



Choose certainty.
Add value.

Process Safety

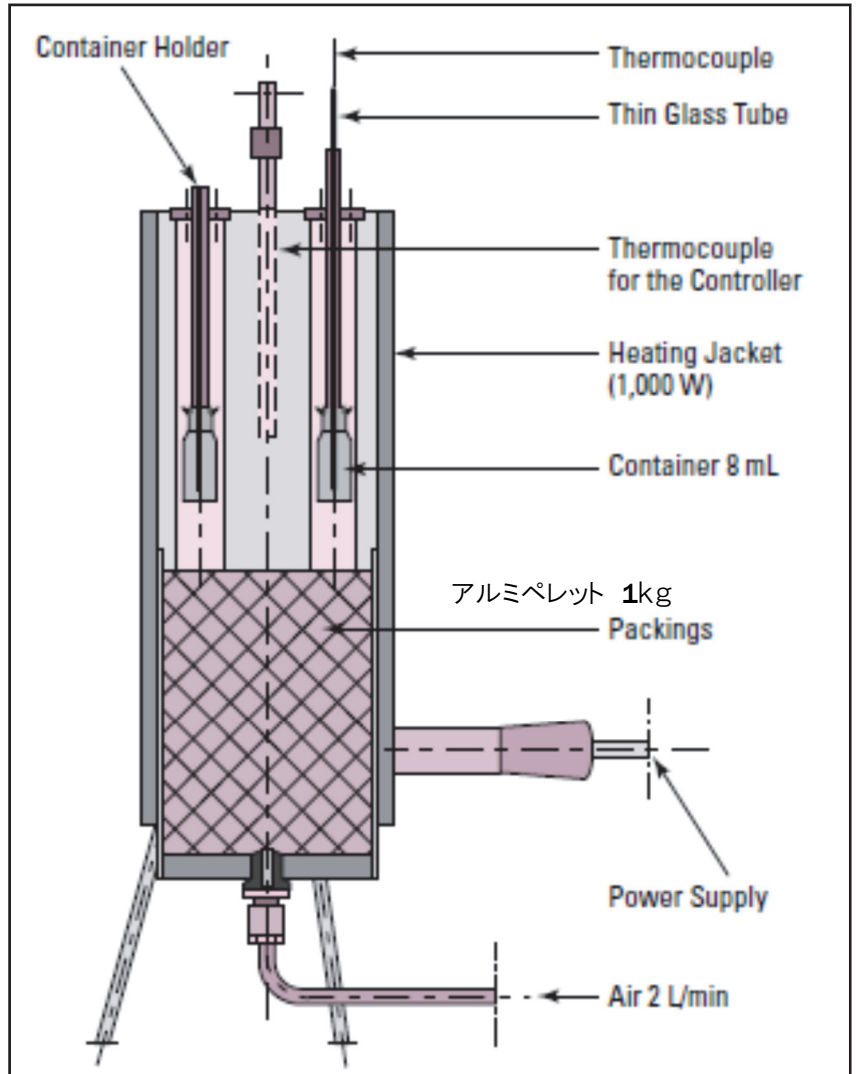
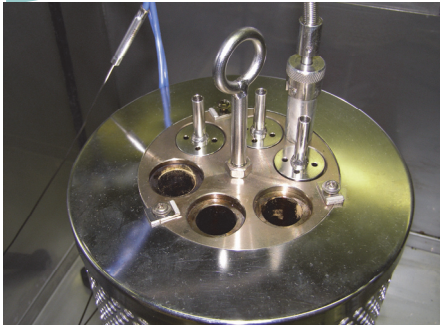
Greuer Oven

Palmetrics

Autoignition Temperature 自然発火温度の評価に

用語“自然発火”とは可燃物質の空気中における熱の発生による発火を意味します。環境雰囲気温度あるいは貯蔵温度において物質の自己発熱現象により発火を開始する場合、これを自然発火温度と言います。自己発熱現象はすでに明らかなように空気中での貯蔵温度における酸化現象が原因であるとされています。このような酸化現象はある時間内にある量の熱 (J/g) を放出します。もし発熱が完全に周囲環境に熱放散されなければ、熱が蓄積されて物質は温度上昇し、自然発火を引き起こします。

自然発火温度は**Greuer Oven 試験**により決定することができます。



“Prevent Explosion of Combustible Dusts” CHEMICAL ENGINEERING PROCESS/JUNE 1999 より

Greuer Ovenは6個の測定サンプルを同時測定します。 SUS製メッシュ円筒容器 (8mL) に測定サンプルを充填し、そのうち 1 個は基準サンプルのグラファイト粉末とします。 シース熱電対 (1/16インチ)を測定容器中心部に挿入して、測定サンプル温度を測定します。 流量2L/minの空気は炉体下部にセットされた約1kgのアルミペレット(Packings)層を通過させることにより予備加熱されます。

昇温速度は通常1K/min、最高温度350℃ *1

自然発火温度は定速昇温モードまたは等温モードで決定します。

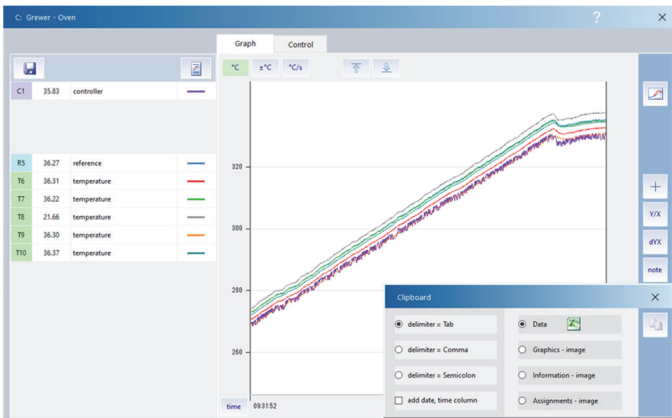
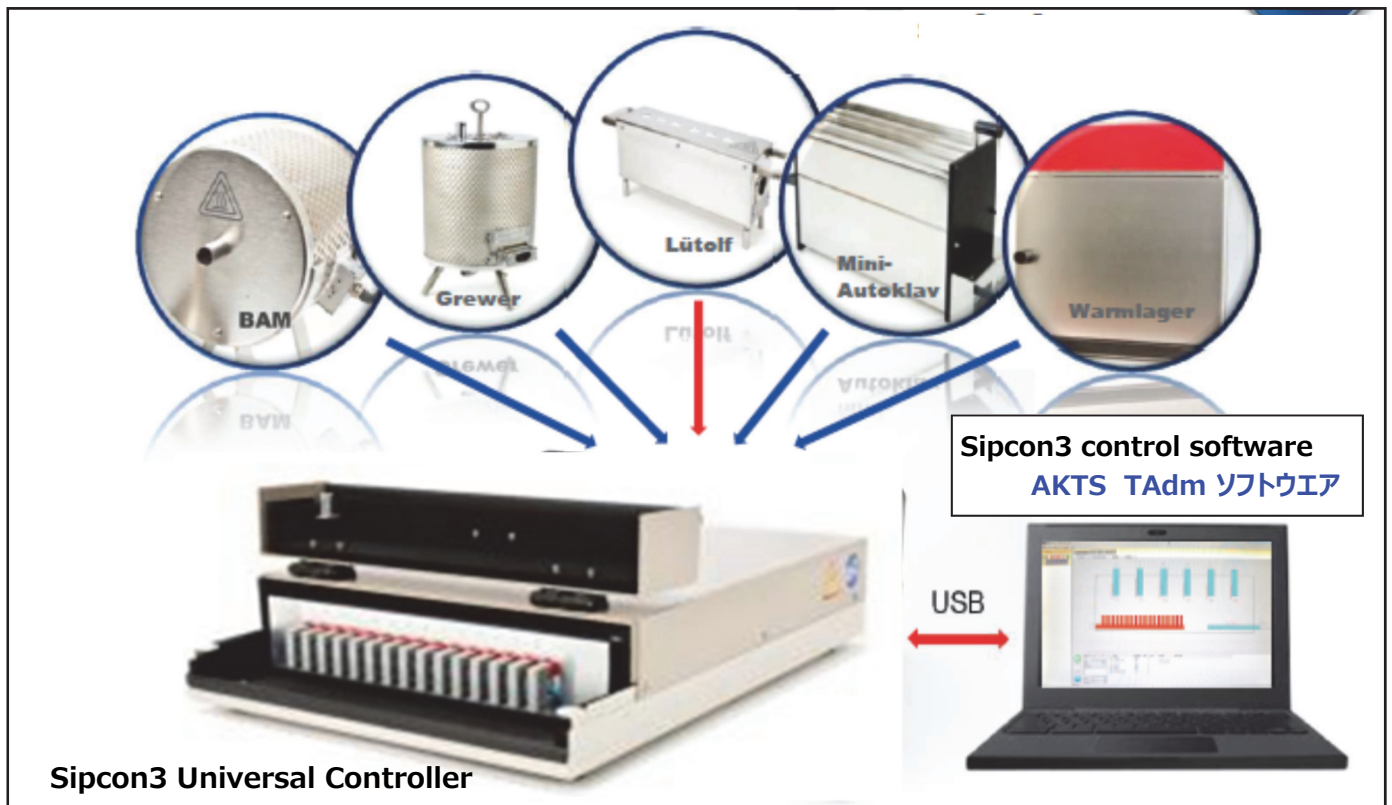
*1: 測定サンプルが自然発火して600～700℃に到達しますが、炉体やチャンバー部は損傷を受けることはありません。



Choose certainty.
Add value.

Process Safety

Grewer Oven の温度コントローラは**2022年**に**Sipcon2**から**Sipcon3**にモデル変更されました。
今まで製造販売していた**Kuhner社**から販売元が**TÜV SÜD (スイス)**、製造は**Cesana AG**に移管
されました。

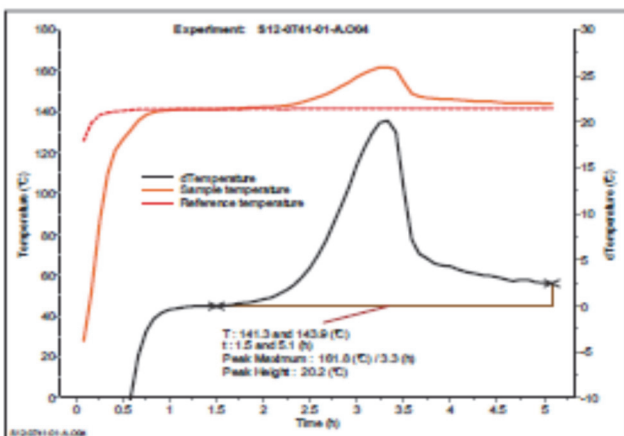


Sipcon3 Grewer Ovenに接続したときの表示

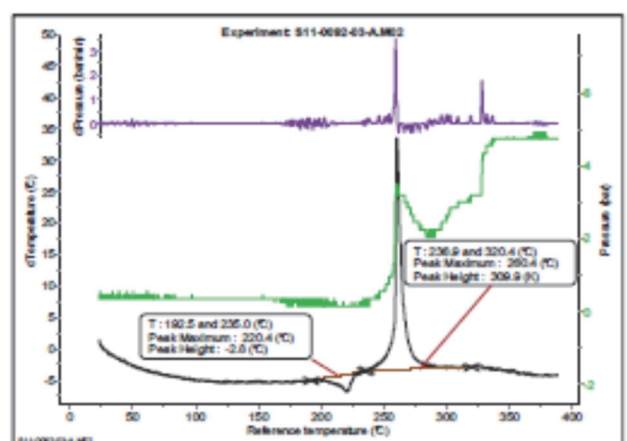
Sipcon3の基本仕様

Sipcon3 温度コントローラはGrewer Ovenやその他の測定モジュールを切り替えて制御可能です。

- * データ収集信号の種類とチャンネル数
熱電対信号(FeCuNi, NiCrNi) 16ch 圧力信号2ch
信号分解能 温度 24ビット 圧力 12ビット
- * 最大データ収集点数 7, 200点
- * サンプルング時間 熱電対 1s
- * インターフェイス USB
- * Multiple Sipcon on a single PC YES
- * Multiple PC on a single Sipcon YES



Warmlager測定例: 等温保持(141.3~143.8°C)における発火プロセス
オレンジ色曲線—赤色曲線—黒色曲線(示差曲線)によれば、**1.5h**後に
発熱開始し、**3h**後に**101.6°C**となり、**5h**後には発熱反応がほぼ終了する。



Mini_Autoklav測定例: 190.5~236.0°C吸熱反応、236.5°C~320.4°C
発熱反応は**250.4°C**で発熱ピークとなり、温度上昇幅**35°C**を越え、オート
クレーブ内圧力もピークに達する。

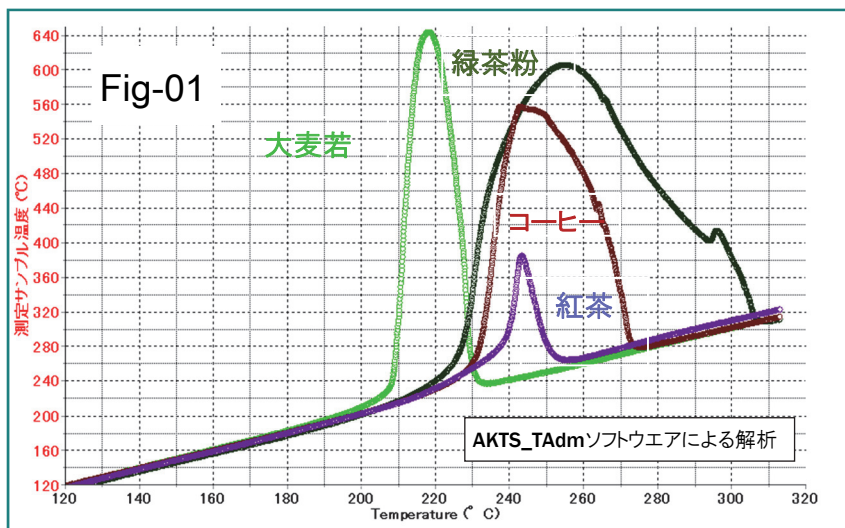


Fig-01は身近にある植物性繊維を含む緑茶粉末、ティーバック紅茶、焙煎コーヒーおよび大麦若葉(青汁粉末)の発火点温度を比較した測定データです。

Grewer Oven用のSUSメッシュ容器(8mL)に80%ぐらいの粉末を充填します。基準サンプルとしてグラファイト粉末を使用しました。雰囲気は空気フロー(2L/min)、昇温速度1.2K/minで320℃まで測定しました。

微粉末の大麦若葉が約200℃から発火し、次に緑茶粉末、焙煎コーヒー、ティーバック紅茶となっています。大麦若葉は発火後に640℃まで達します。ティーバック紅茶は発火しますが、燃え尽きることはなく測定終了後は炭化した紅茶が残存しています。他のサンプルはほぼ灰化し、わずかにカーボンが残っています。

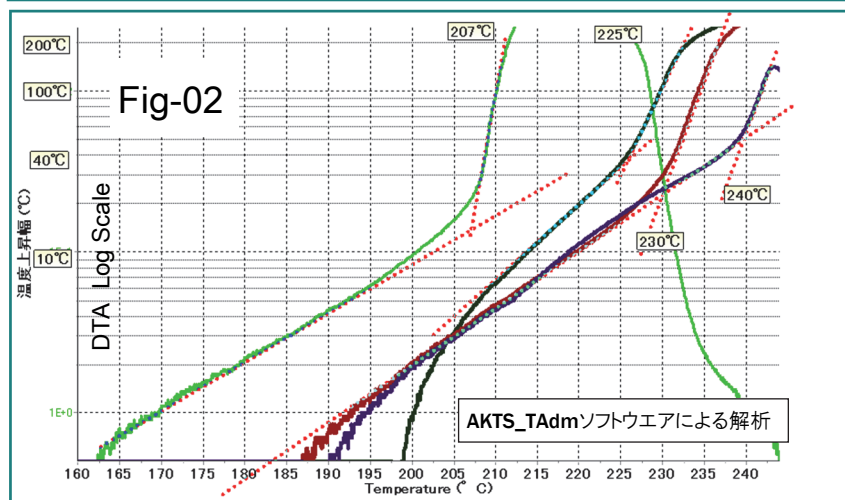
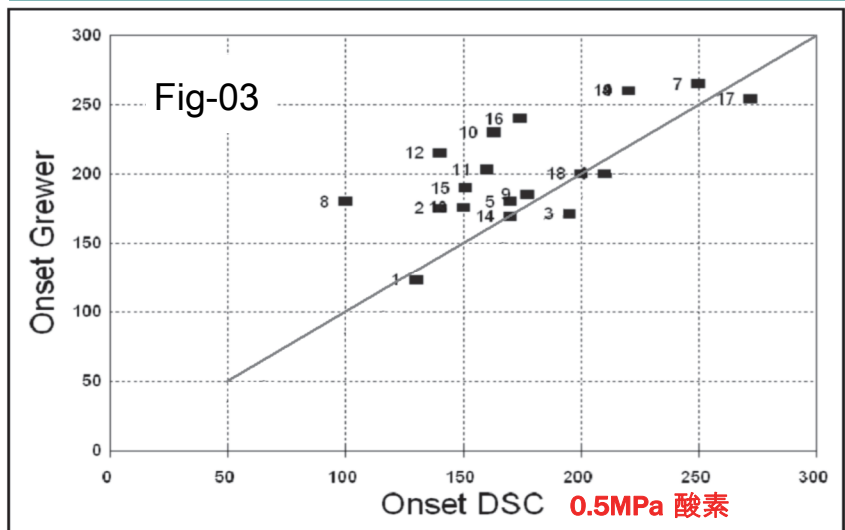


Fig-02はFig-01の測定データと同一です。縦軸を基準サンプル温度と測定サンプルの温度差(ΔT)のいわゆるDTA信号とし、対数プロットで表示したものです。このように対数プロットの温度曲線の傾きが増大する変曲点で発火点温度を定義すると

- 大麦若葉粉末 : 207℃
- 緑茶粉末 : 225℃
- 焙煎コーヒー : 230℃
- ティーバック紅茶 : 240℃ となります。



通常はDSC測定データ(空気雰囲気)によるオンセット温度とGrewer OVEN試験によるオンセット温度を比較すると、Grewer OVEN試験の方が低い温度となります。

Fig-03は測定サンプルをDSC容器に充填し、0.5MPaの酸素雰囲気中で容器を密封して測定した自然発火温度のオンセット温度とGrewer OVEN試験のオンセット温度を比較したものです。

測定サンプルが数mgのDSC測定の場合であっても高圧酸素雰囲気にすることにより、酸化プロセスに対して十分な感度を持つようになります。

Grewer OVEN試験は通常2.0L/minの空気フロー条件で酸化プロセスを測定します。

Tests for Self-Heating or Self Ignition “How to perform safely explosivity, combustibility and thermal Stability tests of nanoparticles and highly active substances” スイス安全研究所 発表文献より

自然発火点温度は融点や沸点など物質固有の特性値ではありません。同じ測定サンプルであっても自然発火点温度は測定サンプルの粒度、測定サンプル量、雰囲気、晒されている測定時間などに左右されます。

Grewer OVENで得られた自然発火温度がすべての熱処理プロセス環境での安全温度限界値として使うことはできないとしても、さまざまな物質の自然発火温度を比較する基準として有用な情報が得られます。

Bibliography ◦ VDI-Richtlinien 2263, Blatt 1: Untersuchungsmethoden zur Ermittlung von sicherheits technischen Kenngrößen von Stäuben (1990)

◦ Kühner AG, Safety testing equipment: Screening tests - Test procedures



THERMOKINETICS Software (TK)

Evaluation of Kinetic Parameters
from Conventional Thermoanalytical Data

CONTENT
AKTS E-Learning

www.aks.com/tk/e-learning



Process Safety

Choose certainty.
Add value.



DSC Cells



20 L Siwek Sphere / Mike 3



Further Testing Equipments

お問い合わせ先

Palmetrics

熱危険性評価・寿命推定シミュレーションのAKTS社日本総代理店

株式会社パルメトリクス はんのう研究室

〒350-1328 埼玉県飯能市仲町27-20 コンドウ交栄ビル 202

電話 042-978-8655 FAX 042-978-8664

E-mail info@palmetrics.co.jp

<https://www.palmetrics.co.jp>

