

快速筛选仪—RSD™

技术应用摘要 11

5%-20% DTBP (二叔丁基过氧化物)标准样品测试报告

简介:

DTBP (二叔丁基过氧化物)甲苯溶液是检验 RSD快速筛选仪综合性能的最好样品。DTBP的反应热约为175KJ/mol或1200J/g, 因此, 6克的DTBP5%, 10%, 14.5%和20%溶液在热分解反应时释放的热量相应分别为350J, 700J, 1050J和1400J。

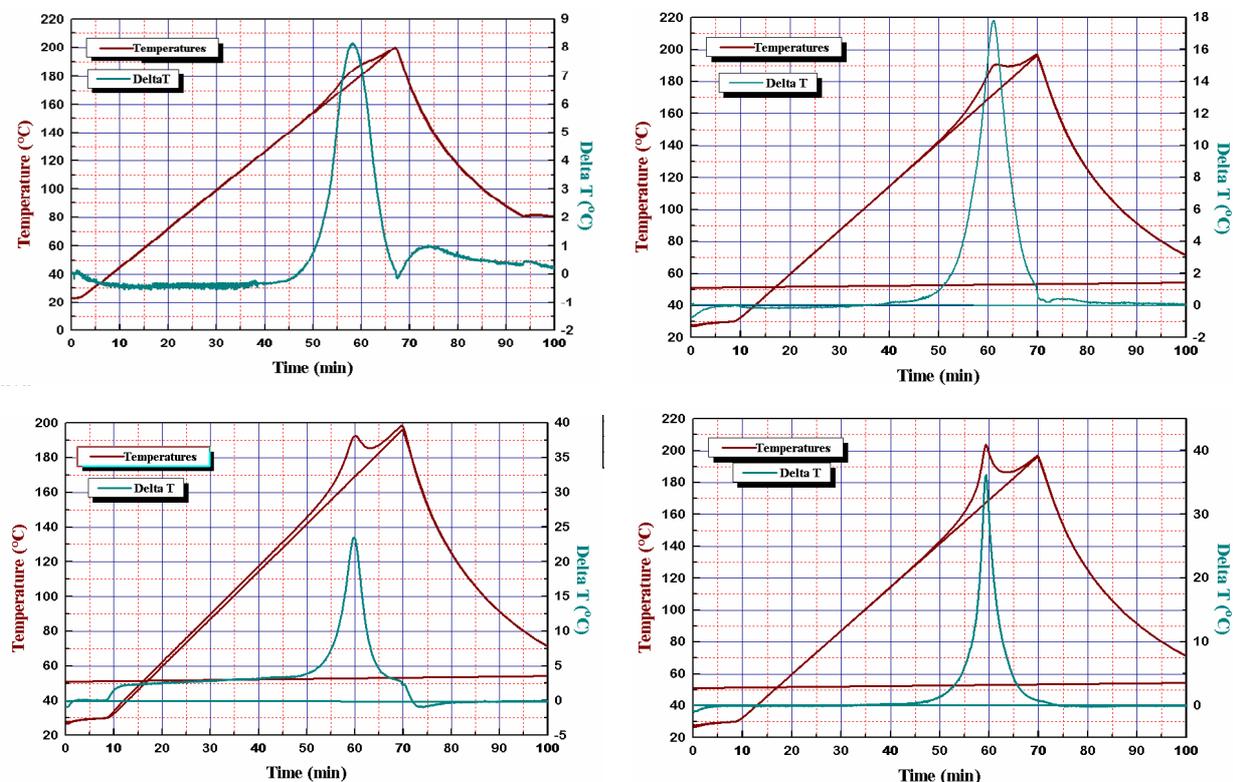
RSD的一项特色是能同时进行多个样品的测试, 这非常适合于演示实验或进行样品之间的比较测试。在下面的DTBP标准样品测试实验中, 我们同时进行了5个样品的测试, 以纯的甲苯作为空白参照。

实验

本次实验同时对5个样品进行了测试, 分别是6克的DTBP5%, 10%, 14.5%和20%溶液和纯的甲苯空白参照样品, 升温速率为4°C/min, 样品容器采用了钛质的绝热量热仪(ARC)的样品瓶。

结果

通过实验, 我们得到了样品在升温过程中温度和压力变化的原始数据。将这些数据进行处理, 减去空白参照甲苯的数据, 我们得到了温度变化差值。将结果用图表示, 我们可以更为直观地进行结果分析和更通俗地解释。



RSD 的原始数据, 浓度为5% 左上, 10% 右上, 15% 左下, 20% 右下

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

在以上采用RSD进行的实验中，我们得到了一个标准反应性样品的系列温度变化曲线。在实验过程中，所有四个样品都呈现了不同程度的温度上升。与空白参照的数据相比，四个样品都存在明显的温度偏移。通过使用RSD和空白参照，我们可以对热量释放更小的放热反应进行观察。

通过上述的样品—参照温度差值图，我们可以更为准确地得到放热反应的起点。从样品的温度变化曲线中，我们得到放热反应的起始温度为140°C，而由样品—参照温度差值图，我们得到的放热反应起始温度约为120°C，低了15-20°C。

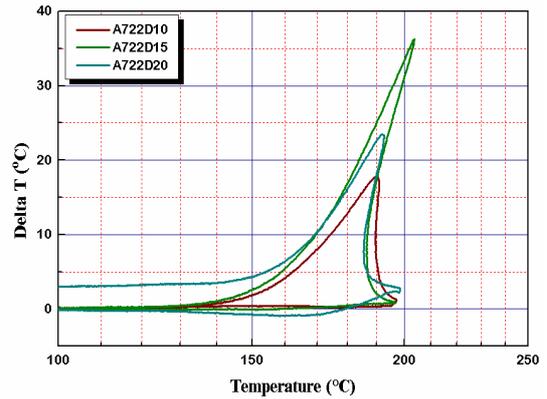
我们提供了两种方式对数据进行处理，一种是上述的样品—参照温度差值处理，另一种是对曲线进行求导处理，即得到样品的 dT/dt 曲线。

在图中我们发现，随着DTBP含量的增加，放热反应转折点处的温度分别上升了8°C，18°C，23°C和36°C，这并不表明样品的放热量与RSD的样品量之间存在定量关系，但这种温度变化与放热量之间存在的经验关系对实际操作非常有用。

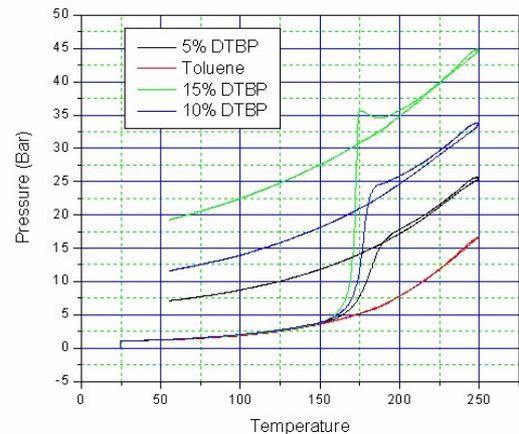
右图为样品以及参照的温度变化曲线，随着样品量的增加，放热反应产生的热量损失越多，温度梯度越明显。此外，在热量值达到最高峰后会出现温度的下降。

右图为实验产生的压力变化曲线，红线是参照的数据。不同含量的样品曲线与参照相比产生偏离所对应的温度约为120°C。

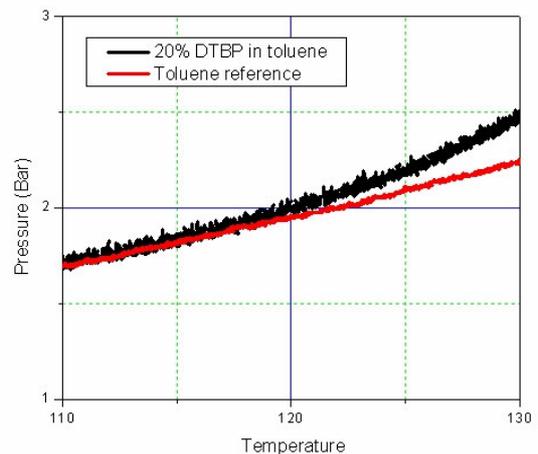
这里进行的实验采用了较快的升温速率，如果要获取理想的压力数据，实验应尽可能在较低的升温速率或是恒温状态下进行，具体内容我们将在其他技术应用资料中详细描述。通常，当升温速率为1°C/min时，我们能得到较为精确的放热反应起始温度。



样品和参照样品的温度变化曲线



不同浓度的DTBP溶液的压力温度曲线



探测到放热反应时的温度压力曲线

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

