

平成 25 年度戦略的基盤技術高度化支援事業

「高感度微小酸化計測技術を用いた自動車・情報家電向けエンジニア
リングプラスチック材の高効率な再生材利用技術の開発」

研究開発成果等報告書

平成 26 年 3 月

委託者 東北経済産業局

委託先 株式会社インテリジェント・コスモス研究機構

目 次

第 1 章	研究開発の概要	1
1.1	研究開発の概要	1
1.1.1	研究開発の背景	1
1.1.2	研究の目的	1
1.2	研究体制	2
1.2.1	研究組織および管理	2
	(1) 研究組織（全体）	2
	(2) 管理体制	2
1.2.2	研究者氏名	4
1.3	成果概要	5
1.3.1	プラスチック材・リサイクル材評価に適した機能を付加した 微弱発光検出装置を開発	5
	(1) 250℃対応高温試料室の開発	5
	(2) 350℃対応高温試料室および昇高温制御機能付き試料室開発	5
	(3) 装置のまとめ	5
1.3.2	最適分析条件の検索と分析ソフトウェアの開発	5
	(1) 化学発光測定のお最適分析条件の検索	5
	(2) 分析ソフトウェアの開発	6
1.3.3	プラスチック材・リサイクル材の機械的、物理的計測に 微弱発光検出を加えた定量評価技術の開発	6
	(1) リサイクル混合比率と酸化安定性のデータベース作成	6
	(2) リサイクル材に対する添加剤の効果判定技術の確立	7
1.4	当該プロジェクトの連絡窓口	7
第 2 章	本論	8
2.1	プラスチック材・リサイクル材評価に適した機能を付加した 微弱発光検出装置を開発	8
2.1.1	250℃対応高温試料室の開発	8
	(1) 実現課題	8
	(2) 実現に向けた各種実験と結果	8
2.1.2	350℃対応高温試料室および昇高温制御機能付き試料室開発	8
	(1) 実現課題	8
	(2) 実現に向けた各種実験と結果	8
	① 耐熱材料の検討	8
	② 光学フィルターのテスト	8
	③ ノイズ低減	9
	④ 350℃対応高温試料室および昇降温制御機能付き試料室開発	9
	⑤ 昇温制御ソフトの開発	9

⑥	高温対応安価シャーレの実現	9
(3)	装置まとめ	10
2-2	最適分析条件の検索と分析ソフトウェアの開発	10
2.2.1	化学発光測定の実験条件の最適化	10
(1)	第1段階：樹脂劣化度合いと化学発光計測条件の関係性の確認	10
(2)	第2段階：PC、PPの化学発光計測による劣化評価の最適計測条件の検索	11
(3)	第3段階：PA6、PBTの化学発光計測による劣化評価の最適計測条件の検索と、PP、PCの最適計測条件のリファイン	11
2.2.2	分析ソフトウェアの開発	12
(1)	酸化開始時間・温度算出、活性化エネルギー等の自動計算機能付きソフトウェアの開発	12
2.3	プラスチック材・リサイクル材の機械的、物理的計測に極微弱光検出による計測を加えた定量評価技術の確立	13
2.3.1	リサイクル混合比率と酸化安定性のデータベース作成	13
(1)	PP(ポリプロピレン)の結果	13
(2)	PC(ポリカーボネート)の結果	14
(3)	PA(ポリアミド)の結果	16
(4)	PBT(ポリブチルテレフタレート)の結果	16
(5)	ポリプロピレンにおけるリサイクル混合比率毎の化学発光計測	17
(6)	成形工程を付加したリサイクル材の化学発光計測	17
2.3.2	リサイクル材に対する添加剤の効果判定技術の確立	18
(1)	PP(ポリプロピレン) + 酸化防止剤の結果	18
(2)	PC(ポリカーボネート) + 酸化防止剤の結果	19
(3)	PA(ポリアミド) + 酸化防止剤の結果	20
第3章	全体総括	21
3.1	プラスチック材・リサイクル材評価に適した機能を付加した微弱発光検出装置を開発	21
3.2	最適分析条件の検索と分析ソフトウェアの開発	21
3.3	プラスチック材・リサイクル材の機械的、物理的計測に極微弱光検出による計測を加えた定量評価技術の確立	22
3.4	研究開発後の課題と事業化展開	22

第1章 研究開発の概要

1.1 研究開発の概要

1.1.1 研究開発の背景

自動車や情報家電メーカーにおいて「環境負荷低減」と「材料費抑性」は海外メーカーとの熾烈な戦いを勝ち残るための「必須条件」であり、成形のサイクルタイムを短縮化（ハイサイクル）する等、生産の効率化を図っているが更なる極限までのコスト削減のためには工場排出廃プラスチックの再利用、すなわち再生材の活用が不可避である。

再生材価格は新材（バージン材）の1/3～1/8であることから、この再生材を多く活用することで、コストの低減が見込める。現状、材料の種類や製品の形状・機能にもよるが、平均30%の割合で再生材をバージン材と混合して利用している例が多い。ただし、再生材利用により色の変化を伴い、製品の意匠性を損なう製品（例えばレンズ等）は、バージン材のみで生産される。川下企業はこの混合比率を数%でも上げたいのが実情である。

再生材混入に伴う物性評価を行うにあたっては、再生材料中の安定剤、添加剤、難燃剤などがリサイクル中にどのような劣化特性や化学反応を発現するのかを予測評価することが重要である。特に、再生材は、熱履歴等によって酸化劣化が進むが、微小酸化度の測定も一般的には行われていない。これら化学試験は、操作が煩雑で時間がかかるほか、酸化度測定に関しては、測定装置・手法が確立されていない。このため、再生材の化学的特性の評価は殆ど行われていない。再生材のロット毎に測定評価を全て行うには多くの時間と手間がかかる。そこで再生材の劣化状態を簡便に定量化し、再生材混合比率を決定できる高効率な再生材利用技術の確立が望まれている。再生材の酸化劣化度を簡便に定量評価することで新たな再生材評価技術を確立し、再生材使用率を高め、コスト低減と産業廃棄物の低減に結び付けるものであり、川下企業のニーズに答えるものである。

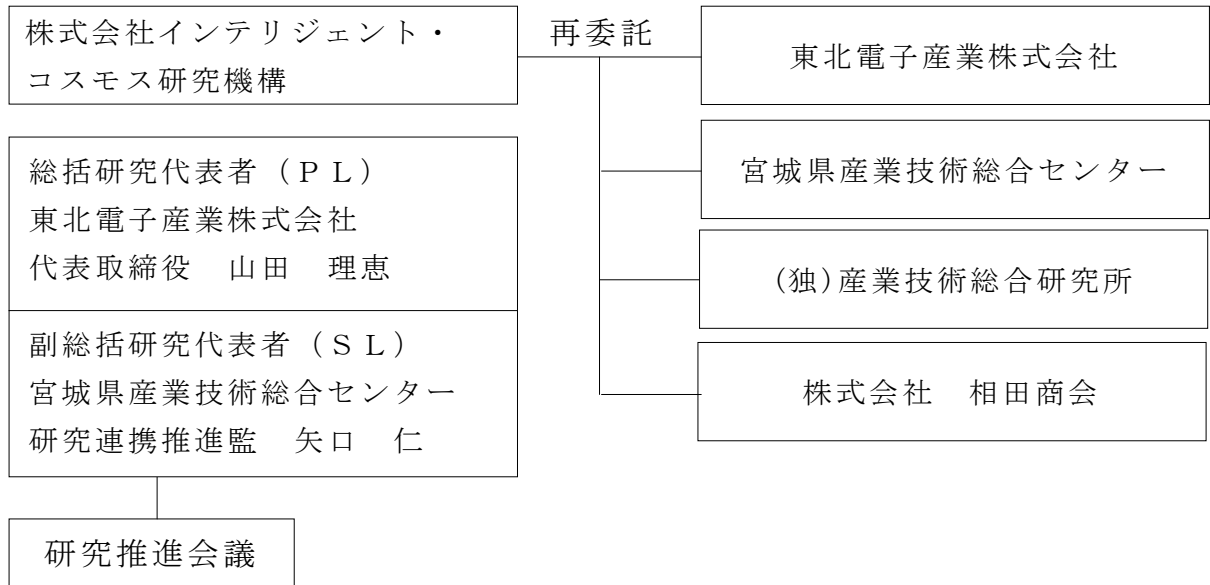
1.1.2 研究の目的

自動車・情報家電メーカーにおいて部品のコスト競争は益々激化している。再生材価格は通常約1/5であり如何に再生材を活用するかが鍵となっている。しかし再生材の酸化劣化度を早期に評価する手法は現在まだ無い。我々は予備研究で再生材の微小酸化度の評価に微弱発光計測が利用できることがわかった。そこで本計測技術で再生材の酸化劣化の定量評価を可能とし、再生材の利用向上に寄与する高効率な再生材利用技術の開発を行うことを目的とする。

1.2 研究体制

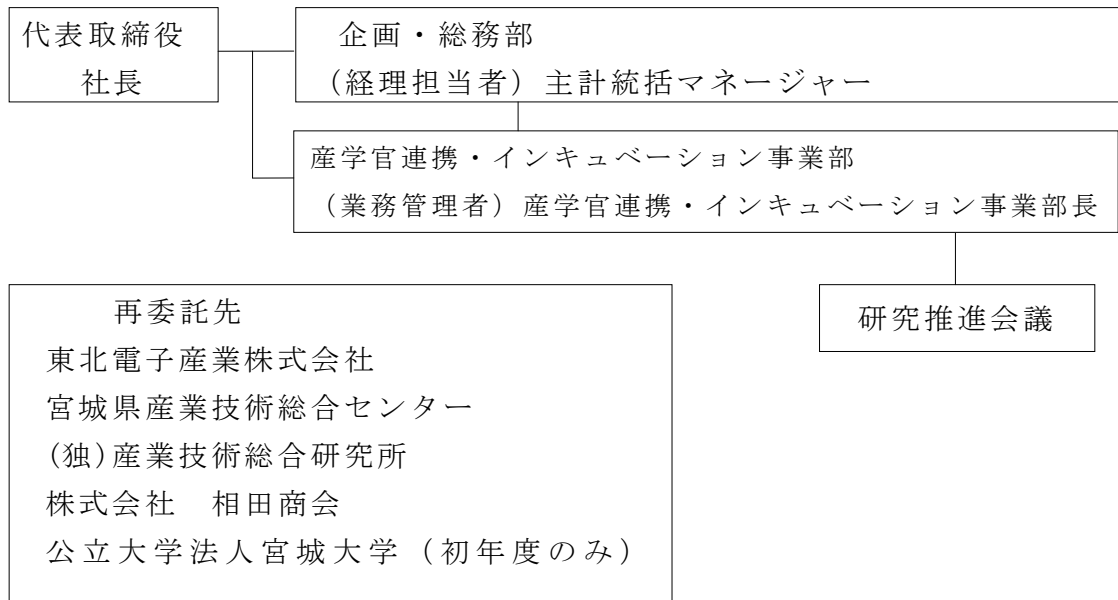
1.2.1 研究組織および管理体制

(1) 研究組織（全体）



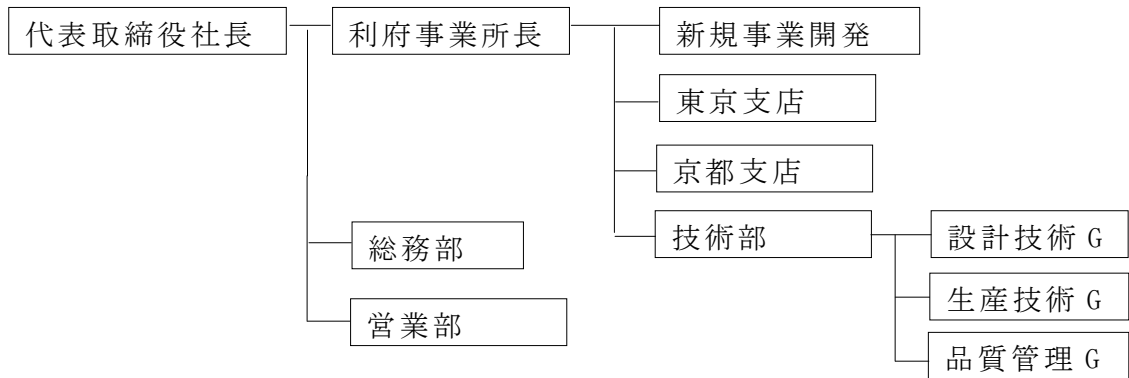
(2) 管理体制

① 事業管理者 [株式会社インテリジェント・コスモス研究機構]

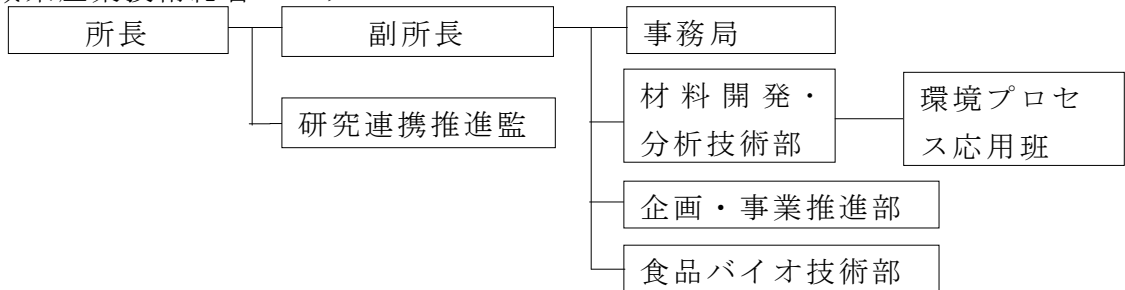


②（再委託先）

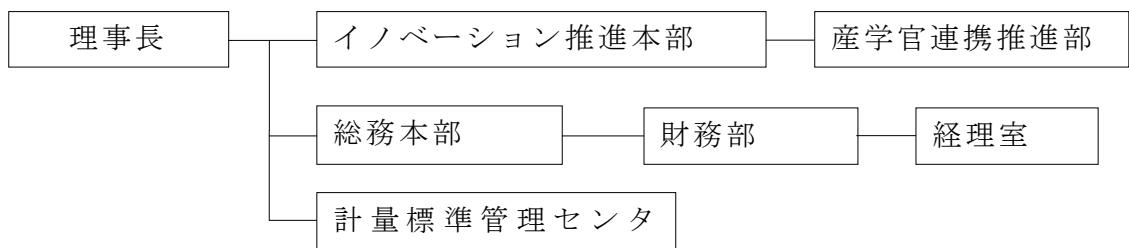
東北電子産業株式会社



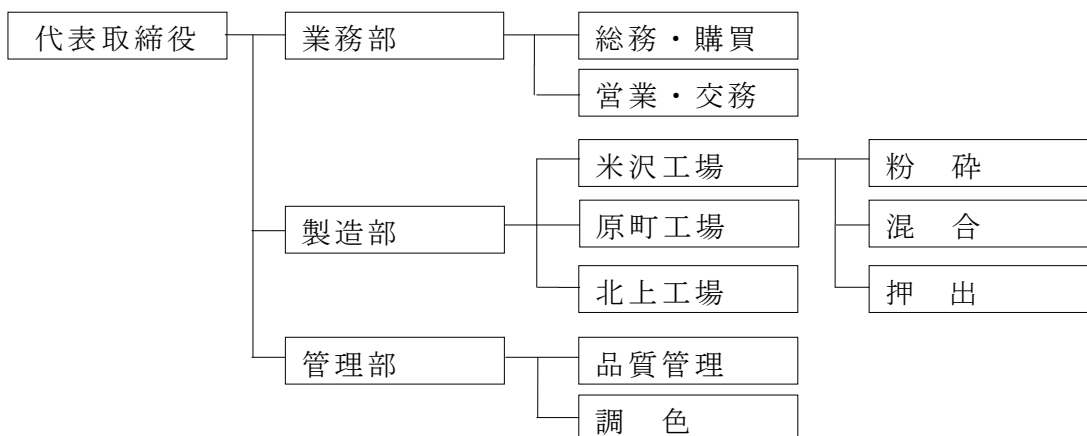
宮城県産業技術総合センター



独立行政法人 産業技術総合研究所



株式会社 相田商会



1.2.2 研究者氏名

東北電子産業株式会社

研究員等氏名	役 職
山田 理恵	代表取締役社長
熊谷 俊彦	技術部部長
斎藤 武	技術部課長
菅原 伸	技術部主任
伊藤 真理子	技術部
関野 翔	技術部
佐藤 哲	京都支店支店長
内藤 壽夫	技術顧問

宮城県産業技術総合センター

研究員等氏名	役 職
矢口 仁	研究連携推進監
守 和彦	企画・事業推進部部長
堀 豊	材料開発・分析技術部長
今野 政憲	総括研究員
佐藤 勲征	主任研究員
推野 敦子	技師
今野 奈穂	技師

独立行政法人 産業技術総合研究所

研究員等氏名	役 職
衣笠 晋一	計量標準管理センター計量研修センター センター長
松山 重倫	計量標準管理センター計量研修センター 主任研究員

株式会社相田商会

研究員等氏名	役 職
佐藤 健夫	代表取締役社長
折笠 政美	製造部押出課長
情野 強	押出課リーダー
佐藤 重吉	管理部課長
我妻 剛志	製造部課長

1.3 成果概要

1.3.1 プラスチック材・リサイクル材評価に適した機能を付加した微弱発光検出装置を開発

(1) 250℃対応高温試料室の開発

- ① 高温測定時の熱雑音低減を実現（光学フィルターの採用）、② 試料室周辺の材料検討（高温で安定な素材検討）を行った。

(2) 350℃対応高温試料室および昇降温制御機能付き試料室開発

以下の検討を行った。

- ① 耐熱材料の検討：各種素材の高温時発光確認を行い、ステンレス、アルミを選定した。
- ② 光学フィルターのテスト：熱輻射発光を除去するための光学フィルターを検討し、発光の低減を確認した。
- ③ ノイズ低減：PMT（光電子増倍管）および周辺部品を再検討し高温測定時の安定性を向上させた。
- ④ 350℃対応高温試料室および昇降温制御機能付き試料室開発：試料室内部およびサンプルシャーレの温度分布状態を三次元熱解析シミュレーターで解析し350℃対応の昇降温試料室を組み込んだ微弱発光検出装置の原型機の製作を行った。
- ⑤ 昇温制御ソフトの開発：制御ソフトウェアによる温度コントロールの安定性向上、昇降温速度制御を可能とした。
- ⑥ 高温対応安価シャーレの実現：高温で安定かつ安価なシャーレの検討を行い、前処理方法を含め販売方法まで決定した。

1.3.2 最適分析条件の検索と分析ソフトウェアの開発

(1) 化学発光測定の実験条件の最適化

ポリプロピレン及びポリカーボネートの材料劣化度評価に関する化学発光計測条件について検討した。

ポリプロピレン・ペレット新品（以下 PP-V と略）、及び PP-V を 300℃で 5 回押出した再生ペレット（以下 PP-300-5 と略）を試料とし、ケミルミネセンスアナライザー（以下、CLA と略）を用いて、窒素雰囲気下における化学発光を計測した。

PP-V の化学発光強度はバックグラウンド強度（試料室に試料をセットしないで計測した発光強度）と同程度であった一方で、PP-300-5 からは試料由来の強い化学発光が観察され、窒素雰囲気下における化学発光が試料に含まれる過酸化物質に由来することが示唆された。

PP-300-5 の化学発光強度について計測温度条件別に比較したところ比較的低温の計測温度で、低速の昇温速度で定速昇温した場合の発光強度および発光経過が再現性・定量性に優れていた。

同様に、新品ポリカーボネート・ペレット(以下 PC-V と略)、及び PC-V を 330℃で 10 回押出した再生ペレット(以下 PC330-10 と略)を試料とし、各種の計測温度及び昇温速度条件における化学発光を計測した。

PP-V 同様に、PC-V の化学発光強度はバックグラウンド強度(試料室に試料をセットしないで計測した発光強度)と同程度であった一方で、PC-330-10 からは試料由来の強い化学発光が観察され、窒素雰囲気下における化学発光が試料に含まれる過酸化物質に由来することが示唆された。

PC-330-10 の化学発光強度について計測温度条件別に比較したところ比較的低温の計測温度で、低速の昇温速度で定速昇温した場合の発光強度及び発光経過が再現性・定量性に優れていた。6 ナイロン (PA6) は、PP・PC よりも昇温速度を早くすることにより再生ペレットの押出し温度と押出し回数に相関がみられた。ポリブチレンテレフタレート (PBT) については、定速昇温で得られる幅広のピークをピーク分離することにより評価することが可能ではないかと思われ、多段保持温度昇温などによるピーク分離手法の更なる計測条件の検討が必要であることが解った。なお、PA6・PBT は、昇温モードでの計測条件の最適化をほぼ終了した。

(2)分析ソフトウェアの開発

昇温測定を行いながら、各機関からの化学発光測定の最適分析条件の検索結果および各機関からのデータ等情報収集を行い、分析ソフトウェアの調査検討、開発を行った。分析ソフトウェアとして、条件検索結果とデータ解析を進めながら、酸化開始時間 (OIT)、酸化開始温度 (OOT)、活性化エネルギーの自動計算機能付きの評価プログラムの開発に取り組んだ。また、開発した微弱発光検出装置の原型機のデータ計測ソフトウェアの画面表記が英文であったため、国内向けに販売した時は日本語表記であることが望まれ、ユーザーフレンドリーなソフトウェアへの開発にも取り組んだ。

1.3.3 プラスチック材・リサイクル材の機械的、物理的計測に微弱発光検出を加えた定量評価技術の開発

(1)リサイクル混合比率と酸化安定性のデータベース作成

ポリプロピレン (PP)、ポリカーボネート (PC)、ポリアミド (PA)、ポリブチレンテレフタレート (PBT) の各材料について、‘バージン材’と‘温度条件を変更して作製したリサイクル材’の酸化安定性、機械的強度と色差のデータベースを作成した。酸化安定性の評価項目は、開発装置による化学発光、DSC による酸化開始温度、メルトインデックサによる流動性、分子量分布 (PP と PC の一部材料のみ実施) とした。

PP、PC、PA (バージン材を除く) については、化学発光計測結果と押出回数に相関が得られた。PBT は材料中に含まれる低分子量物質の影響により、

単純な昇温測定では評価困難であることがわかった。PP のある条件でのリサイクル材においては、化学発光計測結果と機械的特性に一定の相関が見られ、PC と PA については、化学発光計測結果と色差の結果に相関が見られた。ポリプロピレンにおけるリサイクル混合比率毎の化学発光計測の結果、バージン材 100%試料の化学発光に比べ、リサイクル材の配合比率が増大するほど化学発光量が増加することがわかった。成形工程を付加したリサイクル材の化学発光計測した結果、成形工程を通ったリサイクル材は単なる押出材と比べて、大幅に発光量が増えていることがわかる。これは、成形時のせん断や滞留によって、酸化が進行しているためと考えられる。

(2) リサイクル材に対する添加剤の効果判定技術の確立

ポリプロピレン (PP)、ポリカーボネート (PC)、ポリアミド (PA) の各材料について、意図的に酸化防止剤を添加し、‘温度条件を変更して作製したリサイクル材’を作製し、リサイクル材に対する添加剤の効果を評価した。評価項目は開発装置による化学発光、DSC による酸化開始温度、メルトインデックスによる流動性、酸化防止剤の濃度変化とした。PP の一部の条件のサンプルでは、添加剤の効果判定に化学発光計測が利用できる可能性を示唆できたが、ほかの材料系では、添加剤自体の発光の影響により、今回の計測条件では添加剤の効果判定は困難であると考えられる。今後、計測条件の見直しや、ピーク分離などを検討する予定である。

1.4 当該プロジェクトの連絡窓口

株式会社インテリジェント・コスモス研究機構

産学官連携・インキュベーション事業部

プロジェクト・マネージャー 菊地 公博

〒989-3204 宮城県仙台市青葉区南吉成六丁目 6 番地の 3

TEL : 022-279-8811、FAX : 022-279-8880

第2章 本論

2.1 プラスチック材・リサイクル材評価に適した機能を付加した微弱発光検出装置を開発

当初、350℃対応高温試料室と昇降温制御機能付き試料室の開発は別個の開発テーマであったが、「最適分析条件の検索」の研究において昇温測定が必須との結論を得たことにより、2つを一緒にして進めることとした。

2.1.1 250℃対応高温試料室の開発

(1) 250℃対応高温試料室の開発の実現課題

加熱時の温度条件を160℃より高温で行う事で、より微量な酸化劣化度の違いも検出できると推測され、より高温対応型試料室の開発が必要との考えから試料室を構成する各種部品の耐熱性含めた部品材料からの見直しと高温による発光計測への影響低減が必要。

(2) 250℃対応高温試料室の開発の各種実験と結果

測定窓材質の石英ガラス使用時とIRカットフィルターに変更し、高温測定時の熱雑音低減を実現した。また試料室周辺の材料検討を行い、高温で安定な素材を選定した。

2.1.2 350℃対応高温試料室および昇高温制御機能付き試料室開発



















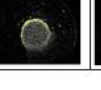


(1) 実現課題

本来別項目であった350℃対応高温試料室の開発と昇降温制御機構付き試料室の開発については化学発光測定の最適分析条件の検索で検討した最適測定条件で昇温測定が必須となったため、2つを一緒にして350℃対応昇降温制御機能付き試料室として開発を進めた。更なる高温試料室の実現と精度向上に向け、高温対応のための耐熱材料の検討、ノイズ低減、熱雑音によるベース発光の除去方法、試料室構造検討、昇温制御ソフト開発、高温対応シャーレなどが必要。

(2) 実現に向けた各種実験と結果

① 耐熱材料の検討

350℃対応試料室を構成する材料の検討を行った。その結果、350℃加熱時に光らない、加工性、価格、入手性を検討し試料室の素材としてはアルミニウムとステンレスが最適であると判断した。

	タングステン	チタン	鉄+ニッケル	銅	アルミニウム	ステンレス	DLC コーティング
実像							
設置時							
CL画像							

2.1.2-1 図 耐熱材料の高温時発光確認調査結果

② 光学フィルターのテスト

IRカットフィルターを装着することで発光量が約半分に抑えられ350℃対応試料室でもIRカットフィルターが有効であることが確認できた。

③ ノイズ低減

試料室を高温にするとノイズ増加が見られるので、ノイズを抑えるために以下の処置を実施した。ベース値は安定し異常出力等は見られないことを確認した。

i. PMTの温度制御：

ii. プリアンプ部品の変更

iii. セラミックヒーターおよび金属材料の高温時の発光の長時間

安定性テスト

確認

④ 350℃対応高温

試料室および昇降温

制御機能付き試料室

開発

250℃対応試料室で従

来のサンプルセルは

φ50mmであったが、

350℃の場合は熱量が

多く、周辺部も高温となり危

険となる。そこでサンプルセル

部の三次元熱解析シミュレ

ーション結果に基づきサンプ

ルセルをφ20mmにし、2重構

造にすることで、周辺部温度

を下げる事ができた。また

PVC、ナイロンおよびPCを載せ

た場合の温度シミュレーシ

ョンを行った。サンプル表面では20℃ほ

ど異なることが判明した。シミュレ

ーション結果に基づきφ20mmサンプ

ルセルサイズおよび検討した素材を使い試

料室の実験装置を完成させた。

⑤ 昇温制御ソフトの開発

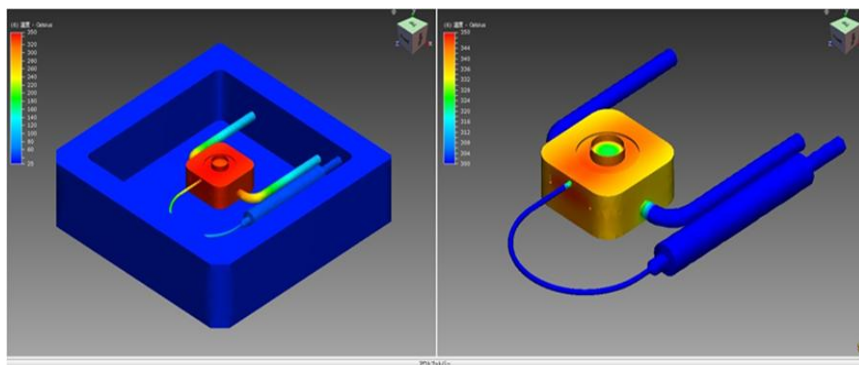
昇温測定のための温度設定を計測プロ

グラム開発を行った。これにより温度

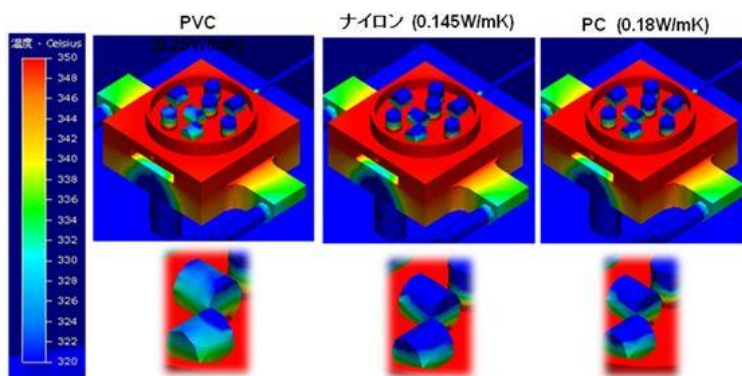
条件設定と計測開始が同一のプログラ

ムで行えるようになり、効果的に実験

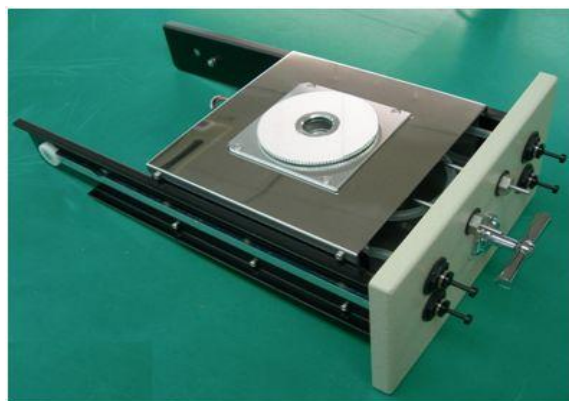
が進められた。



2.1.2-2 図 試料室温度のシミュレーション結果例



2.1.2-3 図 サンプル熱分布シミュレーション結果



2.1.2-4 図 350℃対応昇降温試料室

⑦ 高温対応安価シャーレの実現

販売を考慮した製作条件として、i 安価、ii 加工性を重視した素材選定、iii 高温での使用時の発光が少ない素材選定、iv 加工後の脱脂含めた洗浄工程の確認、v 梱包材による発光影響の少ない梱包方法の確認を行った。



2.1.2-5 図 アルミシャーレ

(3) 装置のまとめ

以上の結果から、昇温制御測定が可能になったことで従来の 160℃定温測定ではできなかったことが可能になった。

* 温度による混合成分の分離、反応温度の検索(第 2.1.2-6 図参照)

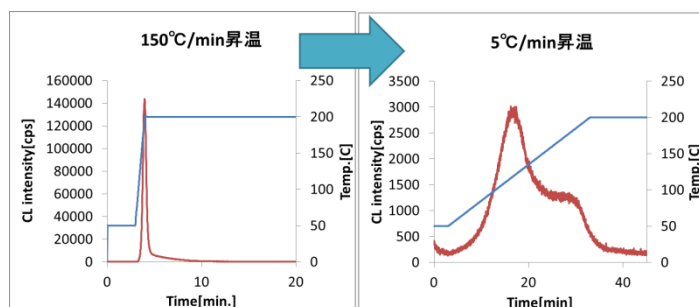
* サンプルセットを室温で出来、初期ピークを確実にとらえる

* 酸化開始温度の測定(第 2.1.2-7 図参照)

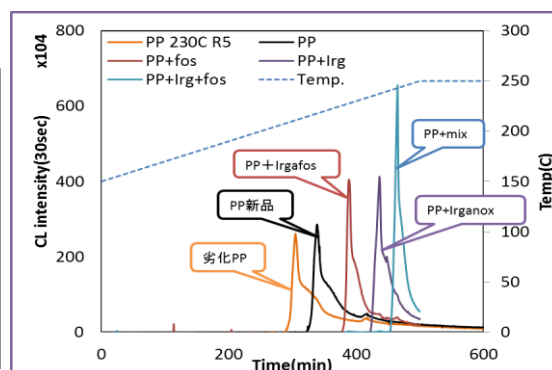
* 昇温スピードの設定により最適条件検索が可能

* 350℃までの高温測定が可能 等

これにより様々なプラスチック素材に対応した最適な分析条件の検索が可能になり、測定可能範囲が拡大した。



2.1.2-6 図 昇温測定によるピーク分離例



2.1.2-7 図 昇温測定による PP 新品および再生ペレット、+各種添加剤の酸化開始時間の測定

2.2 最適分析条件の検討と分析ソフトウェアの開発

2.2.1 化学発光測定の実験条件の検討

(1) 第 1 段階：樹脂劣化度合いと化学発光計測条件の関係性の確認

平成 23 年度は、250℃対応定温型 CLA を用いて、樹脂試料の劣化と化学発光計測の計測条件検索の基礎的検討を行った。具体的には、熱負荷を与えた PC をサンプルに、化学発光計測における①計測温度、②計測雰囲気(窒素、酸素)、③試料形状(プレス片、ペレット)をパラメータとして、各計測条件の発光強度を比較した。また、DSC による酸化開始温度、メルトインデクサによる流動性を計測し、化学発光強度との相関性を考察した。

その結果、窒素雰囲気下では、各試験片が初期に有している過酸化物の評価ではなく、材料の寿命予測(酸化しやすさ)に応用できる可能性を見いだした。一方、酸素雰囲気下では、比較的低い温度での計測で、試料間の最大発光強度

の差が確認でき、リアルタイムの劣化度評価に適することが分かった。

また、化学発光計測における劣化度評価はペレット形状の試料でも適用可能で、製造現場での実用性が高いことが確認された。

さらに、化学発光計測による発光強度は、リサイクルによる負荷（熱・剪断）を多く与えた試料ほど計測直後の初期最大発光強度が強く、既存の劣化評価手法の一つである流動性の測定結果と同様の傾向を示すことが確認できた。

（２）第２段階：PC、PPの化学発光計測による劣化評価の最適計測条件の検索

平成24年度は、平成23年度の成果を踏まえて開発した250℃対応・昇降温機能付きCLAを用いて、PP、ポリカーボネート（PC）の化学発光計測による樹脂劣化度評価に最適な計測条件を検索した。具体的には、PPペレット新品（以下PP-Vと略）、及びPP-Vを300℃で5回押出した再生ペレット（以下PP-300-5と略）を試料とし、CLAを用いて、窒素雰囲気下で測定温度、昇温速度をパラメータとし化学発光を計測した。

その結果、PP-Vの化学発光強度はバックグラウンド強度（試料室に試料をセットしないで計測した発光強度）と同程度であった一方で、PP-300-5からは試料由来の強い化学発光が観察され、窒素雰囲気下における化学発光が試料に含まれる過酸化物質に由来することが示唆された。PP-300-5の化学発光強度について計測温度条件別に比較すると、比較的低温の計測温度で、低速の昇温速度で定速昇温した場合の発光強度および発光経過が再現性・定量性に優れていた。

同様に、新品PCペレット（以下PC-Vと略）、及びPC-Vを330℃で10回押出した再生ペレット（以下PC-330-10と略）を試料とし、窒素雰囲気下で測定温度、昇温速度をパラメータとし、化学発光を計測した。その結果、PP-V同様に、PC-Vの化学発光強度はバックグラウンド強度と同程度であった一方で、PC-330-10の化学発光強度について計測温度条件別に比較すると、比較的低温の計測温度で、低速の昇温速度で定速昇温した発光強度及び発光経過が再現性・定量性に優れていた。

なお、平成24年度のデータ取得に使用したCLAは試料室サイズの制限から、基本的に試料1ペレットの発光強度を計測しており、個体差に由来するデータのバラツキ解消や強度絶対値の増加による精度向上の課題があった。

（３）第３段階：PA6、PBTの化学発光計測による劣化評価の最適計測条件の

検索と、PP、PCの最適計測条件のリファイン

平成25年度の化学発光計測には、課題であった高温対応のため開発された350℃対応昇降温機能付きCLAを用いた。本機では大型シャーレ（φ20mm）が使用でき、多数（30～40粒）のペレットを計測することが可能となったため、6ナイロン（PA6）、ポリブチレンテレフタレート（PBT）ペレットについて、化学発光計測による材料劣化評価に最適な計測条件を検索するとともに、平成

24 年度に検討した PP ペレット、PC ペレットについて供試料量増時の化学発光計測条件のリファインを行った。

具体的には、PA6、PBT について、PP、PC 同様に、新品ペレット及び新品ペレットに押し出し温度や押し出し回数を変え、各種の熱負荷をかけた再生ペレットを作製し化学発光計測を計測するとともに、従来の劣化評価指標である DSC による酸化開始温度の測定及びメルトインデクサによる流動性評価を行った。

PA6 については、今回使用した新品ペレットでは含有成分の影響のためか、再生ペレットよりも新品ペレットの発光強度が高くなる傾向がみられたが、熱負荷の異なる再生ペレット間については押し出し回数に応じて化学発光量が増大する計測条件を見いだすことができた。当該計測条件下での化学発光量と酸化開始温度及び流動性については化学発光強度積算値との相関性は認められず、分子量と酸化劣化の関連性を推察するのは困難であった。

PBT も PA6 同様に、含有成分の影響のためか再生ペレットに比べ新品ペレットの発光量が高い結果を示した。再生ペレット間については、単純な定速昇温測定では押し出し回数と化学発光量に相関性が見られなかったため、温度制御プログラムを活用し、計測温度及び温度保持時間に差をつけた多段保持温度昇温により測定する手法を試みた。当該手法による再生材の押し出し回数と相関が得られる最適な化学発光量計測条件の選定には至らなかったものの、当該条件により分離されるピークによる評価の可能性を見いだした。今後の課題として、最適計測条件のさらなる検討・改良を要する。PBT の酸化開始温度については押し出し回数が少ないものを除き、押し出し回数の増加に伴い酸化開始温度が低下する傾向が認められ、メルトインデクサによる流動性評価では、押し出し回数の増加に伴い MFR が増加する相関性が良いデータが得られた。

PP、PC の化学発光計測条件のリファインについては、平成 24 年度に作製した再生ペレット試料を用いて、φ 20mm シャーレを用いた供試料量増時の化学発光を計測し、平成 24 年度に選定した最適条件をもとに、試料量増によるバラツキの軽減等を考慮した新たな計測条件を選定した。

2.2.2 分析ソフトウェアの開発

(1) 酸化開始時間・温度算出、活性化エネルギー等の自動計算機能付き

ソフトウェアの開発

分析ソフトウェアとして、条件検索結果とデータ解析を進めながら、酸化開始時間 (OIT)、酸化開始温度 (OOT)、活性化エネルギーの自動計算機能付きの評価プログラムを作成した。

2.3 プラスチック材・リサイクル材の機械的、物理的計測に微弱発光検出による計測を加えた定量評価技術の確立

2.3.1 リサイクル混合比率と酸化安定性のデータベース作成

ポリプロピレン (PP)、ポリカーボネート (PC)、ポリアミド (PA)、ポリブチレンテレフタレート (PBT)

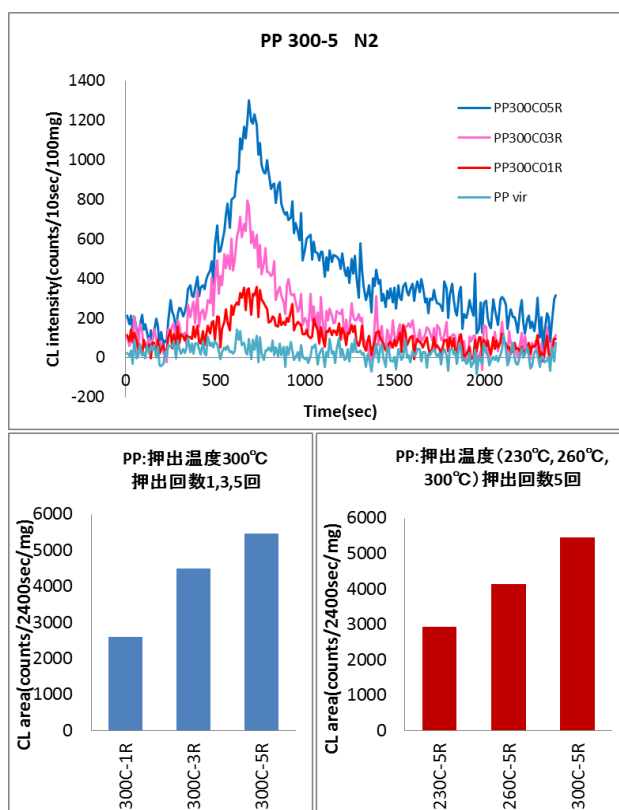
の各材料について、‘バージン材’と‘温度条件を変更して作製したリサイクル材’の酸化安定性、機械的強度のデータベースを作成した。ここでいう‘温度条件を変更して作製したリサイクル材’は、一定温度に加熱された単軸押出機により押出され、ペレタイズされた押出材 (ペレット) を示す。バージン材を 1 度押し出ししペレタイズしたものを 1 回リサイクル材、その材料を用いて同様の加工を繰り返しし、一部の材料、温度条件においては最大 10 回まで押し出したものまで作製した。作製したペレットは、そのままの形状で 2.3.1-1 表に示す評価項目を実施した。さらに、作製したペレットを用いて射出成形法によりダンベル試験片を作製し、2.3.1-1 表に示すダンベル試験片での評価項目を実施した。PP については、バージン材とリサイクル材の混合比率を変えた時の酸化安定性のデータとして化学発光の計測を行った。また、実際の再生過程を意識し、射出成形工程を付加した製造ラインでリサイクル材を作製し、ペレット形状で化学発光の計測を行った。

形状	評価項目
ペレット	化学発光
	DSCによる酸化開始温度
	メルトインデックスによる流動性
	分子量分布 (PPのみ)
ダンベル試験片	引張試験
	曲げ試験
	衝撃試験
	色差

2.3.1-1 表 評価項目

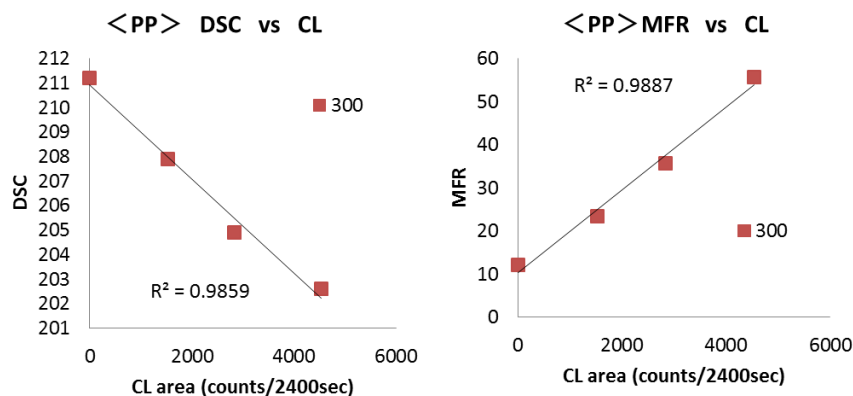
(1) PP (ポリプロピレン) の結果

PP として日本ポリプロ製 NOVATEC PP MA3 を使用し、押出温度を 230、260、300℃とし、各温度での押出を 5 回まで行い、1、3、5 回のリサイクル材について各種評価を図 2.3.1-1 に示す。ペレット形状において、開発装置を用い最適化した条件で化学発光を計測した結果、各押出温度において押出回数と相関の高いデ



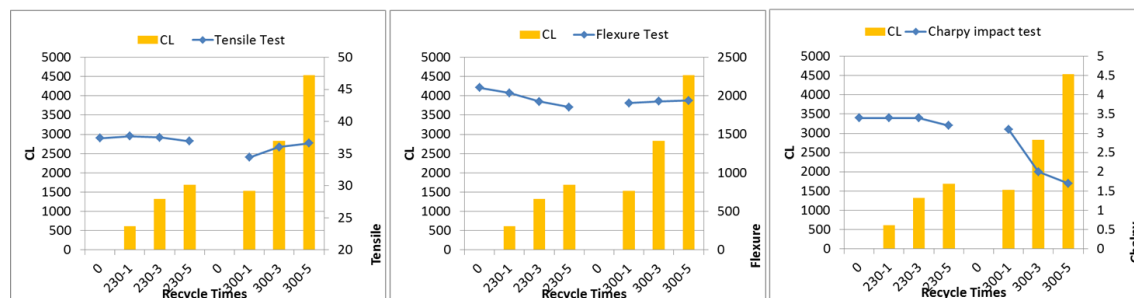
2.3.1-1 図 PP の押出回数、温度と発光量の比較

ータが取得された。従来から酸化計測に用いられたDSCによる酸化開始温度の測定結果も同様の傾向を示したことから、サンプルが持つ酸化の程度を化学発光で計



2.3.1-2 図 PP の発光量と DSC、MFR との相関

測可能であることがわかった。化学発光の計測は DSC による酸化開始温度の測定と比べ、熱分解などの副反応影響が少ない比較的低い温度で計測できる点で優位性を示すことができた。メルトインデックサによる流動性評価では、各押出温度で押出回数が増えると MFR が増加し、押出回数と MFR は相関の高いデータが取得された。分子量は、押出温度 230℃ のリサイクル材はバージン材とほぼ変わらない結果となったが、押出温度 300℃ のリサイクル材は押出回数 1 回で分子量低下が見られ、5 回のはさらに低下する結果となった。この結果は、MFR の結果と同様の傾向である。(図 2.3.1-2 参照)



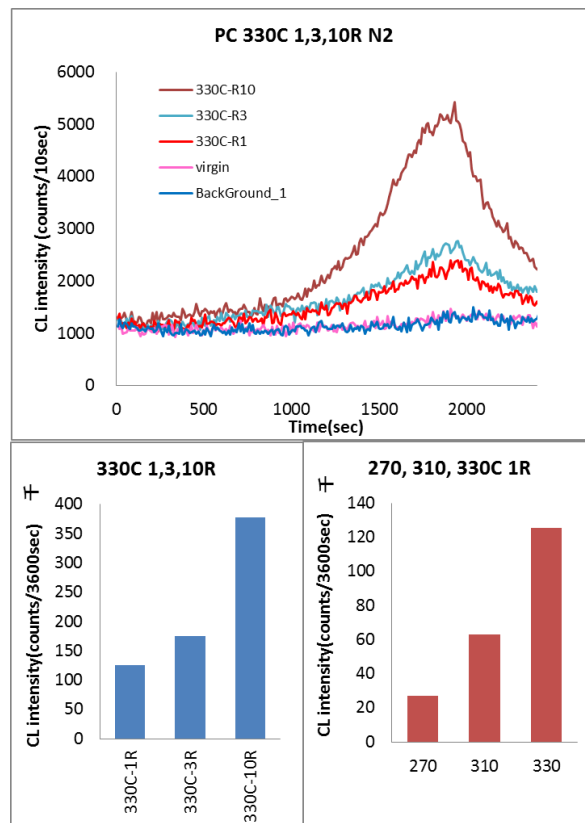
2.3.1-3 図 PP の発光量と機械的強度との相関

次に、作製した材料を射出成形法により試験片を作製し、衝撃試験、引張試験、曲げ試験ならびに色の変化（色差）の測定を行った。(図 2.3.3 参照) 引張試験の降伏応力ならびに曲げ試験の弾性率の結果では、バージン材とリサイクル材の有効な差は見られなかったが、衝撃値では押出温度 260℃ 以上で、押出回数との相関が見られた。押出温度 300℃ においては、分子量の低下に伴って衝撃値を低下したものと考えられる。PP のある条件でのリサイクル材においては、ペレット状態の評価結果と機械的特性に一定の相関が見られることがわかった。色差についてはサンプル間で色の変化はあるものの、押出の温度や回数により一定の傾向を示すことはなかった。

(2) PC (ポリカーボネート) の結果

PC として帝人製パンライト L1225(ナチュラルカラー(ノンブルーイング))を使用し、押出温度を 270、310、330℃ とし、各温度での押出を 10 回まで行い、

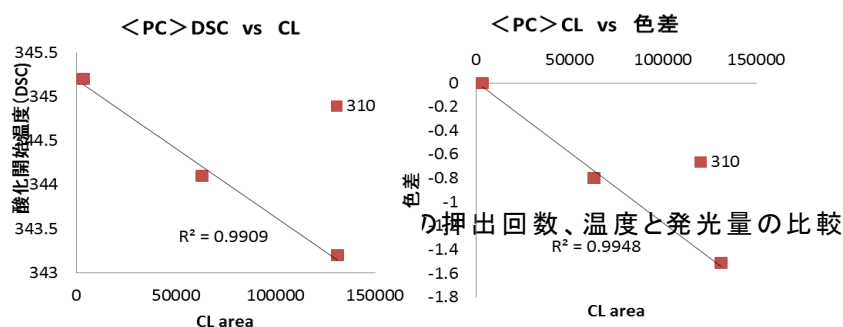
評価用として押出温度 270、310℃ については1、10回、押出温度 330℃ については1、3、5、10回のリサイクル材について各種評価を行った。ペレット形状において、開発装置を用い最適化した条件で化学発光を計測した結果、全てのリサイクル材はバージン材よりも発光量が多く、押出温度 330℃において押出回数と化学発光量との高い相関が得られた。(図 2.3.1-4 参照)



この結果は、従来から酸化計測に用いられた DSC による酸化開始温度の測定結果とも同様の傾向を示したことから、サンプルが持つ酸化の程度を化学発光で計測可能であることがわかった。化学発光の計測は DSC による酸化開始温度の測定

と比べ、熱分解などの副反応影響が少ない比較的低い温度で計測できる点で優位性を示すことができた。メルトインデックサによる流動性評価では、バージン材とリサイクル材の違いが見られなかった。分子量についても。流動性評価の結果と同様、330℃で10回リサイクルしてもバージン材との違いはなかった。(図 2.3.1-5 参照)

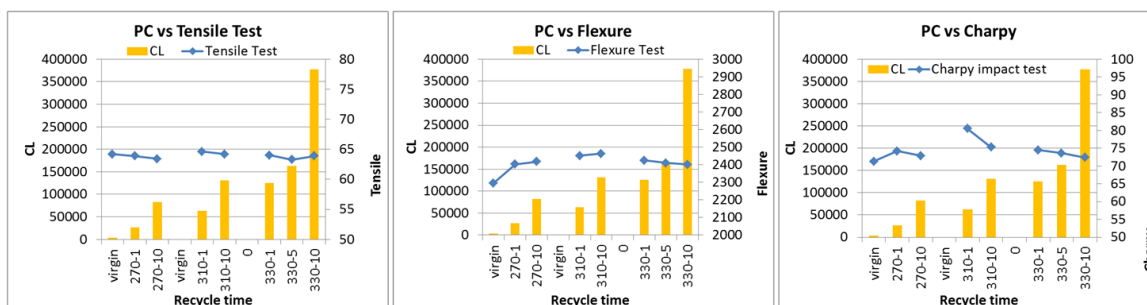
次に、作製した材料を射出成形法により試験片を作製し、衝撃試験、引張試験、曲げ試験ならびに色差の測定を行った。今回の押出条件でも、バージン材と比べてリサイクル材の機械的特性(初期特性、環境負



2.3.1-5 図 PC の発光量と DSC、色差との相関

荷試験後ともに)が劣ることはなかった。この結果は流動

性や分子量測定の結果と同様の傾向である。すなわち、今回の押出条件のリサイクル材では PC の主鎖の切断による分子量低下は起こっていないことが予想される。色の変化は、ダンベル試験片を成形した時の影響をサンプル間で同じと考えれば、リサイクル材はバージン材よりわずかに黒く、押出回数による黄色くなる傾向を示すことがわかった。(図 2.3.1-6 参照)



2.3.1-6 図 PC の発光量と機械的強度との相関

(3) PA (ポリアミド) の結果

PA としてユニチカ ユニチカナイロン A1030 (PA6) を使用し、押出温度を 250、270、300℃とし、各温度での押出を 5 回まで行い、1、3、5 回のリサイクル材について各種評価を行った。ペレット形状において、開発装置を用い最適化した条件で化学発光を計測した結果、バージン材を除いて、同一押出温度のサンプルでは押出回数の増加に伴い増加し、相関が得られた。押出回数が 3 回及び 5 回の押出材においては、押出温度の増加に伴い増加する傾向が見られた。ただし、バージン材のように‘酸化されやすく、1 回の押出加工で揮発もしくは熱分解し減少する低分子化合物’が多く存在する場合は、計測結果の取り扱いに注意が必要である。DSC による酸化開始温度測定、メルトインデックスによる流動性評価では、バージン材とリサイクル材の違いが見られず、これらの評価結果と化学発光の結果で相関が得られなかった。

次に、作製した材料を射出成形法により試験片を作製し、衝撃試験、引張試験、曲げ試験ならびに色差の測定を行った。今回の押出条件では、バージン材と比べてリサイクル材の機械的特性（初期特性）が劣ることはなかった。この結果は流動性の結果と同様の傾向である。色の変化は、ダンベル試験片を成形した時の影響をサンプル間で同じと考えれば、リサイクル材はバージン材よりわずかに黒く、押出回数による黄色くなる傾向を示すことがわかった。

(4) PBT (ポリブチルテレフタレート) の結果

PBT として三菱エンプラ製 NOVADURAN5020 を使用し、押出温度を 240、260、280℃とし、240℃と 260℃は 10 回、280℃は 5 回まで押出を行い、240℃と 260℃は 1、3、5、10 回のリサイクル材を、280℃は 1、3、5 回のリサイクル材について各種評価を行った。ペレット形状において、開発装置を用い一定の条件で化学発光を計測し、ピークを分離させ評価した結果、負荷の少ない押出条件の押出材よりバージン材の発光量が高かった。この原因については、バージン材には重合過程での低分子量成分（オリゴマーなど）が多く含まれ、これらがより酸化されやすく、また、押出加工により揮発もしくは熱分解により減少していくためであると考察した。バージン材、押出回数 1 回、240℃においては 3 回までは、ピーク分離における 1st ピークの影響で発光量が大きくなっている

が、それ以降、すなわち 240℃では 5、10 回と、260℃では 3、5、10 回と、280℃では 3、5 回と押出回数が増えると、2nd ピークの発光量も増加する傾向が見られた。ただし、バージン材のように、‘酸化されやすく、押出加工により揮発もしくは熱分解し減少する低分子化合物’が多く存在する場合は、計測結果の取り扱いに注意が必要である。DSC による酸化開始温度の測定結果では、押出温度 260℃と 280℃（ただし、押出回数 1 回を除く）において押出回数と酸化開始温度は相関のあるデータが取得された。メルトインデックサによる流動性評価では、各押出温度で押出回数が増えると MFR が増加し、押出回数と MFR は相関の高いデータが取得された。

次に、作製した材料を射出成形法により試験片を作製し、衝撃試験、引張試験、曲げ試験ならびに色差の測定を行った。各押出温度において押出回数が増すと、降伏強度と曲げ弾性率が上がり傾向と示し、シャルピー衝撃強度が下がり傾向を示した。すなわち、硬く、脆くなる（劣化）傾向を示した。色の変化は、ダンベル試験片を成形した時の影響をサンプル間で同じと考えれば、押出回数による黄色くなる傾向を示すことがわかった。PBT のある条件でのリサイクル材においては、ペレット状態の評価結果と機械的特性に一定の相関が見られることがわかった。

(5) ポリプロピレンにおけるリサイクル混合比率毎の化学発光計測

PP のバージン材と押出温度 300℃1 回のリサイクル材を用い、一定割合で混合したバージン・リサイクル混合材を作製し、開発装置を用いて、最適化された条件で化学発光の計測を行った。その結果、バージン材 100%試料の化学発光に比べ、リサイクル材の配合比率が増大するほど化学発光量が増加することがわかった。バージン材及びリサイクル材それぞれ 100%試料の化学発光強度積算値と混合比から、混合試料の化学発光量を推定したところ、推定値と実測値はおおむね同レベルであることを確認した。この結果は化学発光計測法がリサイクル材の混合割合を判定する手法としての可能性を示唆する。

(6) 成形工程を付加したリサイクル材の化学発光計測

PP のバージン材と押出温度 230℃1 回のリサイクル材、ならびに、バージン材を実際に製品に成形（加工温度：250℃）を行い、その廃材を 230℃の条件で押出加工したリサイクル材を作製し、ペレット形状で微弱発光の計測を行った。これらのサンプルを開発装置を用いて、最適化された条件で化学発光の計測を行った。その結果、成形工程を通ったリサイクル材は単なる押出材と比べて、大幅に発光量が増えていることがわかる。これは、加工温度が 250℃と押出温度より 20℃高いことだけでなく、成形時のせん断や滞留によって、酸化が進行しているためと考えられる。

2.3.2 リサイクル材に対する添加剤の効果判定技術の確立

ポリプロピレン (PP)、ポリカーボネート (PC)、ポリアミド (PA) の各材料について、意図的に酸化防止剤を添加し、‘温度条件を変更して作製したリサイクル材’を作製し、リサイクル材に対する添加剤の効果を 2.3.2-1 表に示す項目を評価した。ここでいう‘温度条件を変更して作製したリサイクル材’は、2.3.1 同様、一定温度に加熱された単軸押出機により押出され、ペレタイズされた押出材(ペレット)を示す。

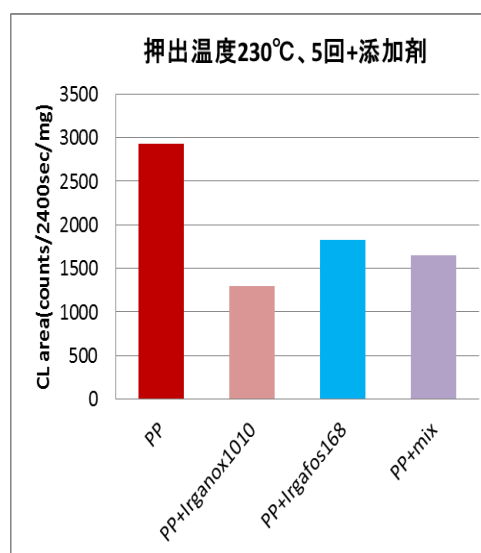
酸化防止剤の分析にあたっては、PP、PC、PA 中の酸化防止剤の抽出条件や分離分析条件を確立した上で、実施した。

形状	評価項目
ペレット	化学発光
	DSCによる酸化開始温度
	メルトインデックスによる流動性
	酸化防止剤の変化

2.3.2-1 表 評価項目

(1) PP+酸化防止剤の結果

PP は 2.3.1 同様、日本ポリプロ製 NOVATEC PP MA3 を使用した。フェノール系酸化防止剤として BASF 社製 IRGANOX1010、リン系酸化防止剤として BASF 社製 IRGAFOS168 をそれぞれ単独で使用した。酸化防止剤の添加量は IRGANOX1010 を 2000ppm、IRGAFOS168 を 4000ppm とした。押出加工は、2.3.1 と同じ単軸押出機を用い、押出温度は 230、300℃とし、各温度での押出を 5 回まで行い、評価用として 1、5 回のリサイクル材を各 3kg 作製した。また、同様に IRGANOX1010 と IRGAFOS168 との併合配合を行ったリサイクル材も作製した。それぞれの添加量は 2000ppm、4000ppm と単独使用の場合と同様にした。各種酸化防止剤添加リサイクル材をペレット形状において、開発装置を用い最適化した条件で化学発光を計測した結果を図 2.3.2-1 に示し、押出温度 230℃では、酸化防止剤を添加することで発光量を抑制できることを確認した。また、押出温度 300℃では IRGANOX1010 を単独添加したリサイクル材は添加剤なしのリサイクル材よりも発光量を抑制できているが、IRGAFOS168 を添加したリサイクル材は添加剤なしのリサイクル材より、発光量が多い結果となった。この原因は詳細の検討は出来ていないが、酸化防止剤自身の発光によるものと考えられる。押出温度 300℃、押出回数 5 回の IRGAFOS168 単独添加のリサイクル材は添加剤自身の分解が起こっている可能性も考えられ、IRGAFOS168 の使用範囲と考えることができる。DSC による



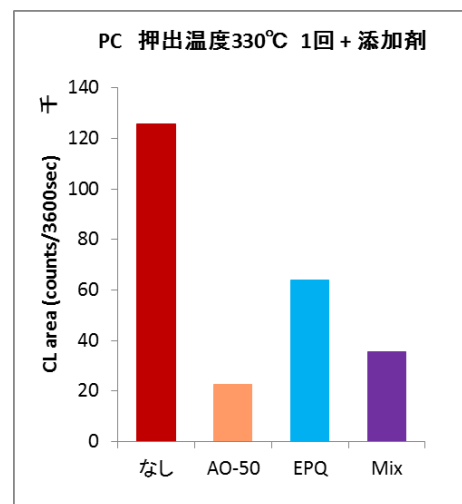
2.3.2-1 図 PP の発光量と添加剤効果

置を用い最適化した条件で化学発光を計測した結果を図 2.3.2-1 に示し、押出温度 230℃では、酸化防止剤を添加することで発光量を抑制できることを確認した。また、押出温度 300℃では IRGANOX1010 を単独添加したリサイクル材は添加剤なしのリサイクル材よりも発光量を抑制できているが、IRGAFOS168 を添加したリサイクル材は添加剤なしのリサイクル材より、発光量が多い結果となった。この原因は詳細の検討は出来ていないが、酸化防止剤自身の発光によるものと考えられる。押出温度 300℃、押出回数 5 回の IRGAFOS168 単独添加のリサイクル材は添加剤自身の分解が起こっている可能性も考えられ、IRGAFOS168 の使用範囲と考えることができる。DSC による

酸化開始温度の測定結果では、押出温度にかかわらず、酸化防止剤なしのリサイクル材は押出回数で酸化開始温度が低下し、より酸化されやすい状態となっている。それに対して、酸化防止剤を添加したリサイクル材は今回検討した全てのパターンでバージン材よりも酸化開始温度が高い結果となった。メルトインデックサによる流動性評価では、押出温度 230℃では、酸化防止剤なしより、添加した方が MFR の増加を抑制している。特に IRGAFOS168 の影響が大きい。しかし、押出温度 300℃では酸化防止剤を添加した方が高い値を示し、今回使用の酸化防止剤は 300℃の温度での使用には適さないと考えられる。PP 中に残存している IRGANOX、IRGAFOS168 の測定結果から、Irganox 1010、Irgafos 168 とともに同一温度であれば、押出回数の増加に伴い、濃度が減少していることがわかる。また、バージン材中にも Irganox 1010 と Irgafos 168 が存在している可能性が高いことが示唆された。さらに 300℃では、IRGAFOS168 の方が押出に従って減少が早い事がわかった。

(2) PC+酸化防止剤

PC は 2.3.1 同様、帝人製パンライト L1225 (ナチュラルカラー (ノンブルーイング)) を使用した。フェノール系酸化防止剤としてアデカ製 ADK stb A050、リン系酸化防止剤として Clariant 社製 Hostanox P-EPQ を使用した。酸化防止剤の添加量は ADK stb A050、Hostanox P-EPQ とともに 2000ppm とした。押出加工には、2.3.1 と同じ単軸押出機を用い、押出温度は 2.3.1 の結果を考慮し 270、330℃とし、各温度での押出を 10 回まで行い、評価用として 1、3、5、10 回のリサイクル材を各 3kg 作製した。また、同様に DK stb A050



2.3.2-2 図 PC の発光量と添加剤効果

と Hostanox P-EPQ との併合配合を行ったリサイクル材も作製した。それぞれの添加量は、どちらも 2000ppm と単独使用の場合と同様にした。各種酸化防止剤添加リサイクル材をペレット形状において、開発装置を用い最適化した条件で化学発光を計測した結果、270℃では酸化防止剤を添加した方が全ての押出回数において酸化防止剤を添加していないリサイクル材より、発光量が多い結果となった。この原因は詳細の検討は出来ていないが、酸化防止剤自身の発光によるものと考えられる。また、ADKstabA0-50 単体添加と A0-50 と HostanoxP-EPQ の併用添加では、押出回数と発光量との相関が得られたが、P-EPQ 単体の添加では相関が得られなかった。このことは、P-EPQ 単体は 270℃の押出温度、10 回の押出回数では P-EPQ 自身の分解が起こって

いるのではないかと考えられ、P-EPQ 単体での使用範囲と考えることができる。押出温度 330℃の計測結果を図 2.3.2-2 に示し、押出回数 5 回までは酸化防止剤自身の発光を考慮したとしても、酸化防止剤を添加することでリサイクル材の発光量を抑制していることがわかる。しかし、押出回数 10 回になると酸化防止剤単体添加では発光量を抑制しているものの、併用添加では添加なしと比べ大幅に発光量が増えている。また、A0-50 単体添加と A0-50 と P-EPQ 単体添加では、押出回数と発光量との相関が得られたが、併用添加では相関が得られなかった。このことも併用添加での使用範囲と考えることができる。DSC による酸化開始温度の測定結果では、A0-50 単独添加は酸化開始温度にあまり影響を与えないが、P-EPQ を添加すると酸化開始温度の低下を抑制に貢献していることがわかった。メルトインデックサによる流動性評価では、A0-50 単独添加は押出回数による MFR の増加は見られないが、P-EPQ を添加すると MFR が押出回数を増すごとに増加している。PC 中に残存している ADKstab A0-50、Hostanox P-EPQ を分析した結果、同一温度であれば、押出回数の増加に伴い、濃度が減少していることがわかった。さらに P-EPQ の方が押出回数の増加と共に速やかに減少していることがわかった。

(3) PA+酸化防止剤

PA は 2.3.1 同様、ユニチカ ユニチカナイロン A1030 (PA6) を使用した。フェノール系酸化防止剤として BASF 社製 IRGANOX1098、リン系酸化防止剤として BA アデカ社製 ADK stb A0-412S をそれぞれ単独で使用した。酸化防止剤の添加量は IRGANOX1098 を 2000ppm、ADK stb A0-412S を 4000ppm とした。押出加工には、2.3.1 と同じ単軸押出機を用い、押出温度は 250、300℃とし、各温度での押出を 5 回まで行い、評価用として 1、5 回のリサイクル材を各 3kg 作製した。また、同様に IRGANOX1098 と ADK stb A0-412S との併合配合を行ったリサイクル材も作製した。それぞれの添加量は 2000ppm、4000ppm と単独使用の場合と同様にした。各種酸化防止剤添加リサイクル材をペレット形状において、開発装置を用い最適化した条件で化学発光を計測した結果、ADK stb A0 412S を添加しても、化学発光挙動は変わらないが、添加剤自体も発光していると考えられ、無添加よりも発光量が多い結果となった。また、IRGANOX1098 添加もしくは併用添加のサンプルはピーク形状がブロードになることから、IRGANOX1098 が昇温から一定温度になってからも発光し続けていることがわかる。これらの傾向は押出履歴により変わらない。以上のことから、今回の化学発光計測条件では添加剤の効果判定は困難であると考えられる。今後、計測条件の見直しや、ピーク分離などを検討する予定である。DSC による酸化開始温度の測定結果では、どの押出履歴でも添加剤のありなしで大きな違いは見えないが、180℃を超えた DSC カーブの上昇の傾きが、IRGANOX1098 を単独で添加したものだけ、低いことが確

認できる。わずかな変化であるが、これは IRGANOX1098 の添加により、PA の酸化開始を遅らせていると考えることができる。メルトインデックサによる流動性評価では、押出履歴にかかわらず、酸化防止剤の添加で MFR はほとんど変化がなかった。PA 中に残存している IRGANOX1068、ADKstab A0-412S を分析した結果、IRGANOX1068 は押出履歴にかかわらず、濃度の大きな変化は確認できなかった。また、A0-412S は完全に抽出することが出来なかったため、結果は相対変化捉える必要があるが、押出回数により、減少する傾向が見られた。

第3章 全体総括

3.1 プラスチック材・リサイクル材評価に適した機能を付加した微弱発光検出装置の開発

1年目に 250℃対応試料室を製作し、各種基礎実験を行ったところ、最適分析条件には高温かつ昇温試料室が必要であることが明らかになり、次年度からは高温 350℃対応と昇温機能を合わせた試料室の開発を行った。また昇降温試料室を組み込んだ微弱発光検出装置の原型機を製作した。様々な基礎データを取りつつ改良を行い、また今後の装置拡販を視野に入れ原型機および昇降温試料室のコストダウンに向けた構成材料・表面処理・加工方法等の評価・改良の検討を実施した。制御ソフトウェア、温度コントロール安定性、昇温速度制御、降温（冷却）速度制御方法を検討し組み込んだ。また高温測定に対応したサンプルシャーレの大きさをφ20mmとし、化学発光測定に影響の少ない素材の検索を進めプレス品での試作を完了した。

3.2 最適分析条件の検索と分析ソフトウェアの開発

初年度、化学発光測定の最適分析条件の検索では、定温での測定では計測直後の発光を正確に測定することが困難であることがわかり、昇温測定が必須であることを確認した。PP・PCは1、2年目に実施し最適分析条件の検索を終了した。PA6・PBTは昇温モードでの計測条件の最適化をほぼ終了した。PPとPCについては比較的緩やかな昇温速度、かつ材料物性を踏まえた定常温度下での化学発光計測により、材料劣化程度（押出回数）に応じた定量的測定を可能にする分析条件を見出した。PA6は、PP・PCよりは昇温速度を早くすることにより再生材の押し出し温度と押し出し回数に相関がみられた。PBTについては、定速昇温で得られる幅広のピークをピーク分離することにより評価することが可能ではないかと思われ、多段保持温度昇温などによるピーク分離手法の更なる計測条件の検討が必要であることが解った。分析ソフトウェアとして、条件検索結果とデータ解析を進めながら、酸化開始時間(OIT)、酸化開始温度(OOT)、活性化エネルギーの自動計算機能付きの評価プログラムの開発に取り組んだ。

3.3 プラスチック材・リサイクル材の機械的、物理的計測に微弱発光検出による計測を加えた定量評価技術の確立

PP、PC、PA、PBT の 4 種類の工業材料の 100%リサイクル材について、酸化安定性と機械的特性のデータベースを構築した。バージン材とリサイクル材の混合材については、PP を例として、リサイクル材の配合比率が増大するほど化学発光量が増加することがわかった。化学発光計測は、リサイクル材評価の有効な手法であることを示唆した。

リサイクル材に対する添加剤の効果判定技術の確立は、一部の材料や劣化条件によっては、化学発光計測が利用できる可能性があることを確認した。今後、計測条件の見直しや、ピーク分離など、さらなる検討が必要である。

3.4 研究開発後の課題と事業化展開

今回の研究開発結果を元に以下の事業化を進める。

- (1) 装置販売：微弱発光検出器＋今回新たに開発した昇温試料室をプラスチック高感度劣化評価用として販売を開始する。現在まで一定温度での測定試料室は販売しておりプラスチック材料メーカ、成形加工メーカ等から昇温試料室のニーズが高まりつつあることから現ユーザおよび展示会等を活用して新規顧客を開拓し、PR する。
- (2) 今回得られたデータをアプリケーションノートとして拡販資料に活用し、HP、学会、雑誌等に発表する。
- (3) 今回得られたデータを有償依頼測定に活用し、顧客サンプルの最適条件検索に有効活用する。昇温試料室の完成により未知の材料についてもより簡便に最適条件検索が可能となる。
- (4) シャーレの販売を開始する。高温測定用低発光シャーレを求めている顧客は多い。現ユーザにまず PR する。販売時のシャーレ販売価格、保管・梱包方法は、発光影響の少ない方法を本プロジェクト終了後も継続して評価を行う。

一方、今後補完研究も必要である。

- (1) 添加剤が含まれたサンプルの発光挙動の解明はまだ不十分である。添加剤自体が発光するもの、しないもの、またはプラスチック材料と混練されことで発光挙動が変わるものなど様々な挙動が今回の研究開発で見られた。材料の種類、添加剤の種類との組み合わせは無数にあることからターゲットを絞って継続した分析が必要である。
- (2) 今回の研究ではペレットが中心だったが、板状、フィルム状、粉状など他の形状サンプルについては挙動が異なる可能性があることから、再度最適分析条件の検索が必要である。

- (3) 今回はPP、PC、PA、PBTを中心に測定を行ったが、他の材料についても引き続きデータ取得を行う。
- (4) 今回のデータを元に機能を限定したプラスチック成形加工現場で使える普及型装置を開発する。また現場で使いやすい日本語版ソフトの開発を引き続き行う。
- (5) 上記データを取得しつつ、解析ソフトを更に充実させる。今回の活性化エネルギー解析から寿命予測の指標を検索する。

宮城県産業技術総合センター、株式会社相田商会、産業技術総合研究所から今後も継続的な支援を頂きつつ、樹脂再生の標準ツールとしての普及と再生材活用比率の向上に繋げていきたい。また、普及に向けて廉価な普及型装置や普及型システム構築にも努力したい。