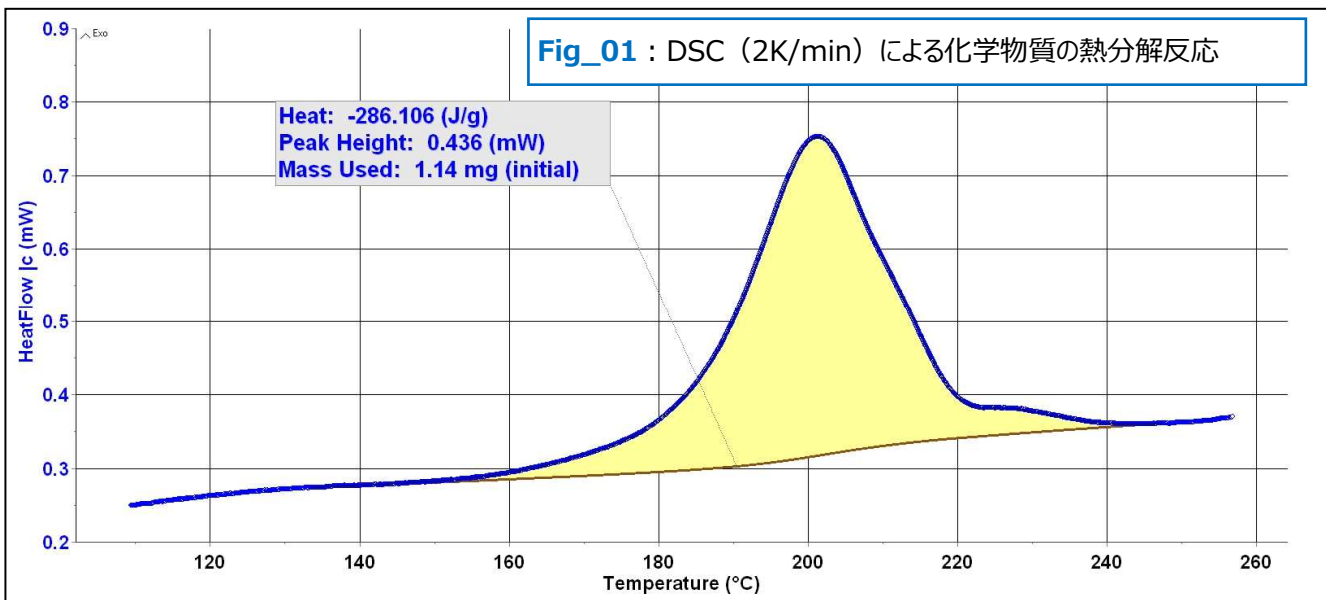


Technical Note テクニカルノート

No.AKTS-18/1 2025-04-30

Title: HWS-ARC+DSC(2K/min)データの“DSC/ARC”ソフトウェアによる解析例

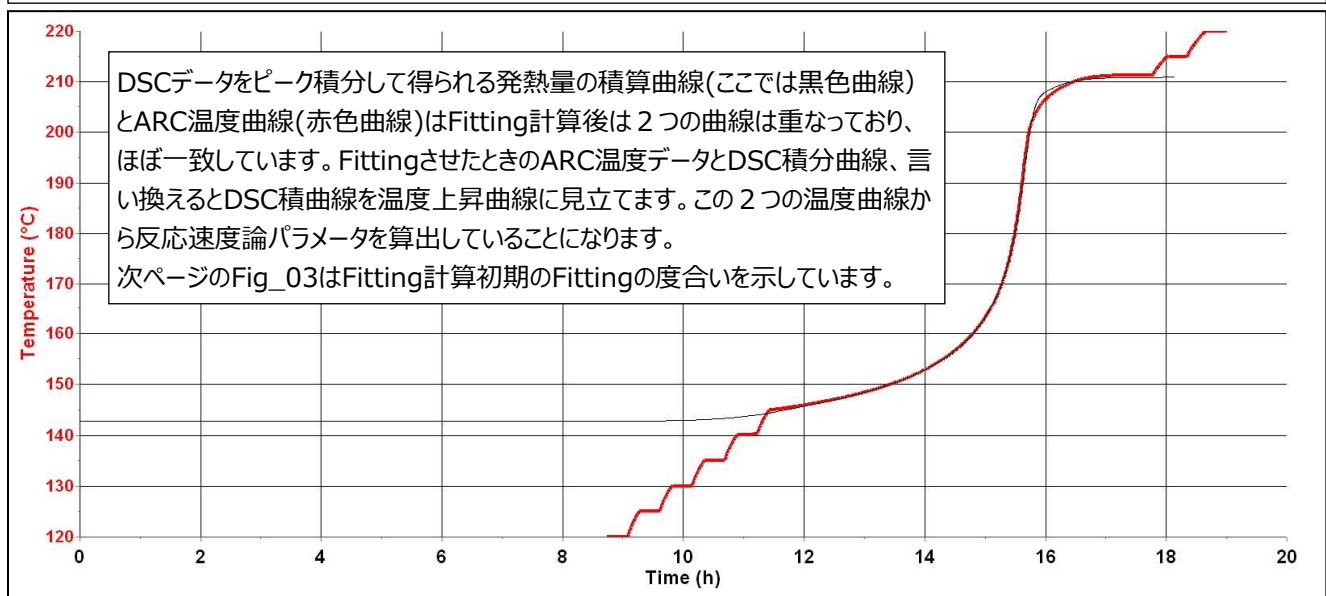


Fig_01のDSC測定データは試料重量1.14mg,発熱量は286.1J/gを示しています。DSCデータとしては高品質ですが、標準的なDSCデータです。

Fig_02の測定データは室温からスタートしたHeat-Wait-SearchモードのARCデータであり,145℃から断熱温度上昇の開始点とし、断熱温度上昇は211℃が終点となっています。**試料重量が2.05g, 熱慣性係数 ϕ は 2.787です。**
DSC-ARCソフトウェアではARCデータの試料重量と熱慣性係数 ϕ 値を必要としていません。

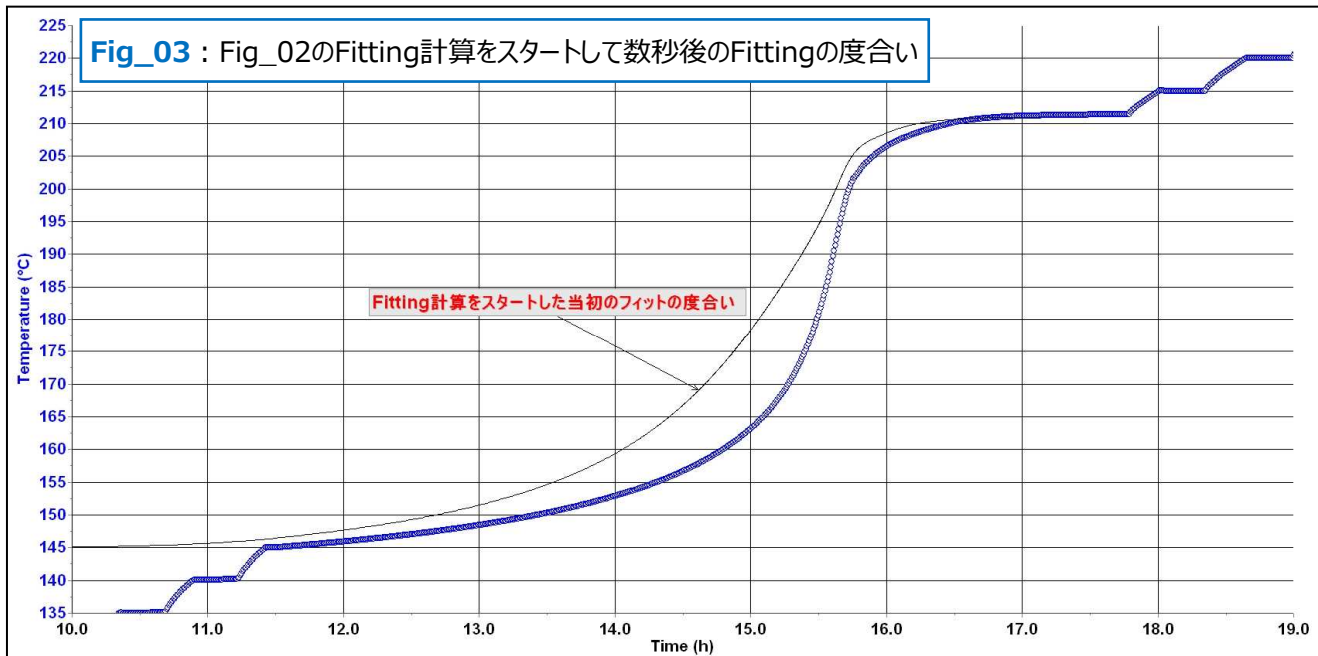
通常、TMRad24hの温度を予測するには熱慣性係数 $\phi = 1$ に補正する必要がありますが、 ϕ 値がなくてもTMRを予測することができます。

Fig_02: 30℃からスタートしたHWSモードのARC温度データ（赤色曲線）です。



ARCデータを解析するには熱慣性係数と試料重量が必須というのが一般常識ですが、DSC-ARCソフトウェアはこれらの**情報なし**でARCデータ曲線から解析します。

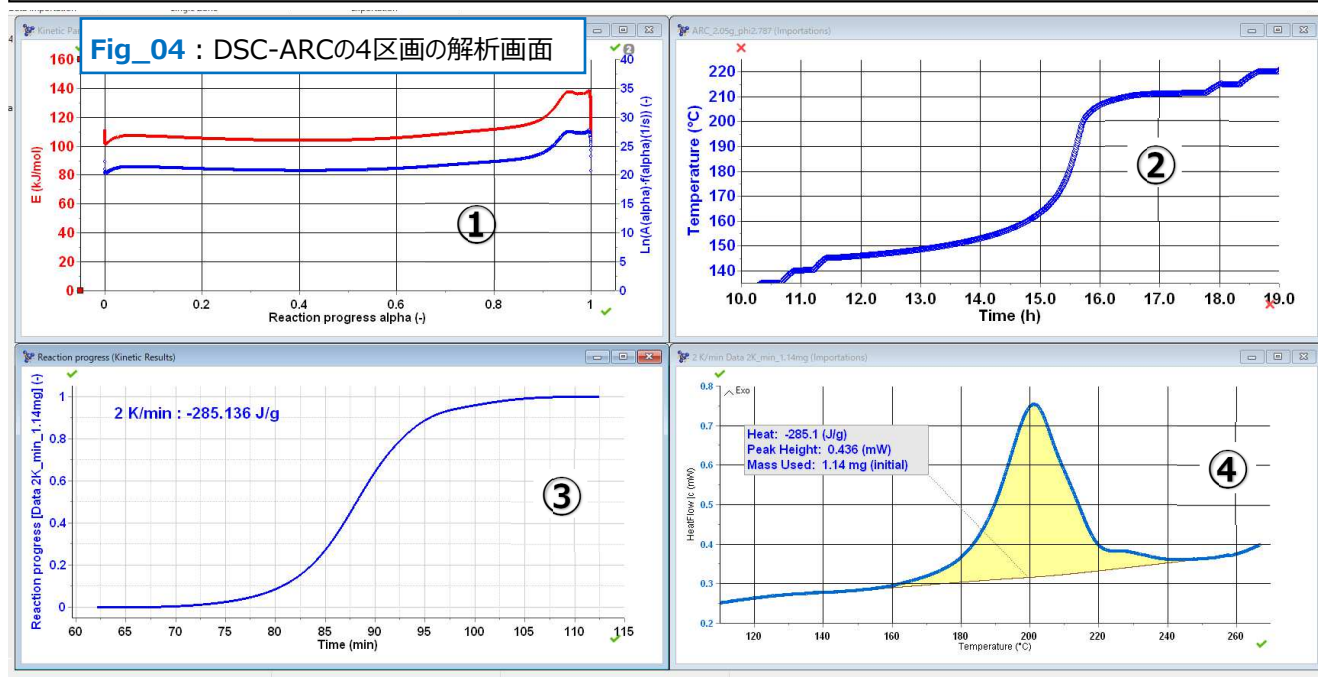
Title: Title: HWS-ARC+DSC(2K/min)データの“DSC/ARC”ソフトウェアによる解析



Fig_01のDSCデータは2K/minで140℃の発熱開始点から240℃の発熱終了点まで $(240-140)/2 = 50\text{min}$ 程度の分解反応です。ARCデータも発熱開始点145℃から発熱終了点212℃まで6.5時間の分解反応をとらえています。

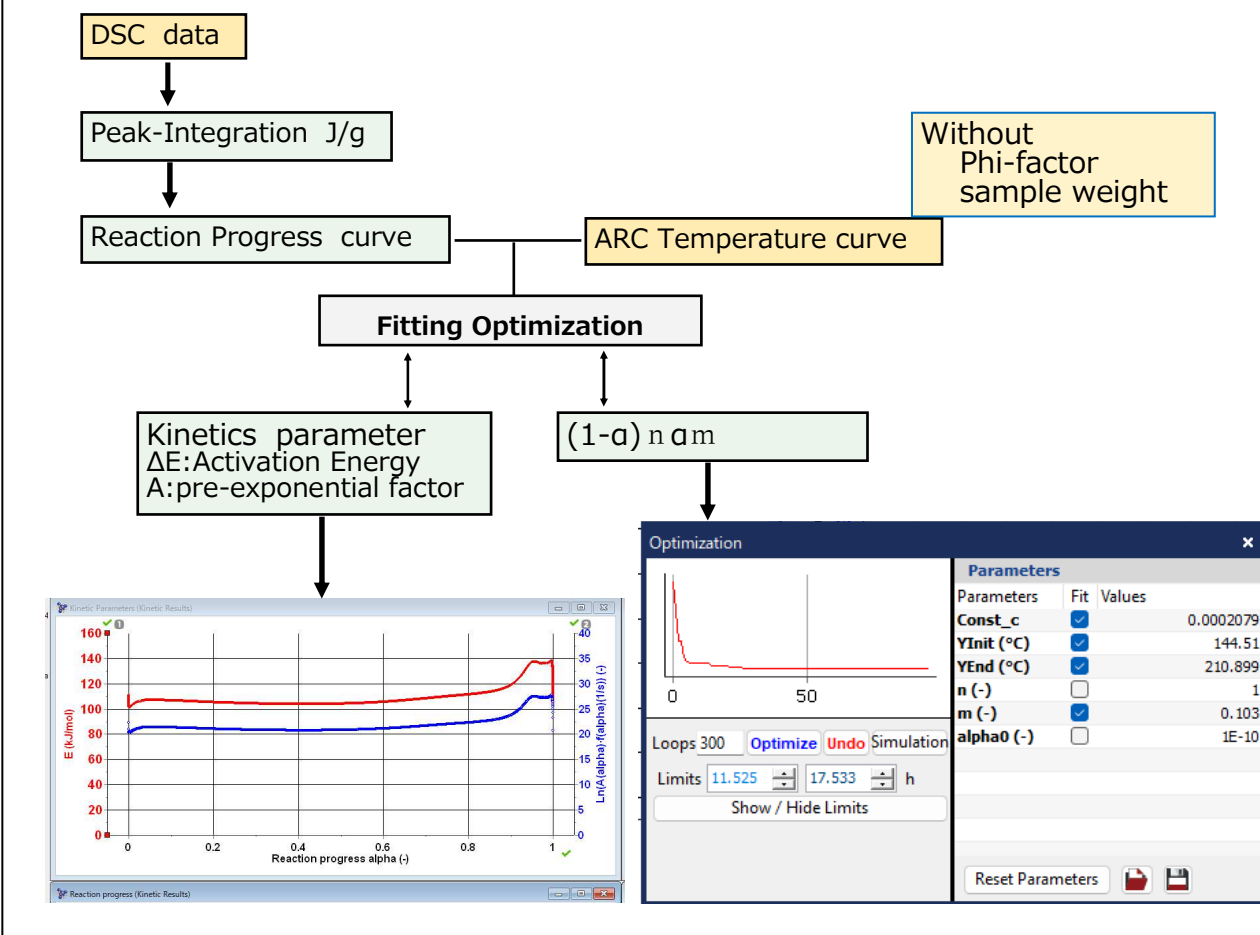
Fig_03に示すようにFittingした50min間の温度曲線は2K/minの一定速度ではなく、ARC温度曲線のように指数関数的に昇温速度が変化する温度曲線が計算されます。

Fig_04 : Fitting計算が終了後の4区画の操作画面です。①は反応速度論パラメータ ΔE (活性化エネルギー)とA (前指数因子) DSC積分曲線とARC温度曲線をフィットさせて2つの曲線からTKソフトウェアのように反応速度論パラメータを算出しています。①の ΔE とAが解析できれば、TMRやSADTの予測が可能です。DSC/ARC解析機能には ΔE とAの算出とは別の計算機能があります。この機能は反応次数を1次式あるいは0次式と仮定するのではなく、加速度的な反応次数を求める機能ですが、次ページで説明します。②はARCデータ温度曲線ですが、Fig_02に示すようにDSC積分曲線がARC温度曲線と良くフィットしています。③はDSCピーク積分曲線 ④はDSC昇温データとなっています。



Title: HWS-ARC+DSC(2K/min)データの“DSC/ARC”ソフトウェアによる解析例

ここまでの解析フローチャートを以下に示します。



ARCの製造メーカーが提供するTMRの解析手法は、**反応次数を1次反応と仮定してTMRを算出します。** *1

DSC-ARCは2種類の測定データを使うことにより、反応式を $(1-\alpha)^n \alpha^m$ とし、最初は $n=1$ と仮定し、 m の次数を求めます。今回の解析事例では m の次数は0.103となりました。M=0.103を定義して n 値を探索しても n 値は1でした。

解析内容を見るとARCデータとDSCデータからの反応速度論パラメータ(ΔEとA)を求めるプロセスでは、ARCデータの試料重量と熱慣性係数 ϕ 値を必要としていません。

しかしΔEとAが算出されれば、ARCデータの熱慣性係数 $\phi=1$ のTMRを解析することが可能です。総発熱量についてはARCデータから断熱上昇幅と測定試料の比熱容量がなくても、DSCデータから総発熱量を得ることができます。

ここまでの解析操作はDSC-ARCソフトウェアで行います。

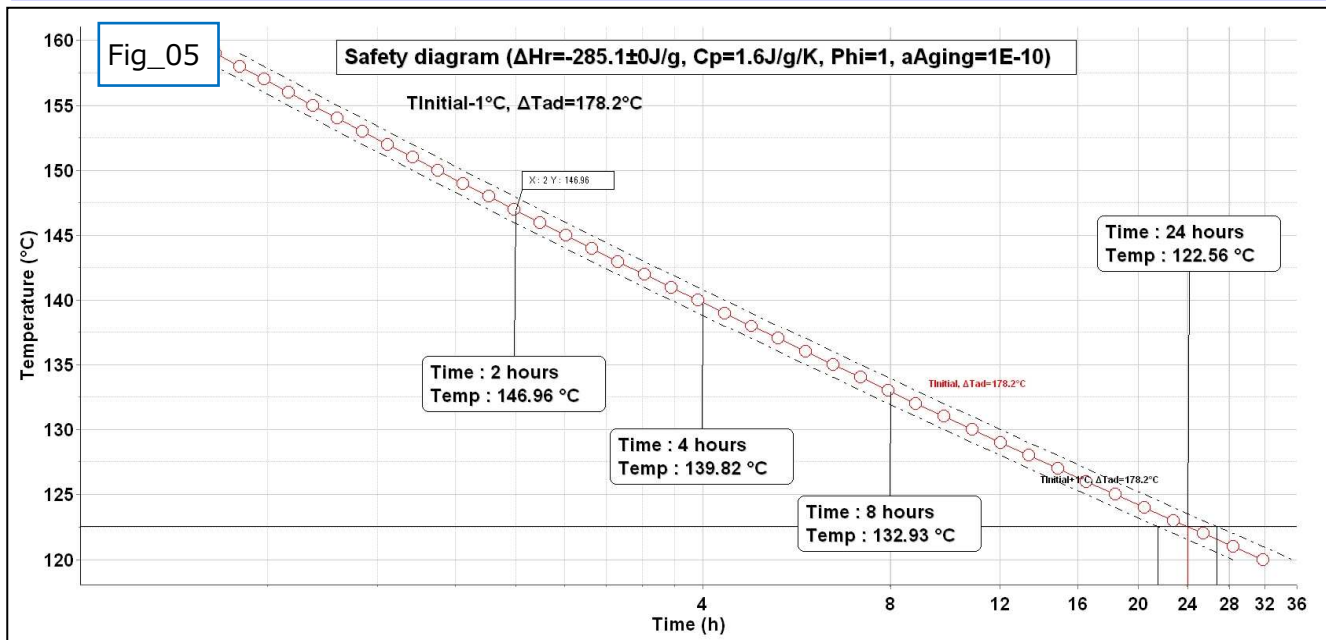
得られたKineticsパラメータは自動的に熱収支計算による熱危険性評価を解析するTSソフトウェアに転送されます。解析例はTMRad24hの解析例とARC温度曲線データを紹介します。



測定試料重量を1mgで測定するDSCデータと、ARCのように1000mgオーダで測定する測定データでは低い昇温速度や等温条件での測定データは検出感度の差は歴然として存在しています。

DSC-ARCはARCデータをうまく利用して予測精度の向上に役立てるためのツールです。

Title: HWS-ARC+DSC(2K/min)データの“DSC/ARC”ソフトウェアによる解析例



TMRad24hを予測する場合、Thermal_Safety(TS)のはSafety_Diagram機能を使います。

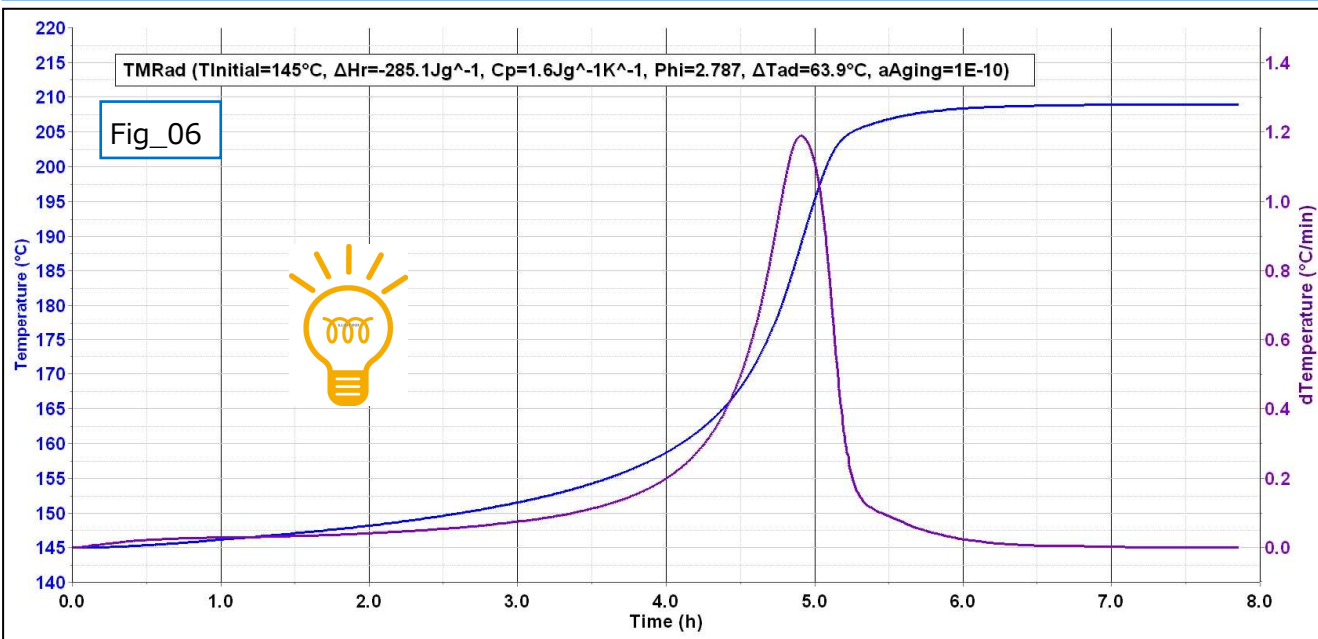
Fig_05 は測定試料の比熱を $1.6 \text{ J/g} \cdot \text{K}$ と仮定し、TMRad24hをSafety Diagram機能で解析します。総発熱量はDSCデータで得られたピーク積分値になっています。

Fig_10 はDSC-ARCの解析を理解するためには最もインパクトのある解析データです。

青色曲線は Kineticsパラメータから予測したARC温度曲線ですが、生測定データとほぼ同じものです。紫色曲線はARC温度曲線を微分したものでARC曲線の昇温速度を示しています。信号の波形だけを見るとFig_01のDSC曲線と非常に似ていることに気が付きます。

ARC曲線を昇温速度で表示するとDSCの一定昇温速度の熱流信号と似ていることがわかります。

なぜARCデータとDSCデータをFittingするのか？という理由がここに存在しています。



ARCデータとDSCデータの両データをお持ちの方で、DSC/ARCによる解析をご希望の方は、info@palmetrics.co.jpまでご連絡ください。