

平成18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 (押出熔融法) 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 18 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った。今年度から 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 18 年 9 月に日本・横浜で開催された ISO/TC61/SC5/WG9 (レオロジー) 会議で、日本提案が委員会原案 (CD) に進められることが合意された。

実施事項

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) 日本提案の試験精度に関する裏付けデータの作成
  - ①材料の MVR タイプ分類 (高・中・低) と MVR の関係
  - ② MVR タイプ分類と乾燥条件 (温度、時間、水分率) の関係
  - ③ MVR タイプ分類と試験条件 (試験温度、試験荷重、ピストン移動距離) の関係
  - ④ MVR タイプ分類と試験精度 (標準偏差、変動係数) の関係
  - ⑤ プラストメーターの温度精度が測定の不確かさに及ぼす影響
- (2) 共同実験 (ラウンドロビンテスト) による精度管理

日本提案による熔融押出法 (MVR 法) の共同実験を実施し、試験精度 (室内精度、室間精度) の確認を行った。
- (3) 国際規格案作成及び国際標準化活動

平成 18 年 9 月 16 日～9 月 22 日に日本・横浜で開催された ISO/TC61/SC5/WG9 (レオロジー) 会議で、日本提案の ISO/WD1133-1 及び ISO/WD1133-2 が審議され、委員会原案 (CD) に進められることになった。

また、年次会議後、11月29日～30日にCD案作成のための Drafting Meeting がオランダで開催され、コンビーナ、PL及びノミネートされたエキスパートが参加して、CD案作成の討論と作業を行った。

#### (4) 海外調査

Draft Meeting の折、ドイツを訪問し、精度のよいMFR/MVR測定装置に関する情報を得ることができ、CD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) 再生 PET フレークの熔融流動性を的確に評価するための前処理装置が、プラスチックの粉末、フレーク、成形品の破砕物の MFR/MVR を測定する際に、前処理装置として、有効性が SC5/WG9 会議で認められ、ISO 1133-1 の Annex として採用されることになった。
- (2) PET の乾燥条件として提案している条件下で乾燥した場合に、各種グレードの PET 試料やガラス繊維強化 PET 試料で、MFR 及び MVR 測定を可能にする乾燥 (< 50ppm) 状態になることを確認した。
- (3) PET を中心に、水分率に敏感な材料メルトポリリウムフローレイトの評価に必要な測定条件、要因等を究明し、熔融流動特性の測定を可能にする適切な装置条件 (ダイ径、ダイ長さ等) と MVR の関係を求めることができた。
- (4) ノーマルダイとハーフダイによる MVR 測定の範囲を設定し、精度の高い測定が可能となった。
- (5) 共通試料としての PET、4 種の異なるグレードを用いた共同実験により、測定条件の詳細な確認及び室間再現性と室内再現性を求め、的確な測定条件に反映させるための多くの知見を得ることができた。
- (6) ISO/TC61 横浜年次会議、さらに、オランダで開催された Drafting Meeting において、日本、オランダ双方の提案を融合し、対立点を解消し、具体的な試料調整方法、測定条件、測定装置、測定結果の表し方等について、最良な方法で表すことができた。

#### 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 9 月 24 日～9 月 30 日に韓国・濟州島で開催された 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、ポリエスデ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年次大会(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コンピナー、プロジェクトリーダー、各国のエキスパートからなるDrafting MeetingがオランダNENで開催された。横浜会議で討論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、5月を目途に、国際投票にかけられ、その結果は、平成19年(2007年)9月にインド・ゴアで開催予定のISO/TC61/SC5会議において委員会原案(CD)が承認される見通しである。

#### 今後の課題

WDの国際投票において、フランスとイタリアが反対投票をしたが、エキスパートをノミネートしており、平成18年11月に開催されたDrafting Meetingには、両国のエキスパートも含めて、プロジェクトリーダー、エキスパートが集合して、問題点の把握、ドキュメントの改善を行った。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から、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。しかしながら、ISO CD 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」に加えて、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る。

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、規格案の適用範囲等に変更があった場合にも、日本が主張しているPETの測定条件の妥当性等を主張していく必要がある。さらに、PET(再生PETを含む)以外の水分に敏感な他の材料の流動特性を求める際の、乾燥条件、試験条件等を調査、把握して、ISO/TC61の場での討論に備える必要がある。

19年5月以降のCD国際投票で提出される各国からのコメントへの対応と、19年9月のISO/TC61インド・ゴア年次大会での討論、さらに、その後に予想されるDIS案作成のためのDrafting Meeting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。