转平台，可以连续放置多个液滴，在压力下进行多次测量，而无需打开压力传感器。

设置数据、图像和结果都存储在ITC文件中，不可更改。

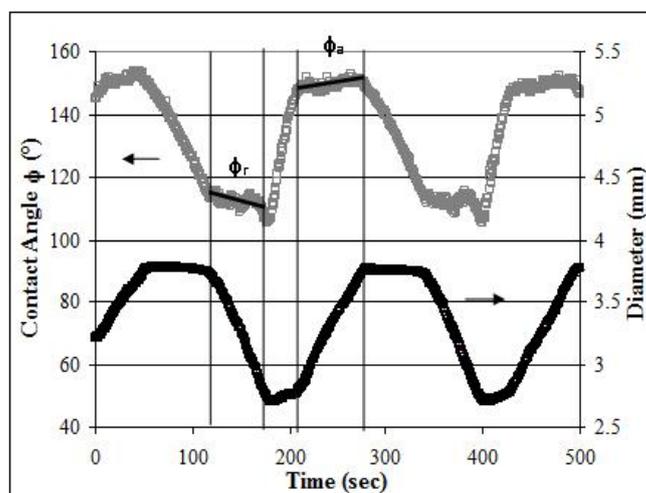
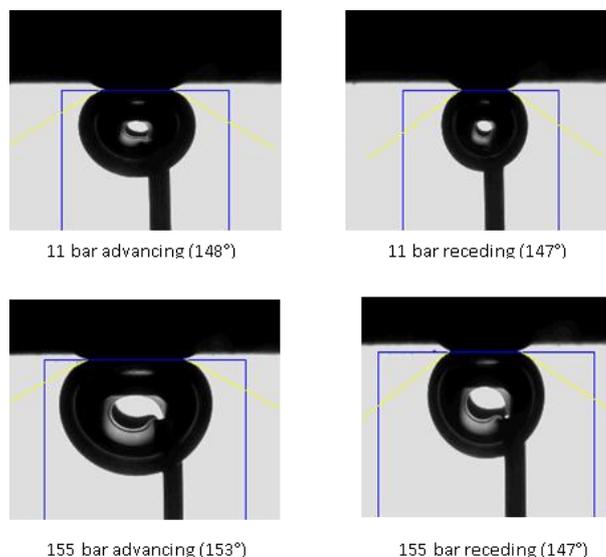
所有的测量结果都可以直接在软件内进行比较。

记录的滴图像可以在后期处理中重新计算。

数据 & 测试

- 界面流变 - 粘弹模量
- 表面张力 (气 / 液)
- 界面张力 (液 / 液)
- 接触角 & 表面能 (液 / 固)
- 前进交和后退角
- 刚性系数
- 温度
- 压力

Ex3: 在70°C, 高压和低压CO₂环境下的前进角和后退角测量 (盖岩基材)



SPE 113353-PP

Capillary Alteration of Caprocks by Acid Gases

Virenkumar Shah, University of Pau and TOTAL SA; Daniel

Broseta, University of Pau; Gerard Mouronval,

Copyright 2008, Society of Petroleum Engineers

面扩张流变学(Interfacial Dilatational rheology) 是研究简单或更复杂界面层的平衡和动态特性的强有力的工具, 包含对表面活性剂、蛋白质、聚合物或者微米-纳米颗粒的研究。

界面流变学可以更好的了解界面上的表面活性剂、蛋白质、聚合物或微米-纳米颗粒的特性。此外, 它还可以**研究吸附-解析现象**以及在界面上可能发生的相互作用。这些可以揭示有关界面动力学以及结构对配方性能贡献的重要信息。

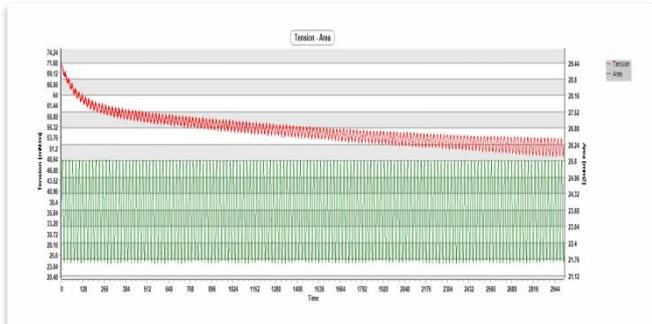
粘弹模量的计算可以更好的理解如何改变界面弹性模量或粘性模量, 并将其与泡沫与乳液稳定性关联起来。

TRACKER™ 实现的界面流变研究

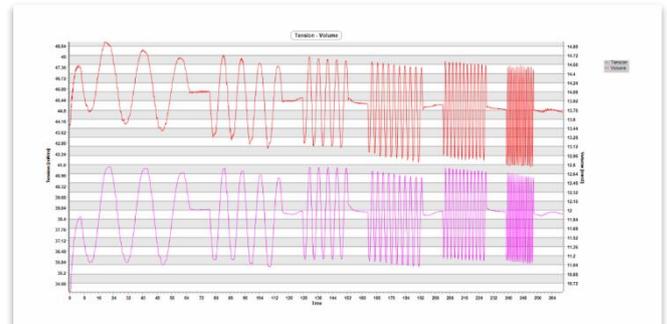
TRACKER™ 软件可精确控液滴的体积或面积, 并同时执行正弦变化, 其频率和振幅由用户确定。从基本的单频振荡到复杂的测试方案含多个振荡步骤, 所有测量参数都可以独立设置或更改, 即使在测试过程中:

- 振荡频率: 从 0.001Hz 到 2Hz 和在压电模块下增至 10Hz
- 滴体积变化范围: 从 +/- 0.1 μl 到 +/- 100 μl 和压电模块下最高为 +/- 4 μl
- 体积变化最小速度: 0.01 $\mu\text{l/s}$
- 体积变化最大速度: 20 $\mu\text{l/s}$
- 时间: 振荡期间滴或泡的面积可在N小时内保持相对恒定, 含气/液界面。

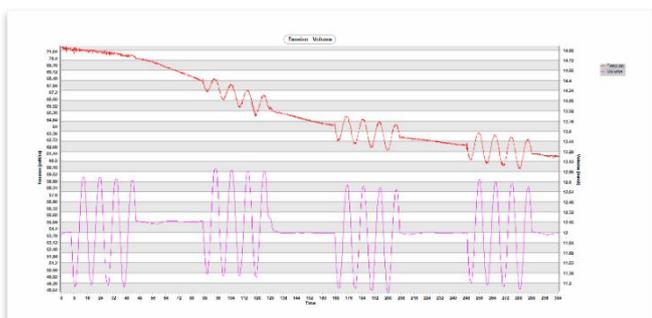
使用TRACKER™界面流变测试实例



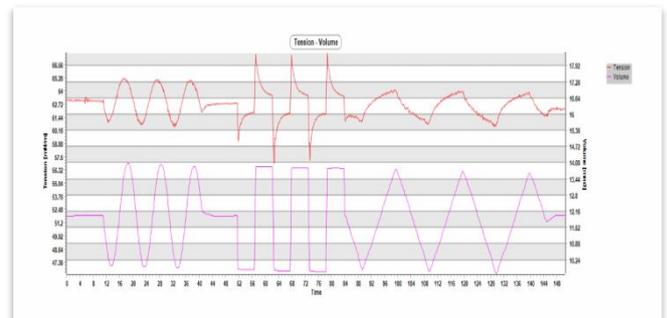
Ex 1: 吸附动力学中的面积变化测试



Ex 2: 滴体积变化下的频率扫描模式



Ex 3: 滴体积变化或恒定下的不间断测试



Ex 4: 同振荡频率下的不同振幅模式变化

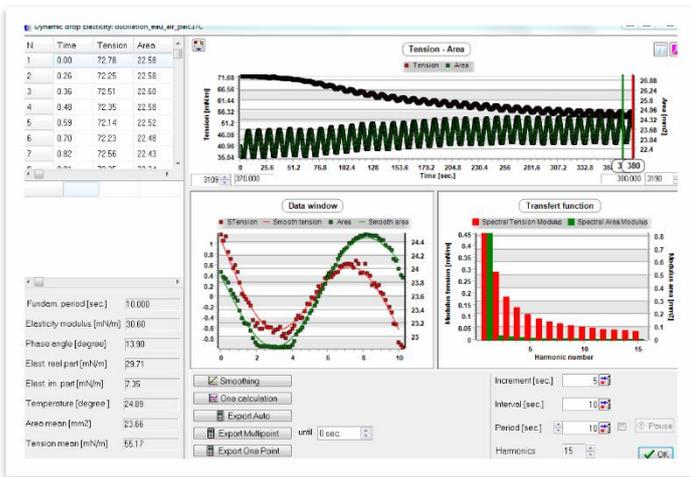
TRACKER™ 自动多功能界面流变仪

粘弹模量

粘弹性计算可以在测试过程中执行。

$$E = d\gamma / (dA/A)$$

测试中的滴图像或原始数据可被记录并保存。这些数据可以在测试后打开进行重新分析和/或重新评估。



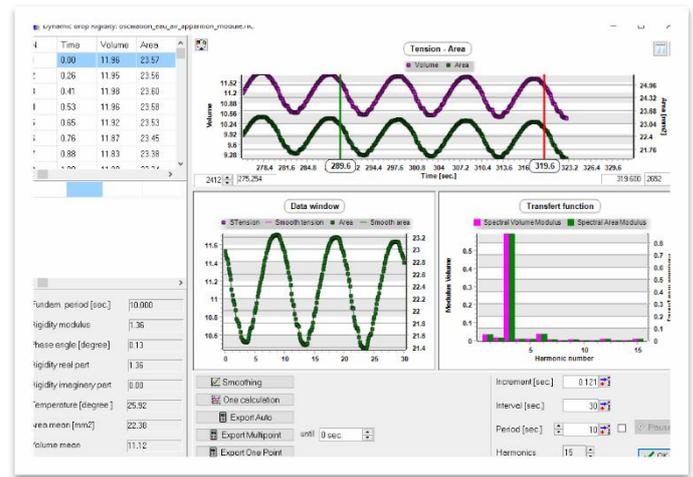
粘弹模量计算实例

刚性模量

刚性计算可以在测试过程中执行。

$$\text{Rigidity} = (dV/V) / (dA/A)$$

它可以突出表面膜的外观。



刚性模量计算实例

压缩 & 扩张界面流变

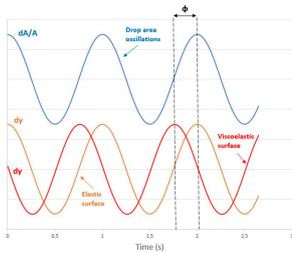
界面形变由界面面积A (压缩 & 扩张) 的改变而变化。界面对这种形变的响应表现为表面张力 γ 的变化。

粘弹模量可以定义为表面张力随表面积形变而变化。

$$E = d\gamma / (dA/A) = d\gamma / d\ln(A)$$

因此，压缩/扩张的粘弹模量是在面积形变(dA/A)与应力表面张力(N/m)之间的比例系数。

如果形变随时间变化，则可计算出应力与形变速度对应的表面粘度的比值。如果表面以频率 ω 和振幅 ΔA 做正弦扩张和压缩，对于粘弹性表面，应变变化和表面张力之间可能发生相移 θ 。



粘弹模量E可以表征为复数，其实部E'代表所存储和可回收的能量，而虚部E''对应于耗散机械能的机制。

$$E = |E| \cos(\theta) + i |E| \sin(\theta)$$

$$E' = |E| \cos(\theta)$$

$$E'' = |E| \sin(\theta)$$

TRACKER™ HTHP – 技术规格

	TRACKER™ HTHP 350	TRACKER™ HTHP 500	TRACKER™ HTHP 700
编号	TRK-HTHP350	TRK-HTHP500	TRK-HTHP700
张力精度 mN/m	0,1	0,1	0,1
自动控制滴/气泡	可以	可以	可以
接触角精度	0,1°	0,1°	0,1°
工作温度	最高 200° C	最高 200° C	最高 200° C
工作压力	最高 350 bar	最高 500 bar	最高 700 bar
最大振荡频率	1hz	1hz	1hz
注射器规格	哈氏合金 C276 2,5 ml	哈氏合金 C276 2,5 ml	哈氏合金 C276 2,5 ml
针头	不锈钢材质 直径 0.6 - 1.6 / G20 - G14	不锈钢材质 直径 0.6 - 1.6 / G20 - G14	不锈钢材质 直径 0.6 - 1.6 / G20 - G14
光学玻璃样品池 尺寸 L / l / H (mm)	25x25x32	25x25x32	25x25x32
可用气体	空气, 氮气, 氩气, 二氧化碳, 超临界二氧化碳 ...	空气, 氮气, 氩气, 二氧化碳, 超临界二氧化碳 ...	空气, 氮气, 氩气, 二氧化碳, 超临界二氧化碳 ...
仪器尺寸 L / w / H (cm)	83*91*186 含增压泵, 压力腔 & 循环控 温器	83*91*186 含增压泵, 压力腔 & 循环控 温器	83*91*186 含增压泵, 压力腔 & 循环控 温器
重量 (整机)	≈ 300kg	≈ 300kg	≈ 300kg
照相机	USB 2 : 640*480 px, 60 img/s USB 3 : 720*540 px, 539 img/s 可按需定制USB3高清照相机		
兼容电脑类型	Windows XP-10 32-64 bits	Windows XP-10 32-64 bits	Windows XP-10 32-64 bits