

TECHNO NEWS

滋賀県東北部工業技術センター
テクノニュース
Vol.71-2020/11

目次

- P1 事業紹介
新型コロナウイルス感染症対策に関する
支援事業
- P2 技術解説
計測のいろは
- P4 研究紹介
合わせガラス中間膜シート用材料を活用
した革新的リサイクル技術の開発
- P6 機器紹介
高温GPCシステム
織度測定器

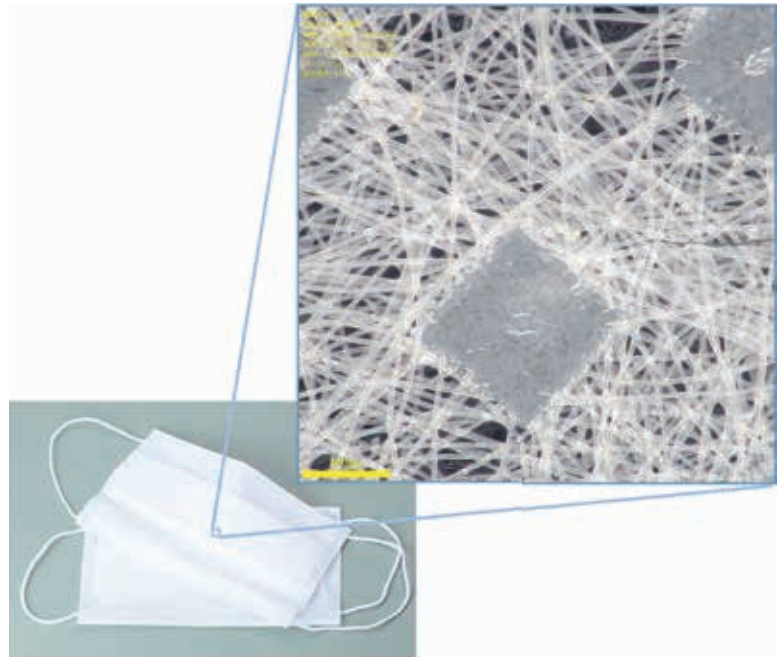
事業紹介

新型コロナウイルス 感染症対策に関する 支援事業

新型コロナウイルス感染拡大の影響を受けている県内製造業を支援するため、当センターでは以下の事業により設備の導入を行います。なお、本事業は「新型コロナウイルス感染症対応地方創生臨時交付金」(内閣府)を活用して実施します。

■衛生関連製品生産開発支援事業

新型コロナウイルス感染拡大により、マスク・フェイスシールドなど衛生関連製品・部材の開発・事業化を図る際に円滑な推進を行えるよう、評価・試作環境を整備します。



不織布マスクの拡大観察(デジタルマイクروسコープ)

導入設備

- ・デジタルマイクروسコープ(不織布やフィルム等の観察)
- ・高速液体クロマトグラフ(抗菌剤の残留量等を測定)
- ・小型押出成形機(医療用容器などに用いる材料に抗菌剤を練りこむ等の材料開発)

■製造自動化支援事業

「コロナ後」の製造業においては、ロボット・AI・IoTなどを活用し自動化・デジタル化を推進することが不可欠です。本事業では、地場産業であるバルブや鋳造を始めとする製造業の自動化における導入実験を支援するための自動化モデル設備を整備します。

導入設備

- ・実証用ロボット(ロボットを用いたテスト環境の整備による自動化技術導入の実証実験や人材育成)
- ・IoTクラウドサーバシステム(サーバー環境整備)
- ・放射温度測定システム(鋳造などの非接触温度測定)
- ・画像計測装置(機械部品などの非接触自動測定)

11月から順次設備を開放予定です。皆様のご利用をお待ちしております。

問い合わせ

衛生関連製品生産開発支援事業

(長浜庁舎)三宅 TEL 0749-62-1492

製造自動化支援事業

(彦根庁舎)深尾 TEL 0749-22-2325

計測のいろは

設計者は他の部品との組付けや動作、耐久性など必要な機能を発揮するよう各部品の形状や公差を設計し、図面を作成します。図面を基に製造される部品は指示通りでき上がっていないと本来の機能を発揮することができません。そのため、形状計測技術はモノづくりを行ううえで欠かせないものとなります。形状計測を行う際に測定対象物のサイズ、必要な精度に対して、測定機を適切に選択することが重要です。本記事では測定機の見分けの一助となるよう、当センターで保有している代表的な形状計測設備の特徴について解説します。

■ 三次元測定機

図1に三次元測定機(株式会社ミツトヨ製BRT910)を、表1にその仕様を示します。本設備は先端にボールが取り付けられた触針先端を測定形状に接触させ、その座標を一点測定する方法が基本となります。これを手動またはコンピュータ制御により複数回繰り返し、その点群に対して直線や円、円筒などの形状をフィッティングして寸法を計測します。この測定機は測定可能範囲が広く、大きなワークの測定も可能となっており、直線や円などの各種寸法から平面度などの幾何公差までマルチな形状測定に対応しています。ただし一点ずつプローブを接触させるため大量の点の測定には時間がかかります。

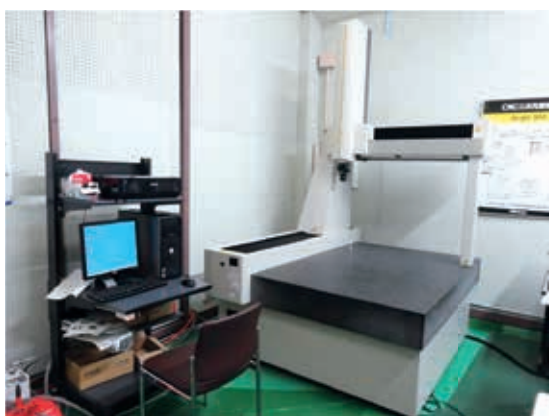


図1 三次元測定機

表1 三次元測定機仕様

測定範囲	X:900mm, Y:1000mm, Z:600mm
測定精度	$(4+4L/1000)\mu\text{m}$ L=任意2点間の寸法(mm)
プローブ角度	A軸 $0^\circ \sim 105^\circ$, B軸 $-180^\circ \sim 180^\circ$

■ 表面性状測定機

図2に表面性状測定機(株式会社ミツトヨ製SV-C3100H4)を、表2にその仕様を示します。本測定機は触針先端をワーク表面に接触させX方向(水平方向)に移動させたときのZ方向(高さ方向)の触針先端の変位を測定します。ユニットの交換により輪郭形状(外形)と表面粗さ(面の状態)のどちらの測定も可能です。三次元測定機に比べ対応可能なワークのサイズが小さく、一直線上の形状しか測定できませんが高分解能・高精度な測定が可能です。



図2 表面性状測定機

表2 表面性状測定機仕様

輪郭形状測定

測定範囲	X:100mm Z1:50mm(水平位置より $\pm 25\text{mm}$)
指示精度	X: $\pm(1+0.01L)\mu\text{m}$ L=駆動長さ(mm)
	Z1: $\pm(2+[4H]/100)\mu\text{m}$ H=水平位置からの測定高さ(mm)
測定力	30mN(スタイラス先端:先端半径 $25\mu\text{m}$)
追従角度	登り 77° 下り 87° (面性状による)

表面粗さ測定

測定範囲	X:100mm 粗さ検出器: $80\mu\text{m}, 80\mu\text{m}, 8\mu\text{m}$
測定力	0.75mN(スタイラス先端: 60° R $2\mu\text{m}$)
分解能(粗さ検出器)	$0.01\mu\text{m}(80\mu\text{m}), 0.001\mu\text{m}(80\mu\text{m}), 0.0001\mu\text{m}(8\mu\text{m})$

■非接触微細形状測定機

図3に非接触微細形状測定機(アリコナ社製Infinite Focus SL)、表3にその仕様を示します。非接触微細形状測定機は非接触でワークの表面形状を測定します。測定結果は3D形状データとして出力されます。このデータをSTL形式(3Dデータのフォーマットの一つ)に変換した後、寸法計測や3D CADデータとの比較に使用することが可能です。測定機の構造上、基本的な測定はXYテーブルに対して上からの測定になりますが、ロータリーテーブルの使用により軸物の全周3D測定も可能です。本測定機は測定精度が高く、短時間で大量のワーク表面の三次元座標を得ることが可能です。ただし、光沢のあるワーク表面の場合はデータが取れない場合があります。また、測定範囲やワーク最大重量が限られるため三次元測定機や3Dデジタイザに比べ、小さめのワークが対象となります。

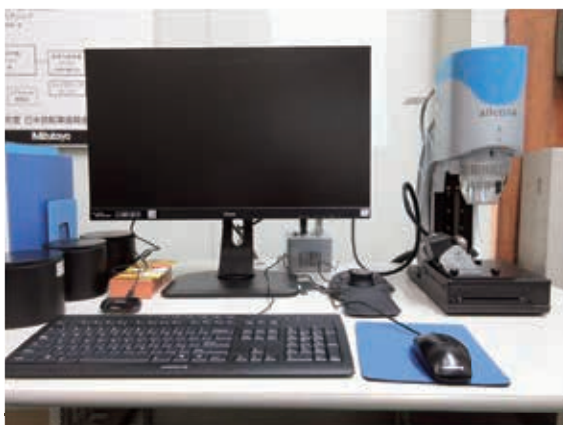


図3 非接触微細形状測定機

表3 非接触微細形状測定機仕様

機器

測定範囲	X:50mm, Y:50mm, Z:25mm
ワーク最大重量	4kg(ロータリーテーブル使用時0.5kg)
対物レンズ倍率	10倍、20倍

対物レンズ

10倍

最高垂直解像度	100nm
視野	X:2mm, Y:2mm

20倍

最高垂直解像度	50nm
視野	X:1mm, Y:1mm

■3Dデジタイザ

図4に3Dデジタイザ(スタインベクラー社製COMET L3D-8M)、表4にその仕様を示します。3Dデジタイザは非接触でワークの表面形状を測定可能です。一度の測定でワーク表面の三次元座標が大量に得られるため短時間で測定物の全体形状を取得できます。また、一度に必要な形状を測定できない場合はワークを回転テーブルに乗せ、複数回測定してデータをつなぎ合わせるにより全体形状を得ることが可能です。ただし、試料表面の色や光沢によってはデータが取れない場合があります。このデータをSTL形式に変換した後、寸法計測やCADとの比較、リバースエンジニアリング(3D CADデータ化)などに使用可能です。この測定機は先程の非接触微細形状測定機に比べて分解能は低くなるものの、大きなサイズのワークが測定可能です。

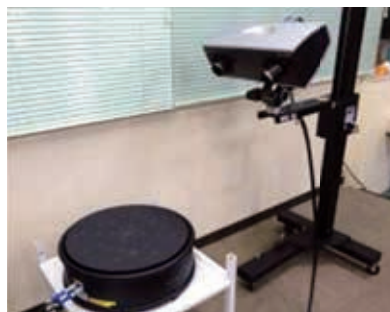


図4 3Dデジタイザ

表4 3Dデジタイザ仕様

CCDレンズ	800万画素
1ショット最大測定範囲 (括弧内は点間距離)	75mmレンズ: 80×60×40mm(0.024mm)
	150mmレンズ: 140×105×80mm(0.042mm)
	300mmレンズ: 325×240×200mm(0.100mm)
	600mmレンズ: 565×425×350mm(0.172mm)
回転テーブル	φ400mm

■まとめ

今回、当センターで保有する形状測定機についてそれぞれの特長を紹介しました。測定機を選択するうえで、まず基準となるのがワークのサイズと測定精度です。基本的に測定機の測定可能サイズと測定精度はトレードオフであり、今回の各測定機の仕様を参考にいただければと思います。

実際にこれらの機器を使用して測定をされる際には、測定方法や評価方法も含めて提案いたしますので、お気軽にお問い合わせください。

問い合わせ

(彦根庁舎) 間瀬、水谷

TEL 0749-22-2325

合わせガラス中間膜シート用材料を活用した 革新的リサイクル技術の開発

ポリビニルブチラール樹脂 (PVB) は合わせガラス中間膜の代表的素材であり、ガラスの割れ・飛散防止等を目的に、自動車フロントガラスや建築用ガラスなどに利用されています。現在当センターでは、PVBをはじめとするポリビニルアセタール樹脂の新たな利活用技術の開発を県内企業と共に進めています。今回はその一部をご紹介します。



■ PVB中間膜についてリサイクルの現状

製造工程の端材、使用後の車や建築廃材に含まれる合わせガラスで使用されているPVB製中間膜(以下、中間膜)の量は国内で年間数千トン以上とされています。過去、その処理方法の一つとして、合わせガラスの構成部品であるガラスと中間膜をきれいに剥離(分離)し、ガラスと中間膜をそれぞれリサイクルする技術が提案されました¹⁻²⁾。にもかかわらず、現在、それらの多くはリサイクルではなく、燃焼や埋め立てにより処理されている状況であると言われています。

その理由の一つに、近年の合わせガラス高付加価値化の流れを受けて中間膜自体が多機能化(多層化・多成分化)したため、再利用時に膜の透明性を維持できなくなってきたことが挙げられます。すなわち、中間膜以外への有効な利活用方法が見い出されていないことから、コストを掛

けて剥離し、リサイクルするだけのメリットがないとされているという状況です。廃プラスチック・CO₂排出量の削減の必要性が謳われる現在、使用済中間膜の“中間膜以外への”利活用技術、すなわち機能性付与技術を開発することが中間膜の利用価値を高め、マテリアルリサイクルの促進、ひいてはプラスチックの一種である中間膜の廃棄量削減に繋がると考えられます。そのため、当センターでは、中間膜の新たな利活用技術開発を県内企業と共同で実施し、新たなマテリアルフローの構築を目指しています(図1)。

■ 革新的リサイクル技術の開発

研究の目的と内容

本研究では、「既存のプラスチック成形関連設備をそのまま用いて」「簡単に」中間膜を利活用する技術を開発することを目的に、ポリエチレン(PE)やポリプロピレン(PP)等の汎用プラスチックと中間膜とをブレンドし、実用性能を有する材料開発を行っています。

中間膜の一般組成

中間膜を構成する主な樹脂成分であるPVBは、プラスチック材料の一種です。PVBは、接着剤や洗濯のりとして用いられているポリビニルアルコールを原料とし、分子鎖の一部にブチラール基や酢酸基が含まれる構造³⁾をしています。

さらに、このPVBに主としてエステル系の液体可塑剤を数10wt%添加し、シート化することで、常温付近で柔軟かつ強靱な中間膜が形成されます⁴⁾。

すなわち、中間膜として用いられているPVBには液体可塑剤が含まれていることから、同膜のリサイクルの実現には、「液体可塑剤が含まれるPVB系複合材料のリサイクル技術の開発が必要である」と捉えることができます。

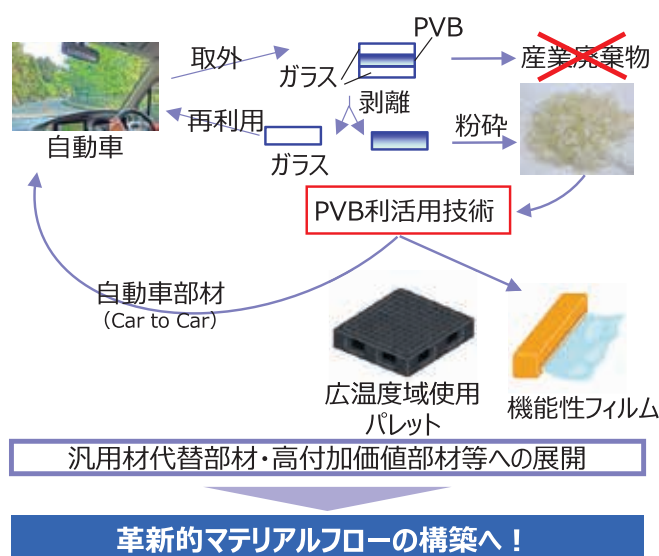


図1 目指す革新的マテリアルフロー

ポリエチレンとのブレンド

中間膜材料をポリエチレン(PE)にブレンドし、当センター保有のフィルム成形機(図2)によりフィルム化することを試みました。ブレンドプロセス、フィルム成形プロセスいずれも問題なく進行し、連続的にフィルムを得ることができました。しかしながら、得られたフィルムの表面は非常にベタつきがあり、その程度は時間が経過するに従い悪化するなど、製品としてはとても使用することができないような状態でした。



図2 フィルム成形機

これは、非極性樹脂であるPEと、中間膜に含まれる比較的極性の高いエステル系の液体可塑剤との親和性が悪く、両者をブレンドした結果、液体可塑剤が系外に排出(ブリード)されたことによると考えられました。

そこで、液体可塑剤の系外へのブリードを抑制するため、種々の方法を試みました。その結果、PEとエステル系可塑剤の中間的な性質を有する添加剤を少量添加したところ、添加剤量の増大に従いブリードが著しく低下し、手触りや取扱いが極めて良い良好なPE系ブレンドフィルムを得ることに成功しました⁵⁾。この添加剤は汎用的に使用されている材料であることから、本方法は、低コストで極めて効率的に中間膜を利活用できるプロセスであると考えられます。



図3 開発PEフィルム

ポリプロピレンとのブレンド

既報⁶⁾のとおり、当センターでは、中間膜素材にラジカル発生剤を加えると、アクリロニトリル-スチレン樹脂(AS)ブレンドの耐衝撃特性が向上することを見出しています。そこで、ポリプロピレン樹脂(PP)ブレンドにもラジカル発生剤を添加し、その影響を調査しました。

中間膜素材100重量部に対し、ラジカル発生剤としてジクミルパーオキシド(日油株式会社製パークミルD[®])、あるいは2,5-ジメチル-2,5-ジ(t-ブチルペルオキシ)ヘキサ

(化薬アクゾ株式会社製カヤヘキサAD[®])をそれぞれ2重量部配合して得られたものとPP(日本ポリプロ株式会社製ノバテック[®] EA9)を、PP/中間膜素材=75/25(wt/wt)で混合し、得られたサンプルの耐衝撃値を-40℃から23℃までの任意の温度で測定しました。結果をPPのみの結果と併せ図4に示します。

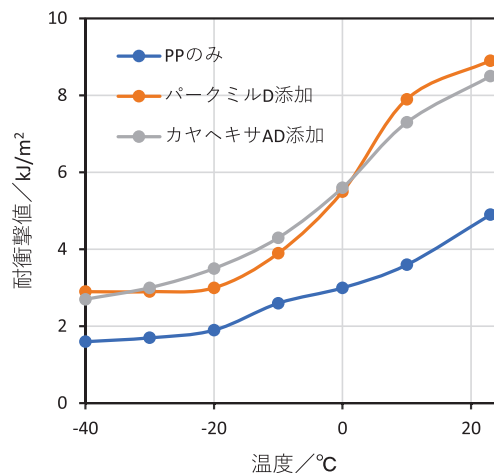


図4 工程端材中間膜とPPとのブレンドサンプルの種々の温度におけるアイゾット衝撃値
材料配合割合：PP/PVB中間膜=75/25 (wt/wt)

ラジカル発生剤の種類によらず、測定温度の全域で開発品の衝撃値は母材であるPPを上回る傾向となりました⁷⁾。これは、中間膜が機能性添加剤としてマテリアルリサイクル可能であることを示唆する結果であると考えられます。

今後の予定

中間膜がPEやPPなどの汎用樹脂に対する添加剤として使用可能であることを見出したことから、今後は、県内外の企業と連携しながら、本技術の実用化に向けた検討を継続する予定です。本技術にご興味のある企業の方、使ってみてほしいとお思いの方はお気軽にお問い合わせください。

<参考文献>

- 1) http://www.mstc.or.jp/business/docs/report/h18_itag_arasu-s.pdf
- 2) <http://www.3r-suishinkyogikai.jp/data/event/H23S2.pdf>
- 3) <https://www.kuraray.co.jp/products/question/pvb>
(1)~(3) 最終閲覧日:2020年10月6日)
- 4) 特許第4712122号
- 5) 特願2020-040743にて出願中
- 6) 特許第6031648号
- 7) 特願2020-037368にて出願中

問い合わせ

(長浜庁舎) 神澤
TEL 0749-62-1492

高分子化合物の 分子量測定

～高温GPCシステムの紹介～

現代社会においてなくてはならない高分子化合物。この高分子化合物の特徴を説明するうえで、分子量の話は欠かすことができません。特に、分子量の変化が材料特性に影響を与えることがあるため、高分子化合物の分子量は重要な評価項目の一つです。また、単一分子量の低分子化合物とは異なり、高分子化合物の分子量は分布を有するため、一般に平均分子量で評価されることも高分子化合物の特徴といえます。本稿では、高分子化合物の分子量測定の有効な手法であるGPC (Gel Permeation Chromatography; ゲル浸透クロマトグラフィー) 法について解説します。また、当センターに新たに導入した高温GPC測定装置を紹介いたします。

■ GPC法の原理

GPC法は、高分子化合物の分子量測定法として最も広く用いられている方法で、SEC (Size Exclusion Chromatography; サイズ排除クロマトグラフィー) 法と呼ばれる液体クロマトグラフィーの1つで、近年ではSEC法と呼ばれることが多くなっています。



図1 GPC測定装置の概略

GPC装置の概略図を図1に示します。溶離液(有機溶剤)が、ポンプで加圧されカラムの中を通ります。カラムの直前から分析対象である高分子化合物の溶液(試料溶液)を注入すると、溶離液の流れに乗ってカラム内を通過します。このとき、カラム内部に充填されている微粒子と試料との間で相互作用が生じます。微粒子に吸着されやすい試料はカラムを通過するのに時間を要します。逆に微粒子に吸着されにくい試料はカラムを速やかに通過します。この通過するために要した時間を保持時間といいます。また、試料が流出するために要した溶離液量のことを保持容量と呼ぶこともあります。この保持時間(保持容量)と分子量との間に相関があります。



図2 カラム充填材(微粒子)のモデル

GPCの場合、分子サイズが大きな場合、カラム内を速やかに通過します。逆に、分子サイズが小さな場合には、ゆっくりとカラム内を通過します。この説明に図2のモデルが使われることがあります。サイズの異なる3つの分子が、カラムに導入されます。カラムに充填されている充填材には微細な孔が開いており、サイズの小さな分子は孔の奥深くまで入り込みます。一方、サイズの大きな分子は孔の奥まで入り込むことができないため、溶離液に乗って速やかに出口に向かいます。したがって、一般にGPCでは分子量の大きな分子ほど早く溶出します。ただし、高分子鎖の分岐や官能基の有無が、分子サイズに影響を与えるため、一般的にはポリスチレンに換算した分子量が用いられます。

■ 分子量の活用

高分子化合物の分子量はさまざまな場面で高分子材料の評価に活用されています。その例を示します。

- 重合に関する評価
 - 高分子化合物を合成する際、原料の仕込み量、合成条件などを制御することで、目的とする分子量分布の化合物が得られるか確認するために用います。
- 高分子劣化の評価
 - 解重合(加水分解)や酸化劣化などで、分子量が変化するため、高分子劣化の指標として用いられます。
- 機械的特性の評価
 - 高分子化合物は、多くの場合、分子量と機械的性質との相関があるため、分子量から機械的特性の評価を行います。

■ GPCによる分子量測定に関する規格

高分子材料の分子量測定方法に関しては次に掲げる規格が制定されており、解析方法なども記載されていますので、詳細な事項に興味をお持ちの方は規格をご覧ください。

プラスチック-サイズ排除クロマトグラフィーによる高分子の平均分子量及び分子量分布の求め方
第1部：通則

JIS K 7252-1：2016 (ISO 16014-1：2012)

第2部：ユニバーサルキャリブレーション法

JIS K 7252-2：2016 (ISO 16014-2：2012)

第3部：常温付近での方法

JIS K 7252-3：2016 (ISO 16014-3：2012)

第4部：高温での方法

JIS K 7252-4：2016 (ISO 16014-4：2012)

第5部：光散乱検出による方法

JIS K 7252-5：2016 (ISO 16014-5：2012)

■ 高温GPCについて

GPCでは、溶離液としてクロロホルムやテトラヒドロフランがよく使われます。しかし、ポリオレフィン(ポリエチレン、ポリプロピレン等)は、これらの溶媒に溶解しません。ポリオレフィン等、常温の溶媒に溶けない試料の場合には、高温の塩素系溶媒に溶解させて測定します。当センターでは、*o*-ジクロロベンゼンを溶媒として用いています。

■ 新規導入装置(高温GPCシステム)

このたび、当センターでは新たに高温GPCシステムを導入しました(図3)。仕様は表1のとおりです。



図3 新規導入した高温GPCシステム

表1 高温GPCシステムの仕様

メーカー	東ソー株式会社
型式	HLC-8321GPC/HT
仕様	測定温度: 140°C 検出器: 示差屈折計(RI) 使用溶媒: <i>o</i> -ジクロロベンゼン 分画範囲: 500-10,000,000 カラム: Waters Styragel HT6E " HT4 " HT3 (3連)

■ 高温GPCによる分析例 ～光照射による分子量低下～

ポリエチレンシートについて、屋外で1年間暴露したものを、および室内暗所で保管したものを、それぞれ高温GPCによる測定を行い、結果を比較しました(図4)。

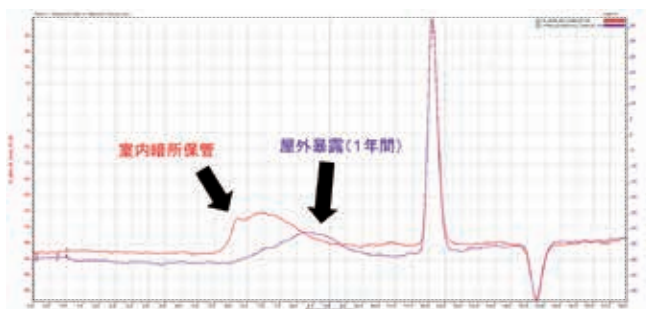


図4 屋外暴露有無のGPC測定結果の比較

室内暗所保管した試料に比べて、屋外暴露した試料では、当該のピークの溶出時間が遅くなっている(右側にずれている)ことがわかります。このことから、屋外暴露によって分子量が低下した、すなわち分子量の低下を伴う劣化が生じていることがわかります。ここで紹介したのは顕著な例ですが、このように分子量の比較により劣化の程度を調べられる可能性があります。

【参考文献】

日本分析化学会編, 新版 高分子分析ハンドブック, p.45-51 (1995).

問い合わせ

(長浜庁舎) 上田中

TEL 0749-62-1492

織度測定器

当センターでは、県内企業の皆様を中心に基礎研究や製品開発・品質管理に活用していただける機器などを整備しております。この度、「織度測定器」を更新しましたのでご紹介いたします。

織度とは繊維又は糸の太さのことであり、この織度測定器は試料の織度を最短25mmの糸長から測定できます。

■糸の太さとは

糸は繊維の集合体で、その断面形状は円形ではなく、長さ方向も一様ではないため、糸の太さをその直径や幅で表すことは厳密にはできません。そこで、糸の長さとお重さの関係から、織度または番手で糸の太さを表します。織度は、生糸(絹)や化学繊維などのフィラメント糸(長繊維)に用いられます。番手は、綿・毛・麻・化学繊維などの紡績糸(短繊維)に用いられます。

織度は、恒長式番手といい、国際標準化機構(ISO)では、糸および繊維の太さの表示を「一定長L=1,000mの重量1gを1tex(テックス)」と定めています(テックス番手)。絹糸でよく用いられているデニール番手も恒長式番手です。この場合は、一定長L=9,000mの重量1gが1デニールです。

恒長式番手の他に一定重量の糸の長さで比較する恒重式番手もあります(綿番手、麻番手、メートル番手)。

通常、織度や番手は、コーンやチーズに巻かれた糸から検尺機(当センター所有検尺器は1周1.125m)を用いて90~900mの糸を測りとり、その重さにより求めます。

■仕様

本機器は、試料の固有振動数(周波数)とあらかじめ設定された張力(重さ)及び試料長をもとに織度(デニール値及びテックス値)を算出します。

糸長25mm以上であれば糸の太さの測定ができることから、簡易的に糸の織度を調べたり、織物のはぎれをもとにした素材開発や難物の解析などに活用することができます。

織度測定器の仕様は、右表のとおりです。



図 織度測定器

表 織度測定器仕様

メーカー	サーチ(株)
型式	DC-21A型 織度測定器 DENICON
仕様	測定対象:フィラメント糸および紡績糸 測定範囲:0.8~300デニール, 0.09~34テックス 測定精度:±2%(指示値に対して) サンプル数:最大999本 測定方法:オートパイブル法 試料全長:25mm,38mm,75mm以上 測定試料長:12.5mm,25mm,50mm 張力:コイルバネ式ウェイト0.08~20.0g

ご興味をお持ちの方は、お気軽にお問い合わせください。

問い合わせ

(長浜庁舎) 山田

TEL 0749-62-1492