

DSC データから ARC データ変換のシミュレーションの操作手順 (Version 4.43 の操作事例)

HWS モード (非断熱モード) を加えた ARC データシミュレーション (Mixed 機能について)

2017_10_05 および 2021_06_22 追加編集

2022_11_18 Version5.50 の操作マニュアルを追加編集

株式会社パルメトリクス

操作説明の目的 : 3 個以上の昇温 DSC データから kinetics_parameter を求めて、Thermal_Safety で ARC シミュレーションする解析操作は比較的容易です。

この場合、ARC シミュレーションは ARC の検出限界感度の 0.02K/min を越えて、断熱昇温するところからのシミュレーションです。この予測データは ARC システムをいきなり断熱昇温するところから測定したことになります。実際の ARC 測定は Heat_Wait_Search の昇温プロセスがあり、それまでに多少の熱分解プロセスを経て、断熱昇温モードになります。

ARC 測定では HWS モードでの温度制御中に測定サンプルの熱分解が進行しています。

一般的には 0.02K/min の断熱モードがスタートした時点で分解反応がすでに 2~3%進んでいます。

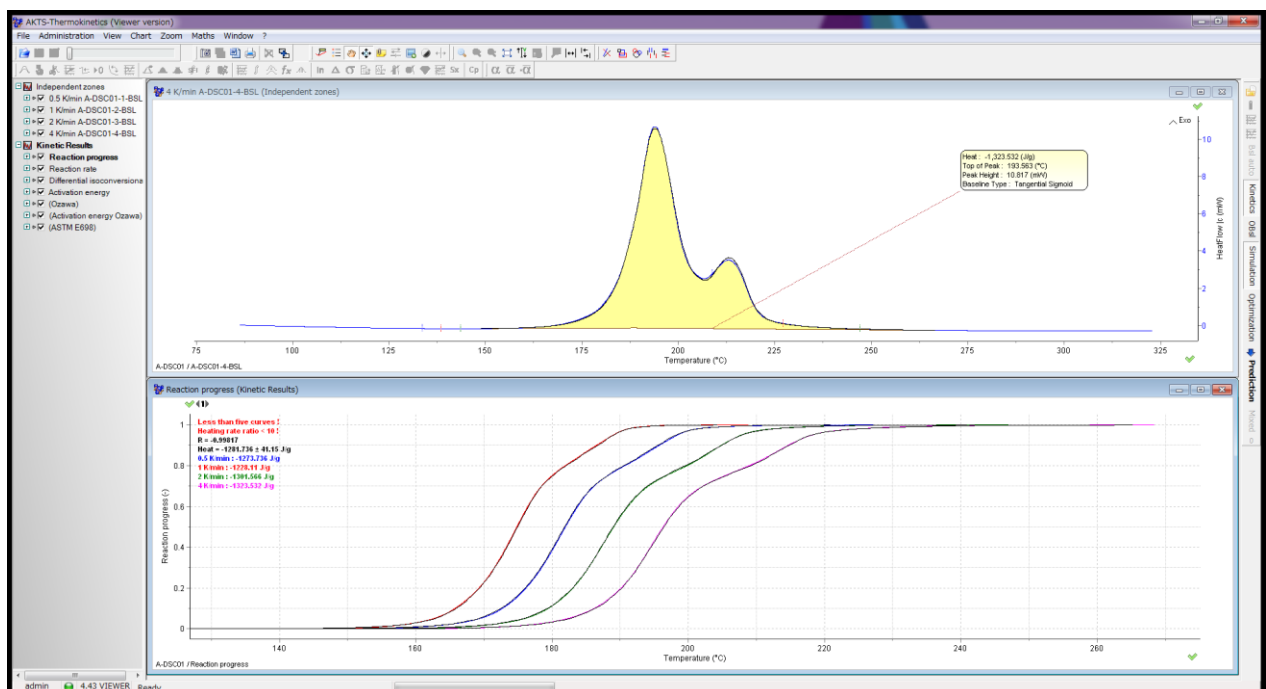
従って HWS モードを組込んでシミュレーションするか、しないかで ARC データシミュレーションが変化します。理想としては HWS モードなしで ARC がいきなり 0.02K/min を越えて断熱昇温モードになるような ARC シミュレーション (HWS モードなし) で解析すべきです。

この操作手順書は ARC で HWS モードで設定したときの実際の測定と同じ条件でシミュレーションさせる操作を説明します。このとき使用するコマンドは Mixed という機能です。

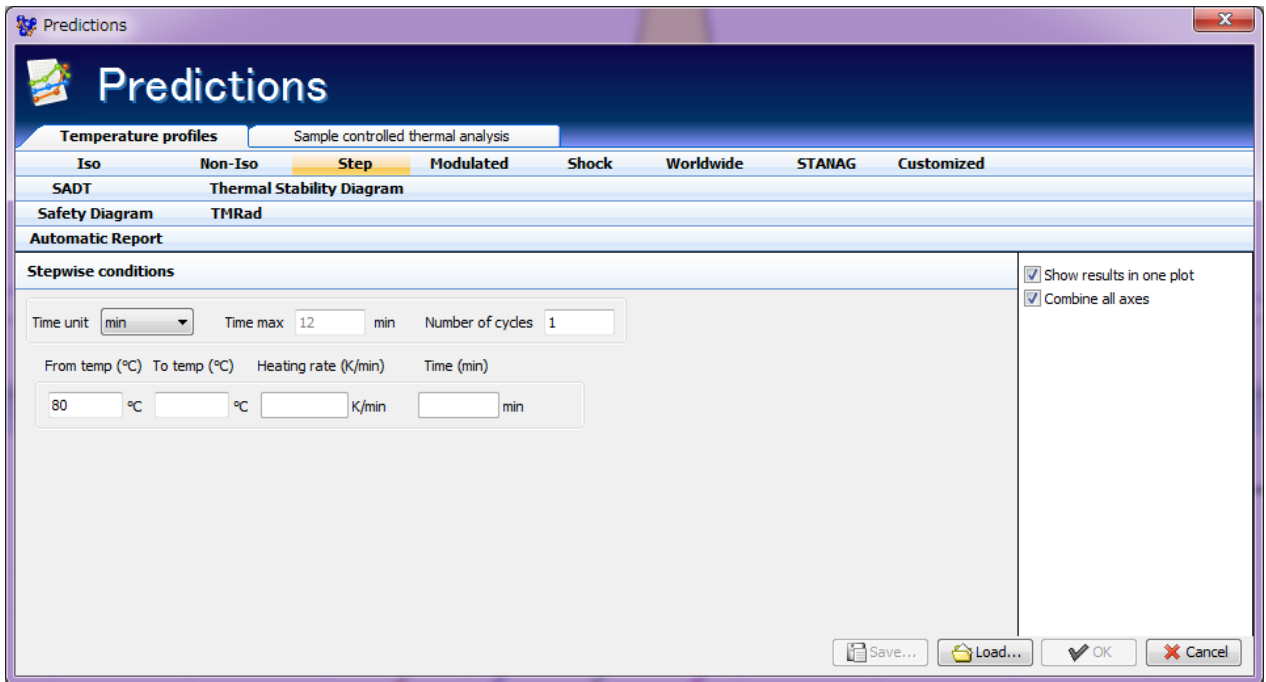
測定データは AKTS_Viewer の DSC_01 (First_my_project ファイル) の kpf 解析データを使用して説明しています。

このマニュアルの後半では TK_TS_Version 5.5(2022_11_18 時点)4 の操作例も加えています。

操作 01 : 4 個の DSC データを解析し活性化エネルギーなど反応速度論パラメータを算出する。



02 : prediction の STEP を選択します。

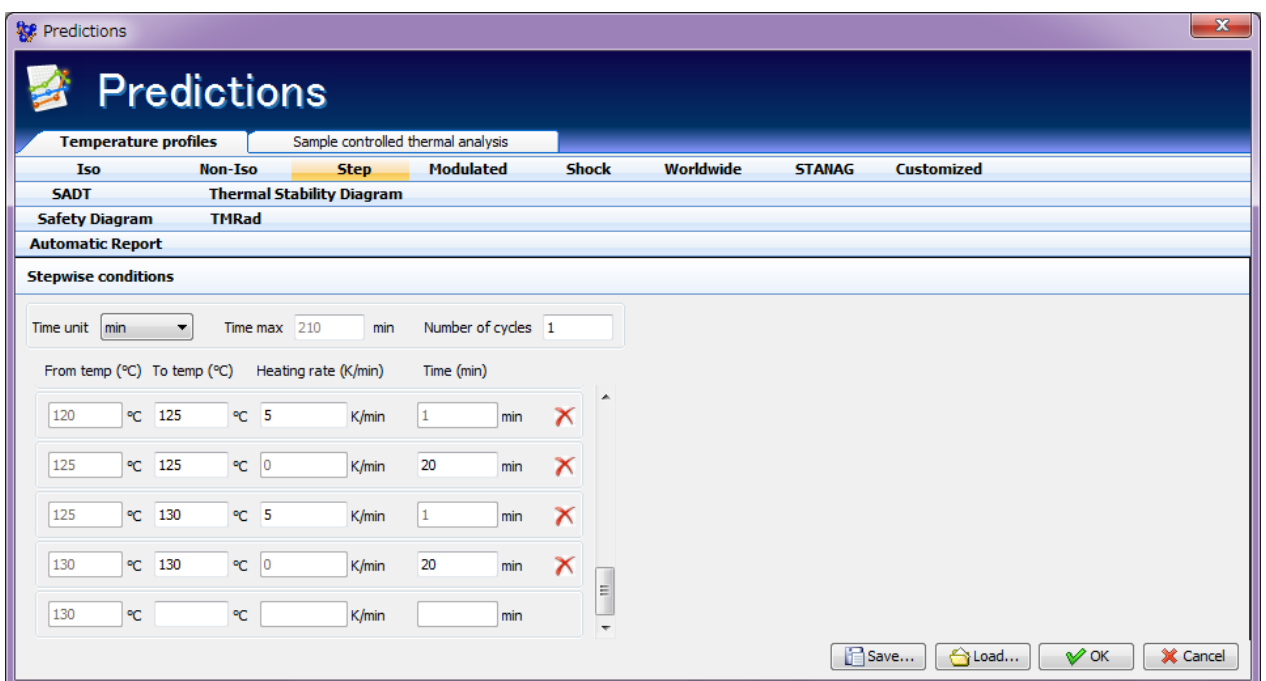


03 : ARC 測定 の HWS モード に相当する温度曲線を作成します。

105°C から 110°C 5K/min で昇温後 110°C で 20min 等温保持する。以降 115,120,125,130°C までの HWS プログラムを設定します。

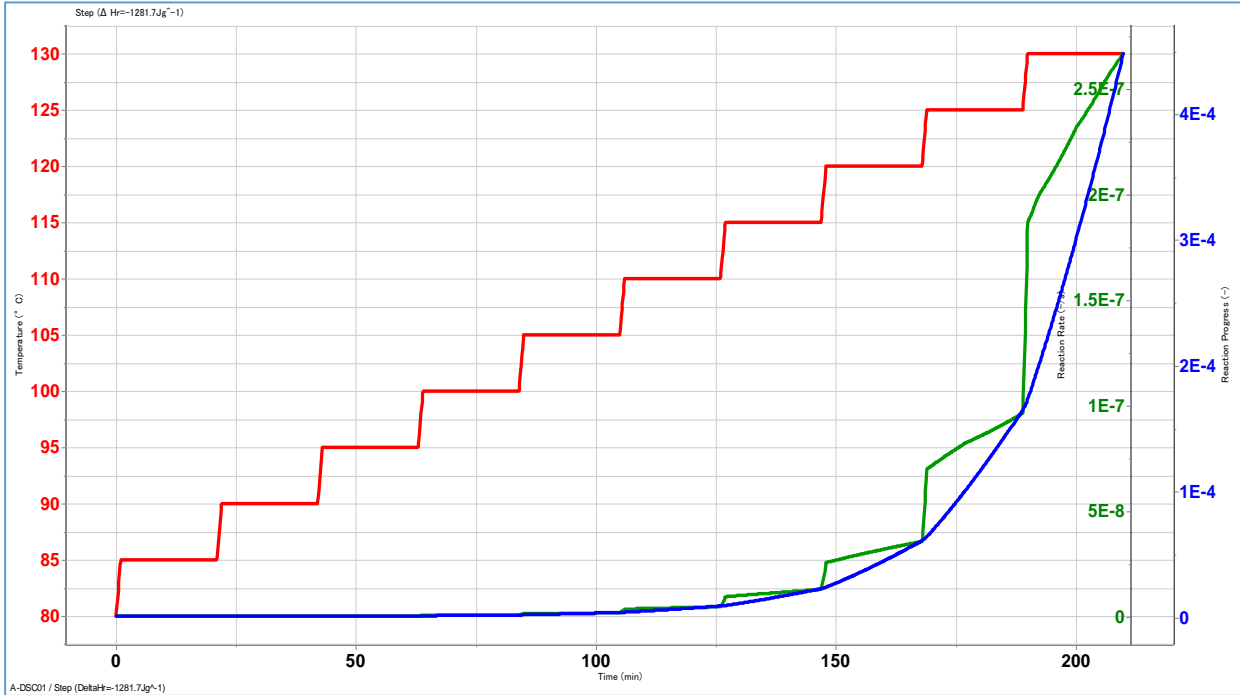
(実際には昇温速度は 0.5K/min など ARC の設定条件と同じ温度プログラムに設定すべきです。)

ここで OK をクリックします。



04：ここで得られるシミュレーションは HWS プロセスで生じる反応速度が算出されています。ただしこのシミュレーションは完全断熱モードではありません。

ARC の HWS モードでも完全断熱ではなく、擬似的な断熱モードです。 検出感度の 0.02K/min を超えて Tracking モード（追従モード）になって初めて断熱モードになるといえます。

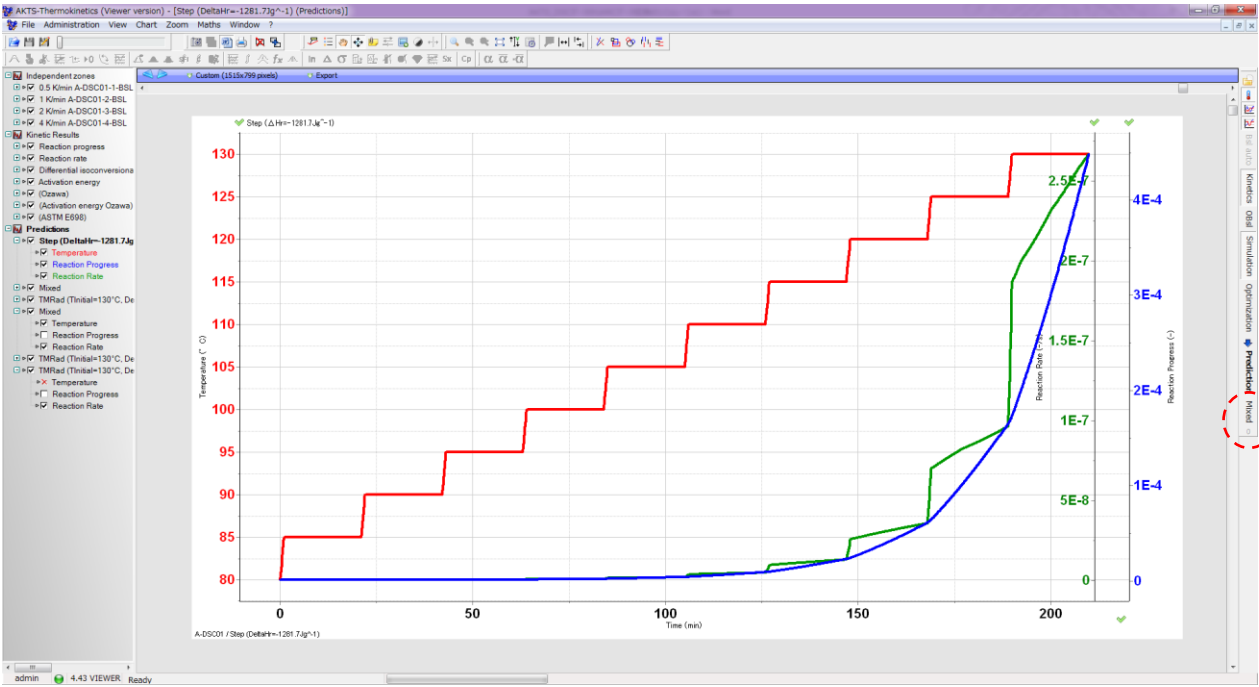


05：ここで下図右下の赤破線枠のコマンド “Mixed” をクリックします。

すると+のポインターが表示されます。

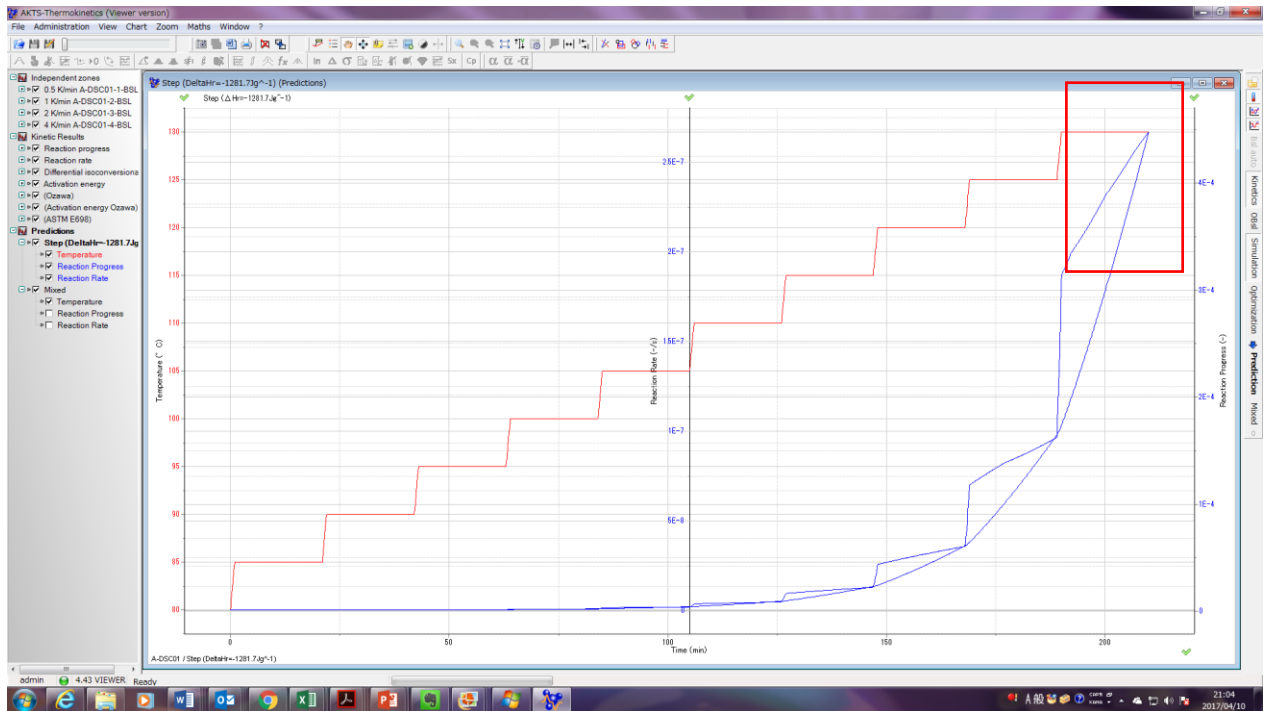
この+マークを 130°Cを示す温度で、かつ経過時間 210min 付近で定義します。

“定義とは” ここから断熱モードになったら、その後 ARC はどのような温度曲線となるかを見ることとなります。

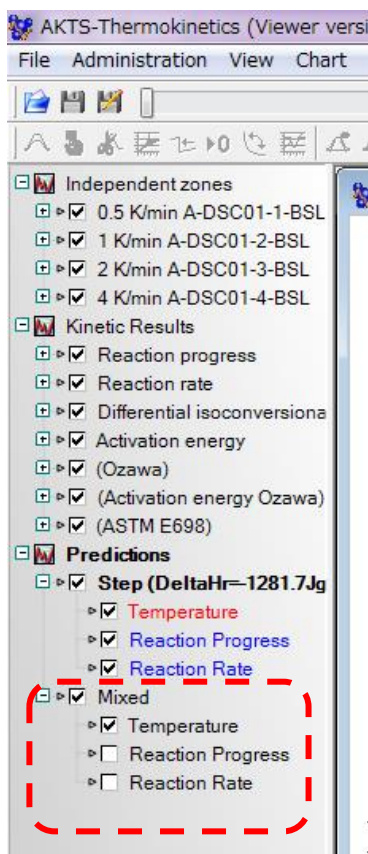


06: ただしなぜ 130°Cと決めたかといえ、別途 06 の Prediction の TMRad のところで、 ϕ ファクターと C_p を定義して、どこから Tracking モードになるかを予測した結果が 130°Cであったからです。

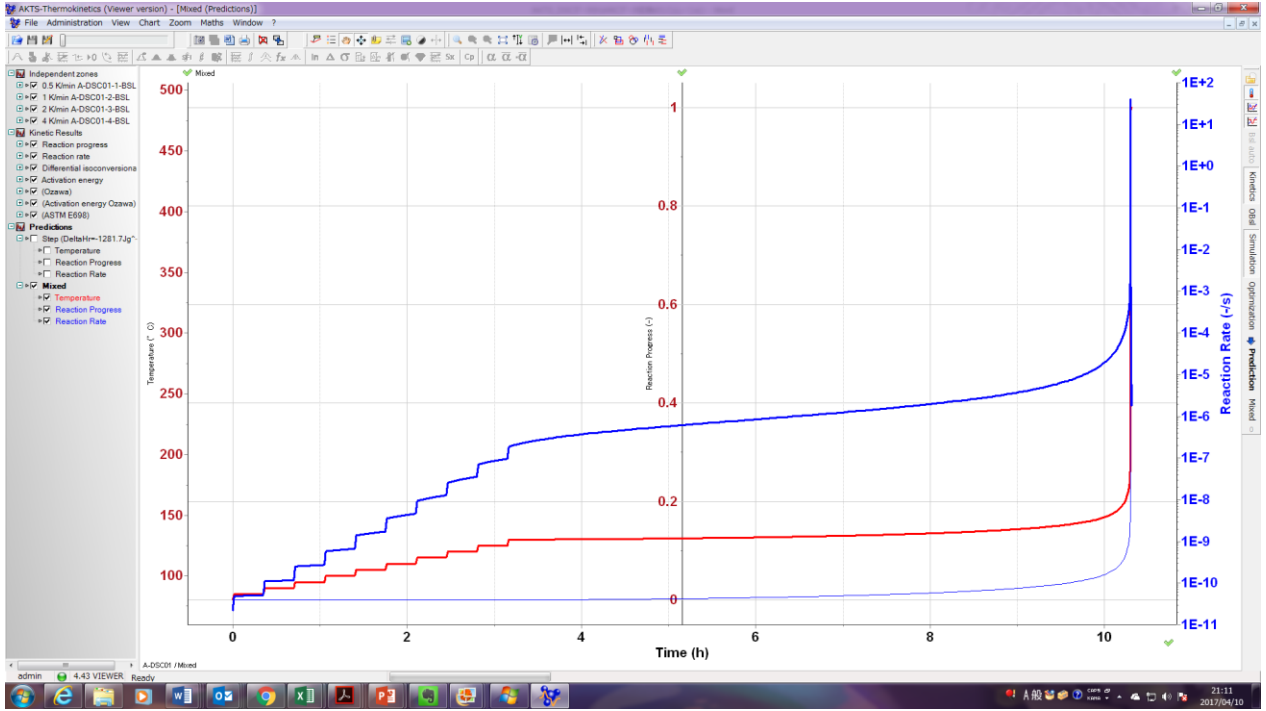
言い換えるとそこで断熱モードに切り替わる温度が 130°Cであることが指示されるので Mixed する温度を設定 (操作) することができることとなります。



07: ここで Mixed で HWS の温度曲線を Mix して解析した結果を見るには Mixed を表示させます。

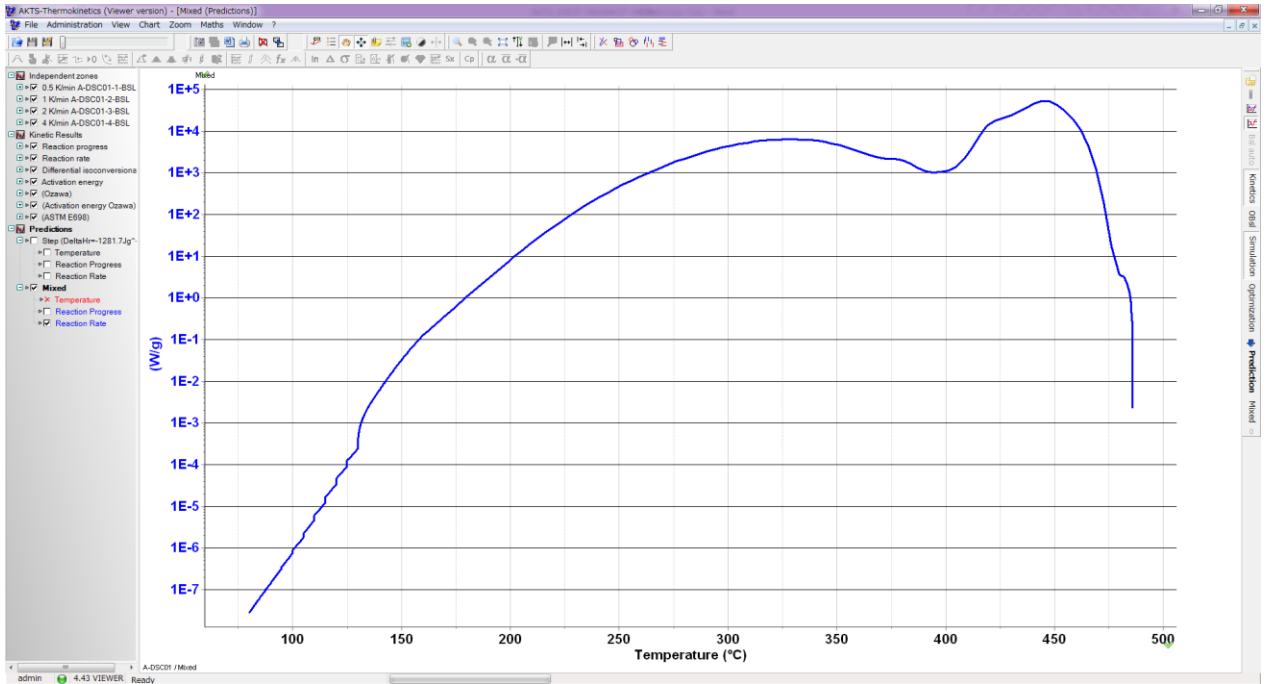


時間軸スケールで表示

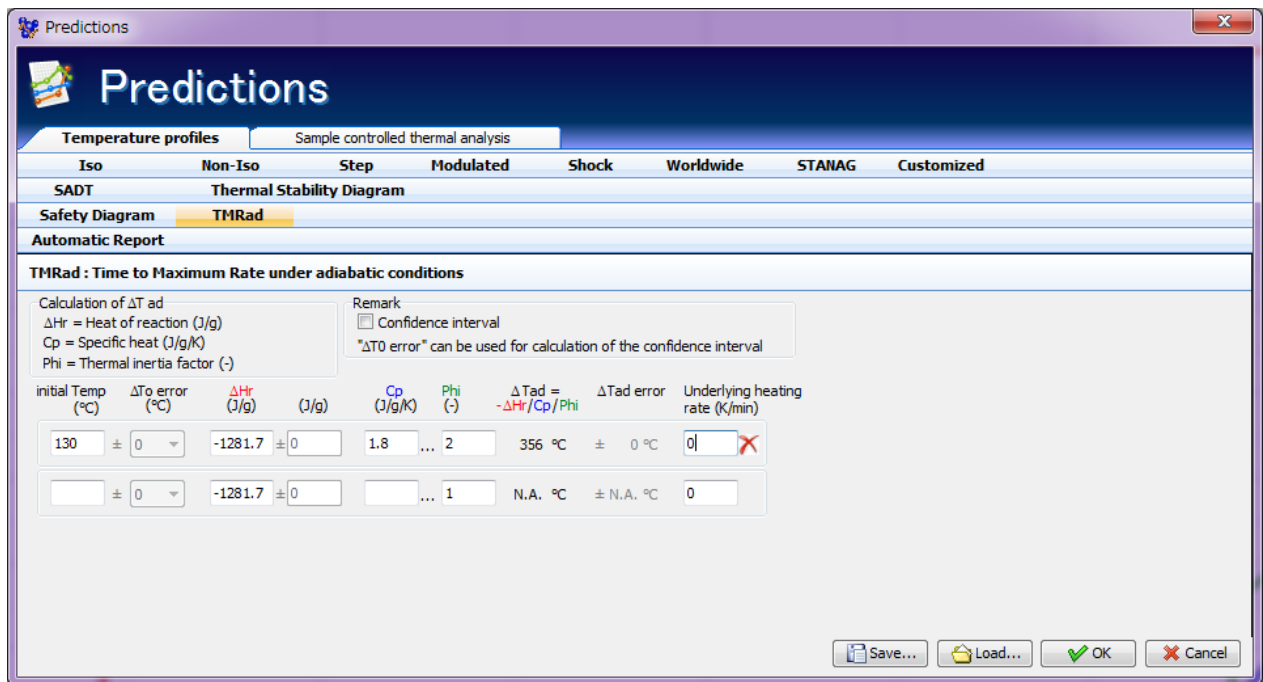


温度軸で表示した場合

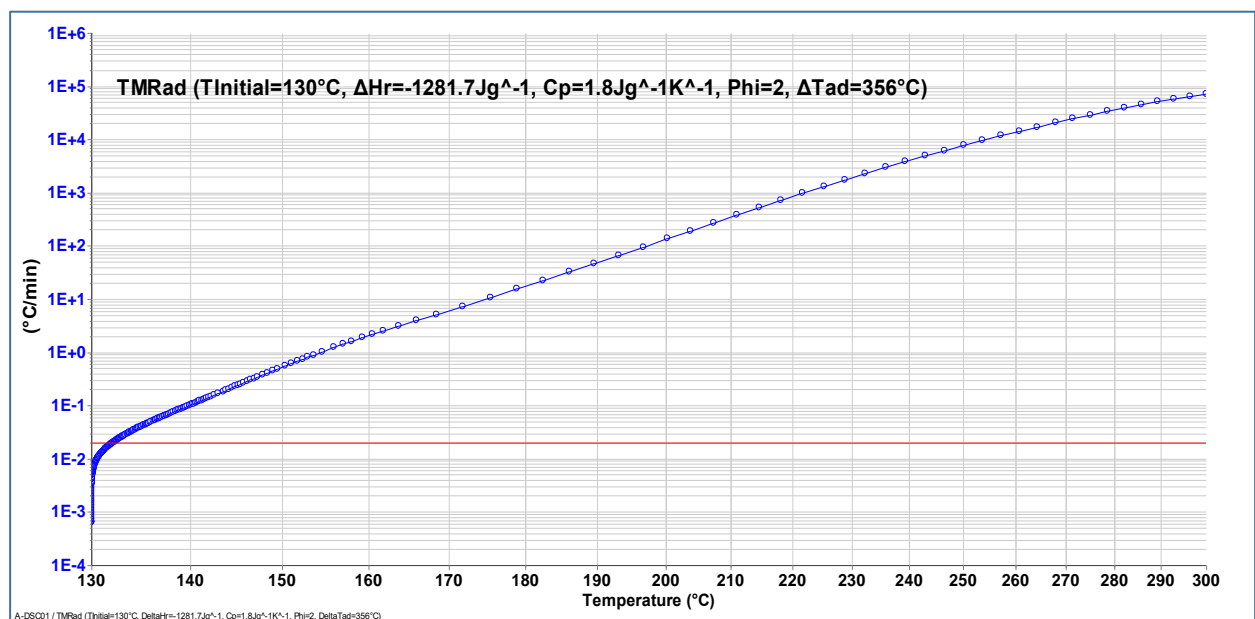
残念ながら縦軸は ARC データで使われる°C/min の単位では表示できません。



08 : ARC が断熱昇温モード (Tracking モード) になった後、どうなるかをシミュレーションする機能が TMRad です。



09 : 解析結果を示します。



したがって 130°C 付近の Tracking モードに入る直前の HSW モードの温度曲線を設定してシミュレーションすると、実際の測定条件とは少し異なることになります。

TMRad による ARC シミュレーション (HWS なしでいきなり断熱モードになる理想的な条件) は最も適正な条件で ARC を運転したときの測定データと言えます。(測定物質を疲労? 熱分解させることなく ARC 測定した結果を予測しています。)

そこで HWS の温度条件を含めて解析することの意味を見出すとすれば、以下 09 と 10 に示すことができます。

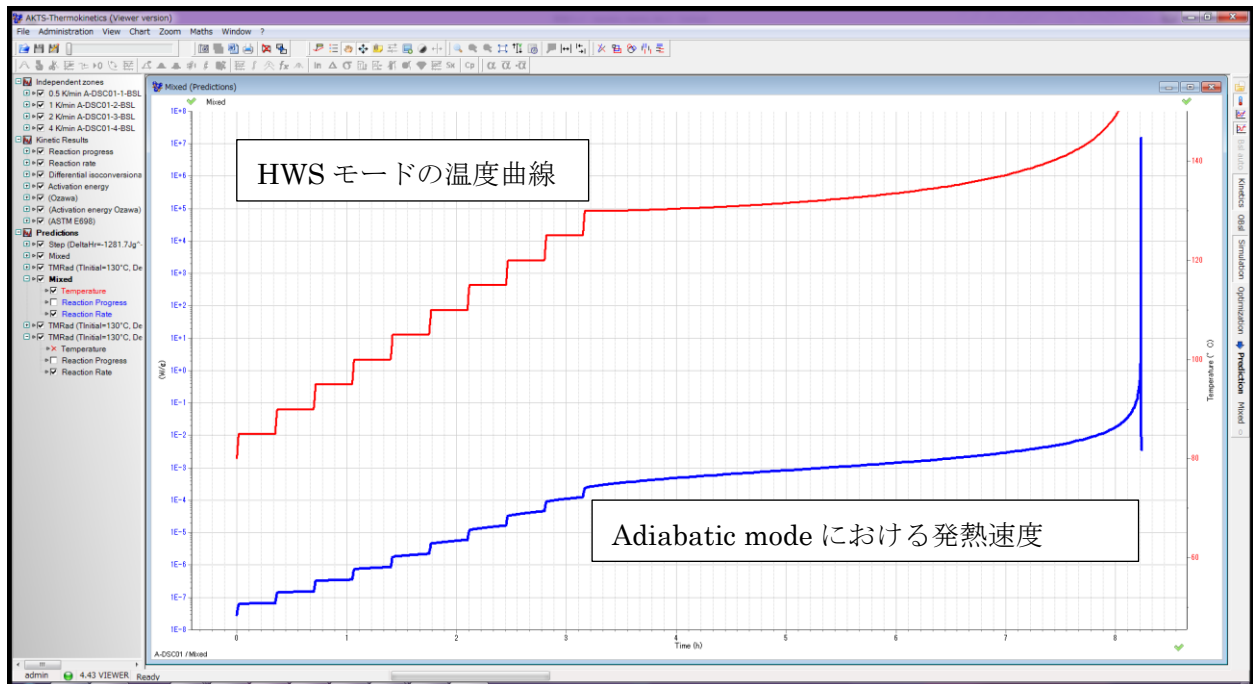
10 : Tracking モードに入る前の発熱速度を求めてみます。

発熱速度 (W/g) スケールは対数スケールにしています。

実際には ARC 測定では Tracking モード (断熱追従モード) に入る前の HWS モードから分解反応が始まり、測定サンプル (化学物質) は発熱しています。

11 で示すように拡大表示するとよくわかります。

一般的に HWS モードで化学物質は 2~3%熱分解すると言われています。



11：この測定データが示す意味は ARC 測定をするときは、どこから **Tracking** モードになるかを DSC などの測定データから予め予測しておき、むやみに長い HWS モードにしないようにすることができます。

また断熱昇温モード (**Tracking** モード) になる温度が推定できれば測定時間の短縮が可能です。

ARC 測定は非常に測定が難しい機器であり、DSC からの情報を得て、ARC シミュレーションを行うことにより ARC システムを効率的に使うことができます。

