



TRACKER™ HTHP

*Tensiomètre à goutte automatisé
Haute Température & Haute Pression*



TRACKER™ HTHP – 200°C / 700 bar

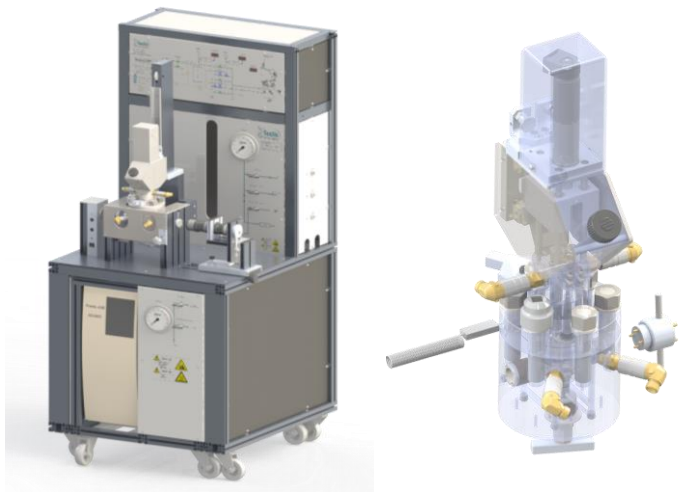
TRACKER™ HTHP est un tensiomètre à goutte automatisé, conçu pour caractériser les propriétés de surface et étudier la rhéologie interfaciale dans des conditions extrêmes.

Il permet de réaliser les mesures jusqu'à une **température de 200°C et sous pression jusqu'à 700 bar**. Le design de la cellule pression est certifié par le CETIM*.

TRACKER™ HTHP est totalement polyvalent. Il mesure :

- Les tensions des interfaces Liquide/Liquide, Liquide/Gaz avec la méthode de la goutte **montant ou pendante**.
- L'angle de contact d'un liquide déposé **sur ou sous** un Solide
- La rhéologie interfaciale avec régulation en fréquence et en amplitude du Volume/aire de la goutte et calcul du Module viscoélastique
- L'Angle de contact dynamique (angles d'avancée et reculée) d'un liquide sur ou sous un Solide.

TRACKER™ HTHP est compatible avec tous les Gaz non explosifs et le CO₂ Supercritique. L'instrument existe en 3 versions de pression maximum: 350 / 500 / 700 bar.



Dispositif de mesure

La cellule sous pression renferme la seringue, l'aiguille et la cuvette ainsi que les éléments permettant de s'adapter à toutes les configurations : goutte pendante, montante, goutte posée.... L'ensemble du dispositif est modulable, facile d'utilisation et nettoyable.

La mesure d'angle de contact peut être réalisée avec une goutte posée sur un solide ou sous un solide. Une plateforme rotative permet de déposer plusieurs gouttes pour réaliser **plusieurs mesures d'angle de contact sous pression sans ouvrir la cellule pression**.

La seringue est spécialement conçue pour manipuler les gouttes et les bulles sous pression avec précision. Elle est directement contrôlée par le logiciel en temps réel, pour réguler très précisément le volume et l'aire de la goutte/bulle ou effectuer des oscillations durant l'expérience pour obtenir des paramètres de rhéologie de surface.

La cellule sous pression n'est pas détachable de l'appareil. TRACKER™ HTHP peut être utilisé sans pression, mais uniquement avec la cellule.

Système optique

TRACKER™ HTHP est équipé d'une camera CCD monochrome avec une résolution de 640x480 pixels et d'un objectif télé-centrique. La caméra enregistre jusqu'à 60 images par seconde (fps) ou jusqu'à 539 fps lorsque des phénomènes très rapides sont étudiés.

Une source lumineuse éclaire l'échantillon de manière homogène et constante. Elle dispose de 2 intensités lumineuses pour les solutions présentant une plus forte densité optique.

L'analyse de la forme de la goutte se fait à travers les 2 hublots saphir de la cellule.

Système température et pression

TRACKER™ HTHP est équipé d'un booster pour élever la pression jusque 700 bar et d'un bain circulant à huile afin de monter la température jusque 200 °C.

TRACKER™ HTHP est un instrument complet. Le dispositif de mesure, le système optique et le système de température et pression sont regroupés dans un châssis compact, mobile constituant un instrument de mesure autonome qui ne nécessite pas l'ajout d'autres équipements.

Applications

- CO₂ Supercritique
- Pétrole, bitumes
- Polymères en fusion
- Angle contact sous pression
- Compatible avec du méthane
- EOR

Le Software

La tension interfaciale est déterminée en effectuant une analyse numérique de la forme du profil d'une goutte de liquide ou d'une bulle de gaz.

La forme de la goutte/bulle est déterminée par la combinaison de la tension interfaciale et des effets de la gravitation. Les effets de la tension interfaciale force la goutte à prendre une forme sphérique tandis que les effets de la gravitation ont tendance à l'allonger pour lui donner une forme en poire dans le cas d'une goutte pendante et à l'aplatir dans le cas d'une goutte posée. Lorsque l'importance de ces effets sont du même ordre on peut déterminer la forme du contour apparent et aussi les angles de contact entre la goutte et son support.

Le calcul est basé sur 2 équations fondamentales :

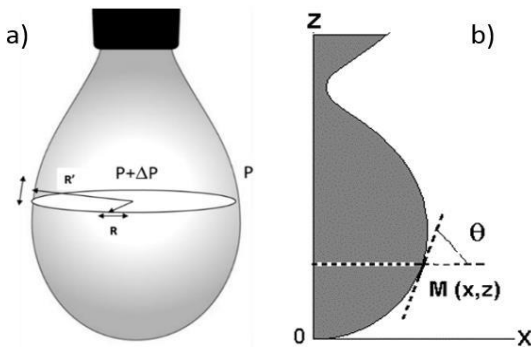


Figure 1.a/Courbure de la surface de la goutte.
b/Coordonnées d'un point M de la surface de la goutte

- l'équation de Laplace-Young qui traduit que la différence de pression causée par la courbure de la surface est proportionnelle à la courbure moyenne, le coefficient de proportionnalité étant justement la tension interfaciale:

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

où R et R' sont les rayons
ΔP est la variation de pression résultant de la courbure de l'interface
(Figure 1.a).

- la deuxième équation résulte de l'écriture d'un équilibre des forces au travers de tout plan horizontal:

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

Où p est la pression due à la courbure
γ la tension interfaciale
R et R' les rayons de courbures principaux de la surface
x l'abscisse du point de la méridienne d'ordonnée z
θ l'angle entre la normale et l'axe de révolution
V le volume du fluide sous le plan
ρ₁ et ρ₂ les masses volumiques respectives des deux fluides
g l'accélération terrestre
(Figure 1.b).

La forme d'une goutte dépend exclusivement du paramètre de forme qui est sans dimension et que l'on appelle le facteur de forme ou nombre de Bond:

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

Où Δρ la différence de densité entre les deux fluides
g l'accélération gravitationnelle
b l'inverse du rayon de courbure au sommet (point d'origine)
γ la tension interfaciale
c la constante capillaire

Plus Bo est bas, plus la goutte est sphérique $c = \frac{g\Delta\rho}{\gamma}$ re 2-3) et moins la mesure est précise. Pour augmenter Bo, il faut augmenter le rayon de courbure au sommet de la goutte et donc son volume. Bo peut également être affecté par les erreurs dues à la distorsion optique des objectifs de la caméra et la verticalité de la goutte.

Le bon indicateur pour une mesure précise du contour de la goutte est Bo supérieur à 0,1.

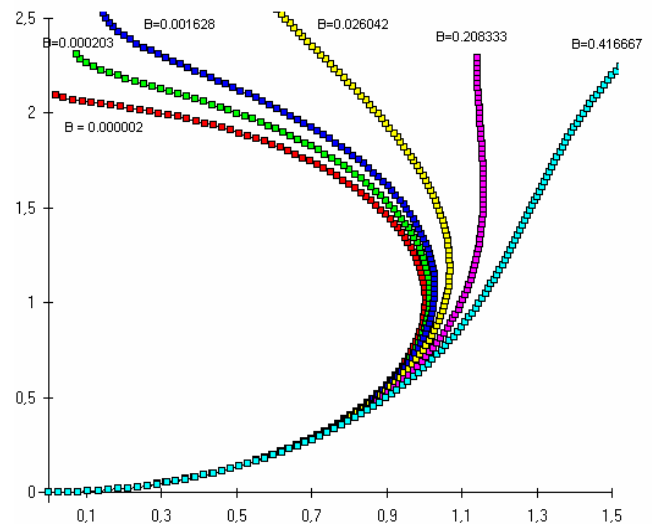


Figure 2 Profils de goutte pour différents nombre de Bond

	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 Erreur relative donnée par le profil laplacien de la goutte selon le bruit gaussien pour 2 valeurs de Bo

TRACKER™ HTHP – 200°C / 700 bar

Le Software

TRACKER™ HTHP est automatisé pour effectuer des mesures précises, produire des résultats fiables et réaliser des expériences reproductibles.

Le logiciel contrôle la température et la pression et il pilote l'ensemble des paramètres de mesure. Les calculs sont réalisés en temps réel.

Le logiciel s'appuie sur des algorithmes d'analyse du profil de la goutte et son ajustement aux modèles basés sur l'équation de Young-Laplace pour mesurer la tension superficielle/interfaciale et l'angle de contact.

Le logiciel mesure l'angle de contact statique et l'angle d'avancée/reulée, d'une goutte posée sous pression, sur ou sous un solide. La mesure est réalisée dès que la goutte se détache de l'aiguille et rencontre le solide. Grâce à la plate-forme rotative, plusieurs dépôts de gouttes peuvent être effectués successivement sous pression et sans ouvrir la cellule de pression (Ex 3).

Le logiciel mesure la tension superficielle et interfaciale sur des gouttes ou bulles montantes ou pendantes selon la densité des fluides étudiés.

Les mesures au cours du temps permettent d'évaluer la cinétique d'adsorption des molécules tensioactives et de déterminer la tension superficielle à l'équilibre.

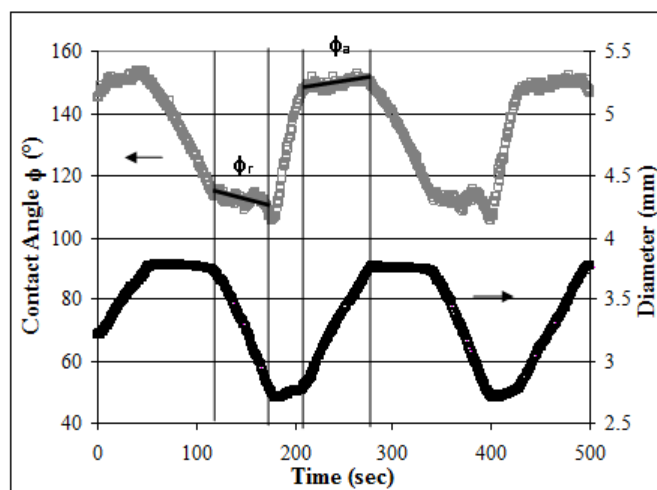
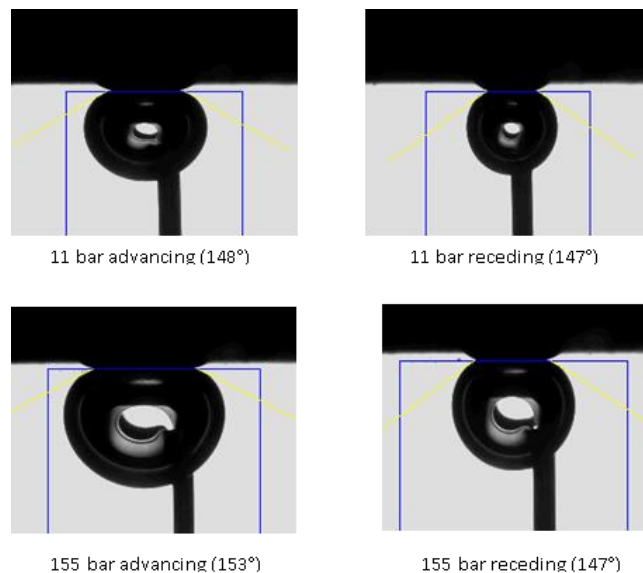
Le logiciel permet de contrôler le volume de la goutte ou l'aire de l'interface, pour:

- le maintenir constant tout au long de l'expérience,
- suivre une variation sinusoïdale dont la fréquence et l'amplitude sont programmables par l'utilisateur. Ces expérimentations sont utilisées pour déterminer le module viscoélastique dilatationnel,
- suivre des régimes linéaires y compris avec des variations brutales : les pulses.

Les résultats sont stockés dans des fichiers non modifiables. Tous les résultats de mesures sont comparables directement dans le logiciel. Tous les résultats sont exportables aux formats texte ou tableur.

Les images enregistrées peuvent être recalculées en post-traitement.

Ex3: mesures d'angles de contact dynamique à basse et haute pression de CO₂ à 70°C (sur substrat de caprock)



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, TOTAL SA
 Copyright 2008, Society of Petroleum Engineers

Données & Mesures

- Tension de surface (liquide / gaz)
- Tension interfaciale (liquide / liquide)
- Angle de contact (gaz / liquide / solide)
- Angle de contact dynamique
- Rhéologie interfaciale - Module Viscoélastique
- Coefficient de rigidité
- Vitesse d'adsorption des tensio-actifs
- Température / Pression

La **rhéologie dilatationnelle de surface** représente un outil puissant pour étudier l'équilibre et les propriétés dynamiques de couches interfaciales simples et plus élaborées contenant des tensioactifs, des protéines, des polymères ou des particules de taille micro-nano.

La rhéologie interfaciale permet de mieux comprendre les propriétés des Tensioactifs, des protéines, des polymères ou des particules de taille micro-nano à l'interface. Elle permet **d'étudier les phénomènes d'adsorption-désorption** ainsi que certaines réactions pouvant avoir lieu à l'interface. Elle peut ainsi révéler des informations cruciales sur la dynamique interfaciale et la contribution de la structure aux propriétés des formules.

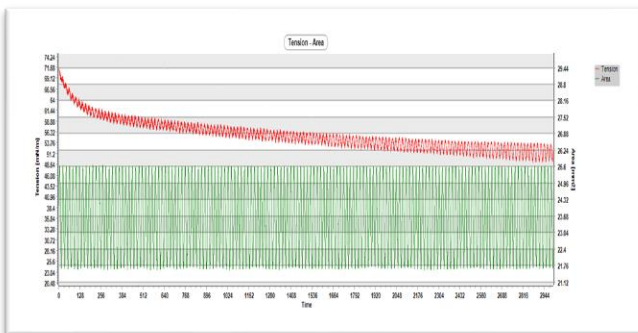
Le calcul du module viscoélastique permet de mieux comprendre comment il est possible de modifier les propriétés d'élasticité et de viscosité d'interfaces et de les corrélater avec la stabilité des mousses et des émulsions.

Rhéologie Interfaciale avec TRACKER™

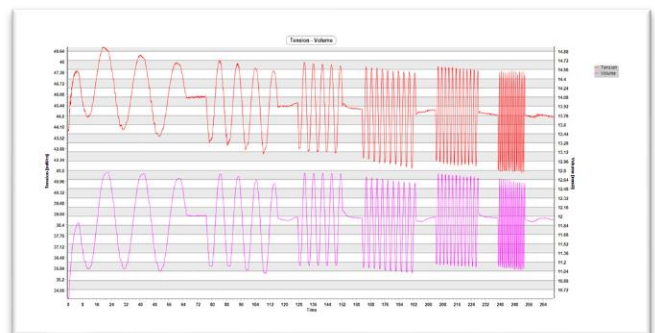
Le logiciel du TRACKER™ permet de contrôler précisément le volume ou l'aire de la goutte/bulle et de réaliser en même temps une variation sinusoidale dont la fréquence et l'amplitude sont programmables par l'utilisateur. De l'oscillation de base, à fréquence unique, aux scénarios complexes incluant plusieurs étapes d'oscillations, tous les paramètres de mesure peuvent être réglés ou modifiés indépendamment, y compris pendant la mesure:

- Fréquence d'oscillation : 0.001Hz à 2Hz et jusqu'à 10Hz avec la cellule piézoélectrique
- Variation volume de la goutte : +/- 0.1 µl à +/- 100 µl et jusqu'à +/- 4 µl avec la cellule piézoélectrique
- Vitesse de variation de volume min : 0.01 µl/s
- Vitesse de variation de volume max : 20 µl/s
- Durée: surface de la goutte/Bulle constante durant les oscillations pendant plusieurs heures y compris sur une interface gaz-liquide

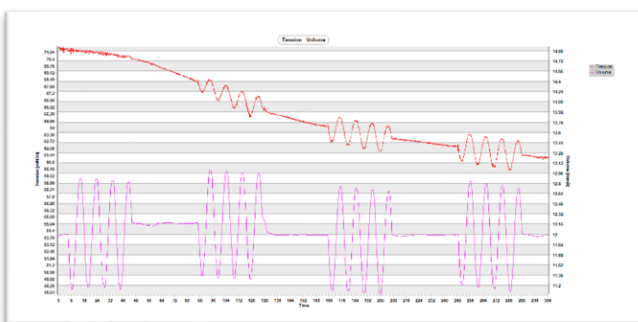
Rhéologie Interfaciale TRACKER™ - Exemples de mesures



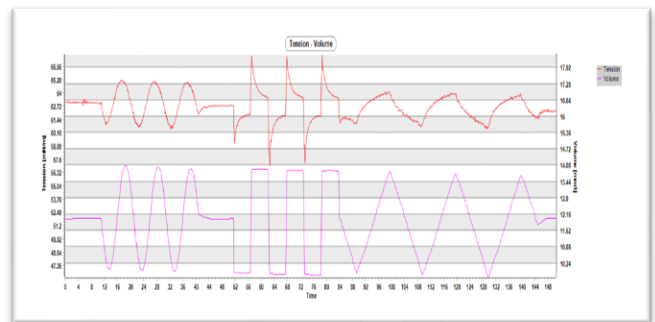
Ex 1: Régulation en Aire au cours d'une cinétique d'adsorption



Ex 2: Régulation en volume avec balayage en fréquence



Ex 3: Régulation en volume avec et sans périodes d'oscillations



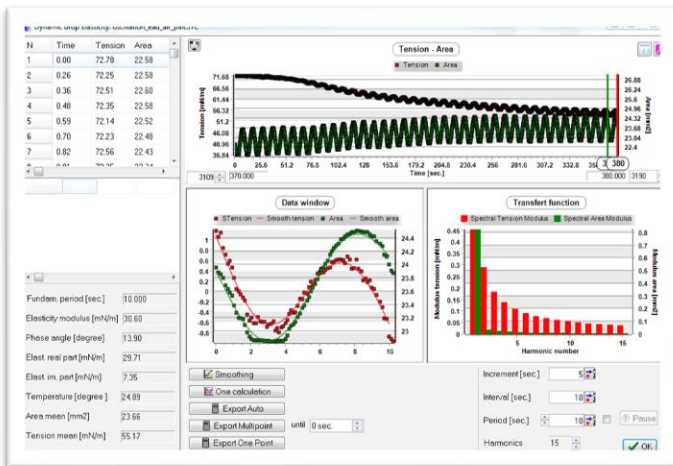
Ex 4: Régulation en volume avec balayage en amplitude

MODULE VISCOELASTIQUE

Les calculs de viscoélasticité peuvent être effectués pendant la mesure.

$$\text{Elasticité} = E = d\gamma / (dA/A)$$

Les données brutes enregistrées dans le fichier ILT, sous forme d'images ou de mesures. Elles peuvent être ouvertes ultérieurement pour être réanalysées et/ou réévaluées.



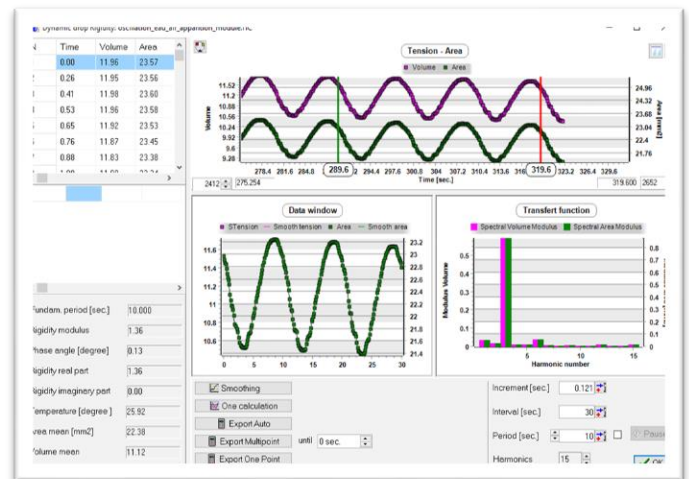
Ex: calcul de module viscoélastique

MODULE DE RIGIDITÉ

Le calcul du module de rigidité peut être effectués pendant la mesure.

$$\text{Rigidité} = (dV/V) / (dA/A)$$

Il permet de mettre en évidence l'apparition de membrane sur les surfaces.



Ex: calcul de module de rigidité

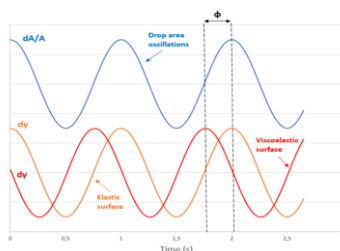
Rhéologie Dilatationnelle Interfaciale

La déformation de l'interface consiste en une variation de l'aire interfaciale A (compression ou dilatation). La réponse de l'interface à une telle déformation se manifeste par une variation de la tension de surface γ . On peut définir un module viscoélastique comme l'augmentation de la tension de surface en fonction d'une déformation de la surface

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

Le module viscoélastique de surface en dilatation est donc le coefficient de proportionnalité entre une déformation (dA/A) et une contrainte de surface (en N/m), la tension de surface.

Si la déformation varie dans le temps, le rapport entre la contrainte et la vitesse de déformation avec les viscosités de surface correspondantes peuvent être calculées. Si on dilate et on comprime une surface de façon sinusoïdale à une fréquence ω et une amplitude ΔA , et pour une surface viscoélastique, il peut apparaître un déphasage θ entre la variation de la déformation ($\Delta A/A_0$) et la tension de surface.



Le module viscoélastique E devient un nombre complexe, avec une partie réelle E', représentant l'énergie stockée et récupérable, et une partie imaginaire E'', correspondant aux mécanismes qui dissipent l'énergie mécanique

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

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

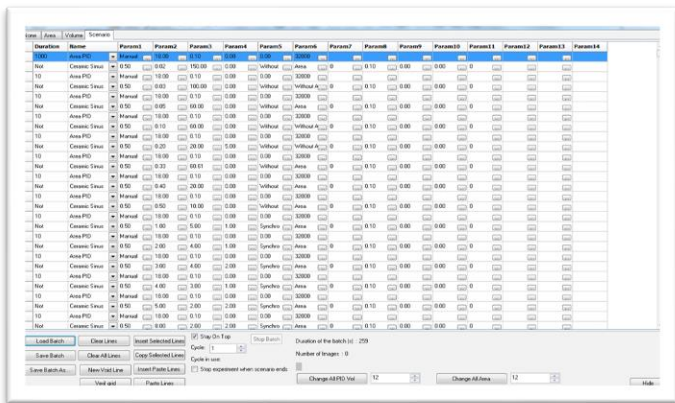
$$E'' = |E| \sin(\theta)$$

BATCH : GESTION DE SCENARIO

La fonction Batch permet d'écrire un scénario enchainant de façon illimité toutes les actions de régulation à effectuer sur la goutte/bulle pendant la mesure.

Tous les paramètres de mesure peuvent être réglés ou modifiés indépendamment, y compris pendant la mesure:

- Fréquence
- Variation volume de la goutte
- Vitesse
- Durée

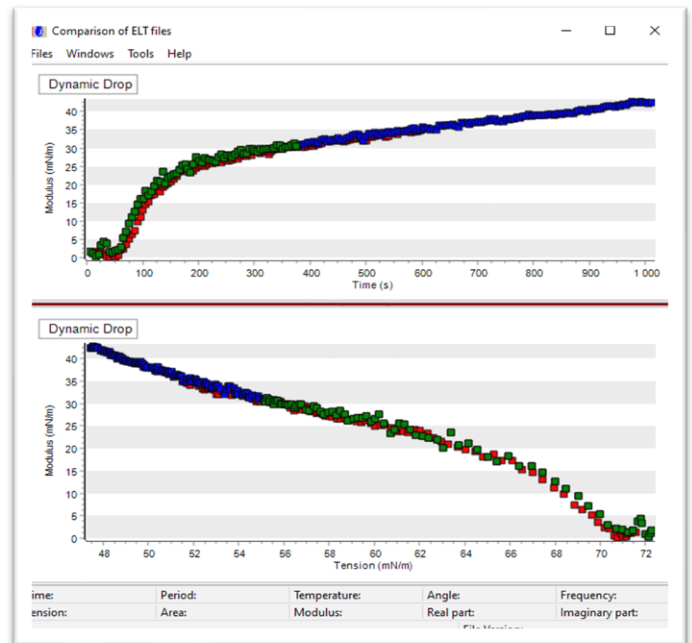


Ex: Paramétrage de scénario

COMPARAISON DES RÉSULTATS INTÉGRÉS

Les données brutes enregistrées dans le fichier ILT, sous forme d'images ou de mesures. Elles peuvent être ouvertes ultérieurement pour être réanalysées et/ou réévaluées.

Les calculs de modules comme tous les autres résultats peuvent être comparés directement dans le logiciel sans export de données préalable.



Ex: Comparaison de modules

TRACKER™ HTHP - Caractéristiques techniques

	TRACKER™ HTHP 350	TRACKER™ HTHP 500	TRACKER™ HTHP 700
Référence	TRK-HTHP350	TRK-HTHP500	TRK-HTHP700
Précision Tension mN/m	0,1	0,1	0,1
Contrôle automatisé de la goutte / bulle	Oui	Oui	Oui
Précision Angle de contact	0,1°	0,1°	0,1°
Température	Jusqu'à 200° C	Jusqu'à 200° C	Jusqu'à 200° C
Pression	Jusqu' à 350 bar	Jusqu' à 500 bar	Jusqu' à 700 bar
Oscillation Max.	1hz	1hz	1hz
Seringue	Hastelloy C276 2,5 ml	Hastelloy C276 2,5 ml	Hastelloy C276 2,5 ml
Aiguilles	Acier inoxydable diam. 0.6 à 1.6 / G20 à G14	Acier inoxydable diam. 0.6 à 1.6 / G20 à G14	Acier inoxydable diam. 0.6 à 1.6 / G20 à G14
Cuve verre optique Taille L / l / H (mm)	25x25x32	25x25x32	25x25x32
Gaz	Air, azote, argon, air, CO ₂ , CO ₂ Supercritique ...	Air, azote, argon, air, CO ₂ , CO ₂ Supercritique ...	Air, azote, argon, air, CO ₂ , CO ₂ Supercritique ...
Dimensions Instrument L / w / H (cm)	83*91*186 Incl Booster, cellule pression & bain circulant	83*91*186 Incl Booster, cellule pression & bain circulant	83*91*186 Incl Booster, cellule pression & bain circulant
Poids (full instrument)	≈ 300kg	≈ 300kg	≈ 300kg
Définition caméra	USB 2 : 640*480 px, 60 img/s USB 3 : 720*540 px, 539 img/s Autre camera sur demande		
Compatibilité système exploitation	Windows XP-10 32-64 bits	Windows XP-10 32-64 bits	Windows XP-10 32-64 bits

TECLIS Scientific est une société française spécialisée dans les instruments de mesure et les services pour la science des interfaces depuis Plus de 25 ans.

TECLIS Scientific conçoit et commercialise du matériel d'analyse et fournit une expertise scientifique pour caractériser les systèmes dispersés comme les mousses et les émulsions et pour caractériser l'énergie de surface des solides.

La technologie logicielle basée sur l'analyse d'image est intégrée dans tous nos instruments. Une gamme complète d'appareils de mesures a été développée pour étudier et comprendre les propriétés interfaciales des systèmes liquide / liquide, solide / liquide et gaz / liquide.

TECLIS Scientific utilise une ingénierie innovante pour développer des instruments et des solutions logicielles performantes et faciles à utiliser pour les chercheurs.



Instruments de mesure pour la science des interfaces

Siège Social France

TECLIS Instruments - 22 ch. des prés secs – 69380 Civrieux d'Azergues – France

Bureau USA/Canada

MGA Technologies / TECLIS Instruments

6823 Boul St-Laurent suite, 202 Montréal QC H2S3C8 – Canada

Bureau Chine

Shanghai HD Automation Co., Ltd. / TECLIS Instruments

Building No.3, 781 Minjing Road, 200438 Shanghai – China

contact@teclis-scientific.com