

流变学测试模式介绍

设备信息：

- 1、设备名称：流变仪；型号：HAAKE MARS。
- 2、温控：温度范围-40~200°C
- 3、配套光源：光源 OmniCure Series 2000；光源波长范围：320-500nm
- 4、转子：直径 20mm。石英转子，可透光。



测试模式：

一、旋转测试（稳态剪切模式）

旋转测试使用连续的旋转来施加应变或应力，以得到恒定的剪切速率，在剪切流达到稳定时，测量由于流动形变产生的扭矩。旋转测试只有两种控制模式，一种是剪切速率控制模式（CR）：以旋转速度（ Ω , 1/min）或剪切速率（ $\dot{\gamma}$, 1/s）为设定参数，以扭矩或剪切应力为待测试量。例如，设置剪切速率在一定范围内逐渐变化，可以通过观察流动曲线中剪切应力随剪切速率的变化，判断样品在此剪切速率范围内的黏度（ $\eta = \tau / \dot{\gamma}$ ）。另一种是剪切应力控制模式（CS）：以扭矩（M, μNm ）或剪切应力（ τ , Pa）为设定

参数，以旋转速度或剪切速率为待测量。稳态剪切主要用于研究流体样品的流动性，可以获得流动曲线、黏度曲线、黏温曲线、屈服应力、触变性等信息。

1、旋转时间扫描模式

1.1 常规旋转时间扫描测试

测试简介：在恒定温度，恒定剪切速率（CR 模式）或恒定剪切应力（CS 模式）下，观察样品在此剪切速率或剪切应力下的黏度。

测试图举例：如图 1，样品剪切粘度随储存时间增加而减小。

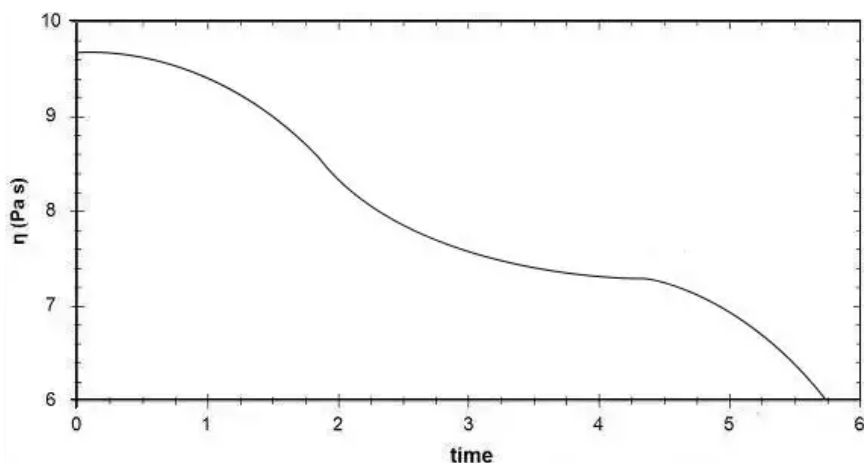


图 1 剪切粘度-时间流变曲线图

需确定：①测试温度；②测试模式：CR 或 CS 模式；③测试剪切速率（CR 模式）或剪切应力（CS 模式）；④测试时长。

样品准备：测试次数 3 次，样品量 $\geq 1\text{mL}$ 。如样品粘度较大，移液器不好吸取，样品量 $\geq 2\text{mL}$ 。

1.2 旋转时间扫描-交替阶梯变化测试

测试简介：设置恒定剪切应力或恒定剪切频率的交替阶梯应变，用于测试样品的触变性。测试时首先第一阶段应该设置一个恒定的、较小的剪切应力/剪切速率，第二阶段设置一个恒定的、较大的剪切应力/剪切速率，第三阶段采用和第一过程一样的恒定剪切应力/剪切速率，每个阶段的时间可以根据样品情况进行选择。

测试图举例：如图 2 是一种墙面漆在不同条件下的测试结果，在去除剪切作用后，其结构会立刻恢复，表现出较高的触变性及高剪切下的低粘度。

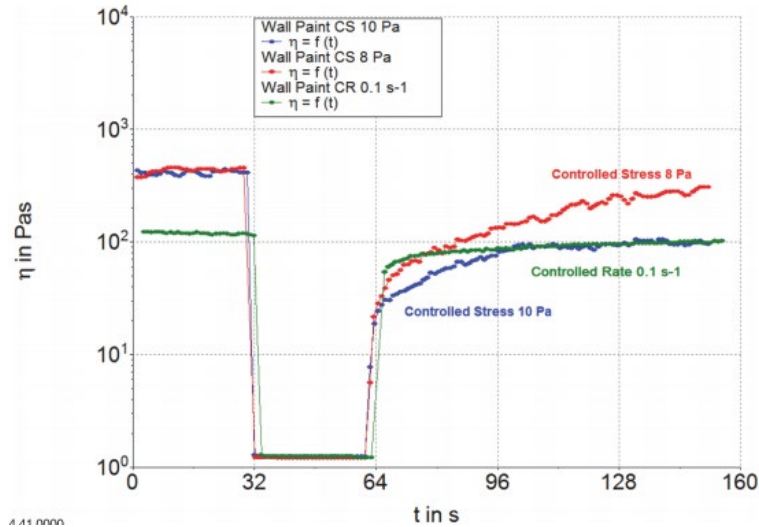


图 2 剪切恢复流变曲线图

需确定：①测试温度；②测试模式：CR 或 CS 模式；③不同阶段的测试剪切速率（CR 模式）或剪切应力（CS 模式）；④每个阶段的测试时长；⑤设置阶段反复数量。

样品准备：测试次数 3 次，样品量 $\geq 1\text{mL}$ 。如样品粘度较大，移液器不好吸取，样品量 $\geq 2\text{mL}$ 。

2、旋转连续扫描模式

2.1 常规旋转连续扫描模式

测试简介：在恒定温度，设置剪切速率（CR）或是剪切应力（CS）在一定范围内逐渐变化（线性变化 Linear 或对数变化 Log），通过观察样品应力的变化，可以得到样品黏度随剪切速率或剪切应力的变化曲线。

测试图举例：如图 3 所示。

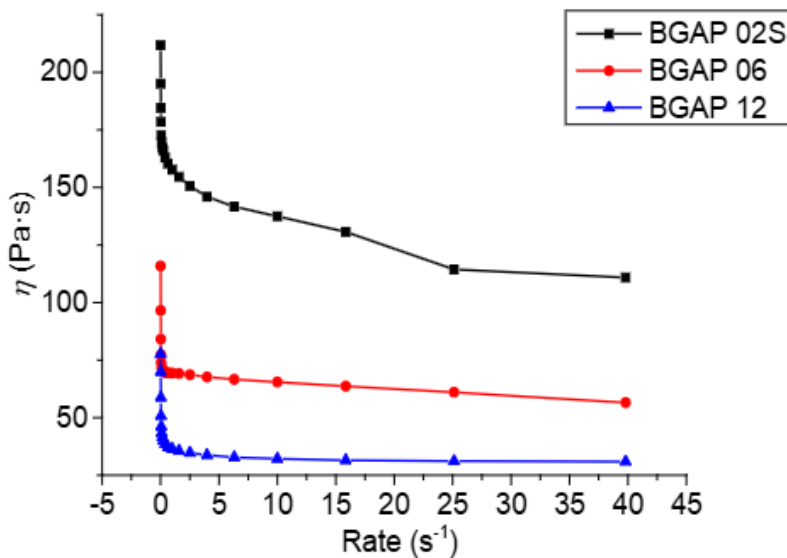


图 3 剪切粘度-剪切速率流变曲线图

需确定：①测试温度；②测试模式：CR 或 CS 模式；③剪切速率（CR 模式）或剪切应力（CS 模式）的变化范围。

样品准备：测试次数 3 次，样品量 $\geq 1\text{mL}$ 。如样品粘度较大，移液器不好吸取，样品量 $\geq 2\text{mL}$ 。

2.2 旋转连续扫描-循环变化测试

测试简介：在恒定温度，设置剪切速率（CR）或是剪切应力（CS）在一定范围内逐渐增大，再逐渐下降，观察样品应力的变化。

测试图举例：如图 4 所示。可以看到表观粘度随着剪切速率的增加而下降，在应力卸载后表观粘度恢复的过程，用来表征样品的触变性。触变环面积值越大，触变性越大。

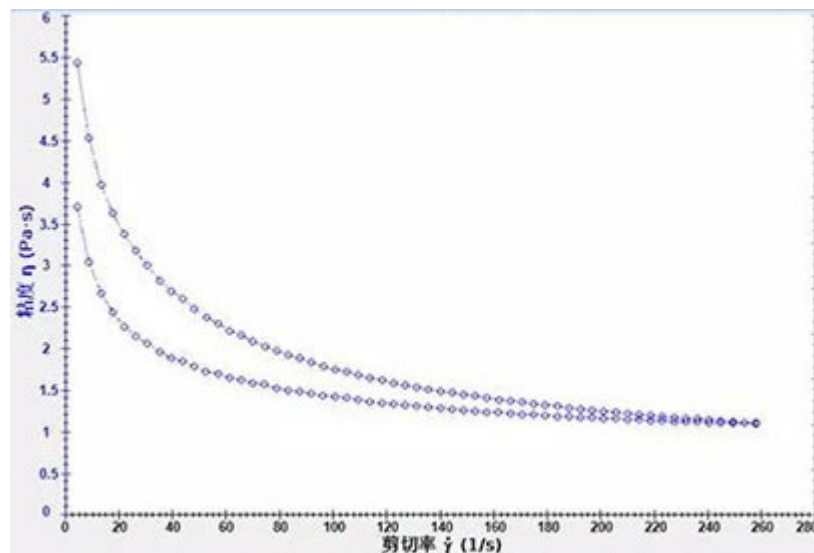


图 4 剪切粘度-剪切速率流变曲线图

需确定：①测试温度；②测试模式：CR 或 CS 模式；③剪切速率（CR 模式）或剪切应力（CS 模式）的变化范围；④循环次数。

样品准备：测试次数 3 次，样品量 $\geq 1\text{mL}$ 。如样品粘度较大，移液器不好吸取，样品量 $\geq 2\text{mL}$ 。

3、旋转步阶扫描模式

测试简介：在恒定温度，设置剪切速率（CR）或是剪切应力（CS）在一定范围内步阶变化（线性变化 Linear 或对数变化 Log），可以通过观察流动曲线中剪切应力随剪切速率的变化，判断样品在此剪切速率范围内的黏度。

需确定：①测试温度；②测试模式：CR 或 CS 模式；③每阶段剪切速率（CR 模式）或剪切应力（CS 模式）的测试值；④每阶段持续时间。

样品准备：测试次数 3 次，样品量 $\geq 1\text{mL}$ 。如样品粘度较大，移液器不好吸取，样品量 $\geq 2\text{mL}$ 。

4、旋转温度连续扫描模式

测试简介：在恒定剪切速率（CR）或剪切应力（CS）下，设置温度在一定范围内逐渐变化（线性变化 Linear 或对数变化 Log），观察样品黏度随时间的变化曲线。

测试图举例：如图 5。

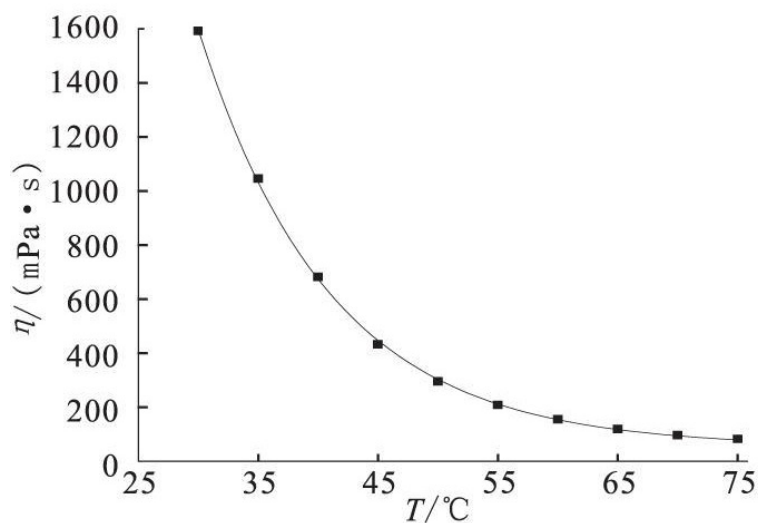


图 5 样品粘度-温度变化曲线

需确定：①测试模式：CR 或 CS 模式；②剪切速率（CR 模式）或剪切应力（CS 模式）；③温度变化范围。

样品准备：测试次数 3 次，样品量 $\geq 1\text{mL}$ 。如样品粘度较大，移液器不好吸取，样品量 $\geq 2\text{mL}$ 。

5、旋转温度步阶扫描模式

测试简介：在恒定剪切速率（CR）或剪切应力（CS）下，设置在一定范围内步阶变化（线性变化 Linear 或对数变化 Log），可以通过观察流动曲线中剪切应力随剪切速率的变化，判断样品在此剪切速率范围内的黏度。

需确定：①测试模式：CR 或 CS 模式；②剪切速率（CR 模式）或剪切应力（CS 模式）；③每阶段温度设置值；④每阶段持续时间。

样品准备：测试次数 3 次，样品量 $\geq 1\text{mL}$ 。如样品粘度较大，移液器不好吸取，样品量 $\geq 2\text{mL}$ 。

二、振荡测试（动态剪切测试）

在振荡测试中，以设定的频率 f (Hz) 和振幅进行往复运动。振荡测试可采用两种不同的模式设定，（1）**应力控制模式（CSR）**，通过施加扭矩 (M , μNm) 来达到所需的剪切应力值 (τ , Pa)，同时测量相应产生的偏转角 (θ , rad) 或应变 (γ , %)。（2）**应变控制模式（CSS）**，通过控制偏转角 (θ , rad) 来达到所需的应变值，同时测量相应产生的剪切应力。测试中控制变量有两个：振幅（应变或应力）和频率，当然还有其他变量如温度、时间、压力等等。因此，通过对变量参数的调整，可以测试得到不同的试验结果。

1、动态振幅扫描模式

测试简介：在恒定温度、恒定频率下，以振幅（应变或应力）为变量，一般应变采用的是由小到大的阶梯式变化，测量结果为应变与模量 G' 、 G'' 的关系曲线，应变的变化常使用对数坐标来表示。此测试常用于凝胶强度、线性黏弹区、流动点、稳定性等方面的分析。

测试图举例：如图 6，当应变低于 3% 左右时，样品处于线性粘弹区。应变进一步增高，样品逐渐被破坏，最后无法维持自身形状。

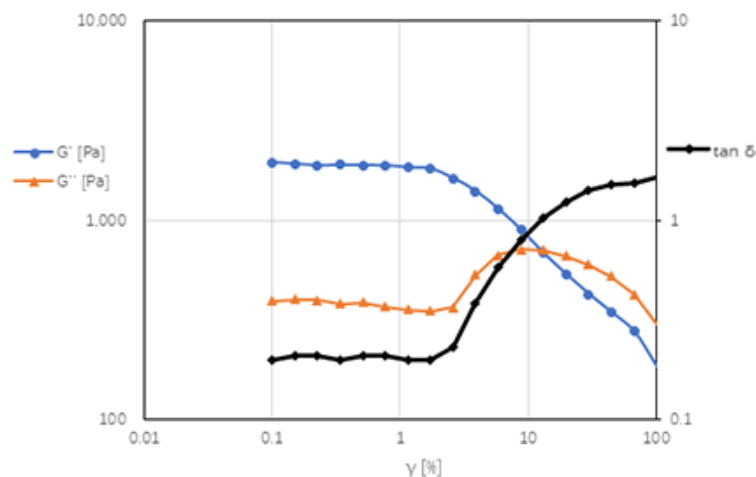


图 6 样品性能随应变变化的流变曲线图

需确定：①测试模式：CSR 或 CSS 模式；②剪切应力（CSR 模式）或剪切应变（CSS 模式）变化范围（常用应变 0.01%-100%，根据样品调整）；③测试温度；④测试频率（常用 1 Hz 或 0.1 Hz，根据样品调整）。

样品准备：液态/凝胶态可吸取样品：测试次数 3 次，样品量 $\geq 1\text{mL}$ 。如样品粘度较大，移液器不好吸取，样品量 $\geq 2\text{mL}$ 。

凝胶态/固态成型样品：测试次数 3 次，样品数量 ≥ 5 个，样品直径 20mm，厚度 0.5mm-2mm。

2、动态时间扫描模式

2.1 常规动态时间扫描模式

测试简介：在恒定应变（应力）、恒定频率、恒定温度下进行测试。随着时间变化，样品本身会产生某些变化，如氧化、分解、聚合、凝胶等。该测试通过流变参数的变化，可以把样品的变化过程反映出来。该测试在选定应变（应力）时，应先对材料进行动态振幅扫描测试，取样品在线性粘弹区内的应变或应力，再进行动态时间扫描测试。以图 6 中为例，应选用 1%应变进行动态时间扫描测试。

测试图举例：如图 7 所示，当储能模量 (G') = 损耗模量 (G'') 时，溶液变成凝胶状态。

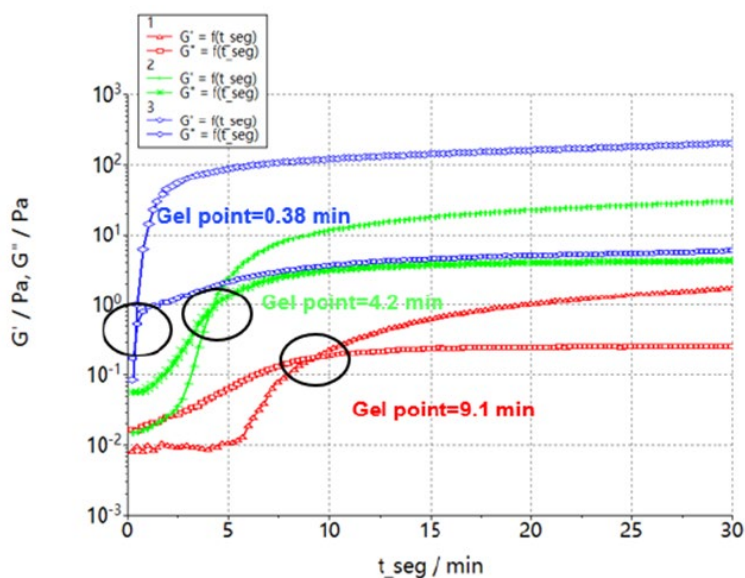


图 7 样品性能随时间变化的流变曲线图

需确定：①测试模式：CSR 或 CSS 模式；②剪切应力（CSR 模式）或剪切应变（CSS 模式）；③测试温度；④测试频率（常用 1Hz 或 0.1Hz，根据样品调整）。

样品准备：液态/凝胶态可吸取样品：测试次数 3 次，样品量 $\geq 1.5\text{mL}$ 。如样品粘度较大，移液器不好吸取，样品量 $\geq 3\text{mL}$ 。

凝胶态/固态成型样品：测试次数 3 次，样品数量 ≥ 6 个，样品直径 20mm，厚度 0.5mm-2mm。

2.2 动态时间扫描模式-交替阶梯

测试简介：设置应变（应力）、恒定频率的交替阶梯应变，用于测试样品的可逆性。首先第一阶段应该设置一个恒定的、较小的剪切应力/应变，第二阶段设置一个恒定的、较大的剪切应力/应变，第三阶段采用和第一过程一样的恒定剪切应力/应变，如此交替，每个阶段的时间可以保持恒定。在选定应变（应力）时，应先对材料进行动态振幅扫描测试，分别取样品在线性粘弹区内以及样品完全被破坏的应变或应力，作为两个阶段的剪切应力/应变值。以图 6 中为例，应选用 1%和 50%应变进行交替测试。

测试图举例：如图 8 所示。这一测试方法通常用来表征材料的可恢复性，如动态共价键水凝胶的自修复性。

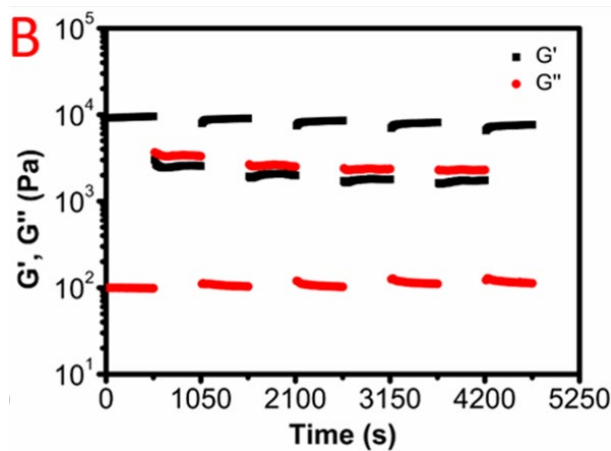


图 8 触变性流变图

需确定：①测试模式：CSR 或 CSS 模式；②不同阶段的剪切应力（CSR 模式）或剪切应变（CSS 模式）；③每阶段持续时间；④重复次数；⑤测试温度；⑥测试频率（常用 1 Hz 或 0.1 Hz，根据样品调整）。

样品准备：液态/凝胶态可吸取样品：测试次数 3 次，样品量 $\geq 1.5\text{mL}$ 。如样品粘度较大，移液器不好吸取，样品量 $\geq 3\text{mL}$ 。

凝胶态/固态成型样品：测试次数 3 次，样品数量 ≥ 6 个，样品直径 20mm，厚度 0.5mm-2mm。

3、动态频率扫描模式

测试简介：在恒定温度、恒定小振幅（应力或应变）下，以频率为变量（线性变化 Liner 或对数变化 Log）进行测试。此测试对于高聚物加工的过程（如挤出、注射工艺等）和研究聚合物分子结构信息（如松弛时间谱、分子量、分子量分布等）十分有效。该测试在选定应变（应力）时，应先对材料进行动态振幅扫描测试，取样品在线性粘弹

区内的应变或应力，再进行动态时间扫描测试。以图 6 中为例，应选用 1%应变进行动态时间扫描测试。

测试图举例：如图 9 所示。

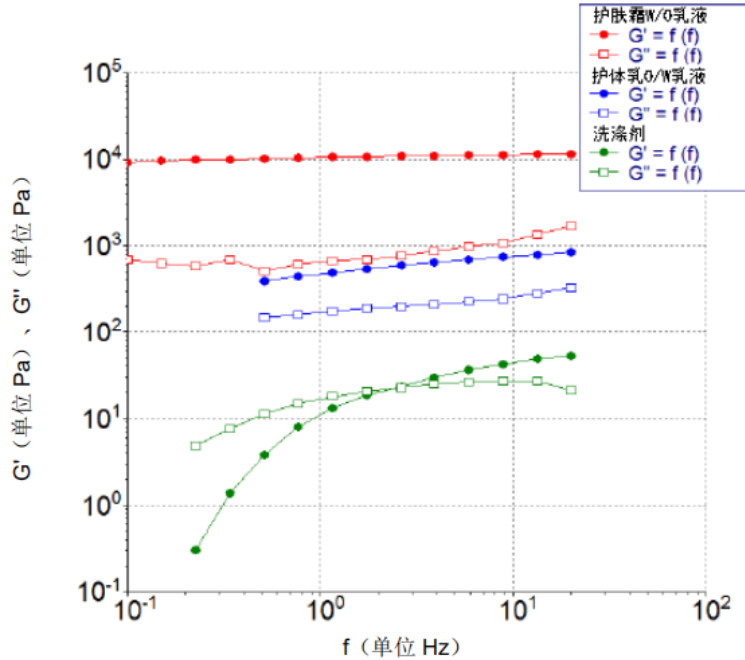


图 9 样品性能随频率变化的流变曲线图

需确定：①测试模式：CSR 或 CSS 模式；②剪切应力（CSR 模式）或剪切应变（CSS 模式）；③测试温度；④测试频率变化范围。

样品准备：液态/凝胶态可吸取样品：测试次数 3 次，样品量 $\geq 1.5\text{mL}$ 。如样品粘度较大，移液器不好吸取，样品量 $\geq 3\text{mL}$ 。

凝胶态/固态成型样品：测试次数 3 次，样品数量 ≥ 6 个，样品直径 20mm，厚度 0.5mm-2mm。

4、动态温度斜坡扫描模式

测试简介：在恒定小振幅（应力或应变）、恒定频率、连续温度变化进行测试。随着温度变化，样品会发生软化、熔融、凝固、结晶、分解、化学反应等变化。该测试通过流变参数随温度的变化把样品的变化过程反应出来，也称温度扫描测试。该测试在选定应变（应力）时，应先对材料进行动态振幅扫描测试，取样品在线性粘弹区内的应变或应力，再进行动态时间扫描测试。以图 6 中为例，应选用 1%应变进行动态时间扫描测试。

测试图举例：如图 10 所示。

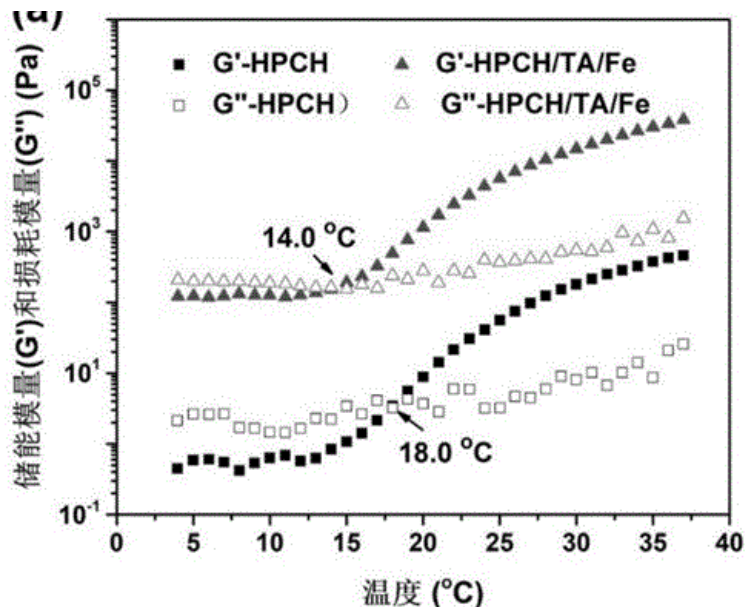


图 10 样品性能随温度变化的流变曲线图

需确定: ①测试模式: CSR 或 CSS 模式; ②剪切应力 (CSR 模式) 或剪切应变 (CSS 模式); ③测试频率; ④测试温度变化范围。

样品准备: 液态/凝胶态可吸取样品: 测试次数 3 次, 样品量 $\geq 1.5\text{mL}$ 。如样品粘度较大, 移液器不好吸取, 样品量 $\geq 3\text{mL}$ 。

凝胶态/固态成型样品: 测试次数 3 次, 样品数量 ≥ 6 个, 样品直径 20mm, 厚度 0.5mm-2mm。

5、动态温度梯度扫描模式

测试简介: 通过恒定应变 (应力)、恒定频率、阶梯温度变化进行测试: 随着温度变化, 样品会发生软化、熔融、凝固、结晶、分解、化学反应等变化。该测试通过流变参数随温度的变化把样品的变化过程反应出来, 也称温度扫描测试。温度梯度升高, 充分平衡。该测试在选定应变 (应力) 时, 应先对材料进行动态振幅扫描测试, 取样品在线性粘弹区内的应变或应力, 再进行动态时间扫描测试。以图 6 中为例, 应选用 1% 应变进行动态时间扫描测试。

需确定: ①测试模式: CSR 或 CSS 模式; ②剪切应力 (CSR 模式) 或剪切应变 (CSS 模式); ③测试频率; ④温度阶梯变化设置; ⑤每阶段持续时间。

样品准备: 液态/凝胶态可吸取样品: 测试次数 3 次, 样品量 $\geq 1.5\text{mL}$ 。如样品粘度较大, 移液器不好吸取, 样品量 $\geq 3\text{mL}$ 。

凝胶态/固态成型样品：测试次数 3 次，样品数量 ≥ 6 个，样品直径 20mm，厚度 0.5mm-2mm。

样品注意事项：

测试基台及转子头为易损坏件，因此测试样品应无刺激性、腐蚀性（含有腐蚀性溶剂或 pH 为强酸强碱需提前告知）、胶粘性。如未提前告知，因样品原因导致易损件损伤需客户承担损失。