

平成19年度 工業標準化推進調査等委託
(新規分野・産業競争力強化型国際標準提案事業)

プラスチック-水分に敏感な材料のMFR及びMVR測定方法に関する調査研究

1. 要 約

目 的

現在、再生 PET 樹脂の成形性を評価する方法として、関連業界で用いられている固有粘度 (IV 値) 法は、ISO 1628-5、JIS K 7367-5、JIS K 7390 等の規格で規定されているウベローデ粘度計を用いる測定方法で、塩素系溶剤を使用するために作業環境が悪く、測定に熟練を要するなどの問題がある。

これらの問題を解決するため、固有粘度法に代わる測定方法として ISO1133、JIS K 7210 に規定されているメルトフローレイト (MFR) 法を改良した流動性試験方法 (押出溶融法) について研究開発を行い、研究成果を基に国際規格案を作成し、ISO (国際標準化機構)/TC61 (プラスチック専門委員会) へ提案することを目的として、経済産業省から委託 (三菱総合研究所からの再委託) を受けて「プラスチック-水分に敏感な材料の MFR 及び MVR 測定方法」に関する研究開発を実施した。

実施体制

本事業を実施するに当たって、学識経験者、生産者、使用者の三者構成による「国際規格提案・MVR 測定方法標準化委員会」を設置し、研究計画の策定、研究内容の評価、国際規格案作成等に関する指導及び助言を得ながら平成 19 年度の調査研究を下記のとおり実施した。

スケジュール

本事業は、平成 15 年度から平成 17 年度までの 3 年間で国際規格案作成のための開発研究を実施し、その成果を ISO/TC61 へ提案し、NWIP として受け入れられることになり、平成 18 年度から 3 か年計画で国際標準作成のための提案事業を推進させる計画である。

今年度は、平成 19 年 9 月にインド・ゴアで開催された ISO/TC61/SC5/WG9 (レオロジー) 会議で、日本提案が第 2 次委員会原案 (CD2) に進められることになった。

実施事項

今年度の具体的な実施事項としては、研究計画に基づき、次のとおり実施した。

(1) 基礎データの集積と測定精度の向上に関する研究

- ① プラストメータ・シリンダの温度プロファイルと安定性の調査
- ② シリンダ温度の変動と MVR 値の変動の関係
- ③ 水分率に敏感な材料の MVR と MFR の相互比較 (国際 RRT に参加)
- ④ 真空乾燥機を用いて乾燥した場合の問題点の把握
- ⑤ 予熱時間の変動が MVR 値に及ぼす影響
- ⑥ 光学式エンコーダを用いた流動プロファイルの解析

(2) 共同実験による試験精度管理

ISO/CD1133-2 によって共同実験を行い、試験精度 (室内精度、室間精度) に及ぼす諸要因を確認する。

(3) 国際規格案作成及び国際標準化活動

- ① CD (案) の国際投票 (締切日: 2007-06-02) で提案される各国からのコメントへの対応について検討した。

②平成 19 年 9 月 15 日～9 月 21 日にインド・ゴアで開催された ISO/TC61/SC5/WG9(レオロジー) 会議にプロジェクトリーダーとして出席した。日本提案の ISO/CD1133-1 及び ISO/CD1133-2 が審議され、第 2 次委員会原案 (CD2) に進められることになった。

③平成 20 年 1 月 21 日～22 日にイギリス・テディントンで Drafting Panel Meeting が開催され、コンビーナ、プロジェクトリーダ及びノミネートされたエキスパートが参加して、CD2 案作成の討論と作業を行った。

(4) 海外調査

Draft Panel Meeting の折、ブルネル大学を訪問し、廃プラスチックの粉末成形加工技術と廃プラスチックの特性評価技術の調査と討論を行い、再生 PET 樹脂の流動性評価に関する情報を得ることができ、CD2 案作成の参考とした。

得られた成果

基礎的検討、共同実験結果等から、次のとおり成果が得られた。

(1) プラストメータの調査

国内でのプラストメータの製造企業から、シリンダーのボア径、ピストン径の設定の現状、シリンダー温度の許容差など、ハード面の調査を行い、旧版の JIS 等を調査と合わせて、規格案に活かすべく、提案を行った。

(2) ペレットの乾燥条件が MVR に及ぼす影響

提案している PET の乾燥条件に合わせて、真空乾燥機を用いた乾燥条件について検討を行った。MVR 測定中の加水分解を抑え、正確で精度の高い MVR 測定を行うための条件を把握した。

(3) 試験条件 (試験温度) が MVR に及ぼす影響

異なるグレードの PET の MVR を、標準のダイとハーフダイを用いて、PET の MVR 値を求める際の温度による不確かさを推定した。シリンダー温度の許容差を狭く抑えることが、併行精度を高めるために必要であることが分かった。

(4) 試料のハンドリング

PET の MVR 測定における併行精度、再現精度へ及ぼす影響のうち、乾燥後の試料のハンドリングが極めて重要であることが分かった。

(5) 光学式エンコーダによるピストン移動距離－時間の関係の解析から、多くの知見を得ることができた。

(6) MVR/MFR の相互比較

水分率に敏感な材料の MVR と MFR の相互比較により、ISO 1133-2 に MFR 法を導入するかどうかを判断するための国際共同実験に参加した。メルトフローレイトを比較検討することにより、併行精度、再現精度に及ぼす要因を知ることができた。

国際規格案の内容・提出先・提案までの方法・審議状況

平成 17 年 (2005 年) 9 月 24 日～9 月 30 日に韓国・済州島で開催された ISO/TC61 の年次会議における SC5/WG9 会議で、新業務項目提案を行った。日本提案の「固体スティックの前処理装置と操作方法」を ISO1133 の附属書に加え、ISO1133-1 として改訂すること、

さらに、日本提案の「水分に敏感な樹脂の MVR の求め方」を ISO1133-2 としてまとめることになった。同時に提出されたオランダから高精度な試験装置によるポリアミド、ポリエステルエラストマーなどの MVR 測定方法について審議が行われ、日本提案と合わせて、ISO 1133-2 としてまとめることになった。ISO1133-2 は日本とオランダが共同でプロジェクトリーダー（PL）として WD を作成することになった。

この WD の案をまとめるために、SC5/WG9 コンビーナと両 PL を含めたメンバーで、平成 17 年 12 月 6 日～7 日にオランダの NEN（オランダ規格協会）で Task Group 会議が開催された。作成した WD は、英国、日本、オランダの 3 か国の提案として、平成 18 年 7 月 3 日を締切日として、国際投票が行われた。ISO WD1133-1 及び ISO WD 1133-2 は、新規提案が認められた。

平成 18 年 9 月 16 日～22 日に開催された ISO/TC61 年次会議（横浜）における SC5/WG9 会議で、両 WD が承認された。さらに、国際投票で寄せられた各国からのコメントを集約、審議し、規格案の修正・改善の方向が討議され、CD 案作成へ進めることが決定された。

平成 18 年 11 月 29 日～30 日に、SC5/WG9 コンビーナ、プロジェクトリーダー、各国のエキスパートからなる Drafting Panel Meeting がオランダ NEN で開催された。横浜会議で討議された内容を合わせて、ISO CD 1133-1、ISO CD 1133-2 の案が作成された。

これらの CD 案は、国際投票にかけられ、その結果は、平成 19 年 9 月 15 日～21 日にインド・ゴアで開催された ISO/TC61 年次会議における SC5/WG9 会議で CD2 として継続審議することが決定された。

平成 20 年 1 月 21～22 日に、英国 NPL において、Drafting Panel Meeting が開催された。ゴア大会で討議されたコメント、結論の再確認を行い、CD2 案に反映させた。Part2 への MFR 法の導入や、シリンダー温度の許容差、その他ハード面、ソフト面について幅広く討議し、Part1、Part2 の CD2 案の作成が行われた。

今後の課題

日本から、従前に提案している、「前処理装置及び前処理方法」については、横浜大会における装置のデモンストレーションなどを通して理解が深まり、大きな変更なしに規格案が進展するものと思われる。ISO 1133-2 において、日本から PET に関して、提案している「水分に敏感な材料の MVR の試験方法」に、フランス、イタリアから、ポリアミドなどの MFR の測定をこの規格案に含めることが希望されていた。MVR/MFR 相互比較国際共同実験のデータを基に、CD2 ドラフトには、自動カッターを用いた MFR 法が追加された。

今後、国内においても、基礎データの集積と共同実験等を通して、日本が主張している PET（再生 PET）の測定条件の妥当性等を主張していく必要がある。また、装置条件や試験条件が、併行精度や再現精度に及ぼす影響を調査して、設定している各条件の妥当性と重要性を主張していく。さらに、PET 以外の水分に敏感な材料の流動特性を評価する際の、乾燥条件、試験条件等を調査、把握して、ISO/TC61 での討論に備える必要がある。

平成 20 年 3 月以降の CD2 国際投票で提出される各国からのコメントへの対応と、平成 20 年 9 月の ISO/TC61 米国・オランダ年次大会での討論で、我が国の主張が円滑に進むように、さらに、測定法の基礎的検討を継続して、足固めすることが必要である。