

# 差示扫描量热分析法测定硬脂酸的凝固点

丁兆娟,吕延延,张艳玲,吴爱芹,刘爱芹

(思通检测技术有限公司,山东 青岛 266042)

**摘要:**研究差示扫描量热分析(DSC)法测定硬脂酸凝固点的影响因素,对比DSC法与手工法(按GB/T 9104—2008《工业硬脂酸试验方法》)进行)测定硬脂酸凝固点的异同。结果表明:DSC法测定硬脂酸凝固点的优化试验条件为样品用量 10 mg,氮气流速 20 mL·min<sup>-1</sup>,熔化温度 70 °C,冷却速率 5 °C·min<sup>-1</sup>;与手工法测定硬脂酸凝固点相比,DSC法操作简便、快速,试样用量小,测试精密度高和重复性好。

**关键词:**硬脂酸;凝固点;差示扫描量热分析

**中图分类号:**TQ330.38<sup>+</sup>5;O657.99 **文献标志码:**B **文章编号:**2095-5448(2017)01-44-03

硬脂酸除作为活性剂广泛应用于天然橡胶、合成橡胶和胶乳中外,还在合成橡胶生产过程中起乳化剂和发泡剂的作用。

凝固点是评价硬脂酸的重要指标之一,其检测方法以GB/T 9104—2008《工业硬脂酸试验方法》为主。采用差示扫描量热分析仪(DSC)测定硬脂酸的凝固点具有操作简便、快速,试样用量小,测试精密度高和重复性好等优点<sup>[1-4]</sup>。

本工作研究DSC法测定硬脂酸凝固点的影响因素,对比DSC法和手工法(按GB/T 9104—2008进行)测定硬脂酸凝固点的差异。

## 1 实验

### 1.1 试验材料

1<sup>#</sup>和2<sup>#</sup>硬脂酸,国内某厂家产品。

### 1.2 主要仪器

200 F3型DSC和压片机,德国耐驰公司产品;电子分析天平,感量为0.1 mg,德国赛多利斯公司产品。

### 1.3 试验步骤

称取适量硬脂酸,置于25 μL铝坩埚中,压盖,放置于DSC中,采用空铝坩埚作为参比。按一定流速充入氮气,然后以10 °C·min<sup>-1</sup>升温速率升至

熔化温度,恒温2 min,然后按一定冷却速率降温至硬脂酸全部凝固。

## 2 结果与讨论

### 2.1 DSC曲线分析

硬脂酸熔化和冷却的DSC曲线如图1所示。根据GB/T 9104—2008的检测原理,取冷却曲线上代表硬脂酸开始冷凝时的温度作为硬脂酸的凝固点。

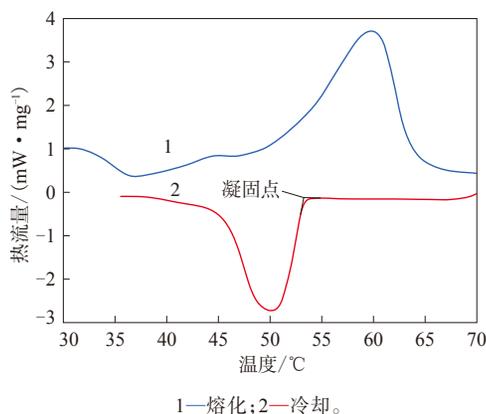


图1 硬脂酸熔化和冷却的DSC曲线

### 2.2 影响因素

#### 2.2.1 样品用量

为减小测试过程中样品温度梯度,确保测量精度,样品用量应适中。在氮气流速为25 mL·min<sup>-1</sup>、熔化温度为80 °C、冷却速率为5 °C·min<sup>-1</sup>的

**作者简介:**丁兆娟(1980—),女,山东德州人,思通检测技术有限公司工程师,学士,主要从事橡胶原材料性能测试的研究工作。

条件下,测定不同用量的2<sup>#</sup>硬脂酸凝固点,结果如下。

样品用量为1.06, 2.14, 5.11, 9.98和14.93 mg时,对应硬脂酸的凝固点分别为52.6, 53.6, 53.3, 53.5和53.4 °C。由此可知,样品用量较小时,样品不能完全覆盖坩埚底部,测得的凝固点波动较大;样品用量大时,测试过程中样品会发生外溢;样品用量在5~10 mg时,凝固点的测试结果较稳定。结合DSC法的相关检测标准,最终确定样品用量为10 mg。

### 2.2.2 氮气流速

在样品用量为10 mg、熔化温度为80 °C、冷却速率为5 °C·min<sup>-1</sup>的条件下,测定不同氮气流速下2<sup>#</sup>硬脂酸的凝固点,结果如下。

氮气流速为20, 30, 40和50 mL·min<sup>-1</sup>时,对应硬脂酸的凝固点分别为53.4, 53.4, 53.5和53.3 °C。由此可知,氮气流速对测试结果影响不大。结合仪器操作要求,氮气流速选择20 mL·min<sup>-1</sup>。

### 2.2.3 冷却速率

在样品用量为10 mg、熔化温度为80 °C、氮气流速为20 mL·min<sup>-1</sup>的条件下,测定不同冷却速率下2<sup>#</sup>硬脂酸的凝固点,结果如下。

冷却速率为2, 3, 4, 5和10 °C·min<sup>-1</sup>时,对应硬脂酸的凝固点分别为53.4, 53.4, 53.5, 53.4和53.4 °C。由此可知,冷却速率对测定测定结果影响不大。为较快测得试样凝固点,冷却速率选择5 °C·min<sup>-1</sup>。

### 2.2.4 熔化温度

在样品用量为10 mg、氮气流速为20 mL·min<sup>-1</sup>、冷却速率为5 °C·min<sup>-1</sup>的条件下,测定不同熔化温度下2<sup>#</sup>硬脂酸的凝固点,结果如下。

熔化温度为65, 70, 80, 90和100 °C时,对应硬脂酸的凝固点分别为53.2, 53.4, 53.4, 53.5和53.5 °C。由此可知,熔化温度对测试结果影响不大。结合GB/T 9104—2008,熔化温度应高于其凝固点10 °C以上。为节约时间,提高工作效率,熔化温度选择70 °C。

综上可知,DSC法测定硬脂酸凝固点的优化试验条件为:样品用量 10 mg,氮气流速 20 mL·min<sup>-1</sup>,熔化温度 70 °C,冷却速率 5 °C·min<sup>-1</sup>。

### 2.3 精密度试验

采用DSC法分别测定1<sup>#</sup>和2<sup>#</sup>硬脂酸的凝固点,每种硬脂酸平行测定8次,结果如表1所示。从表1可以看出,两个硬脂酸样品凝固点的相对标准偏差均小于1%,表明DSC法的测试精密度较高。

### 2.4 测试方法对比

分别采用DSC法和手工法测定2<sup>#</sup>硬脂酸的凝固点,结果如表2所示。从表2可以看出,DSC法和手工法的测试结果差别不大,DSC法测试的硬脂酸凝固点与国家标准方法相当。

## 3 结论

(1) DSC法测定硬脂酸凝固点的优化试验条件

表1 DSC法测定1<sup>#</sup>和2<sup>#</sup>硬脂酸凝固点的结果

项 目	序 号							
	1	2	3	4	5	6	7	8
1 <sup>#</sup> 硬脂酸凝固点 <sup>1)</sup> /°C	52.3	52.4	52.5	52.5	52.6	52.3	52.4	52.6
2 <sup>#</sup> 硬脂酸凝固点 <sup>2)</sup> /°C	53.3	53.4	53.5	53.4	53.4	53.3	53.6	53.5

注:1)平均值为52.4 °C,相对标准偏差为0.23%;2)平均值为53.4 °C,相对标准偏差为0.19%。

表2 DSC法和手工法测定硬脂酸凝固点对比

项 目	序 号							
	1	2	3	4	5	6	7	8
DSC法凝固点 <sup>1)</sup> /°C	53.3	53.4	53.5	53.4	53.4	53.3	53.6	53.5
手工法凝固点 <sup>2)</sup> /°C	53.5	53.6	53.8	53.7	53.6	53.6	53.6	53.5

注:1)平均值为53.4 °C,相对标准偏差为0.19%;2)平均值为53.4 °C,相对标准偏差为0.20%。

为:样品用量 10 mg,氮气流速 20 mL·min<sup>-1</sup>,  
熔化温度 70 °C,冷却速率 5 °C·min<sup>-1</sup>。

(2)与手工法测定硬脂酸凝固点相比,DSC法操作简便、快速,样品用量小,测试精密度高和重复性好。

#### 参考文献:

[1] 张喜文,刘智,杨春雁,等. DSC法测定石蜡熔点[J]. 石油化工,

2003,32(6):521-524.

[2] 马乾士. 石蜡熔点测定方法的探讨[J]. 火柴工业,1998,45(3):  
15-16.

[3] 夏邦惠,蔡秀党. 快速测定石油蜡熔点的固化点法[J]. 石油炼制,  
1993,24(1):61-62.

[4] 王武俊. 凝固点测定方法的评述[J]. 中国石油和化工标准与质量,  
2013(13):74-74.

收稿日期:2016-07-16

## Determination of Solidification Point of Stearic Acid by Differential Scanning Calorimetry

DING Zhaojuan, LYU Yanyan, ZHANG Yanling, WU Aiqin, LIU Aiqin

(Stone Testing Technology Co., Ltd, Qingdao 266042, China)

**Abstract:** In this study, testing of the solidification point of stearic acid by differential scanning calorimetry (DSC) was investigated and testing parameters were optimized. Similarities and differences between DSC method and manual method which was according to GB/T 9104—2008, Stearic Acid Test Method were compared. The results showed that the optimal testing parameters of the DSC method were as follows: sample weight 10 mg, carrier gas flow rate 20 mL·min<sup>-1</sup>, melting temperature 70 °C, and cooling rate 5 °C·min<sup>-1</sup>. Compared with manual method, DSC method was simple and fast, required only a small amount of sample, and the test presented high precision and good measurement repeatability.

**Key words:** stearic acid; solidification point; differential scanning calorimetry

### 第16届中国国际橡胶技术展览会 在上海举行

中图分类号:F27;TQ336.1 文献标志码:D

2016年12月1—3日,第16届中国国际橡胶技术展览会、第13届中国国际轮胎资源循环利用展览会、第10届亚洲埃森轮胎展在上海浦东新国际博览中心同时举行。

随着世界橡胶工业的高速增长,业界企业的沟通、交流、合作不断延伸、扩大。本届展会展出面积达到5万m<sup>2</sup>,来自全球23个国家和地区的600余家企业,32家专业媒体、协会、相关行业机构参展,展品涉及橡胶机械设备、橡胶化学品、橡胶原材料、橡胶制品和半成品,堪称橡胶行业的年度盛会。

展会同期举办了2016橡胶技术、智能制造高

峰论坛、炭黑技术交流会和轮胎精益生产案例分享会。业界各领域领先企业的技术专家分析了当今橡胶行业新技术、新工艺、新装备、新产品、新材料等的发展动态和趋势,并针对目前轮胎等橡胶产品产能过剩、产业集中度低、环保升级、贸易壁垒等热点问题进行讨论,对于改善生产工艺、提升产品竞争力、实现橡胶产业智能化转型升级很有帮助。

中国国际橡胶技术展览会始自1998年,经历了多年的发展,已成为业内企业进行品牌宣传及贸易促进的有效平台,是世界橡胶工业发展的风向标和促进剂。2017年,中联橡胶股份有限公司将与橡胶工业协会携手进行战略合作,共同举办下一届展会,打造国际橡胶行业及相关领域相互交流的高端平台。

(张 钊)