

## 快速筛选仪—RSD™

### 技术应用摘要 XX

#### 玻璃容器

#### 简介

RSD快速筛选仪的一项重大设计特色是可以使用一系列不同的样品容器。

当反应的催化作用非常小时，通常可以考虑选用玻璃作为样品容器的材质。象不锈钢之类的金属样品容器非常容易催化反应，而且在任何一种量热仪中，容器的表面积与样品体积通常比实际情况大得多。

钛或镍合金质地的 ARC (加速量热仪)的容器可以承受很高的压力，非常适合进行量热测试，但这类样品容器的使用成本很大。

在RSD中可以使用一些玻璃容器，可以有多种不同的形状和尺寸供选择。在没有气体产生和样品损失或需要模拟开放条件下的实验时，我们也可以采用开放式的管状容器。

在大多数情况下，我们采用 HPLC (高性能液相色谱仪) 样品瓶进行 RSD实验。这类瓶子同样可以与连接器相连并密封，并可在 10巴 (或150帕) 下工作。RSD中的压力单位通常定义为巴或帕。

样品瓶连接器由一个整合热电偶和防爆膜固定器组成。防爆膜固定器是一个铝制的圆盘，不同的厚度具有不同的耐爆压力。玻璃瓶的耐爆压力约为 20巴 (或300帕)，因此通常选用耐爆压力约为 15巴 (或225帕) 的防爆膜。

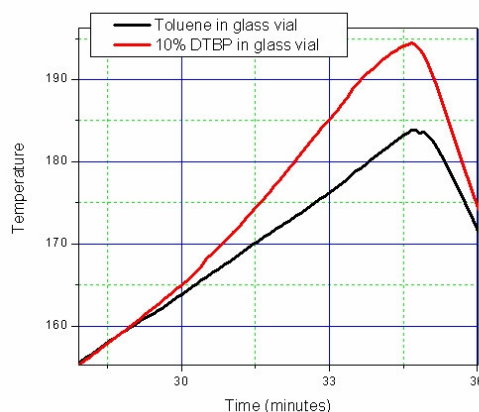
尽管如此，玻璃瓶仍有可能会发生爆炸。如果发生爆炸，实验会被立即终止。也许 1个玻璃瓶的爆炸会影响到其他的样品瓶，但小片的玻璃碎片可以非常容易地从样品池中被清除掉。

#### 实验

本次实验采用2个样品， 1个是1毫升的DTBP (二叔丁基过氧化物) 10%甲苯溶液，另一个为1毫升的纯甲苯作为空白参照样品。样品容器采用玻璃样品瓶，升温速率为5°C/min，压力限制设置为12巴。

#### Results

##### —温度变化



图中显示，在约160°C处出现放热反应。软件设置成当压力超过12巴是反应立即终止。此时，样品的温度比参照物高出约10°C。

我们进一步比较了样品与参照的温度差值。结果显示，当温度略高于155°C时，放热反应才开始。

##### —压力变化

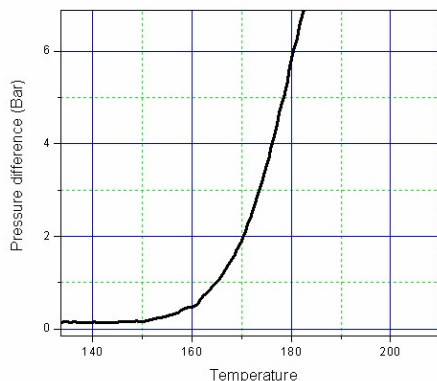
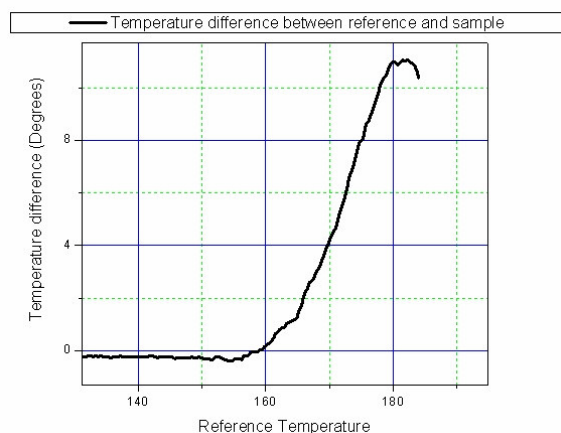
由于对样品和参照实行相对独立的压力检测，因此我们可以分别得到相应的不同压力数据如上图所示。

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

**255 Old Newbrunswick Road,  
Suite 120S, Piscataway, NJ 08854, USA  
Phone: 1-888-688 7074  
Fax: (732) 465 0778**

当样品的压力达到12 巴时，系统自动启动冷却装置并终止实验。

压力指示显示，放热反应的出现是在150°C左右。

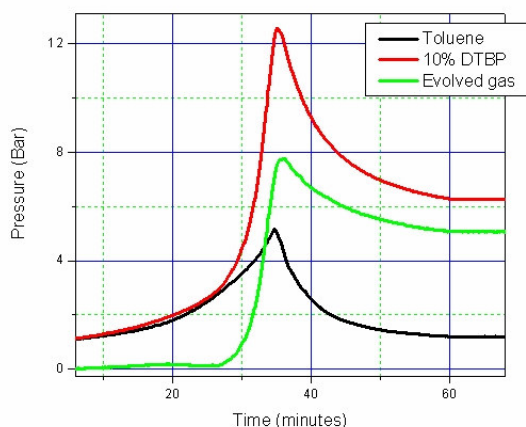


## 讨论和结论

在RSD中可以使用 HPLC样品瓶对多个样品同时进行测试具有相当的优越性。样品瓶的价格低廉，降低了仪器的运行成本，在同一时间进行多个样品的筛选可以减少高耐压测试池的使用。标准化、且已被批量生产是使用标准 HPLC样品瓶的一大优点。在玻璃容器内中放入更小的玻璃插管可用于进行相当少量的反应试剂的筛选，典型的体积为250微升。

在1毫升样品中，小型的内部玻璃插管也可被用作热电偶套管。在进行诸如苯乙烯聚合之类的反应中，小型插管可以对热电偶起到保护作用。热电偶套管的使用也可避免热电偶的金属外层可能对反应的催化作用。进一步的信息和内容我们将在其他技术应用资料中作详细描述。

与其他大体积、耐高压的容器相比，由玻璃样品瓶得到的数据质量相当好。玻璃瓶为用户除选择耐压型金属容器外提供更大的选择柔性，且运行成本更低。



**1 North House, Bond Avenue,  
Bletchley, MK1 1SW, UK  
Tel: +44 1908 646800  
Fax: +44 1908 645209  
Info@thermalhazardtechnology.com**

**255 Old Newbrunswick Road,  
Suite 120S, Piscataway, NJ 08854, USA  
Phone: 1-888-688 7074  
Fax: (732) 465 0778  
www.thermalhazardtechnology.com**