

TECHNO NEWS

滋賀県東北部工業技術センター
テクノニュース
Vol.83-2024/11

目次

- P1 **事業紹介**
生分解性プラスチックの開発・利用促進事業について
- P2 **センター活用法**
その製品、実流試験してみませんか？
- P4 **技術解説**
HPLCのいろは ～SEC編～
- P6 **機器紹介**
卓上型走査電子顕微鏡
～デジタルマイクロスコープ（電子顕微鏡部）～
- P8 **お知らせ**
装置導入、出展・イベント開催報告

事業紹介

生分解性プラスチックの 開発・利用促進事業に ついて

今年度より、生分解性プラスチックの開発・利用促進に関する事業を始めました。

プラスチックごみによる海洋汚染が世界的な問題となかなか、微生物などの働きによって最終的に水と二酸化炭素に分解される「生分解性プラスチック」が注目を集めています。



図1 生分解性評価装置による水中生分解性試験

ます。本事業では、生分解性プラスチックの利用促進を目的とし、生分解性プラスチックの開発や利用にご興味をお持ちの企業の皆様に支援していきたいと考えています。

今夏、当センターに生分解性評価装置を導入し、既存の生分解性プラスチックの環境水中での分解について調査を開始しました(図1)。また、去る10月17日(木)には、長浜庁舎にて生分解性プラスチックに関するセミナーを開催しました。セミナーでは産業技術総合研究所より講師をお招きし、「海洋プラスチック問題と生分解性ポリマー ～研究と開発の現状～」というテーマで、海洋プラスチック問題と生分解性ポリマーに関する最新の研究成果や開発の現状についてご講演いただきました。今後も、こうしたセミナーや情報発信を積極的に行って参りますので、ぜひご活用ください。さらに、新たな物性をもつ生分解性プラスチックの開発に力を入れていく予定です。

生分解性プラスチックの開発や利用にご興味のある方は、どうぞお気軽にお問い合わせください。

問い合わせ

(長浜庁舎) 小西 TEL 0749-62-1492

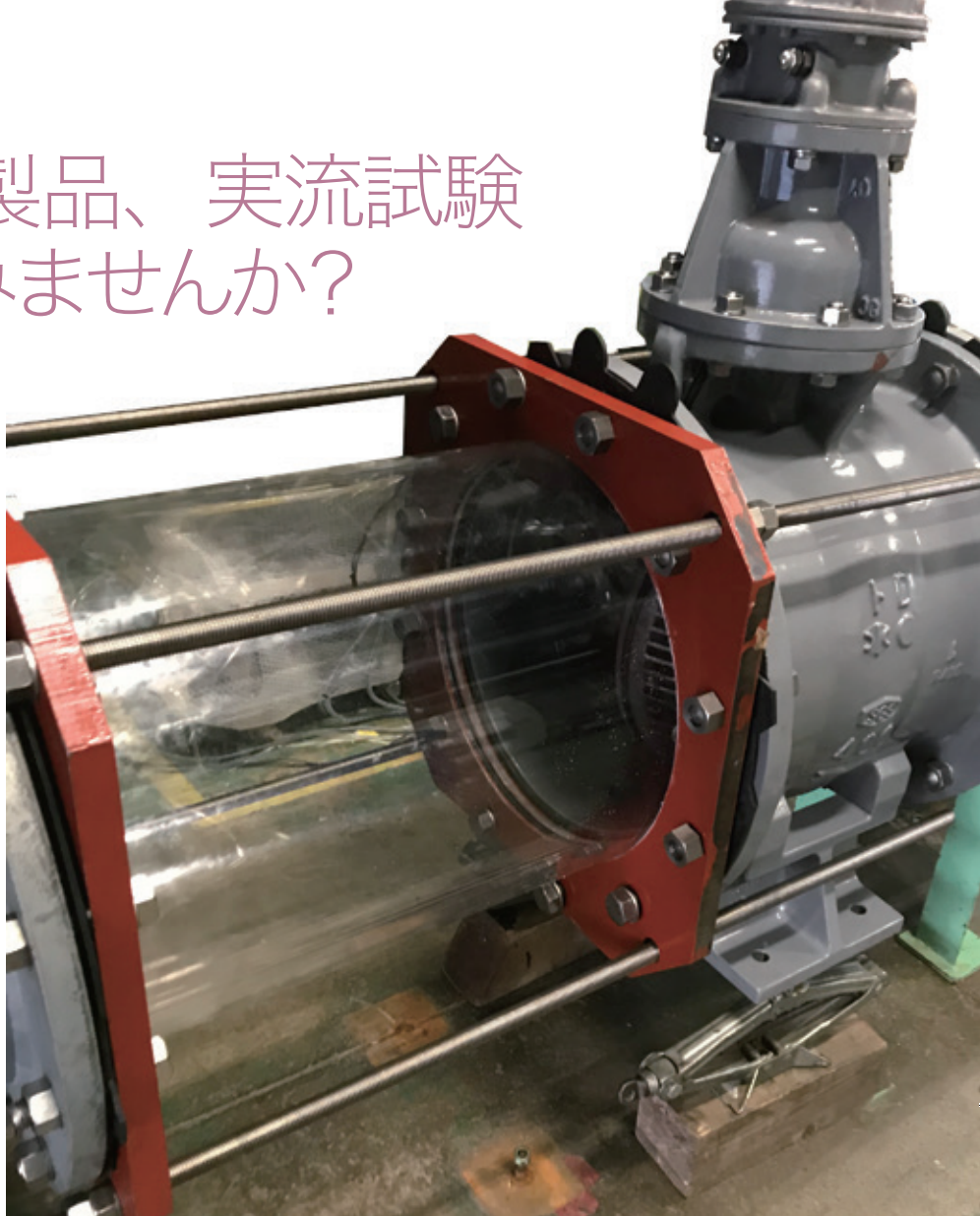
その製品、実流試験 してみませんか？



バルブ実流実験室



バルブ性能試験装置



キャビテーション可視化実験の様子

■ 実流試験とは

実流試験とは、水や空気等をバルブや配管などの製品に流して、製品が使用される条件を再現して各種性能を評価する試験です。当センターの彦根庁舎では、産業用ポンプを用いて、流体関連製品に実際に配管を通じて水を流して各種性能を計測する「バルブ性能試験装置」を所有しております。名称はバルブ性能試験装置ですが、バルブ以外の製品も試験可能です。

■ バルブ性能試験装置の概要

当センターのバルブ性能試験装置は、国内でも数少ない、一般企業へ利用開放している実流試験設備で、全国から幅広くご利用いただいています。

バルブ、配管継手、流量計等の流体関連製品へ実際に水を流し、流量、圧力、差圧、圧力損失、振動、騒音などの性能を多角的に評価することができます。また、消防の等価管長試験の実施、実績も多数あります。

水を流しながら、発生する振動や音を計測して、設計段階で検証したシミュレーション結果等との比較が可能です。

■ 滋賀県のバルブ産業

滋賀県は古くからバルブ産業が盛んで、現在も県内に数多くのバルブ関連企業が拠点を構えています。

海外規格への対応や、より高度な性能評価、新製品開発のために、業界内での実流試験機導入の声の高まりもあり、1987年にバルブ性能試験装置を導入し、幾度かの改修、改造を経て現在に至ります。



船舶用エグダクター



耐キャビテーションバルブ

これまで、バルブ性能試験装置の活躍により、船舶用エグダクターや耐キャビテーションバルブなどの様々な製品開発の支援や共同開発、産学官連携を行ってきました。

■ 試験装置の詳細

この装置は、屋外地下水槽、渦巻ポンプ、インバーター(回転数制御用)、常設配管(調節弁含む)、循環水路、各種センサー、PC から構成されています。

性能を計測したい製品を設備配管に繋ぎ、水を流し各種性能を計測します。

送水ポンプは流量0～10m³/min程度まで対応できます。水圧、差圧、水温、流量、振動、騒音が計測でき、またJIS B2005-2-3に準拠した流量試験・容量試験も可能です。測定と同時にリアルタイムで容量係数、流量係数、損失係数やキャビテーション係数が自動算出され、PCに表示されます。

試験計画策定や必要資材の準備等は担当職員がサポートしますので初めての方でもご安心ください。

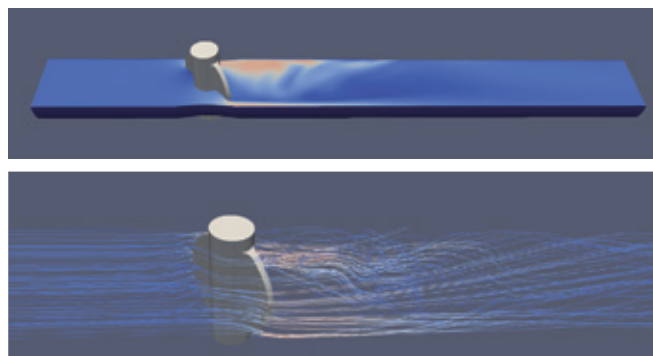
■ 共同研究

当センターと共同研究をすることで、貴社が行いたい実験に合わせて、設備の追加や部分的な実験作業のお手伝いなども可能になります(内容は要相談)。

透明配管によるキャビテーションの可視化や振動騒音計測によるキャビテーション判定などキャビテーション関連実験、製品特有な専門的な試験などより高度な試験にも、職員の豊富な経験と専門知識を活かしてサポートします。

相談は無料で、いつでも歓迎していますので、今ある技術課題や実験したい内容をお気軽にご相談ください。

JIS B2005-2-3の試験を模擬した流体解析の実施事例も多数あり、共同研究により、流体解析の支援も可能となります。製品製作前に性能を予測したり、実験結果と解析結果を比較することで、製品の性能へのより深い理解や、製品開発や改善に大きく役立てることができます。



バルブの流体解析の様子

■ その他

実流試験以外にも、流体力学的な課題や、流量計測、圧力損失に関する相談も幅広くいつでも受け付けています。県外企業様からのお問い合わせも大歓迎です。

ちょっとした質問、話を聞いてみたい、といった軽い内容でも結構ですので、まずはお気軽にご連絡くださいませ。

ご相談は電話、または当センター HPのお問い合わせフォームから受け付けております。

問い合わせ

(彦根庁舎) 是枝 TEL 0749-22-2325

HPLCのいろは

～SEC編～

HPLCのいろはシリーズも本号で最終回です。本号ではサイズ排除モードを利用するSEC (Size Exclusion Chromatography, サイズ排除クロマトグラフィー) を紹介します。SECは、高分子の分子量および分子量分布の測定やオリゴマーやタンパク質の分離分析に使用され、当センターのHPLCで最も利用頻度の高い分析方法です。高分子材料の分子量や分子量分布の測定に使用されます。本号では、SECの原理と高分子の分子量測定および分析時の注意点について解説します。

はじめに

屋外で長期間使用しているプラスチック製品（例：洗濯ばさみ）が次第に脆くなって割れやすくなるという経験をされたことはないでしょうか。これは、材料の高分子が、光や熱の影響により分子量の低下を伴い化学変化（＝劣化）したことに由来します。高分子の分子量は、高分子材料の物性（強度、熱特性、加工性など）を大きく左右し、劣化の指標にも利用される重要なパラメータです。SECは高分子の分子量測定法として、最も広く用いられている方法であり、下記のような用途などで活用されています。

—SECの利用例—

- ・熱や光などによる分子量低下を伴う劣化の評価
- ・重合反応や分子量変化を伴う様々な反応の追跡
- ・設計通りの材料が使用されているかどうかの確認

ちなみに、SECはサイズ排除モードを利用するクロマトグラフィー全般を指す言葉です。SECの中でも、有機溶媒を移動相として使う系をGPC (Gel Permeation Chromatography, ゲル浸透クロマトグラフィー)、水を移動相として使う系をGFC (Gel Filtration Chromatography, ゲルろ過クロマトグラフィー) と呼びます。実際にはあまり区別を意識せずに呼ばれることが多いですが、最近ではSECという呼び名が一般的になりつつあります。

SECの原理

SECでは固定相に非吸着性多孔質固体を用い、溶媒中で分子の大きさの違いを利用して成分を分離します。GPCではスチレンとp-ジビニルベンゼンの共重合によって得られた多孔質の架橋体ゲル、GFCではシリカ系充填剤やデキストリンゲルなどが用いられます。これらの固定相は、粒子内部に行くほど孔径が小さくなる細孔を持ち、図1のような模式図で表されます。

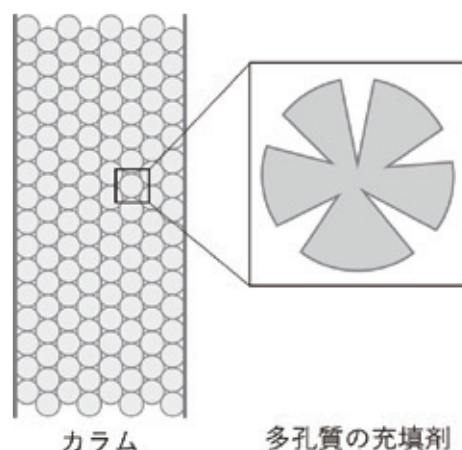


図1 SEC固定相の模式図

測定対象の高分子は溶液中において糸まり状(球形)で存在しており、流体力学的体積と呼ばれる分子量に応じた分子サイズをもっています(図2)。

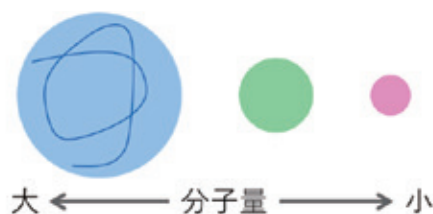


図2 溶液中の高分子

ここに、分子サイズの異なる高分子の混合物があり、これを溶媒に溶かした溶液をカラムに流すことを考えます(図3)。分子サイズが小さいものは、溶媒と共に固定相の細孔の奥深くまで浸透します。一方、分子サイズの大きいものは、細孔の入り口近くまでしか浸透できません。この浸透距離の差が、カラムを通過する時間の差となり、分子サイズの大きなものほど早く溶出していきます。SECではこのような原理を利用して、試料を分子量ごとに分離します。



図3 分離の模式図

■ 分析時の注意

SECで測定した分子量は、相対分子量であり、その高分子の絶対分子量を表しているわけではない点に注意が必要です。流体力学的体積は高分子の大きさを表す指標ですが、分子量と1:1の関係にはありません。この流体力学的体積は、分子内の分岐や静電的な相互作用の有無などの分子構造、さらには分子と溶媒との親和性の大小によって変わってきます。例えば、溶媒と親和性の高いポリマーは、溶媒中で分子鎖が広がり分子サイズが大きくなりますが、親和性が低いと溶媒との反発が大きく、分子サイズは小さくなります。絶対分子量を求めたい場合には、粘度計や光散乱検出器を使う必要があります。

SECで使用するカラムには測定可能な分子量の範囲があります。特に、測定できる最大の分子量を排除限界分子量と言います。この分子量より大きな分子は、細孔に入ることなくカラムを素通りしてしまい、分離することができません。したがって、分離したい成分のおおよその分子量を見積もって適切にカラムを選択する必要があります。

■ 機器の紹介

当センターでは、みなさまにご利用いただくために、いくつかのカラムを保有しています（表1）。カラムの持ち込みにも対応していますので、ご興味をお持ちの方はお気軽にお問い合わせください。

表1 装置の仕様

溶媒	カラム名称	測定対象
有機系(常温) クロロホルム THF	Shodex K-803L, K-804L KF-604, KF-606M など	PS, PC, PMMA, PLAなど
有機系(高温: 140℃) o-ジクロロベンゼン	Waters Styragel HT6E, HT4, HT3	ポリオレフィン (PE, PPなど)
水系	Shodex OH Pack SB-806M HQ など	水溶性高分子 (PVA, PEGなど)

■ 参考文献

- 1) JIS K 0214: 2013分析科学用語(クロマトグラフィー部門)
- 2) 公益財団法人高分子学会 https://www.spsj.or.jp/equipment/news/news_detail_44.html (2024年10月17日確認)
- 3) 株式会社 東ソー分析センター <https://www.tosoh-arc.co.jp/technique/detail/t1001/> (2024年10月17日確認)

問い合わせ

(長浜庁舎) 小西、中村 TEL 0749-62-1492

■ 分子量を求める方法

SECで分子量を求めるにはいくつかの方法がありますが、ここでは示差屈折率(RI) 検出器や紫外可視吸光(UV) 検出器を用いる一般的なシステムによる方法について紹介します。

はじめに、分子量が既知の標準試料（ポリスチレン、ポリエチレングルコールなど）を測定します。これにより、分子量と溶出時間の関係式にあたる校正曲線を作成します。続いて、未知試料を測定し、各溶出時間を校正曲線にあてはめ分子量を算出します(図4)。

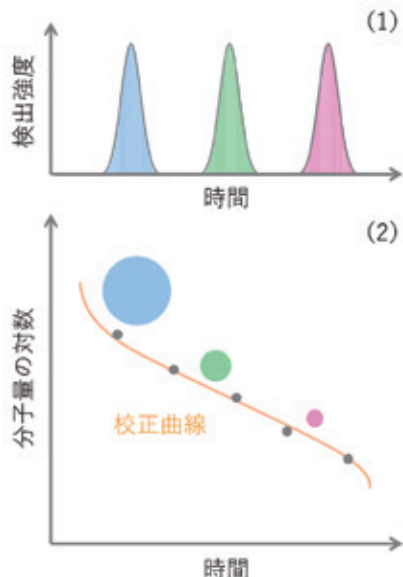


図4 (1) クロマトグラム と (2) 校正曲線

この方法によって求められた分子量は、標準試料をもとに測定試料の分子量を相対的に算出することから、相対分子量と呼ばれます。高分子材料は、実際には単一の分子量の成分ではなく、分子量分布をもっています。SECでは、数平均分子量(M_n)、重量平均分子量(M_w) および z 平均分子量(M_z)、また、多分散度といった分子量の分布に関する情報を得ることができます。

卓上型走査電子顕微鏡

～デジタルマイクロスコープ(電子顕微鏡部)～

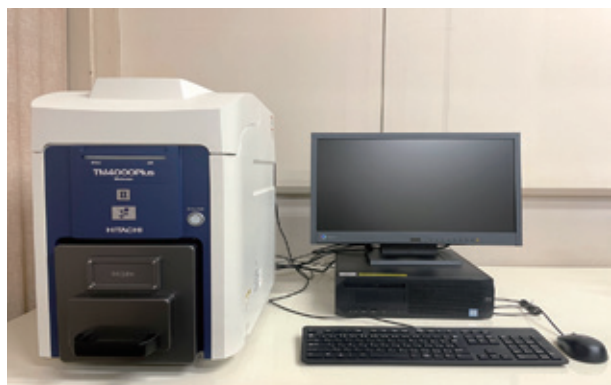


図1 卓上型SEMの外観

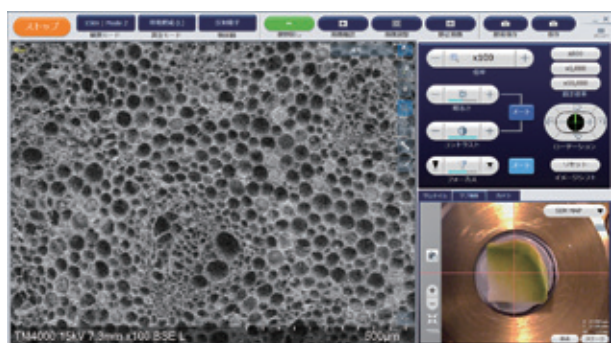


図2 卓上型SEM操作画面

表1 装置の仕様

メーカー	(株)日立ハイテクノロジーズ
型式	TM4000PlusII
真空	低真空
加速電圧	5/10/15/20kV
画像信号	反射/2次電子
モニター倍率	×25 ～ 250,000
備考	カメラナビゲーション/冷却観察/ 二次電子+反射電子合成像

東北部工業技術センター長浜庁舎には、電子顕微鏡(Scanning Electron Microscope=SEM(セム))が2台あることをご存知ですか？

SEMといえば、大きな装置でサンプルの出し入れにも時間がかかって、水分を含むサンプルは十分乾燥させて…となんだか聞くだけで少し疲れてしまいがちな装置ですが(本当はそんなことはありませんのでご安心を)、今回はそんなSEMよりも気軽に簡単に使えるもう1台の卓上型のSEM(図1)をご紹介します。

この卓上型SEMは、実はみなさんが長浜庁舎でよく使われている据付型SEMのすぐ後ろに置いてあります。小

さすぎてSEMだと気付かれなかったこともしばしば・・・。

仕様は表1の通りで、SEMは試料室を真空にする必要がありますが、据付型SEMは低真空から高真空まで自由に真空度を設定することができますが、卓上型SEMは低真空だけとなっています。ただ、低真空下でも反射電子と二次電子のどちらでも観察することができます。加速電圧は5、10、15、20kVの4パターンで、観察条件も求める画像に応じて簡単に切り替えることができます。

この卓上型SEMの何より使いやすい点は、カメラナビゲーションが付いていることです。試料室に入れたサンプルをCCDカメラで撮影し、その画像を使って今どこを観察しているのかがわかり、画像をダブルクリックすることで観察位置の移動もできます(図2)。

この装置だけの特徴

このように非常に使いやすい卓上型SEMですが、今回はほかのSEMにはない機能をご紹介します。

先ほど、SEMは水分を含むサンプルは・・・と書きましたが、この卓上型SEM、クールステージという試料台を使ってサンプルを-25℃に冷やし、水の蒸発による構造の変化を最小限に抑えながらサンプルを観察することができるのです。

卓上型SEMは、サンプル交換も大きいSEMに比べると短時間で済みますが、クールステージを使った場合でも3分程度で室温から-25℃まで下がり、速やかに観察することができます。

なお、クールステージで観察する場合、サンプルは直径10mm、高さ5mmまでと通常の観察の場合の直径80mmより小さくする必要があります。

クールステージを使った観察の例

そこで今回は身近にあるものをクールステージに載せて観察した画像をご紹介します。図3はアスパラガスの輪切りを図4はレンコンの輪切りをクールステージに載せて観察した画像です。どちらの断面でも組織が観察でき、レンコンの断面ではデンプンも見ることかできます。ちなみに、観察後、サンプルを試料室から取り出した後も、図3右下のようにサンプルは水分を含んだままでした。

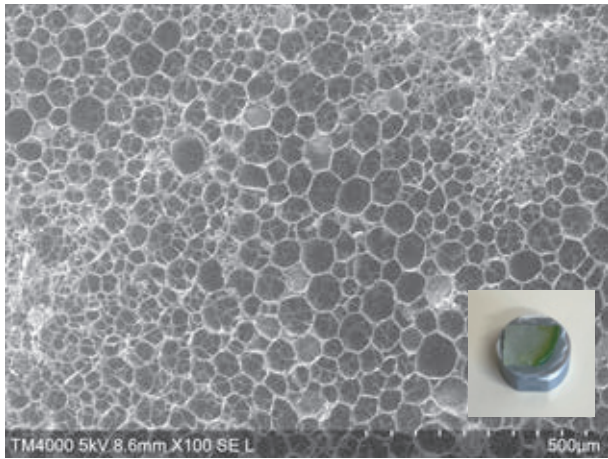


図3 アスパラガスの輪切りのSEM画像(二次電子像)

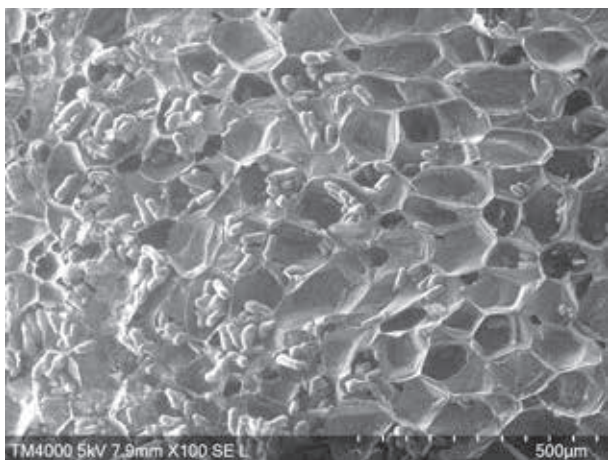


図4 レンコンの輪切りのSEM画像(二次電子像)

また、図5、6は髪の毛のSEM画像です。髪の毛は表面に金や白金で蒸着して高真空中で観察することが多く、その場合は水分の蒸発により表面に縦じわが入ってしまうことがあります。クールステージを使った場合、蒸着をせずに観察でき、また水分をふくんだまま観察できますのでキューティクルが若干ふっくらしているようにも見えます。

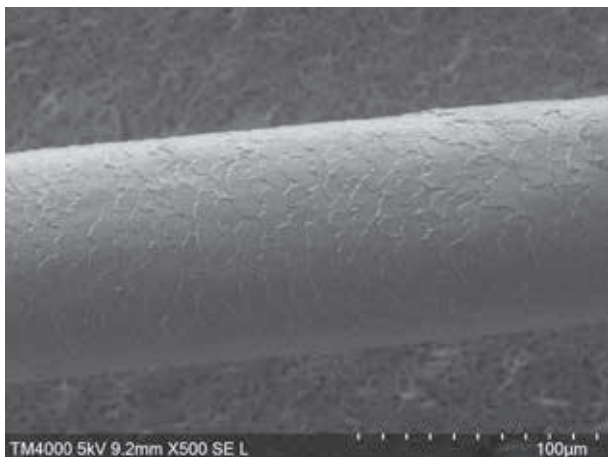


図5 髪の毛のSEM画像(二次電子像)

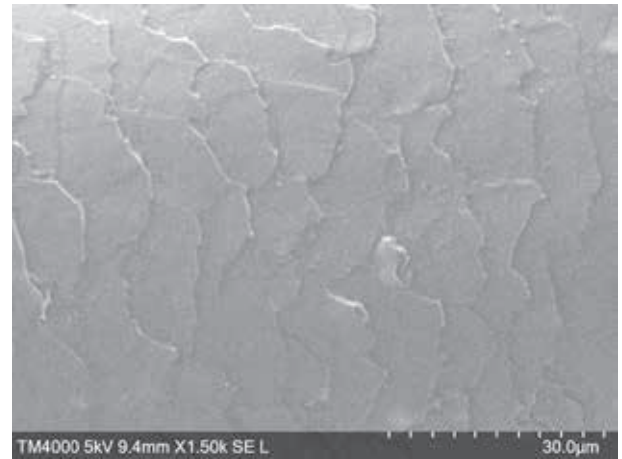


図6 髪の毛のSEM画像(二次電子像)

最後の図7はリキッドファンデーションのSEM画像です。この画像は、凹凸像を結像する二次電子像ではなく、組成像を結像する反射電子像です。組成の異なるものが海島構造になっている様子がわかります。海であるグレー部分が油分、その中に点状する白い粒子が金属系添加剤、直径3μm程度である島部分が水分であると考えられます。

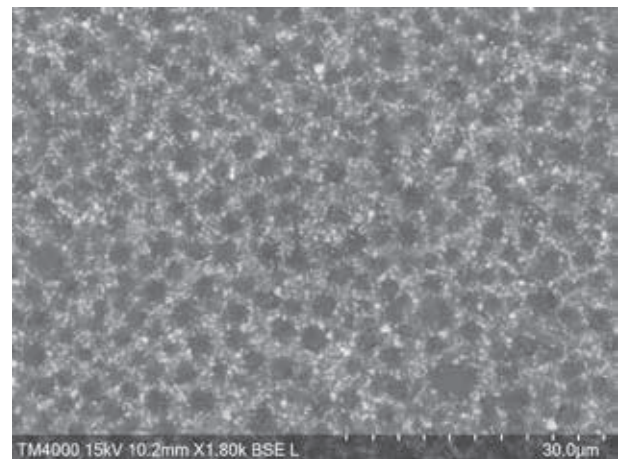


図7 リキッドファンデーションのSEM画像(反射電子像)

最後に

このようにクールステージを使うことによって、これまでと同じサンプルであってもこれまでとは違う観察ができる可能性があります。操作も簡単ですので、ご興味を持たれた方はぜひご利用ください。

参考

- 1) 材料科学技術振興財団. “液体中微粒子の構造・分散具合評価(C0215). <https://www.mst.or.jp/casestudy/tabid/1318/pdid/134/Default.aspx>, (参照2024-10-22)

問い合わせ

(長浜庁舎) 岡田、永濱 TEL 0749-62-1492

■ 新規装置導入のお知らせ(予告)



紫外可視近赤外分光光度計(メーカーサイトから引用)

メーカー 株式会社島津製作所

機種 UV-3600i Plus

当センターでは、企業のみならず、研究、品質管理等にご利用いただくために、紫外可視近赤外分光光度計を導入します。プラスチックフィルムの紫外線吸収特性の評価等、様々な測定に対応しております。詳細は、導入後速やかに当センターホームページ等でお知らせします。

■ 県庁物販会



開催日：令和6年7月11日、12日

場所：滋賀県庁

県内繊維産地のPRを目的に、産地組合が滋賀県庁にて展示・即売会を行いました。この取組は滋賀県繊維協会(事務局：センター)が毎年この時期に実施しているものです。

県庁職員のみならず、楽しみにしていただいている近隣にお住まいの方もおられ、湖東の麻、高島の縮(ちぢみ)など、夏を涼しく過ごすための生地、長浜の浜ちりめん生地を使った小物を手に取って、その肌触りのよさを感じてもらうことができました。また、今年は、浜ちりめんの着物や近江の麻の反物なども展示し、各産地の魅力を発信することができました。センターは今後も地場産地と連携して、産地の魅力発信をしていきます。

■ 滋賀県立大学工学部交流会



開催日：令和6年9月24日

場所：滋賀県立大学 生協カフェテリア(A2棟1階)

滋賀県立大学工学部の研究室の研究内容・技術シーズを発表するとともに、同大学教員・学生と地域企業が交流することを目的とした交流会に参加し、センターの紹介および企業との共同研究の成果について展示しました。同大学と連携している企業を中心に、県内外から多くの参加者があり、当センターの広報を行うことができました。今後も、地域企業のニーズと県内大学のシーズの橋渡しを進めて参ります。