

文件编号：Q/WU FLHA19050021R

版本号：V1.0

受控状态：

分发号：

物质科学公共实验平台

质量管理文件



旋转流变仪（TA ARES-G2） 标准操作规程

2020 年 月 日发布

年 月 日实施

物质科学公共实验平台 发布

目录

1. 目的	1
2. 范围	1
3. 职责	1
4. 性能测试实验室安全管理规范	1
5. 性能测试实验室仪器设备管理规范	1
5.1. 旋转流变仪使用制度	1
5.2. 预约制度及培训考核制度	2
6. 实验内容	2
6.1. 基本原理和系统组成	2
6.2. 样品要求	4
6.3. 实验测试	4
6.3.1 测试准备	4
6.3.2 样品加载过程	9
6.3.3 实验测试	10
6.3.3.1 振幅扫描—应变扫描(Oscillation Amplitude)	11
6.3.3.2 振幅扫描—小振幅时间扫描(Oscillation Time)	12
6.3.3.3 振幅扫描—小振幅频率扫描(Oscillation Frequency)	13
6.3.3.4 轴向力控制(Conditioning Options)	14
6.3.3.5 流动测试—流动扫描(Flow Sweep)	14
6.3.3.6 流动测试—流动斜坡(Flow Ramp)	15
6.3.3.7 流动测试—流动变温(Flow Temperature Ramp)	16
6.3.4 数据保存及其他	17
6.3.5 样品移除与关机	18
7. 相关/支撑性文件	18
8. 记录	18

1. 目的

建立旋转流变仪标准操作规程, 使其被正确、规范地使用。

2. 范围

本规程适用于所有使用旋转流变仪(ARES G2)的用户。

3. 职责

3.1. 用户: 严格按本规程操作, 发现异常情况及时汇报实验室技术员。

3.2. 实验室技术员: 确保操作人员经过相关培训, 并按本规程进行操作。

4. 性能测试实验室安全管理规范

4.1. 严格遵守性能测试实验室的各项安全注意警示标识。

4.2. 实验室通道及消防紧急通道必须保持畅通, 所有实验人员应了解消防器具与紧急逃生通道位置。

4.3. 严禁戴手套接触门把手。禁止随意丢弃实验废弃物。禁止将锐器、玻璃等丢弃在常规垃圾箱中。

4.4. 实验室应保持整洁, 禁止携带食物饮品等与实验不相关物品进入实验室。严禁在实验室进食与抽烟。严禁动物进入实验室。

4.5. 实验室内存放的药品、试剂、废液应标签、标识完整清晰。

4.6. 实验室内均为大型科研设备, 有专人负责管理, 未经培训人员, 不得擅自上机使用; 经过培训的用户, 需使用预约系统, 使用本人的账号进行登录使用。在仪器使用期间, 使用人承担安全负责责任。

4.7. 非常规实验测试须经设备管理员同意并指导方可进行。个人 U 盘、移动硬盘等易带入病毒的存储设备不得与仪器电脑连接。

4.8. 实验过程中如发现仪器设备及基础设施发生异常状况, 需及时向该实验室技术员反馈。严禁擅自处理、调整仪器主要部件, 凡自行拆卸者一经发现将给予严重处罚。

4.9. 为保持实验室内环境温度及湿度, 保持实验室门窗关闭。实验结束后, 实验人员必须进行清场。最后离开实验室人员需检查水、电、门窗等。

5. 性能测试实验室仪器设备管理规范

5.1. 旋转流变仪使用制度

该仪器遵从学校“科研设施与公共仪器中心”对大型仪器设备实行的管理办法和“集

中投入、统一管理、开放公用、资源共享”的建设原则,面向校内所有教学、科研单位开放使用;根据使用机时适当收取费用;并在保障校内使用的同时,面向社会开放。

旋转流变仪样品测试方案分为四类:

- (1) 培训测试:用户提出培训申请,技术员安排培训。培训内容包括:旋转流变仪各部分功能介绍;样品要求、仪器的标准操作流程、数据处理及测试注意事项等。
- (2) 自主测试:用户在培训考核合格后在预约时间段内,独立完成样品的制备、测试、数据分析及数据上传等;
- (3) 送样测试:用户提供样品的准确信息及测试要求;技术员负责装样、操作仪器进行测试并做基本的数据处理;
- (4) 维护/开发测试:技术员定期维护仪器及其配套附属设备,检测仪器性能;基于用户的特殊测试需求,开发新方法/技术;

该仪器的使用实行预约制度,请用户在西湖大学“大型仪器共享管理系统”(以下简称大仪共享)进行预约,并按照要求登记预约信息。

5.2. 预约制度及培训考核制度

为充分利用仪器效能、服务全校科研工作,性能测试实验室制定了旋转流变仪 7*24 小时预约制度。校内教师、学生均可提出培训申请,由技术员安排时间进行培训,技术员考核培训者达到相应级别的独立操作水平后,给予培训者授权在相应级别所允许的可操作实验范围内独立使用仪器。如果在各级别因为人为操作错误导致仪器故障者,除按要求承担维修费用之外,给予降级重考惩罚、培训费翻倍。实验开始时务必在实验记录本上登记,结束时如实记录仪器状态。

6. 实验内容

6.1. 基本原理和系统组成

仪器主要用于研究样品的流变特性与剪切速率、剪切应力、频率、温度、时间等因素的变化,能够完成流动(稳态测量)、振荡、蠕变、应力松弛等测试模式,得到如粘度(η),复合粘度(η^*),储能模量(G'),损耗模量(G''),阻尼($\tan \delta$)等参数。

ARES G2 为应变控制型流变仪。基本仪器参数:

1. 力/扭矩再平衡传感器 (样品应力直接测量)
 - 1.1 传感器最小扭矩(振荡模式): $0.05 \mu\text{N} \cdot \text{m}$
 - 1.2 传感器最小扭矩(稳态剪切): $0.1 \mu\text{N} \cdot \text{m}$
 - 1.3 传感器最大扭矩: $200 \text{mN} \cdot \text{m}$

- 1.4 传感器法向/轴向力量程: 0.001 to 20 N
- 1.5 传感器轴承: 空气轴承
2. 驱动电机 (样品变形直接控制) 分体马达
 - 2.1 马达最大输出扭矩: 800 mN · m
 - 2.2 角速率量程: 1×10^{-6} rad/s to 300 rad/s
3. 控温系统
 - 3.1 智能控温系统识别功能
 - 3.2 Peltier 板: $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ to $180\text{ }^{\circ}\text{C}$
4. 正交叠加和动态力学分析模式
 - 4.1 电机控制: 力平衡传感器
 - 4.2 传感器振动最小力: 0.001N
 - 4.3 传感器最大力: 20N
 - 4.4 振荡最小位移: $0.5\mu\text{m}$
 - 4.5 振荡最大位移: $50\mu\text{m}$
5. 频率范围: 10^{-7} to 100Hz

旋转流变仪由仪器主机、温度控制器、水浴和电脑控制系统四部分组成。



图 6-1

6.2. 样品要求

流体、高分子熔体等。根据样品属性和实验目的选择合适的夹具。

6.3. 实验测试

6.3.1 测试准备

(1)检查仪器主机上方触屏面板上 Status 中 Air Pressure 前三项 Main Air Inlet、Motor Air Bearing 和 Transducer Air Bearing 中的红色指针均指在绿色区域；且仪器旁气体流量计示数在 5L/min 左右。仪器水冷机已开启。



图 6-2

(2) 确认仪器面板各指示灯为绿色。确认传感器保护锁为没有锁定状态。



图 6-3

(3) 输入大型仪器共享管理系统预约账号密码后登录电脑。打开软件，双击桌面上



的 TRIOS 图标，弹出图 6-4 对话框，点击 Connect，仪器与电脑连接。

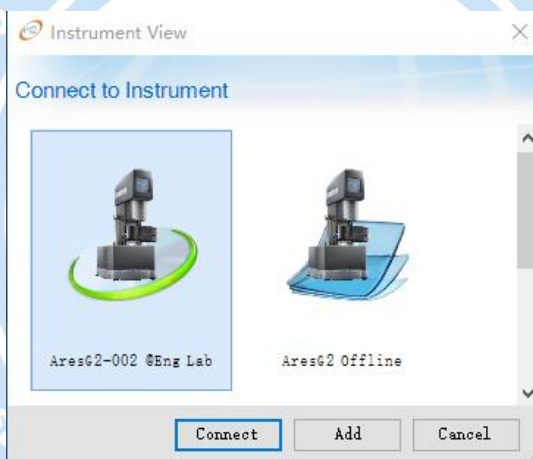


图 6-4

(4) 根据样品特征和实验目的选择合适的测试夹具。可提供的夹具具有：8mm Parallel Plate、25 mm Parallel Plate、50 mm Parallel Plate、25 mm 1 deg Cone、同心圆筒等。

若执行的是线性黏弹性测试，优先选用平行板夹具（样品加载方便且允许变温和控制轴向力）；若执行非牛顿流体的黏度测量或大振幅非线性测试，原则上应选用流场均匀的锥板。

低黏度、低模量样品应选用大直径夹具。测试过程可通过扭矩大小评估夹具尺寸的适用性。若扭矩低于 $1 \mu\text{N} \cdot \text{m}$ ，则应更换大直径夹具。

高黏度、高模量样品应选用小直径夹具，若扭矩高于 $150 \text{mN} \cdot \text{m}$ ，则应更换更小直径夹具进行测量。另外，若样品加载过程中，指定测试间隙很难达到则意味着应该换用更小直径的夹具。

小锥度锥板主要用于执行高剪切测试场合（小锥度可以获取更高的剪切速率）。

若需要测量的是非牛顿流体的黏度（黏流曲线）或者非线性黏弹性，则应优先选用锥板夹具。超低黏度样品则选用同心筒夹具。

若需要测量的是恒温下的模量，可以使用任意几何形状的夹具，只需选用合适的几何尺寸即可；中高模量样品选用小直径平行板，低模量样品选用大直径平行板或锥板，超低模量样品选择同心筒。若需要测量的是黏弹性对温度的变化或模量对温度关系，则应选用平行板夹具，不能使用锥板夹具。

热固性样品应选用一次性夹具，可避免固化后样品与夹具粘牢而导致夹具报废；腐蚀性样品需选用抗蚀夹具。

(5) 仪器只有上夹具可以上下移动，按照图 6-5 操作使上夹具上下移动。

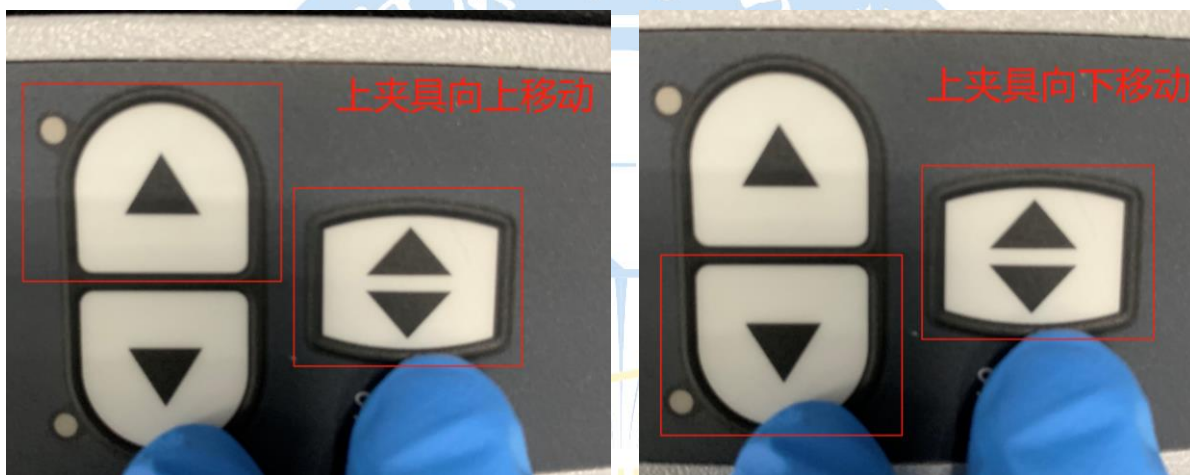


图 6-5

(6) 如需更换上夹具，在保证 Transducer 中 Transducer Range 为 High 选项后，使用扭力扳手拧松夹具固定螺丝，轻轻将原夹具取下。插入新替换的上夹具，随后使用扭力扳手拧紧固定螺丝。注意：更换过程中不要磕碰夹具，防止造成夹具损坏。或直接联系技术员更换夹具。

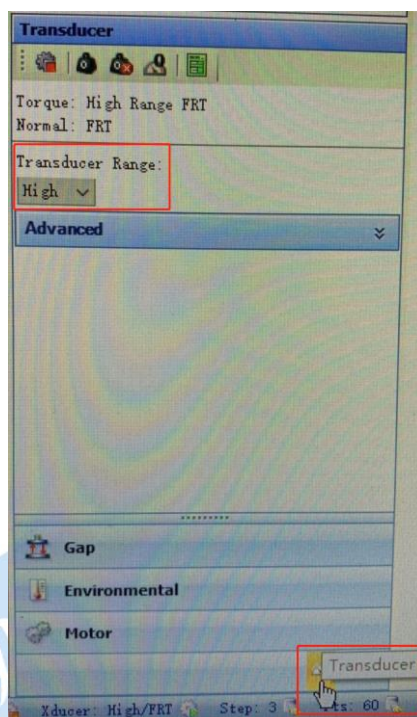


图 6-6

(7) 点击【Experiment】标签卡上夹具图标下的小矩形，然后在下拉菜单上选择相应的夹具配置文件，如图 6-7 所示。

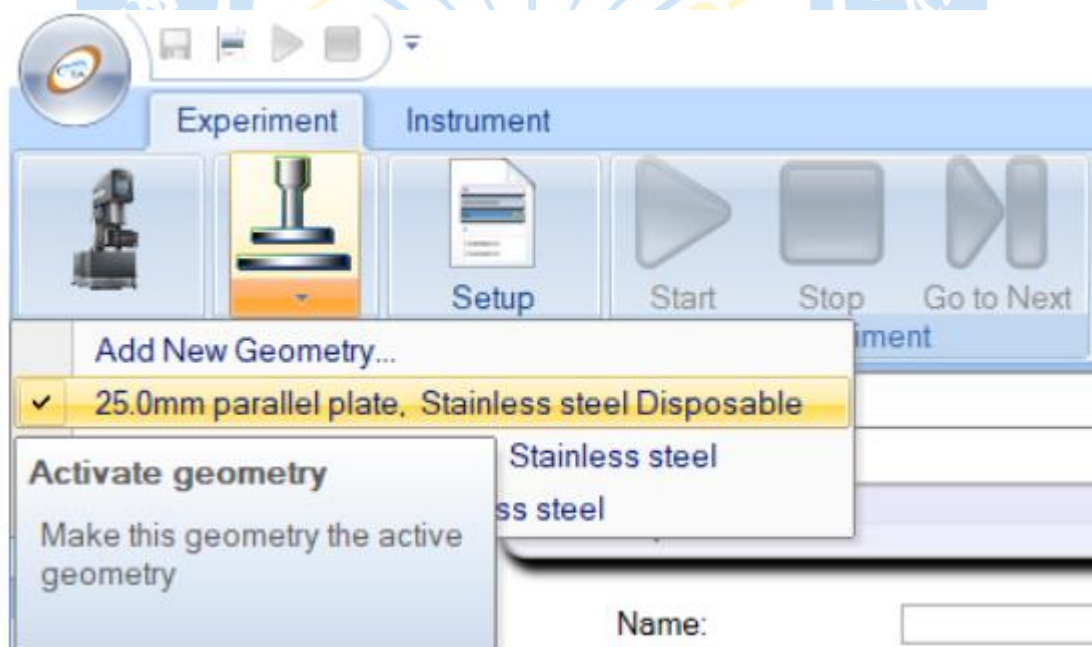


图 6-7

(8) Environmental中Set point设置实验温度，点击Apply。

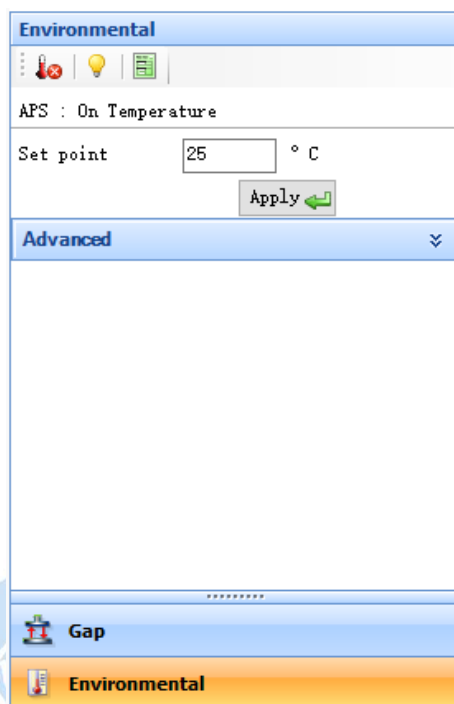


图 6-8

(9) 待温度达到设定温度并平衡后, 点击 TRIOS 控制面板上Gap的间隙归零图标, 仪器会自动进行夹具归零操作。

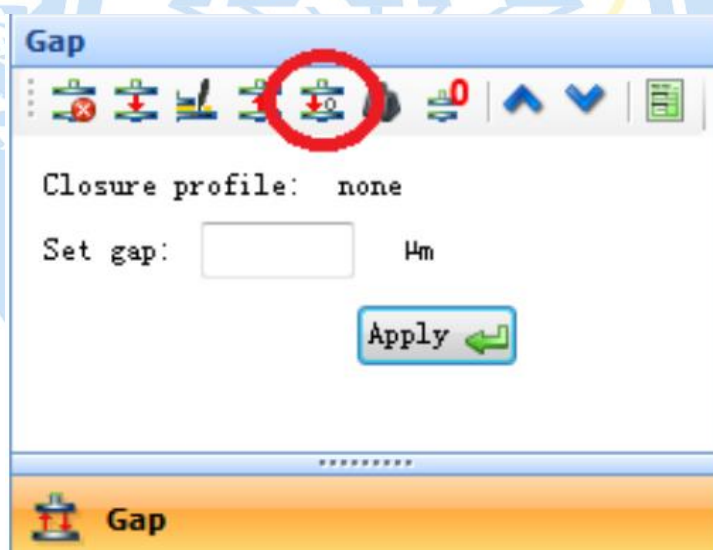


图 6-9

归零完成后上夹具会抬升到1000微米左右, 然后可通过按键抬高上夹具至方便加样高度。

(10) 【Experiment】主界面上点击Geometry夹具条目, 展开可显示夹具参数信息页面。此处可显示基于设置的Gap值所需的Minimum sample volume。此处参数不可以随意修改。

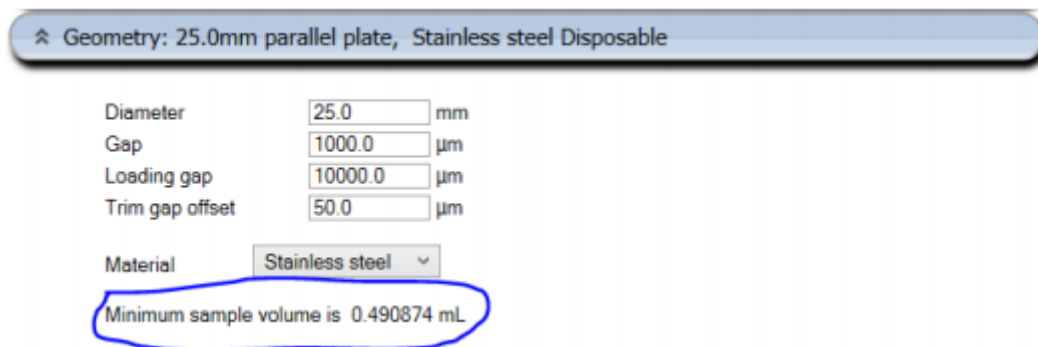


图 6-10

6.3.2 样品加载过程

- (1) 放置略多于最终所需样品量的样品到下夹具中心。
- (2) 控制面板的Gap下，在Set gap选项中输入目标gap值，点击Apply，仪器即可自动到达设置的gap值。

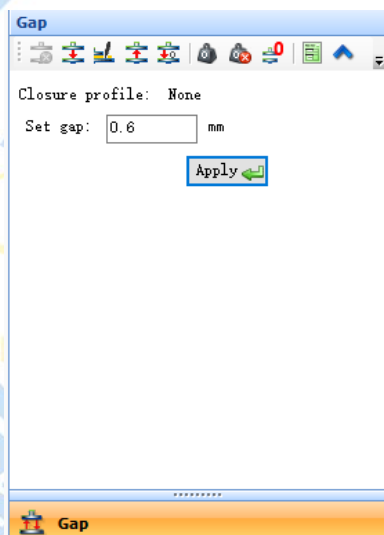


图 6-11

平行板的测试间隙（Gap）推荐设置在 0.5-2 mm 之间。若被测体系为分散体系，则测试间隙原则上要求大于分散相尺度的10倍以上。若样品为均相体系，可以使用更小的间隙；但若间隙过小，则平行板的实际不平行度会突显出来，因此最小测试间隙建议不小于直径的百分之一。此外，仪器为单面温控的 Peltier 技术，测试间隙不建议太大，否则样品内部容易产生温度梯度。

- (3) 使用合适的刮样工具移除溢出到夹具周边的多余样品。测试时样品必须充满夹具，样品过少、过多和刚好情形如图 6-12 所示。



图 6-12

若样品存在温度导致的溶胶-凝胶 (sol-gel) 转变, 建议在溶胶状态温度加载样品。避免夹具闭合时样品处于凝胶状态而被压裂; 若需要测试的是凝胶状态, 可以在溶胶状态温度完成样品加载后再改变温度使其转变为凝胶态。

6.3.3 实验测试

【Experiments】下“Sample—Name”中设置样品名称, 通常命名原则为“导师姓名首字母—使用人姓名首字母—日期—样品编号”。

在 File Name—File Path 中改变数据保存文件夹 (以 PI 课题组建立文件夹), 但数据须保存在 D:\DATA 中。

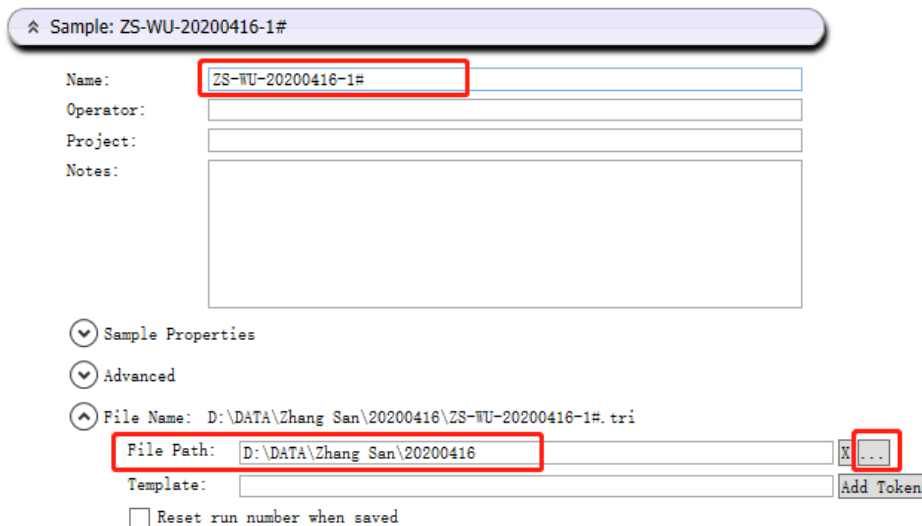


图 6-13

按照下述提示设置好实验参数后, 点击 Start 开始测试, 【Control panel】中显示为绿色 Running 状态。实验过程中可手动 Stop 停止测试。测试结束后【Control panel】中显示为黄色 Idle 状态。

6.3.3.1 振幅扫描—应变扫描(Oscillation Amplitude)

应变扫描主要用于获取被测样品的线性黏弹区，参数设置及结果呈现如图6-14所示。

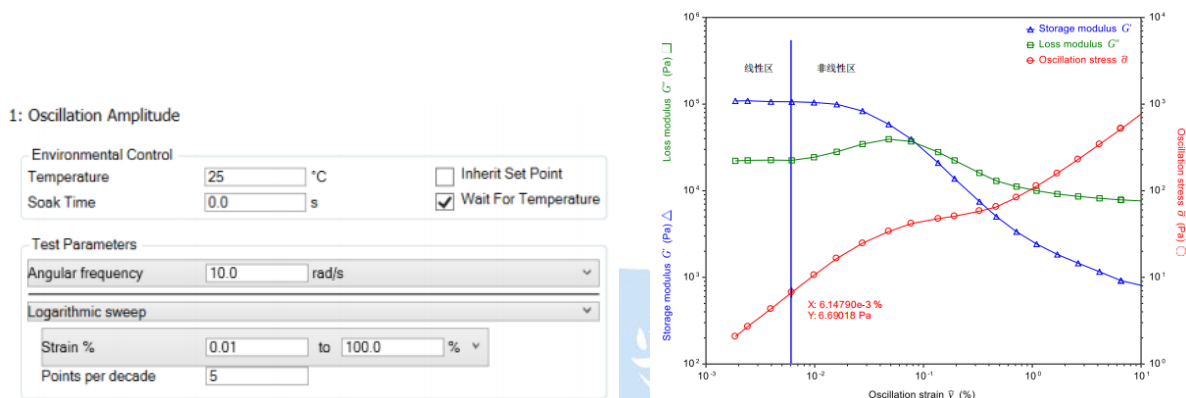


图 6-14

- (1) 温度：设置为恒定值，且要等待设置温度达到（勾选【Wait for Temperature】）；等待时间（Soak time）可根据样品是否容易热平衡酌情设置。
- (2) 频率：应为后续振幅测试拟使用的频率；若没有特别要求，通常采用 1 Hz 或 10 rad/s。
- (3) 应变分布：一般按对数（Logarithmic）刻度设置扫描，以保证采集点数在各个数量级内均等；若采用线性刻度设置，则采集的数据点会多集中在大应变区（适用于应变范围跨度不大的情况）；若要使用非常具体的应变进行测试，则应该选用离散扫描（Discrete sweep），逐个手工输入拟使用的应变值。
- (4) 应变范围：根据样品实际特性设定合适的范围。硬质固体建议 0.001–1%；膏霜等软物质建议 0.001–100 %；流体建议 0.1–1000 %（若模量较低且 Lower torque limit 设置较大，实际能达到的最小应变则由最低扭矩决定，例如最小应变没有达到设置的最小值且多点集中在最小应变就是该原因）。
- (5) 采集频度：一般每数量级点数（Points per decade）设置为 5—10 即可。

应变扫描结果呈现一般如图 6-14 右图所示，线性黏弹区是指应力对应变线性的区域，即模量不依赖于应变或应力的区域，本例为临界应变 0.00615 % 以下，临界应力 6.69 Pa 以下。

一般来说，均相的软物质的线性黏弹区较宽，即临界应变较大；而分散体系相对较窄，且通常表现为分散相体积分数越高临界应变越小。在分散相体积分数固定的情况下，临界应变与分散程度有一定的相关性，通常是分散得越均匀，临界应变越大。

在线性区内, 动态模量等线性黏弹参数有明确的物理意义; 而在非线性区内, G' 和 G'' 没有明确的物理意义。

6.3.3.2 振幅扫描—小振幅时间扫描(Oscillation Time)

小振幅振荡时间扫描主要用于由热、光等诱发的氧化、固化、交联、降解、凝胶化、结晶等动态过程的示踪与探测, 参数设置及结果呈现(本例为热固化)如图 6-15 所示。

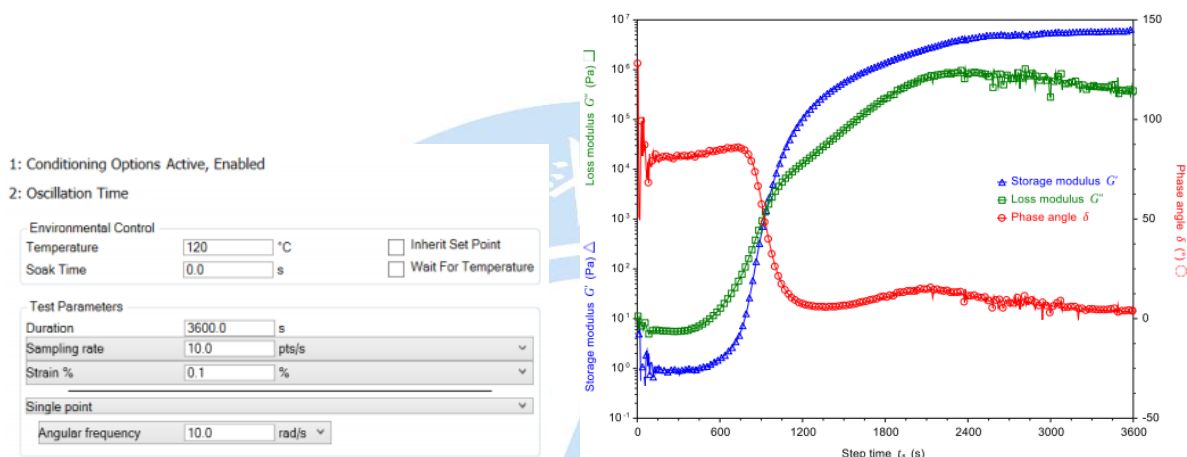


图 6-15

- (1) 温度: 设置为恒定值; 若过程很快且不太关注温度因素, 可以不等待设置温度达到(不勾选 Wait for Temperature) 且将等待时间 (Soak time) 设置为 0 s。
- (2) 过程持续时间 (Duration): 建议设置稍长于过程估计时间, 避免设置时间过短而不能覆盖整个过程; 但若过程示踪结束可提前终止。
- (3) 采集频度: 可默认最多采集, 也可自行设置。
- (4) 应变: 必须保证测试全程在线性黏弹区内, 固化、交联、凝胶化和结晶建议 0.1-1%; 氧化和降解建议 1-5% 之间。实际可用应变应通过对被测样品在各阶段执行应变扫描探索其线性黏弹区获取。
- (5) 频率: 一般采用单频, 通常采用 1 Hz 或 10 rad/s (约 1.5 Hz)。

若测试过程样品收缩或膨胀较大, 为保证测试能顺利进行, 可在该测试步骤前增加如图 6-16 所示控制轴向力的条件步骤 (详细设置参见后文)。

1: Conditioning Options

Axial force adjustment

Mode

Tension Compression

Axial force N Set initial value

Sensitivity N

Gap change limit up μm

Gap change limit down μm

Return to window Return to initial value

图 6-16

6.3.3.3 振幅扫描—小振幅频率扫描(Oscillation Frequency)

频率扫描主要用于探测结构信息，参数设置及常规结果呈现如图 6-17所示。

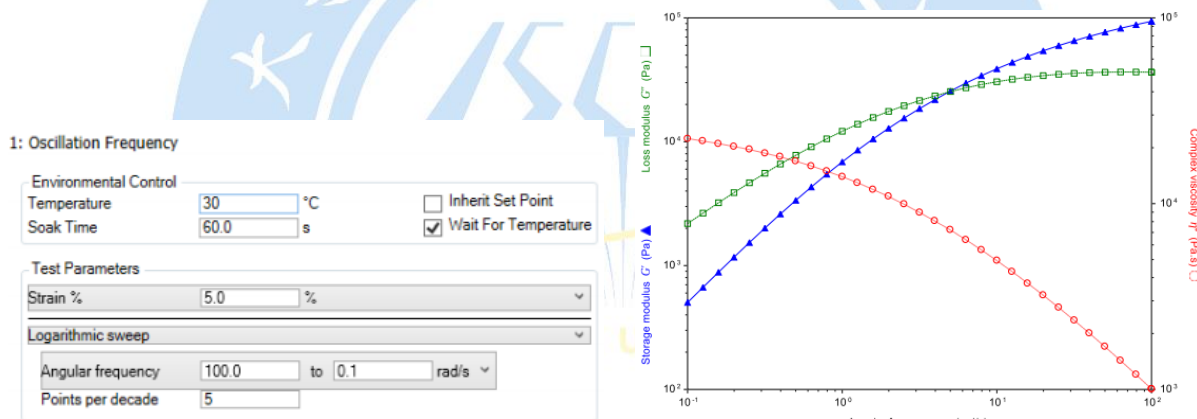


图 6-17

(1) 温度：设置为恒定值，且要等待设置温度达到（勾选【Wait for Temperature】）；等待时间（Soak time）可根据样品是否容易热平衡酌情设置。

(2) 应变：必须保证测试全程在线性黏弹区内，实际可通过对被测样品执行应变扫描探索其线性黏弹区获取。熔体建议 1-5%，膏霜等软物质建议 0.05-0.1%，高固分浆料建议 0.05% 以下。

(3) 频率分布：一般按对数（Logarithmic）刻度设置扫描，以保证点数在各个数量级均等；若采用线性刻度设置，则采集的数据点会多集中在高频区（仅适用于频率范围不跨数量级的情况）；若要使用非常具体的频率进行测试，则应该选用离散扫描（Discrete sweep），逐个手工输入拟使用的频率值。

(4) 频率范围：根据实际测试目的设置；过高的频率会因系统惯性、夹具柔性等因素导致数据可信度较低，而过低的频率会导致测试时间大幅延长。

(5) 采集频度：一般每数量级点数（Points per decade）设置为5—10即可。

6.3.3.4 轴向力控制(Conditioning Options)

升温固化测试过程中样品凝胶化后样品会散失流动性，继续升温会因样品和夹具膨胀导致轴向压力快速上升，超过仪器轴向力上限，则可能导致仪器强行提前终止；而降温结晶或玻璃化测试过程中样品和夹具会出现收缩，若样品与夹具粘合较强则会导致轴向拉力快速上升，超过仪器上限则会导致测试提前终止。这种情况下，可以通过轴向力控制通过调整夹具间隙将轴向力始终控制在合理的范围内，从而保证测试能顺利完成。

若测试初始样品为液态（降温结晶或者降温转变），建议将轴向力控制在 0 附近（要避免初始力设置过大一开始就将样品完全挤出），即 $0 \pm N$ ，如图 6-18 左图所示；若测试初始样品为固态但测试过程中会转变为液态，建议设置一定的轴向力（ N ），但将下限设置为 N ，即 $N \pm N$ （初始力主要是保证样品可以与夹具充分贴合，具体力值要视情况而定），如图 6-18 右图所示。

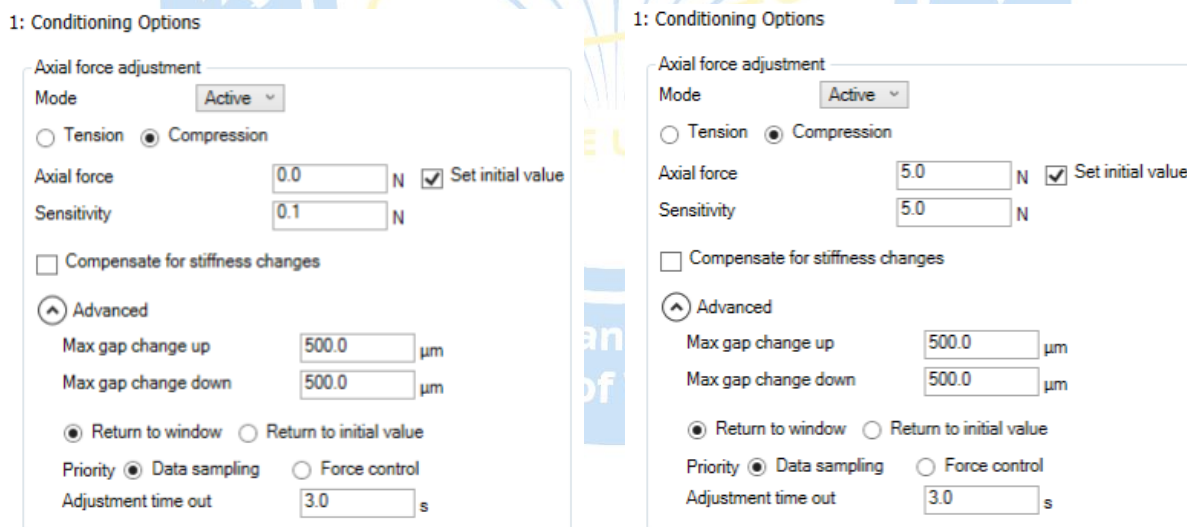


图 6-18

6.3.3.5 流动测试—流动扫描(Flow Sweep)

流动扫描一般控制剪切速率进行，即采用阶梯速率（步阶速率组合）。该测试主要用于获取流体的稳态流动曲线，设置参数及结果呈现如图 6-19 所示。

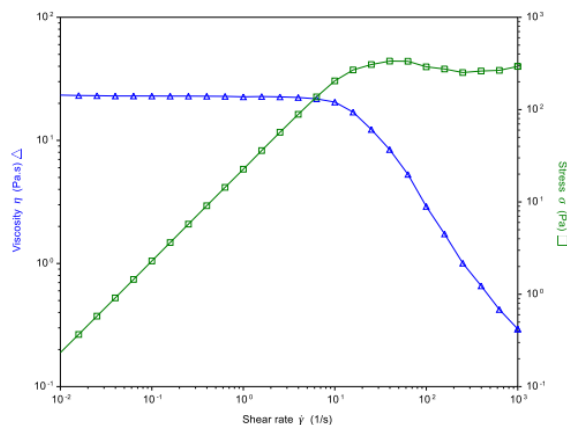
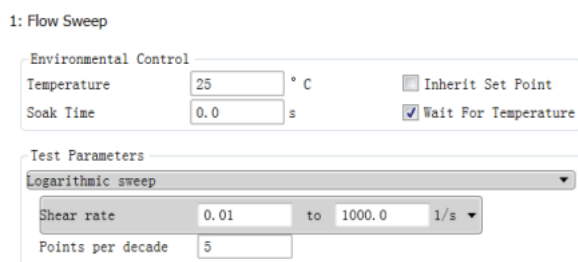


图 6-19

(1) 温度：设置为恒定值，且要等待设置温度达到（勾选【Wait for Temperature】）；等待时间（Soak time）可根据样品是否容易热平衡酌情设置。

(2) 速率分布：一般按对数（Logarithmic）刻度设置扫描，以保证采集点数在各个数量级内均等；若采用线性刻度设置，则采集的数据点会多集中在高剪切速率区（适用于剪切速率范围跨度不大的情况）；若要使用非常具体的剪切速率进行测试，则应该选用离散扫描（Discrete sweep），逐个手工输入拟使用的剪切速率值。

(3) 速率范围：一般建议 $0.01\text{--}100\text{s}^{-1}$ ；实际有效速率范围由仪器量测的扭矩范围决定，因此，建议通过夹具选择使得量测的最低扭矩不低于 $0.1\ \mu\text{N}\cdot\text{m}$ 且小于仪器最大扭矩；若执行的最高剪切速率超过 $100\ \text{s}^{-1}$ ，为了避免湍流或样品离心甩出，使用锥板执行量测则应选用尽可能小的锥度，而使用平行板执行量测需要把测量间隙尽可能设小。

(4) 采集频度：一般每数量级点数（Points per decade）设置为 5—10 即可。

6.3.3.6 流动测试—流动斜坡(Flow Ramp)

流动斜坡一般控剪切速率进行，即采用斜坡速率。该测试主要用于获取流体的非稳态流动曲线，设置参数及结果呈现如图 6-20 所示。

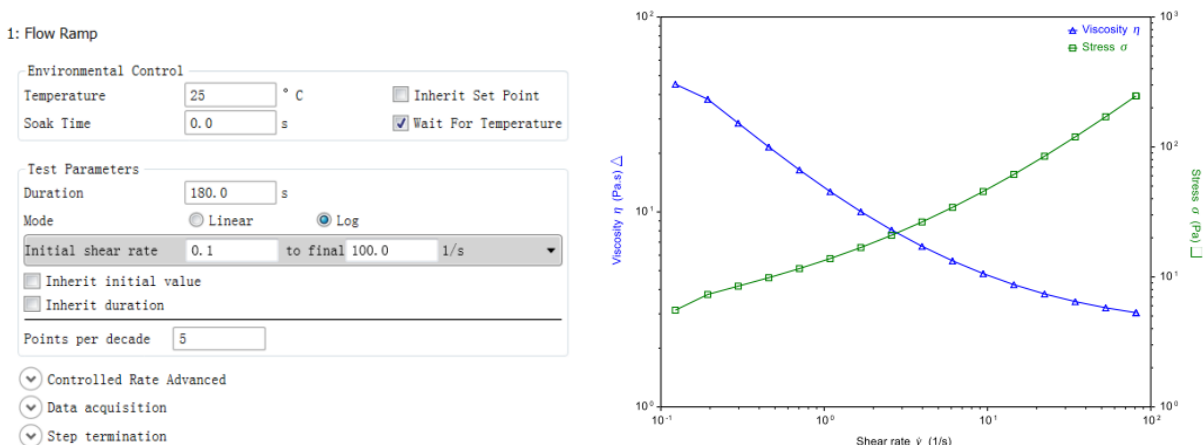


图 6-20

(1) 温度：设置为恒定值，且要等待设置温度达到（勾选【Wait for Temperature】）；等待时间（Soak time）可根据样品是否容易热平衡酌情设置。

(2) 过程持续时间：一般建议 2-3 min，若设置过短则仪器惯性效应会比较显著。

(3) 速率分布：一般按对数（Logarithmic）刻度设置扫描，以保证采集点数在各个数量级内均等；若采用线性刻度设置，则采集的数据点会多集中在高剪切速率区（适用于剪切速率范围跨度不大的情况）；若要使用非常具体的剪切速率进行测试，则应该选用离散扫描（Discrete sweep），逐个手工输入拟使用的剪切速率值。

(4) 速率范围：一般建议 $0.01\text{--}100\text{s}^{-1}$ ；实际有效速率范围由仪器量测的扭矩范围决定，因此，建议通过夹具选择使得量测的最低扭矩不低于 $1\ \mu\text{N}\cdot\text{m}$ 且小于仪器最大扭矩；若执行的最高剪切速率超过 $100\ \text{s}^{-1}$ ，为了避免湍流或样品离心甩出，使用锥板执行量测则应选用尽可能小的锥度，而使用平行板执行量测需要把测量间隙尽可能设小。

(5) 采集频度：一般每数量级点数（Points per decade）设置为 5—10 即可。

6.3.3.7 流动测试—流动变温(Flow Temperature Ramp)

流动变温测试主要用于获取流体的黏温曲线，设置参数及结果呈现如图6-21所示。

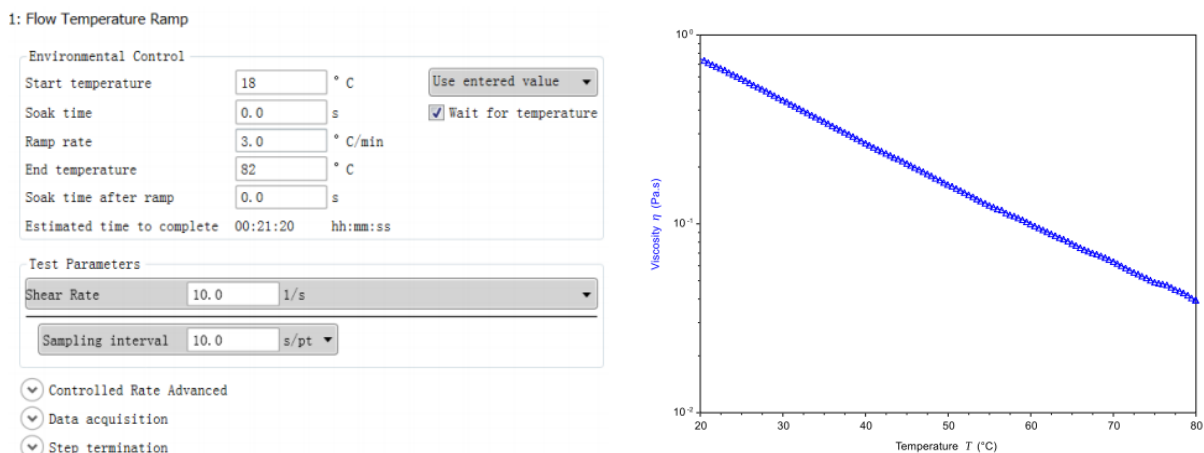


图 6-21

- (1) 变温速率：一般建议不超过 5 °C/min。
- (2) 剪切速率：根据需要设置。
- (3) 采集频度：根据需要设置。

流动变温还可按控应力模式执行，即采用恒定应力。但需要注意的是，若样品黏度较低，应力不宜设置过大，避免造成仪器飞速旋转将样品甩出。

注：由于涉及到温度变化，因此，不能使用锥板夹具执行该测试。

6.3.4 数据保存及其他

- (1) 复制步骤

复制测试步骤方法如下。将光标置于步骤控制条上，然后点击【Insert Duplicate Step】即可，如图 6-22 所示。

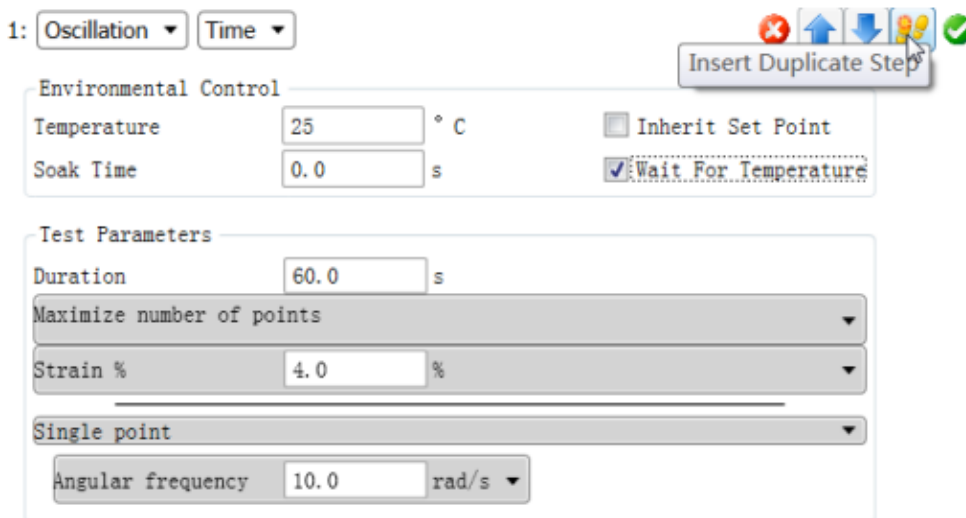
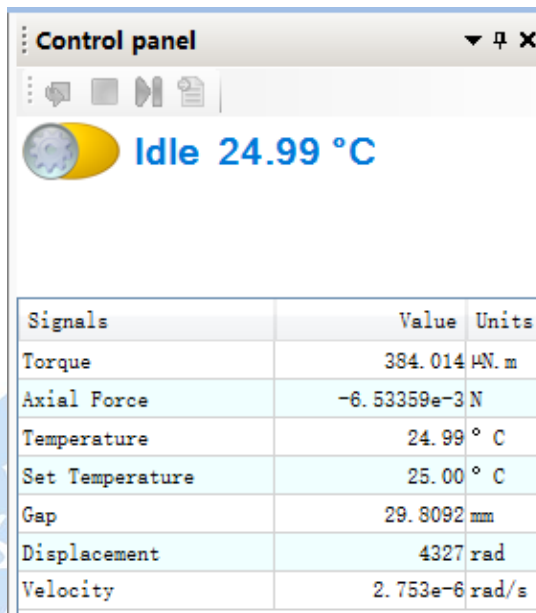


图 6-22

步骤控制条上图标作用如下：

✘ 删除步骤；↑↓ 上移或下移步骤；📄 复制步骤；✅ 执行该步骤；⬜ 不执行该步骤。

(2) 仪器测试过程中相关参数可在【Control panel】中显示。



Signals	Value	Units
Torque	384.014	$\mu\text{N}\cdot\text{m}$
Axial Force	-6.53359e-3	N
Temperature	24.99	$^{\circ}\text{C}$
Set Temperature	25.00	$^{\circ}\text{C}$
Gap	29.8092	mm
Displacement	4327	rad
Velocity	2.753e-6	rad/s

图 6-23

(3) TRIOS软件可在用户计算机上安装。用户可通过Winscp软件中“7 RHE_TA”文件夹中下载实验原始数据文件。导入后即可查看实验结果、分析数据等。

6.3.5 样品移除与关机

(1) 测试完成后，抬升上夹具至合适位置。

(2) 使用纸巾擦拭或其他工具移除样品。严禁使用硬质工具刮擦上下夹具表面，避免造成夹具表面损伤。若使用溶剂浸泡，须确保溶剂不会侵蚀夹具表面。

热固性样品测试完成后，抬升上夹具前须彻底拧松夹具紧固螺丝（夹具从机头取下）；热熔性样品须在熔融态移除。

(3) 设置、等待 Peltier 温度回至室温。

(4) 关闭 TRIOS 控制软件，退出电脑登录；实验记录本登记。

7. 相关/支撑性文件

7.1. Q/WU FLHR001 文件编写规范

8. 记录

FLHS028 旋转流变仪使用记录表 V1.0

仪器设备使用记录

日期 年/月/日	使用人	课题组 导师	样品名称 或代号	检测方式(√)		实验内容	实验起止 时间	样品数	文件名 导师名首字母-使用人名 首字母-日期-样品编号	仪器状态		备注
				送样	自主					正 常	报错及问 题描述	
2020.5.6	张三	王五	PDMS		√	频率扫描, 振幅扫描等	9:30-11:00	3	WW-ZS-20200506-001	√		

**请注意: 使用前先检查仪器状况, 一切正常方可操作; 一旦开始实验, 默认为使用前仪器状况正常; 使用过程中出现问题须立即联系技术员。