

快速筛选仪—RSD™

技术应用摘要

20% DTBP (二叔丁基过氧化物) 标准样品测试报告

简介:

正如它的名字, RSD快速筛选仪可对会发生放热反应的原料进行快速筛选。但这只是 RSD众多功能中的一项重要应用。

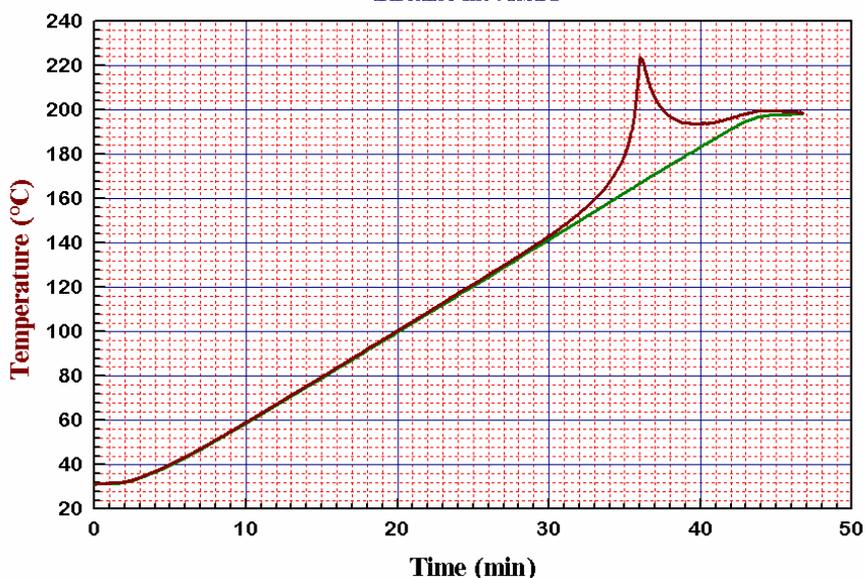
RSD可以在等温状态或是以10°C/min的升温速率进行测试。通常, 5°C/min的升温速率较为适合进行样品的筛选实验。RSD可以用于快速判断原料能量释放的多少。对于一个未知样品, 我们通常使用管状样品瓶或ARC (加速量热仪)的球状样品瓶。RSD最多可同时对6个样品进行测试, 如5个待测样品加1个空白参照样品, 因此, 它可用于对原料进行纯度分析。20%的DTBP (二叔丁基过氧化物)溶液是ARC (加速量热仪)和其他量热仪广泛使用的标准样品。因此, 对这个样品进行测试, 不仅是RSD的常规样品测试, 同时也可与其他仪器得到的数据进行对比。

实验:

本次实验的样品是6克的DTBP 20%溶液, 升温速率为4°C/min, 温度设置为加热到200°C。样品容器采用了钛质的 ARC (加速量热仪)的样品瓶。样品测试时采用了2个相同的DTBP 20%溶液, 以纯的甲苯作为空白参照样品。

结果:

下图是空样品瓶从室温 —400°C的加热扫描曲线。升温速率为5°C/min。背页的图则分别是在更高或低的升温速率下的扫描曲线。



Typical result from 20% DTBP

中国上海茂名南路59号
锦江饭店西楼6312室
邮编: 200020
电话: +86 21 5466 0318
传真: +86 21 6415 2081

1 North House, Bond Avenue,
Bletchley, MK1 1SW, UK

Phone: +44 1908 646800
Fax: +44 1908 645209

255 Old New Brunswick Road,
Suite 120S, Piscataway, NJ 08854,
USA

Toll-free: 1-888-688-7074
Fax: (732) 465 0778

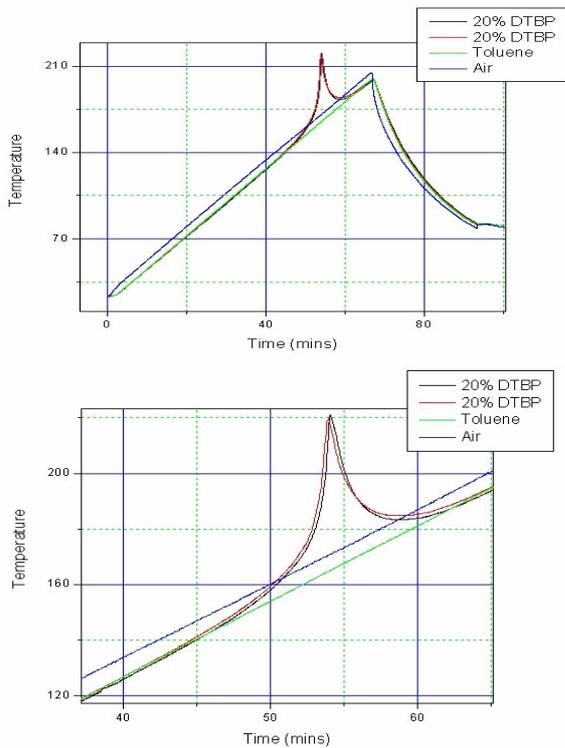
讨论和结论

下图中是标准样品的温度偏移图，图中同时列出了参比的曲线。

20%DTBP溶液是理想的放热性样品。在这个升温速率下，样品出现了较大的温度偏移，反应的起始温度出现于130-140°C。

RSD的一个特色是可以同时进行6个样品的测试。为了体现RSD技术的重复性，图中同时呈现了两个相同试样的温度变化曲线。

上图是升温速率为4°C/min时的放热反应曲线，可以得到发生放热反应时的起始温度为 135°C。这个数



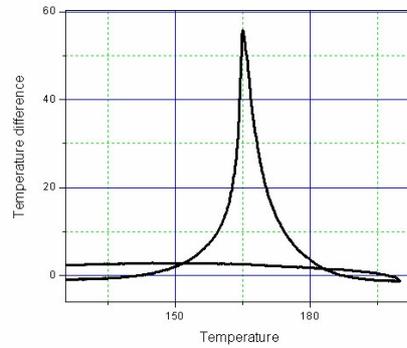
两个实验的结果重复性

值比采用ARC得到的数据要略高。当升温速率为 1°C/min或更低时，记录得到的起始温度要低 10-20°C。

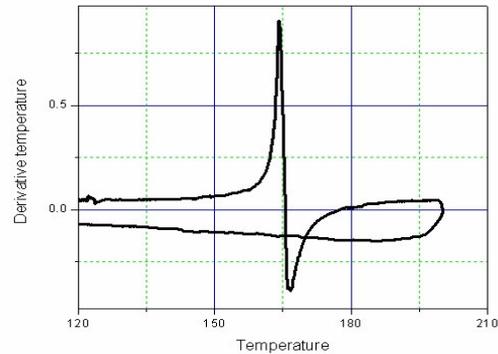
图中同时标出了量热仪或空气的温度。

RSD同时还可以得到压力数据，压力的变化在对放热反应检测方面的表现更为灵敏，具体内容我们将在其他技术应用资料中详细描述。

在图示中，我们采用温度差值或 DT（样品减去参照）来表示，这只有在同时对参照进行测试时才有意义，见下图。



温差图



Temperature Derivative Plot

如果测试中不包含参照，可以用样品的温度导数来表示，见上图。与时间图相比，两种作图方式都能形象地给出样品的温度变化和反应的起始温度。

如果测试样品是溶液，则最好采用温度差值的方式。如果没有参照存在，温度差值图可以以空气温度作为参照。

当没有参照可用时，可以采用样品的温度导数图来表示。

中国上海茂名南路59号
锦江饭店西楼6312室
邮编: 200020
电话: +86 21 5466 0318
传真: +86 21 6415 2081

1 North House, Bond Avenue,
Bletchley, MK1 1SW, UK
Phone: +44 1908 646800
Fax: +44 1908 645209

255 Old New Brunswick Road,
Suite 120S, Piscataway, NJ 08854,
USA
Toll-free: 1-888-688-7074
Fax: (732) 465 0778