



化学反应热风险 实验获取评价参数

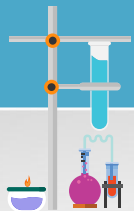
工艺热风险评价



放热速率、放热量、绝热温升、分解温度

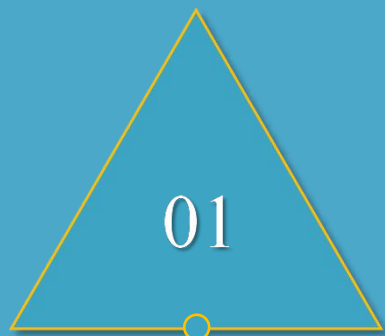


量热仪



量热仪的运行模式

消除温度效应



等温模式

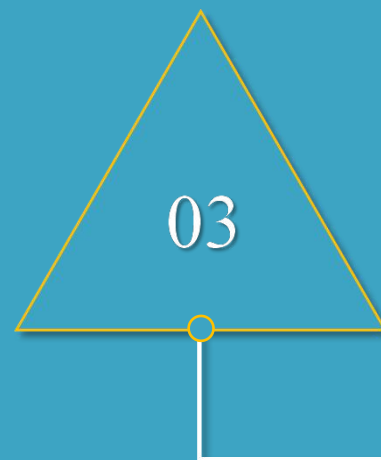
(Isothermal Mode)

动态模式
(Dynamic Mode)



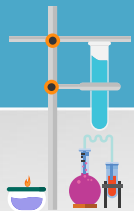
反应放热的初步扫描

得到热失控曲线



绝热模式

(Adiabatic Mode)



几种常用的量热设备

反应
量热仪

绝热
量热仪

差示扫描
量热仪



反应量热仪

METTLER TOLEDO



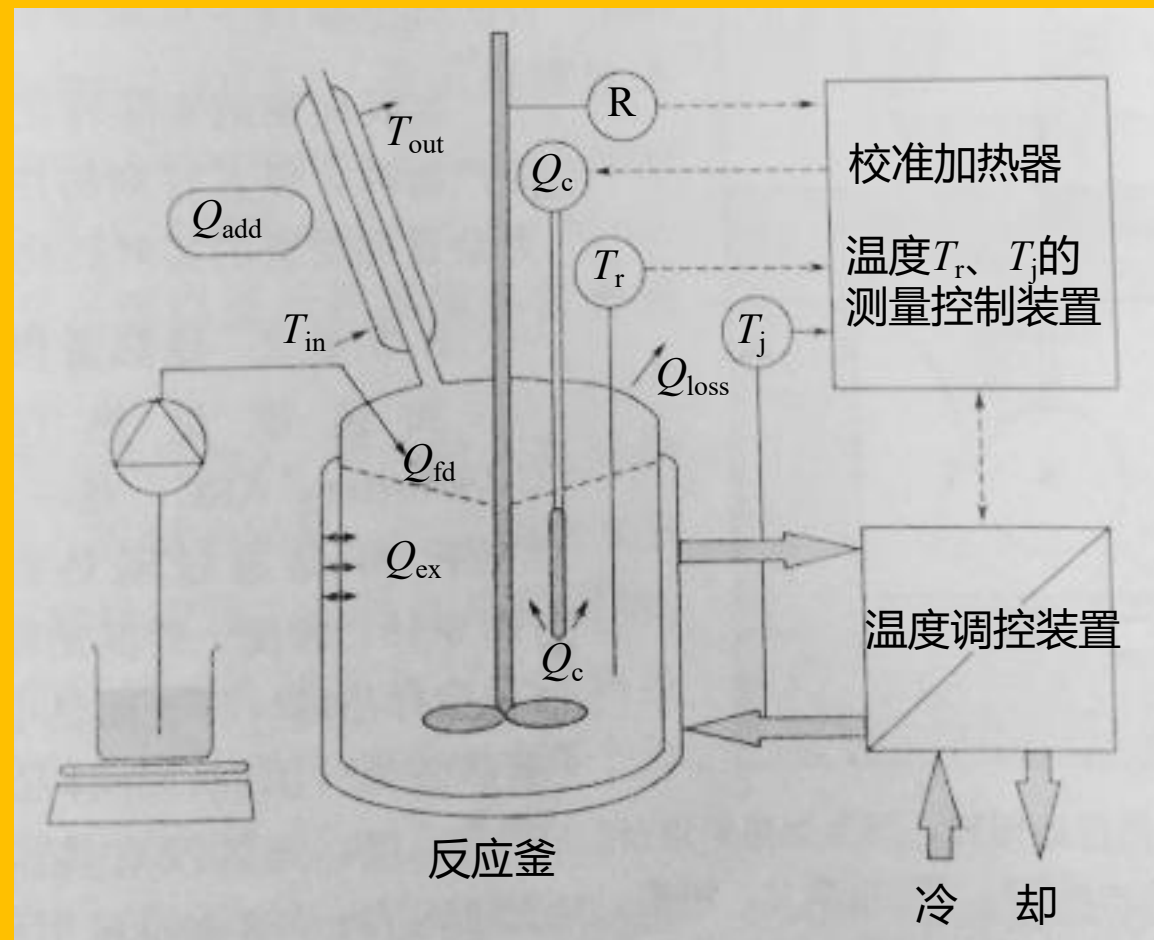
RC1e



RC1mx and HFCal



反应量热仪的测量原理



$$q_{rx} + q_c + q_s = (q_{acc} + q_i) + (q_{ex} + q_{fd} + q_{loss} + q_{add})$$

热量输入 热累积 热量输出



反应量热仪的测量原理

$q_{rx} + q_c + q_s = (q_{acc} + q_i) + (q_{ex} + q_{fd} + q_{loss} + q_{add})$ 热量输入 = 热累积 + 热量输出

q_{rx} 为化学反应过程中的放热速率, W

q_c 为校准功率, 即校准加热器 (Calibration Heater) 的功率, W

q_s 为搅拌装置导入的热流速率, W

q_{acc} 为反应体系的热累积速率, W

q_i 为反应釜中插件的热累积速率, W

q_{ex} 为通过夹套传递的热流率, W

q_{fd} 为半间歇反应物料加入所引起的加料显热, W

q_{loss} 为反应釜的釜盖和仪器接续部分等的散热速率, W

q_{add} 为自定义的其他一些热量流失速率, W





反应量热仪的测量原理

反应无需回流 q_{add} ，且忽略搅拌 q_s 、反应釜釜盖和仪器连接部分等的散热 q_{add} 时

反应放热速率

$$q_{rx} = (q_{acc} + q_i) + (q_{ex} + q_{fd} - q_c)$$

反应过程总放热

$$Q_r = \int_{t_0}^{t_{end}} q_{rx} dt$$

反应绝热温升

$$\Delta T_{ad,rx} = Q_r / M_r c'_p = \int_{t_0}^{t_{end}} q_{rx} dt / M_r c'_p$$



加加速度量热仪 (Adiabatic Rate Calorimeter, ARC)

高性能绝热量热仪 (Phi-tech II)

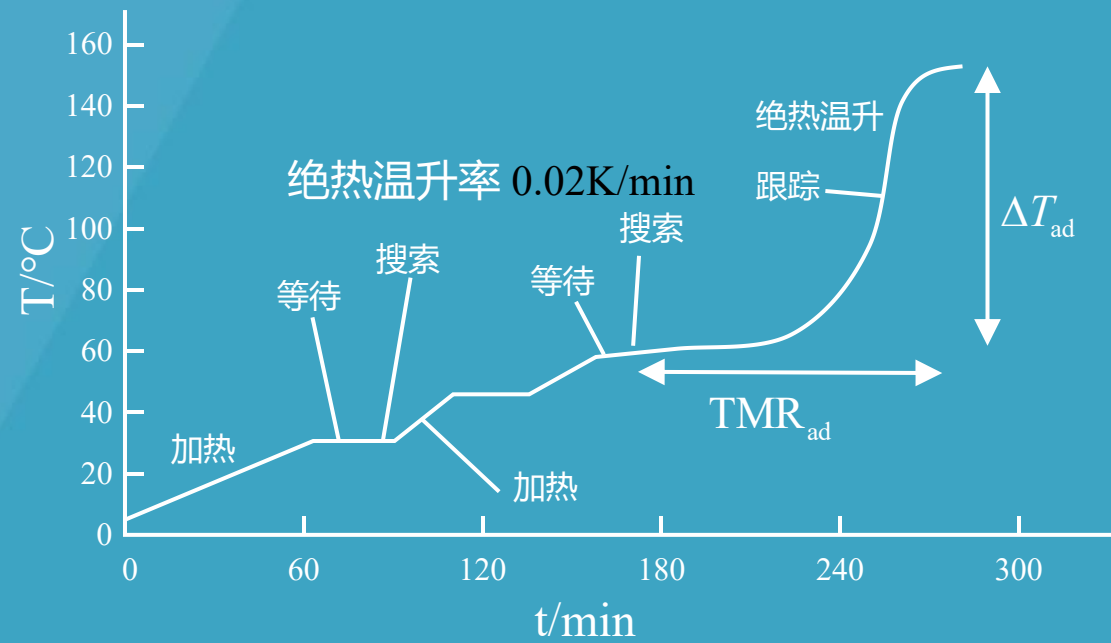
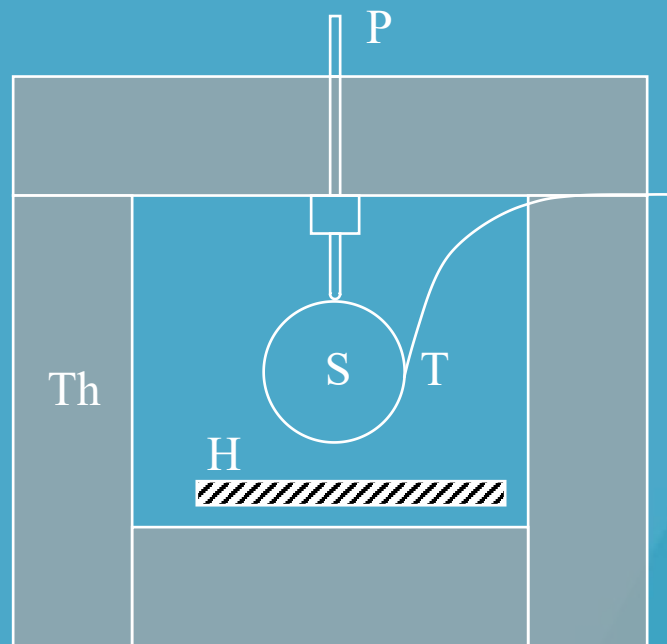
杜瓦瓶量热仪 (Dewar Calorimeter)

泄放口尺寸测试装置 (Vent Sizing Package, VSP)

反应系统筛选装置 (Reactive System Screening Tool, RSST)



加加速度量热仪原理



HWS模式的加加速度量热仪获得的典型温度曲线

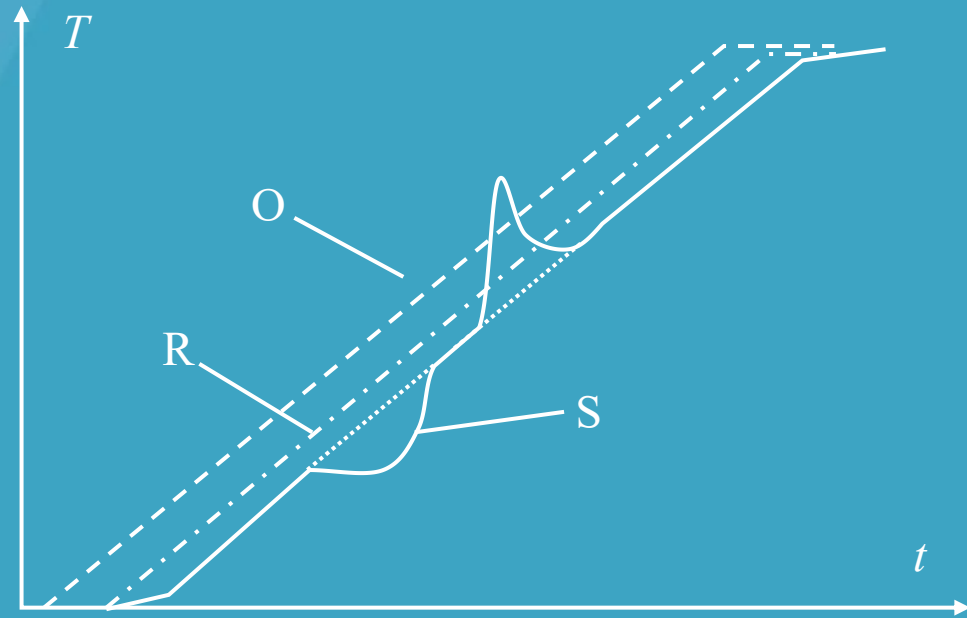
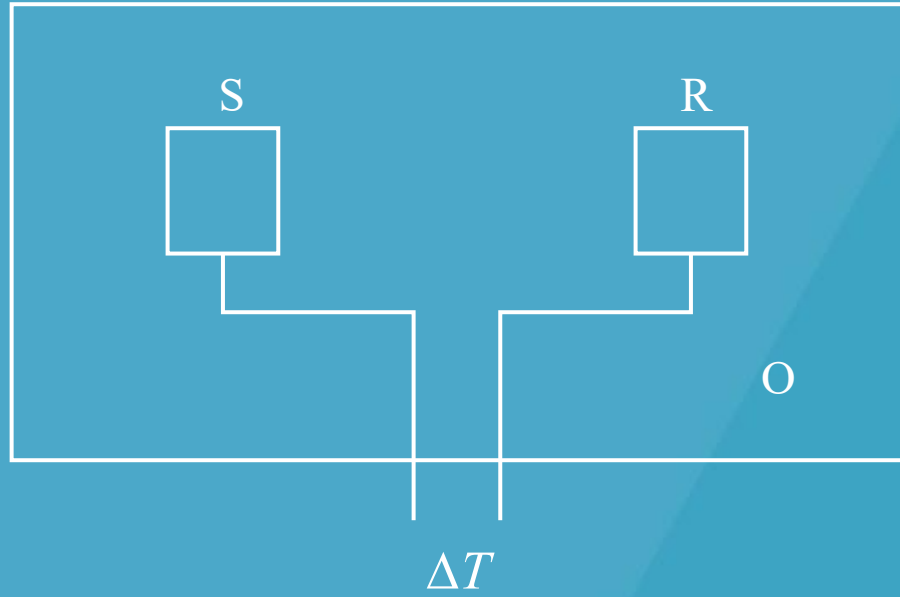
加热 – 等待 – 搜索 (Heating-Waiting-Seeking, HWS) 模式



- 差热分析 (Differential Thermal Analysis, DTA)
- 差示扫描量热仪 (Differential Scanning Calorimeter, DSC)
- Calvet 量热仪 (Calvet Calorimeter, CC)
- 热反应性监测仪 (Thermal Activity Monitor, TAM)



差示扫描量热仪



DSC 的原理

S—样品； R—参比物； O—温控