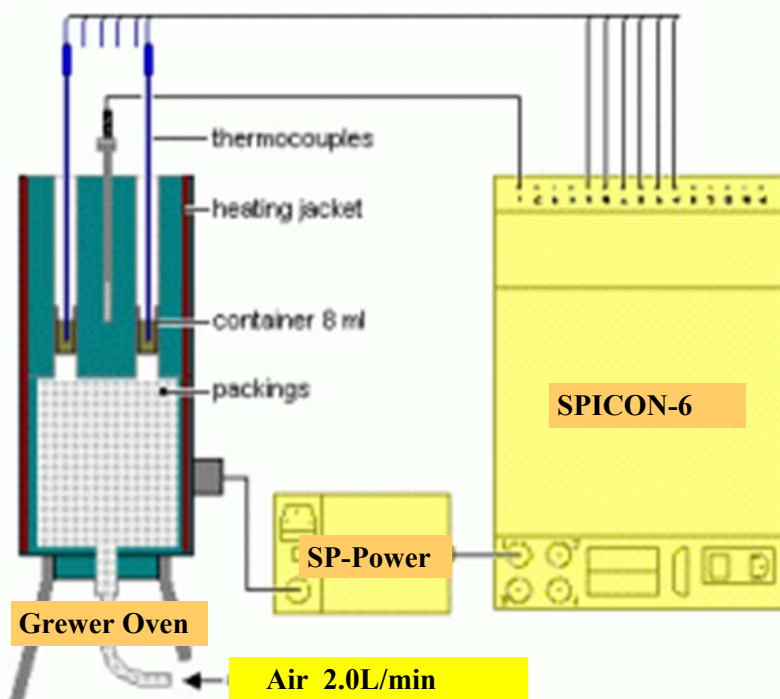


Title: Grewer炉(グレーバ炉)による発火点温度の判定



GrewerOven(グレーバ炉)の構造と概要について簡単な紹介です。

- ①Grewer Ovenと呼ばれる炉体部
- ②温度制御とデータロガーのSPICON-6
- ③炉体電源部のSP-Power部

SPICON-3 : Grewer炉の温度制御と測定データの収集

Windows10-PCに接続し、ASCIIファイルにて測定データを保存

- ④AKTS/TAdmソフトウェア 測定データの解析用ソフトウェア

中段の写真はGrewer Ovenの上部から撮影したもので、手前の3か所(穴)は測定試料セルの挿入口。他の3か所は測定セルがセットされた状態です。

炉体の大きさはSETARAM社C80熱量計とほぼ同サイズです。

最高温度 400℃

昇温速度 : 0.6K/min~3.0K/min程度

試料温度は上部から挿入する1/16inchシース熱電対で計測します。

熱電対はJタイプ

試料容器はSUSメッシュ製 容量8mL

Grewer炉下部には2kg程度のアルミニウムペレット(断面図のPackings)が充填され、ここで導入された空気2.0L/minは予備加熱され、炉体温度に近い雰囲気温度のガスフローが可能となります。

発火点温度は使用する測定システムにより差があります。

Grewer炉は実際の着火、自然発火のシミュレーションができるように設計された測定システムです。

Technical Note テクニカルノート No.Grewer-01/2 2023-06-25

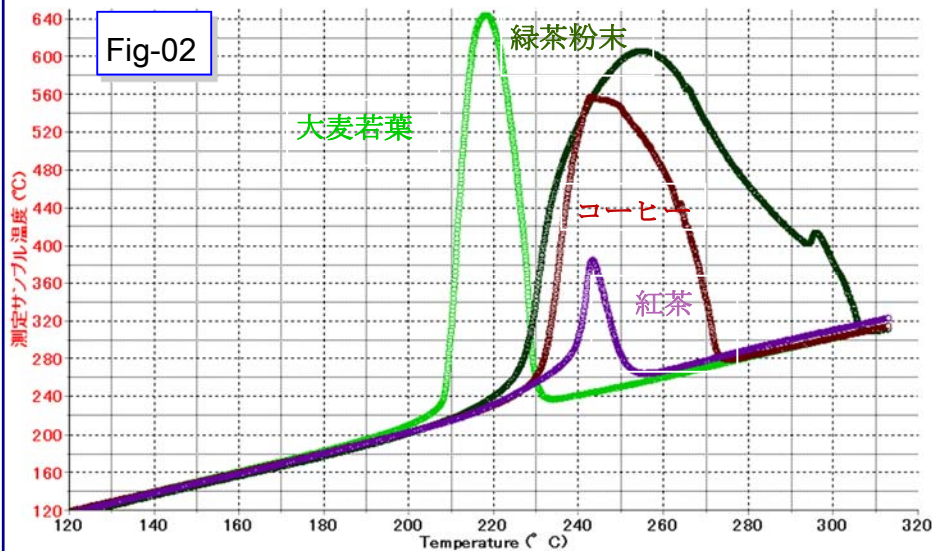
Title: Grewer炉(グレーバ炉)による発火点温度の判定

Fig-01



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てみましたGrewer Oven専用のSUSメッシュ容器に80%ぐらいの粉末を充填します。雰囲気は2.0L/minの空気フローとし、昇温速度1.2K/minで~320℃まで測定しました。

Fig-02



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。大麦若葉では発火して640℃まで達しています。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ますがカーボンがわずかながら残っています。

Grewer Ovenは石炭粉末など有機物粉体がある等温条件で、空気が供給されたとき、発火するか否かを評価するために使用されます。

発火点温度を熱分析装置や熱量計を使って評価する場合、機器には以下の必須条件があります。

- 1)測定サンプルに雰囲気ガスが流通する構造であること。
- 2)測定対象は固体・粉末であるため、もともと熱が放散しにくい。さらに測定サンプルを数グラムスケールと多して、蓄熱効果を高めて測定サンプル内部で自己加熱される“疑似的な断熱条件”となるような構造とする。

mgスケールのDSCは発熱反応があっても発生した熱量は速やかにヒートシンクに移動し、測定サンプル温度が雰囲気ガスあるいは熱流センサ経由で熱放散する構造です。また少ない測定サンプル量で測定し、測定サンプル温度が周囲の雰囲気ガスや熱流束センサーとほぼ同じ温度になるように温度制御される条件で測定します。

このためmgスケールDSCでは昇温測定により発熱開始温度は検出できるが、実際の発火・非発火温度を判定することは困難です。

発火点温度より低い温度でも発熱反応が起きています。

発火が起き始める温度を“発火点温度”と定義するとすれば温度記録曲線のonset温度を発火点温度として定義して良いのでしょうか？

Technical Note テクニカルノート No.Grewer-01/3 2023-06-25

Title: Grewer炉(グレーバ炉)による発火点温度の判定

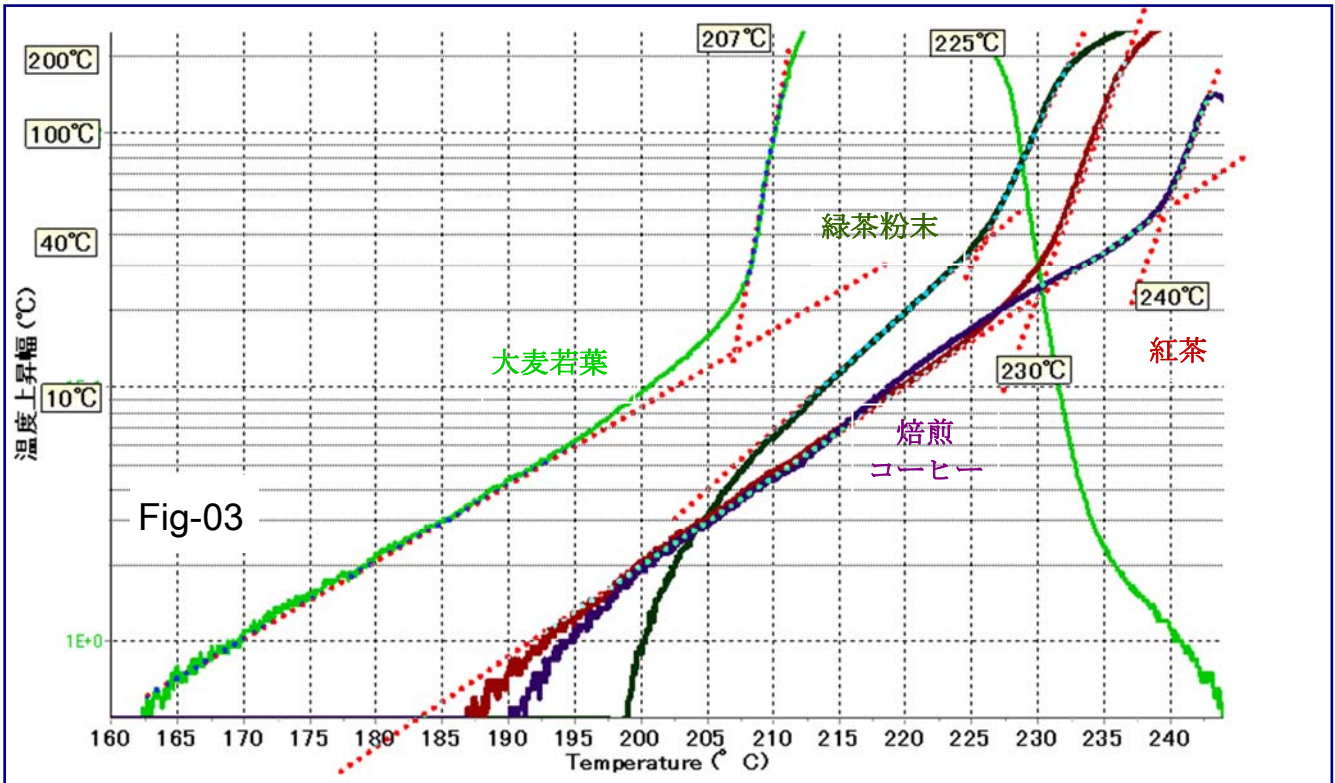


Fig-04

Fig-04はSUSメッシュの試料容器です。メッシュ構造とすることにより粉末サンプルへの雰囲気ガスの通気性を向上させた構造になっています。

試料容器の中央にガラス細管でカバーされたシース熱電対を挿入し、試料温度を記録します。

Grewer炉は6個の測定サンプルが可能で同時測定することができます。

Fig-03はFig-01の測定データと同じものです。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曲線とし、対数プロットで表示したものです。大麦若葉粉末では基準サンプル温度170°C($\Delta T = 1^\circ\text{C}$)から200°C($\Delta T = 10^\circ\text{C}$)まで ΔT が指数関数的に増大します。一方、207°C($\Delta T = 20^\circ\text{C}$)から212°C($\Delta T = 200^\circ\text{C}$)の間では ΔT がさらに大きな傾きの指数関数で増大します。このように指数関数グラフの傾きがさらに増大する変曲点の有無により発火現象が定義できそうです。

昇温測定に予想される発火点温度は

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

Grewer炉は測定サンプル温度を測定する装置ですが、6個の測定サンプルの1個を基準サンプルを設定することによりDTA曲線が得られます。

Technical Note テクニカルノート No.Grewer-01/4 2023-06-25

Title: Grewer炉(グレーバ炉)による発火点温度の判定

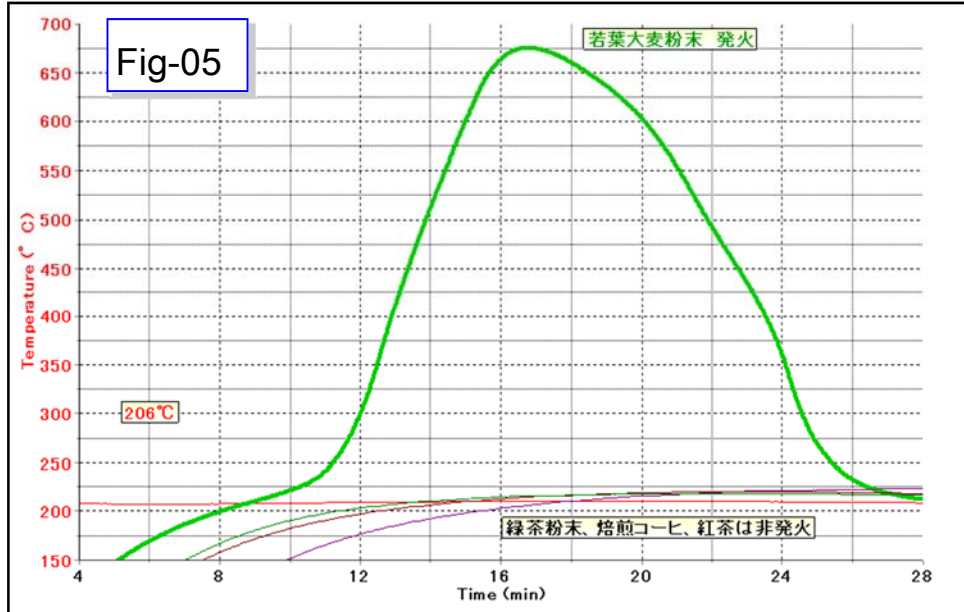


Fig-05の黄緑色曲線はGrewer炉を208°Cの等温条件、空気フロー2L/min*1にて、発火・非発火判定したものです。

大麦若葉粉末が発火し、675°Cまで温度上昇します。発火してから15分後に燃焼終了し、208°C(等温条件)に戻ります。

緑茶粉末、煎コーヒー、紅茶は非発火です。

発火・非発火の判定は等温条件で行います。大麦若葉は208°Cで発火していますが、非発火しない最高温度を求めるには、例えば208°C-10°Cの198°Cの等温条件で発火・非発火の判定をします。発火・非発火の判定は試行錯誤の実験になるので、おおよその発火点温度を知るには前ページの昇温測定が便利です。

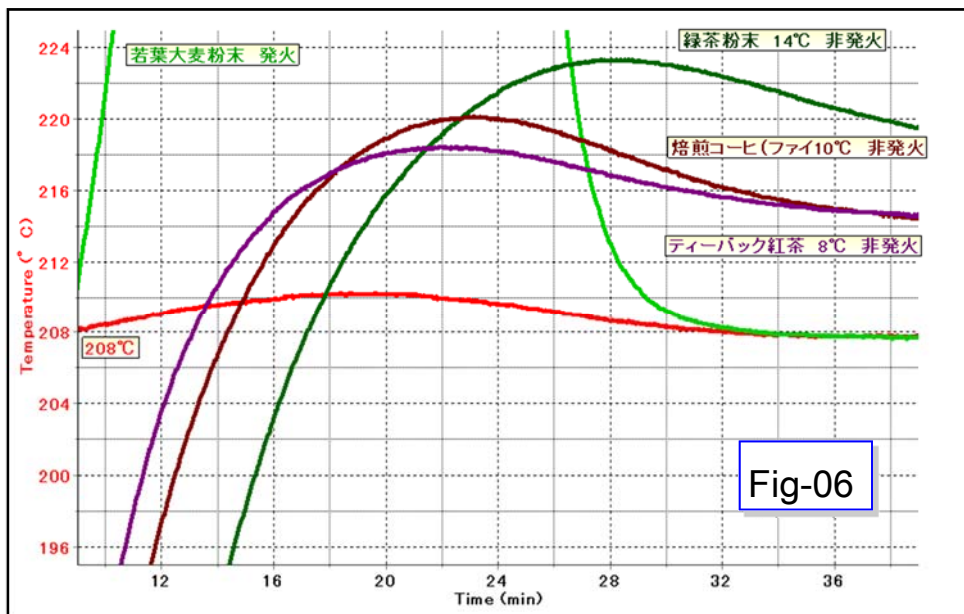


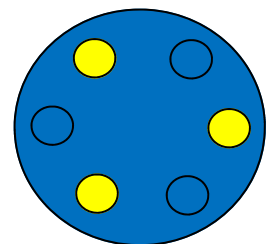
Fig-06は非発火の測定サンプル温度を拡大表示したものです。

緑茶粉末は基準サンプル温度との温度差 ΔT が14°Cとなりますが発火には至りません。 ΔT を列記すると

- 粉末緑茶 : 14°C
 - 焙煎コーヒー : 10°C
 - ティーバッグ紅茶 : 8°C
- となっています。

208°Cの等温条件に設定していますが、大麦若葉粉末が発火して675°Cまで温度上昇したことにより、Grewer炉の大きなヒートシンク構造炉体であっても遠く離れた基準側チャンバーが2°Cの温度上昇する影響を受けています。この影響を少なくするには測定サンプルと基準サンプルを交互にセットして、より遠ざけるようにします。

*1 : Grewer炉では空気フロー量として2.0L/minを推奨値としています。1個のSUSメッシュ容器当りに333mL/minの空気が流れています。



Technical Note テクニカルノート No.Grewer-01/5 2023-06-25

Title: Grewer炉(グレーバ炉)による発火点温度の判定

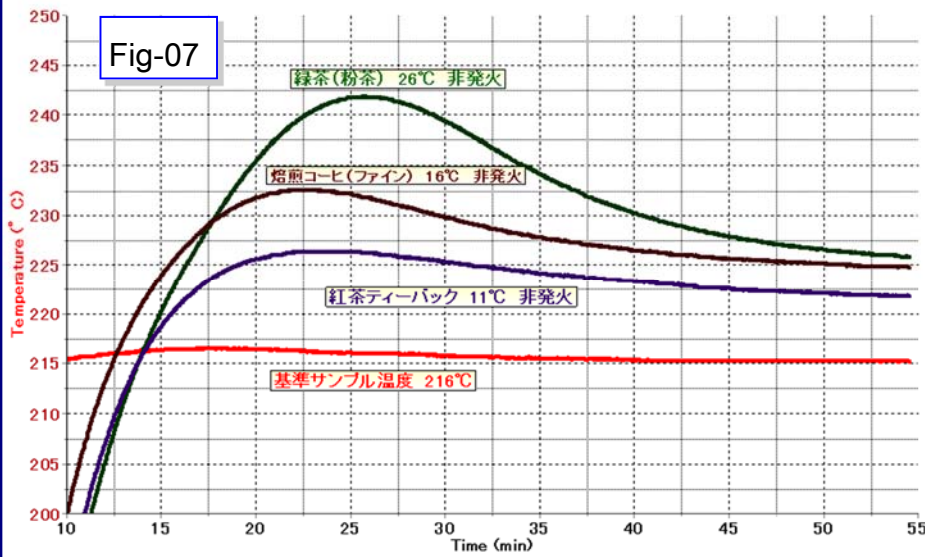


Fig-07は等温条件を216°Cに設定した場合です。いずれの測定サンプルも非発火と判定されます。それぞれの試料温度を基準サンプルとの ΔT を列記すると
 粉末緑茶：26°C
 焙煎コーヒー：16°C
 ティーバッグ紅茶：11°C
 となっています。

Fig-03の緑茶粉末の予想発火点温度(225°C)より低い等温条件(215°C)では非発火であることが確認されました。



測定サンプル温度を測定する熱電対はSUSメッシュ容器の中心部に挿入され、温度検出端は測定サンプルに完全に覆われています。測定サンプルが発火点前後で体積が収縮し、熱電対の検出端が測定サンプルから露出することがあります。この場合は正しい発火点温度が判定できなくなります。測定終了後に残存灰の形状を目視点検するか、測定途中で測定試料の状態を点検することが必要なケースがあります。

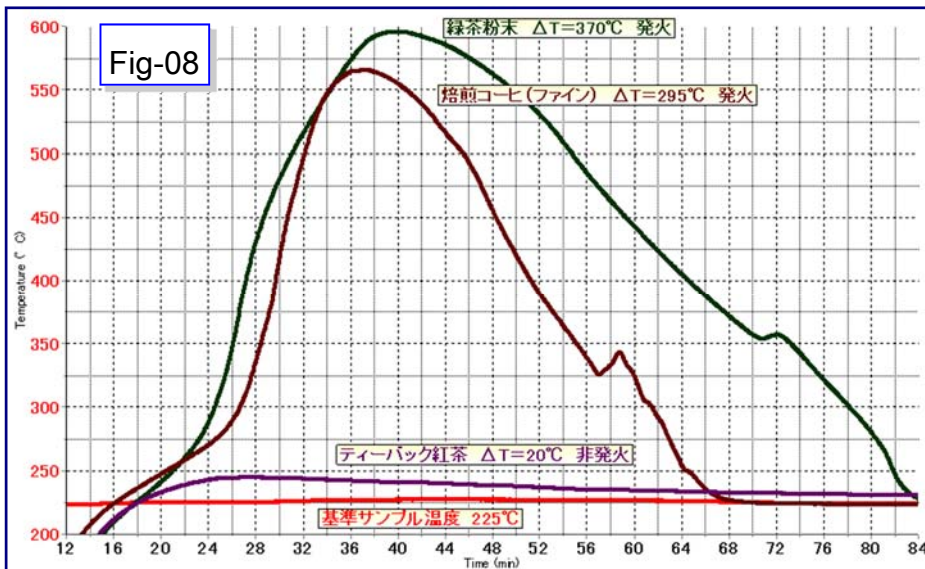


Fig-08は等温条件を225°Cに設定した場合です。

この測定により緑茶粉末の225°Cの予想発火点温度では予測通りに発火すると判定されました。

一方、焙煎コーヒーの予想発火点温度は230°Cですが225°C等温条件で発火しています。

このように等温条件と昇温条件ではある程度の許容温度幅があります。

緑茶粉末と焙煎コーヒーの温度上昇曲線を詳しく比較してみます。

緑茶粉末は若干の水分があるため、脱水反応があり、225°Cの等温条件温度を越えるまで焙煎コーヒーより時間を多く要します。しかし225°Cに達すると昇温速度は焙煎コーヒーの昇温速度より大きく、焙煎コーヒー温度を越えて260°Cぐらいから発火に至ります。一方の焙煎コーヒーは等温温度には早く到達しますが、昇温速度は緑茶粉末より小さく275°C付近に達してから発火に至ります。両サンプルは発火する判定基準は同じですが、発火のし易さという点では 緑茶 > 焙煎コーヒー となっています。

Technical Note テクニカルノート No.Grewer-01/6 2023-06-25

Title: Grewer炉(グレーバ炉)による発火点温度の判定

ティーバック紅茶の充填量をほぼ同一条件として発火点再現性を調べた

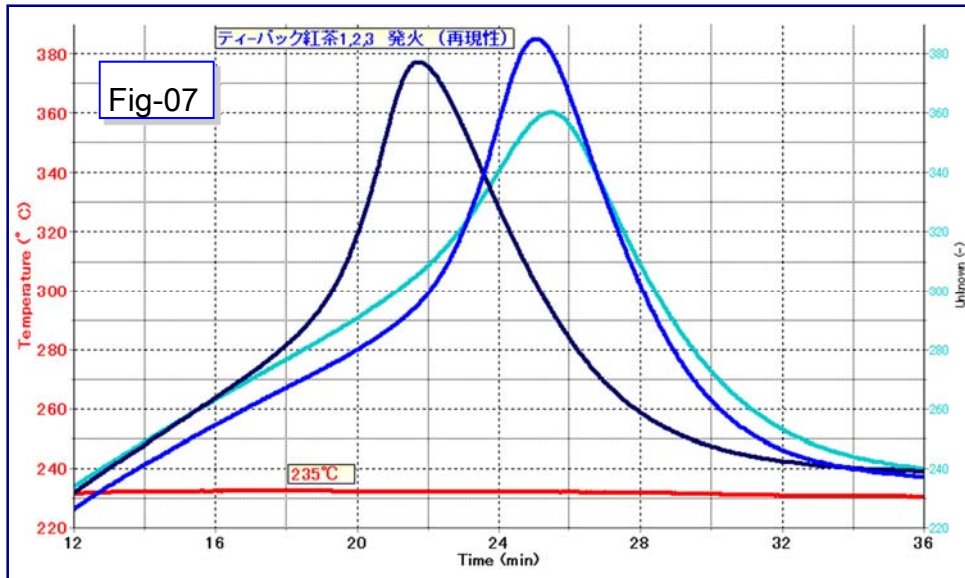


Fig-07は235℃等温条件でのティーバック紅茶の発火判定測定データです。

測定サンプル3個セットして発火プロセスの再現性が確認できます。

ティーバック紅茶は粉末ではなく、細かな葉の形状を保ったままであり、他の測定サンプルに比較して表面積が小さいと推定されます。発火しても温度上昇幅は150℃で到達温度は380℃前後です。

測定終了後の残存物は灰化しておらず、黒い炭化物のままです。

測定サンプル投入後から発火開始までの時間は18～22分となっています。

最初のページで説明したように発火点温度とは融点や沸点など物質固有の特性値ではありません。

発火点温度は測定サンプル量や粒度、測定サンプルの充填方法や空気(酸素)との通気状態などさまざまな環境条件で左右されます。とくに物質量が数100kgとかトンスケールになると、断熱状態となり蓄熱し易くなり、数mgで評価した発火温度とは異なってきます。

Grewer炉は8mLサイズのSUSメッシュ容器を使って、数gのサンプルに空気を流通させて酸化反応を促進させながら、mgスケールのDTAに比較すればはるかに試料量で蓄熱させながら、発火点温度の判定を行う測定システムです。

Grewer炉にAKTS/TAdmソフトウェアの熱分析・熱量計用解析ソフトウェアを使うことにより、Grewer炉システムは

	Grewer炉・昇温モード	Grewer炉・等温モード	JIS など? ASTM E659
大麦若葉粉末	206℃	208℃	
緑茶粉末	225℃	225℃	
焙煎コーヒー(ファイン)	230℃	225℃	
ティーバック紅茶	240℃	235℃	