

## AKTS\_TKsd\_寿命推定操作マニュアル

## AKTS\_No.11

TKsdソフトウェアは加速試験データから反応モデル式を探索しながら速度論解析します。

事例として3個の温度水準180,210,230°Cで3000時間(125日間)の破断試験結果があります。

TKソフトウェアではモデルフリーの速度論解析ですが、加速試験(間引き)データの場合は、TKsdは反応モデル式を探索することになります。

このノートではDSCデータからTKとTKsdを使って反応モデル式を探索する解析・操作マニュアルを紹介します。

解析ソフトウェアは AKTS\_TK\_TKsd Version 5.51 を使用しています。

加速試験データ(CSVファイル)を読み込む。

事例として熱硬化性樹脂の破断強度試験データ

温度3水準の180, 210, 230℃ 加速試験データ

加速試験期間: 約4カ月(125日間)



TKsdの加速試験データ(間引きデータ)反応モデル式探索機能により劣化反応式を探索する。



得られた劣化反応モデル式を使って、ある温度条件による長期間の劣化プロセスを予測する。  
ある条件で520weeks(10年間)加速試験した場合の破断強度の低下



Japan(Tokyo)の8/1~8/7(1week)や 比較的短期間の温度条件期間 ⇒ **年単位に変更**



8/1~8/7の温度データで52weeks(1年間)加速試験した場合の破断強度の低下  
520weeks(10年間)加速試験した場合の破断強度の低下

操作説明に使用する測定データは、引張試験の加速試験データです。この場合の信号は破断強度です。

	A	B	C	D
1	TIME hours	180C	210C	230C
2	0	448	448	448
3	1	448	448	448
4	24	447	443	439
5	48	446	439	437
6	100	445	430	413
7	200	443	417	401
8	500	434	403	377
9	1000	428	381	345
10	2000	408	367	278
11	3000	385	327	188
12				

寿命となる破断強度は定義されていません。

- ①初期値は448(単位はkgf)です。  
破断強度の初期値は448kgf(確定値)と定義します。
- ②加速試験で破断強度がどこまで低下するのかは不明です。  
今回は劣化の最終点での破断強度が初期値1/10(45kgf)を  
推定値とします。
- ③この測定データファイルはCSVファイルです。

上記の測定条件設定値には1個のunknownパラメータがあります。

**Tips:** もしこの測定データの各実験データ数がN=3だとすれば、測定値は平均値ではなく、各測定データの3個をそれぞれを入力する方が予測精度が向上します。

## Import ASCII File

Current File  
C:\Users\Owner\Desktop\RESIN\_A\_Data\_M3.csv

File Header  
TIME, 180C, 210C, 230C

	1	2	3	4
1	0	448	448	448
2	1	448	448	448
3	24	447	443	439
4	48	446	439	437
5	96	445	430	413
6	180	443	417	401

Melting Temperature  
Introduce melting temperature (if available)  °C

Temperature  
 Column  Units  
If no column with temp. Set temperature as  °C

Time  
Column  Units   
Filter  points

Signal  
 Column  
 Continuous data collection  
 Discontinuous data collection  
Type of signal UNKNOWN  
Units

Initial Mass  mg  
Molar Mass  g/mol

Name Unknown

File Templates  
Enter a name...

Choose... Import Cancel

RESIN\_A\_Data\_M3.csv ファイルを読み込むときは下段の赤線枠の **Discontinuous data collection** をActiveにして、各信号の数字を選択します。

Discontinuous data collection を選択することが、即ちTKsd Versionを起動することになります。(TKの中でTKsdを起動することになります。)

Continuous data collection を選択するとフリーモデルでkineticsパラメータを求めることになります。

Temperature  
 Column  Units  
If no column with temp. Set temperature as  °C

Time  
Column  Units   
Filter  points

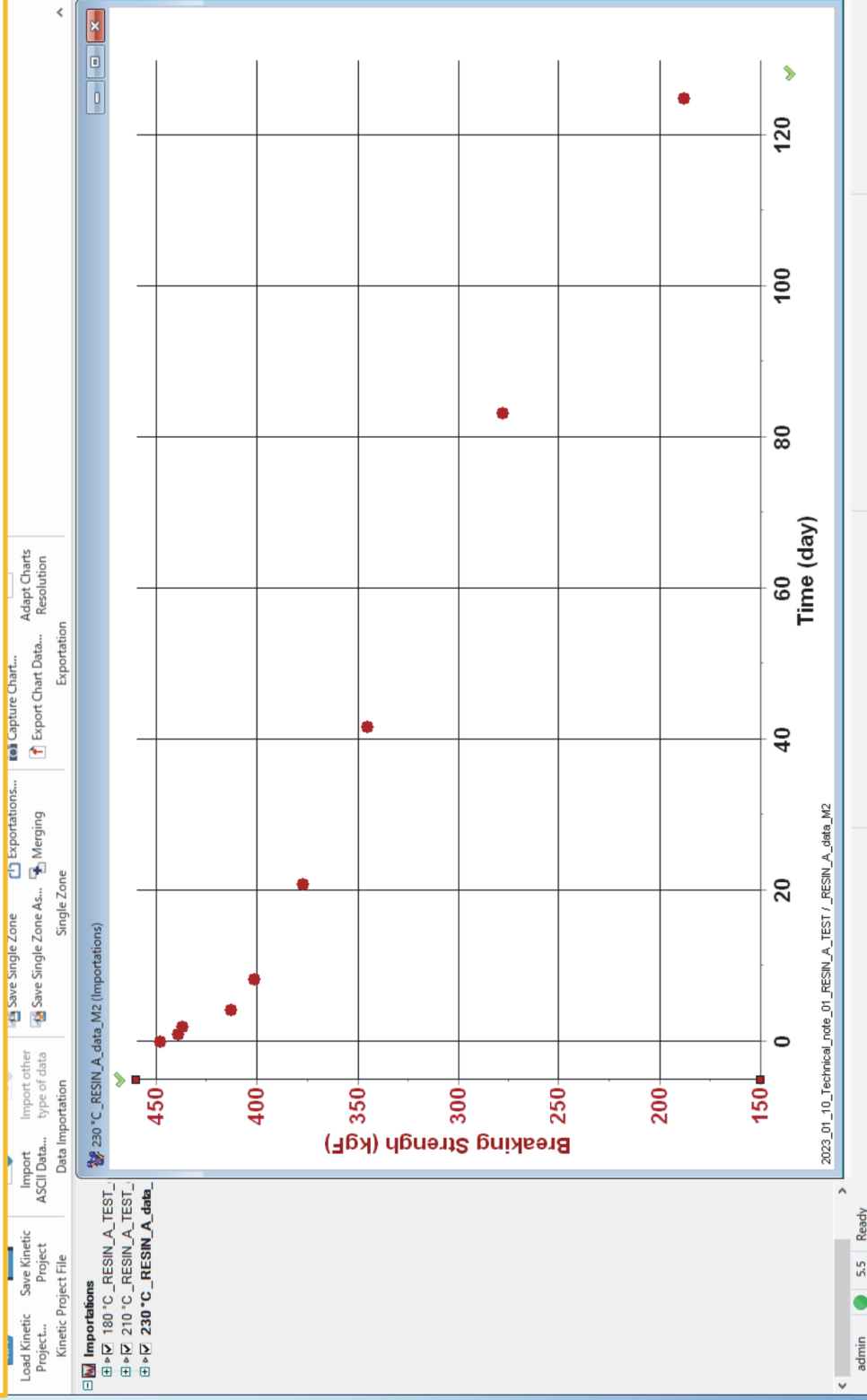
Signal  
 Column  
 Continuous data collection  
 Discontinuous data collection  
Reaction Rate  
Units kgF  
Name Breaking Strength

Relative Humidity  
 Column  Unit  
If no column with relative humidity, set relative humidity as  %

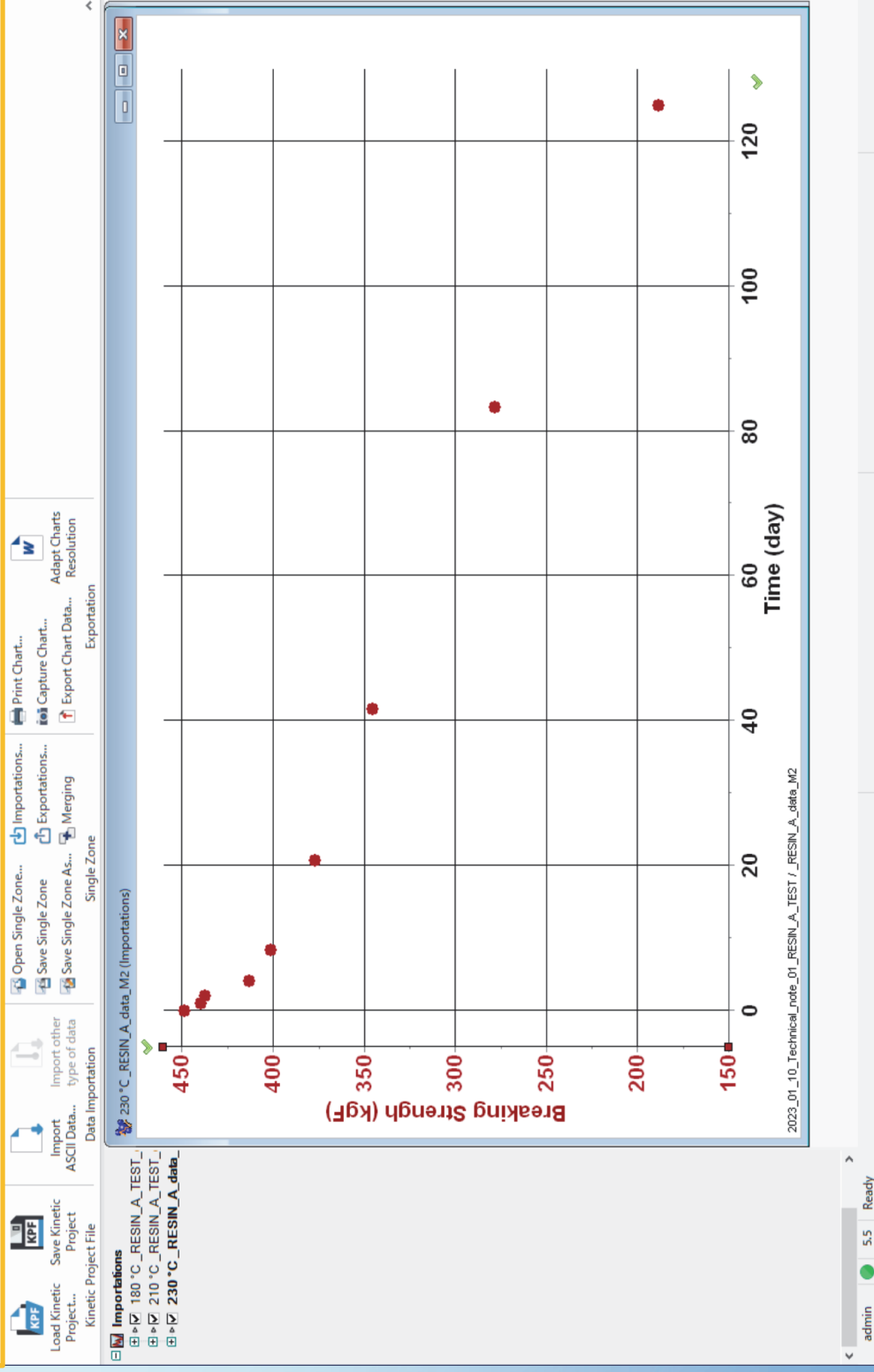
File Templates  
Enter a name...

Choose... Import Cancel

180°Cの加速試験データを読み込むと下記のように表示されます。



210°C、230°Cの加速試験データを次々に読み込みます。



解析はAutomaticを選択してします。

Initial値は448kpFですが、これは確定値とします。☑としないの確定値を意味します。Y軸end値の最終値はデータでは188kpFですが、劣化が進むとこれよりも低い値なので☑とします。

Best model selection

Automatic (this process may take several minutes)

Custom

Experimental data

Consider all data

Consider data from 0 until 17.314 week

and Tmin 180  $\leq T (^{\circ}\text{C}) \leq T_{\text{max}}$  230

and y\_min 188  $\leq y \leq y_{\text{max}}$  448

Initial value: y\_init kgF

y\_init 448 kgF

End value: y\_end kgF

y\_end 188 kgF

Models

1 step

1 step + 2 steps

Allow Negative ratio

Humidity

Use humidity

Use Relative Humidity

Transform to Absolute Humidity

Formula

\*AH<sup>p</sup>

\*exp(B\*(AH-AHRef))

Initial value: y\_init kgF

y\_init 448 kgF

End value: y\_end kgF

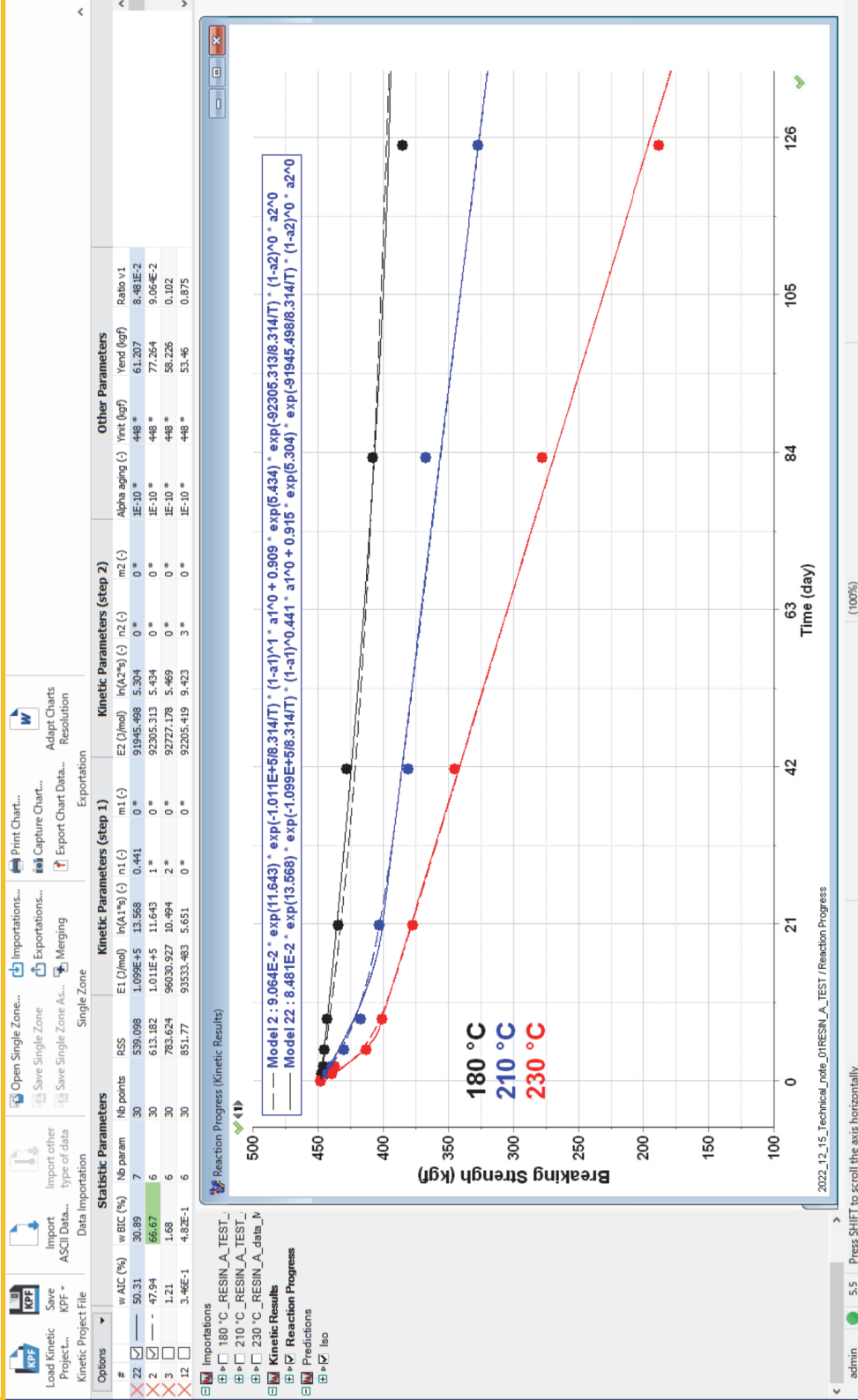
y\_end 45 kgF

Save... Load... Reset parameters Optimization Cancel

今回は最終値は初期値の1/10の45kpFを☑して45kpFかもしれないという仮定します。

劣化反応が2段階の反応プロセスと定義します。もし劣化反応が1段階ならば、2段階の反応モデルを探索することはありません。そのため通常は計算時間は長くなりますが、1step+2stepsを選択します。

## 2stepモデルで#22(破線), #2(実線) の2つの反応モデル式がヒットしました。

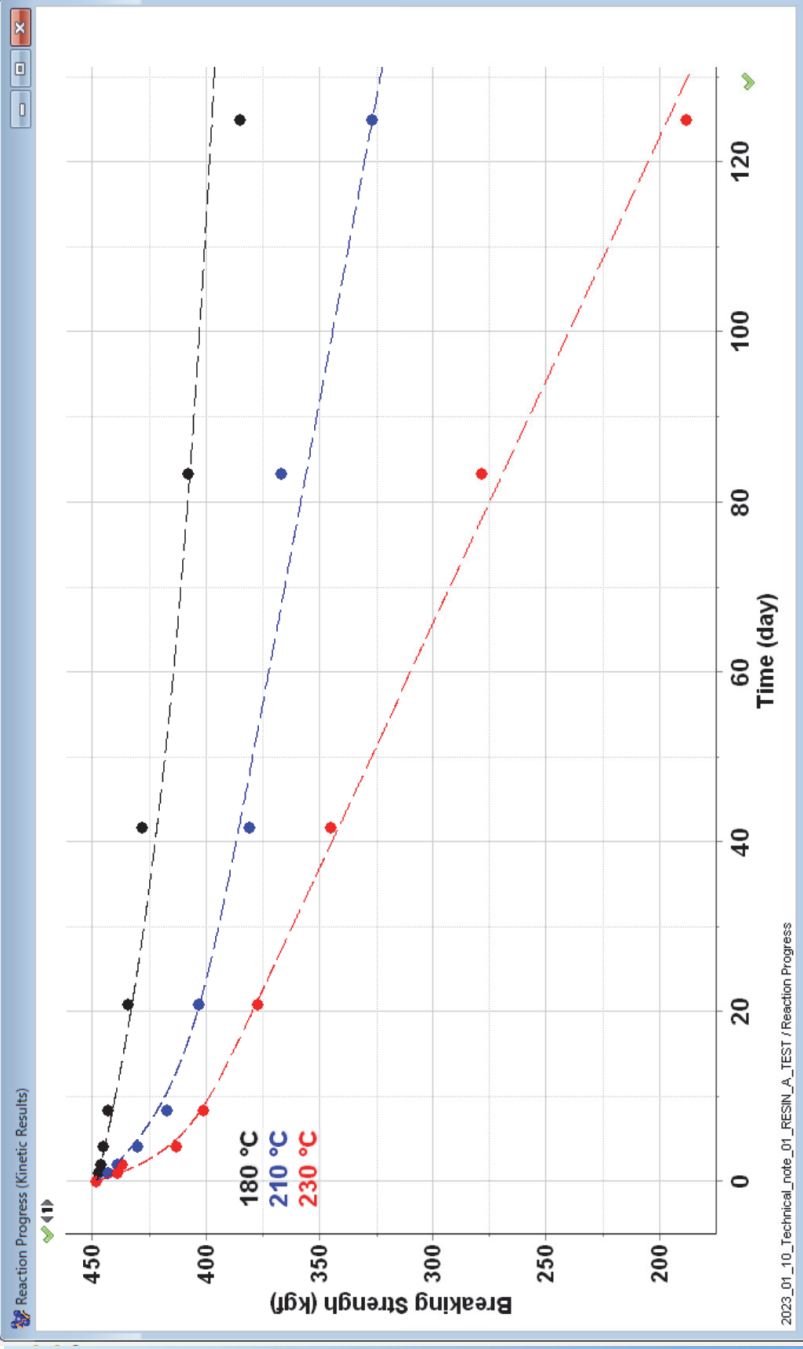




Model2とModel22のどちらが良いかは優劣がつけ難いのですが、パラメータの少ないModel2が良いと判断

Options		Statistic Parameters			Kinetic Parameters (step 1)			Kinetic Parameters (step 2)			Other Parameters							
#	w	AIC (%)	w BIC (%)	Nb param	Nb points	RSS	E1 (J/mol)	ln(A1*s) (-)	n1 (-)	m1 (-)	E2 (J/mol)	ln(A2*s) (-)	n2 (-)	m2 (-)	Alpha aging (-)	Yinit (kgf)	Yend (kgf)	Ratio v1
22	✓	50.31	30.89	7	30	539.098	1.099E+5	13.568	0.441	0 *	91945.498	5.304	0 *	0 *	1E-10 *	448 *	61.207	8.481E-2
2	✓	47.94	66.67	6	30	613.182	1.011E+5	11.643	1 *	0 *	92305.313	5.434	0 *	0 *	1E-10 *	448 *	77.264	9.064E-2

Model 2 :  $9.064E-2 * \exp(11.643) * \exp(-1.011E+5/8.314/T) * (1-a1)^1 * a1^0 + 0.909 * \exp(5.434) * \exp(-92305.313/8.314/T) * (1-a2)^0 * a2^0$

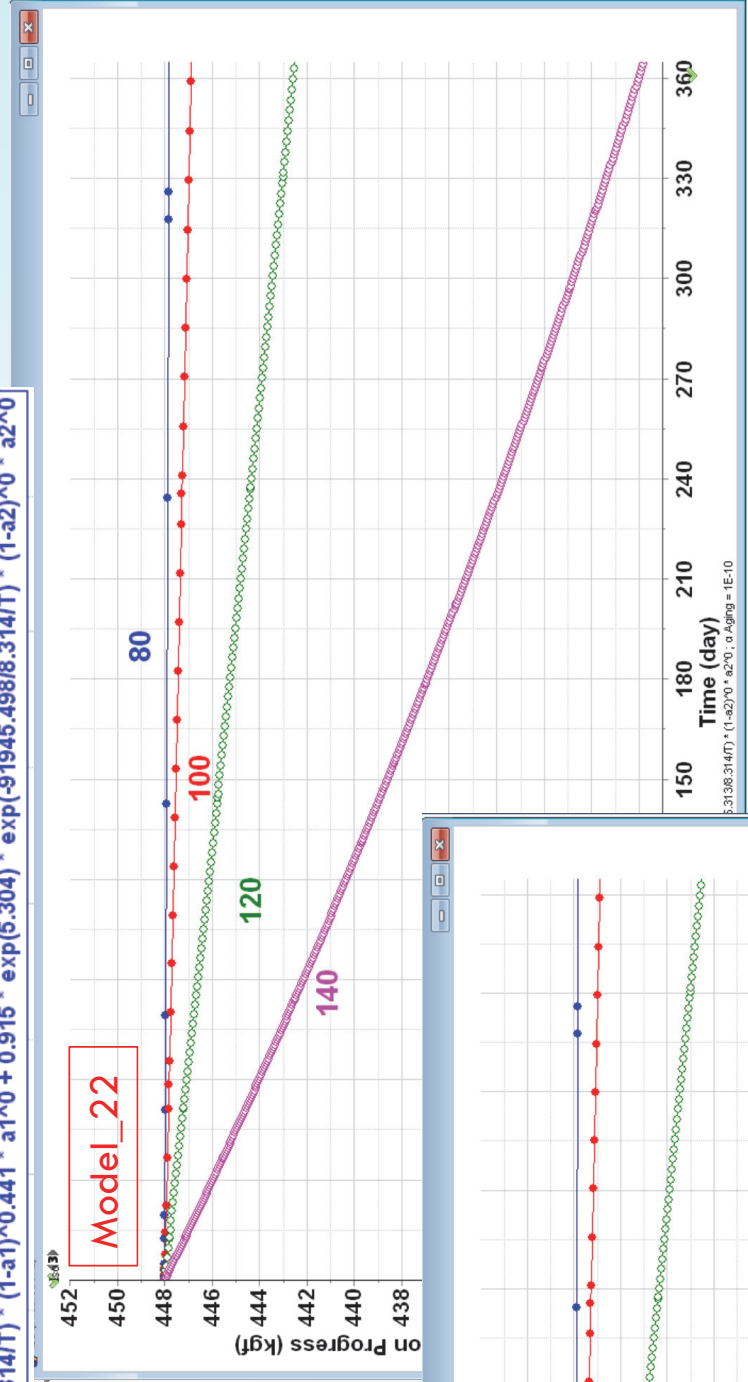
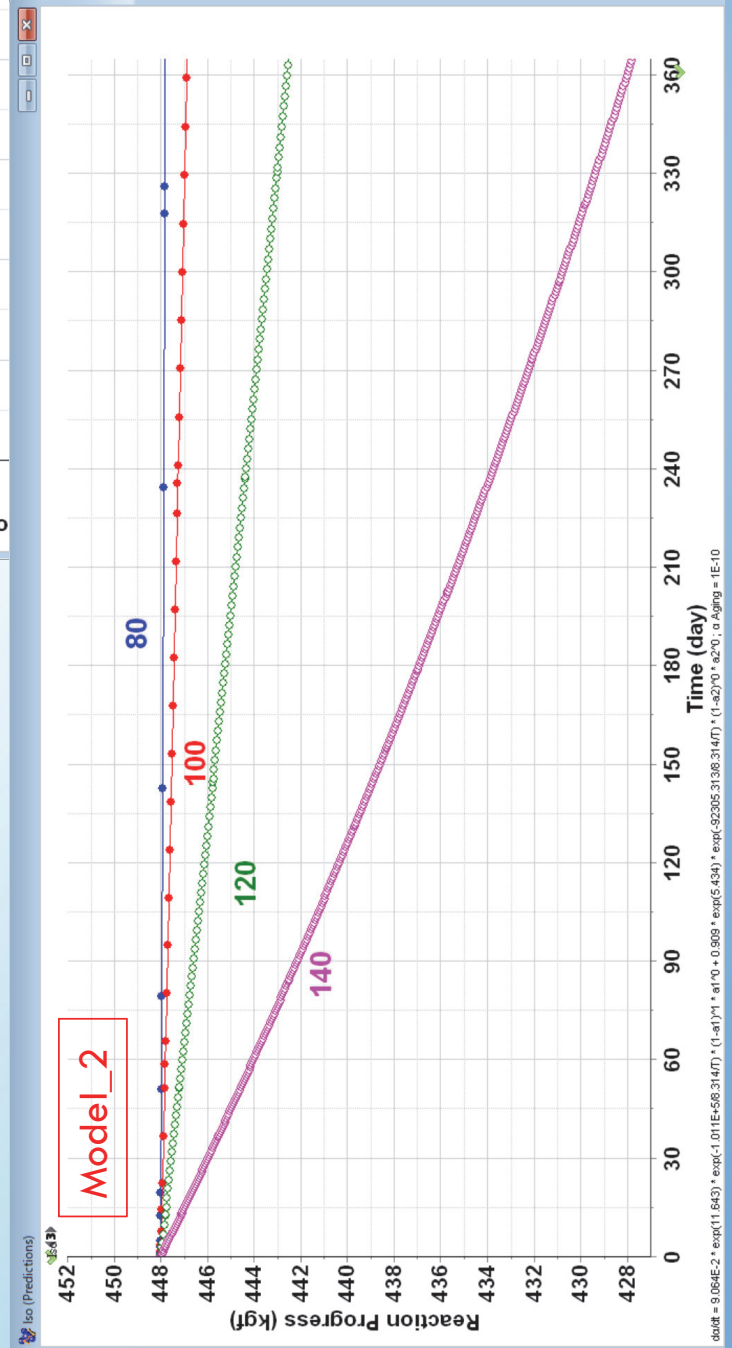


反応率の前半9%が1st\_stepで1次反応で、ΔEは101kJ/mol  
 反応率の後半90.6%が2nd\_stepで0次反応で、ΔEは92.3kJ/mol  
 になっています。



--- Model 2 :  $9.064E-2 * \exp(11.643) * \exp(-1.011E+5/8.314/T) * (1-a1)^{a1} * a1^0 + 0.909 * \exp(5.434) * \exp(-92305.313/8.314/T) * (1-a2)^0 * a2^0$   
 --- Model 22 :  $8.481E-2 * \exp(13.568) * \exp(-1.099E+5/8.314/T) * (1-a1)^{0.441} * a1^0 + 0.915 * \exp(5.304) * \exp(-91945.498/8.314/T) * (1-a2)^0 * a2^0$

両者の予測結果はそれほど大きな差はありません。



0.001K/minで20°Cから昇温すると198日後の285°Cに達します。  
 ピンク色曲線の破断強度低下曲線は140°C～220°Cと220°Cと285°Cは2段階の反応になっていことがわかります。

