

産業技術連携推進会議 ナノテクノロジー・材料部会

## 第 59 回 高分子分科会

# 会 議 資 料

日 程 : 2021(令和 3)年 11 月 11 日(木)

開催方式 : オンライン開催 (Microsoft Teams)

開催担当 : あいち産業科学技術総合センター 産業技術センター

## 目 次

1 会議次第	1
2 出席者名簿	3
3 産業技術連携推進会議の役割について	6
4 共同研究報告	13
5 事例紹介・話題提供	26
6 資料	61

# 1 会議次第

## 1. 開会挨拶

13:30～13:35

高分子分科会会長

千葉県産業支援技術研究所  
所長 山田 満

開催機関代表

あいち産業科学技術総合センター 産業技術センター  
センター長 石川 敬一

## 2. 産業技術連携推進会議の役割について

13:35～13:50

産業技術連携推進会議 ナノテクノロジー・材料部会  
副部会長 川合 章子 氏

## 3. 共同研究報告

13:50～14:30

テーマ名:酸化開始温度(IOT)測定による高分子材料の劣化評価

福島県ハイテクプラザ 技術開発部 専門研究員 菊地 時雄 氏

休憩

14:30～14:40

## 4. 事例紹介・話題提供

14:40～15:40

(1) 地域連携推進のための産総研の取り組み～材料評価に関して

産業技術総合研究所  
主任研究員 大石 晃広 氏

(2) プロシアニジン含有細胞サイズリポソームの作製と観察による特徴解析

地方独立行政法人 青森県産業技術センター  
主任研究員 依田 毅 氏

(3) 熱分析によるポリ乳酸の劣化解析手法の検討

長野県工業技術総合センター  
主任研究員 斎藤 憲洋 氏

(4) 書類のみ提供の方への質疑応答

・新規導入機器紹介

宮城県産業技術総合センター

・セルロースナノファイバーを用いた樹脂、ガラス面への防曇膜の形成

愛媛県産業技術研究所

・樹脂劣化評価手法の開発

名古屋市工業研究所

・デジタル画像相関法を用いた CFRP の引張特性評価

あいち産業科学技術総合センター 産業技術センター

**5. 協議事項・その他**

15:40～16:10

・提案要望事項についてのアンケート結果

・その他連絡事項

**6. 閉会・事務連絡**

16:10～16:20

・来年度の会長機関・開催機関のご紹介など

## 2 参加機関一覧

機 関 名	担当者代表 所属・役職・氏名	参加 人数	パソコン 使用台数
会長機関： 千葉県産業支援技術研究所	食品・化学技術室 研究員 青木亜由美	3	3
開催機関： あいち産業科学技術総合センター産業技術センター	化学材料室 主任研究員 福田徳生	6	3
(地独)北海道立総合研究機構 産業技術研究本部 工業試験場	材料技術部 応用材料グループ 研究主幹 吉田昌充	3	1 or 2
(地独)青森県産業技術センター	八戸工業研究所 技術支援部 主任研究員 依田毅	1	1
(地独)岩手県工業技術センター	機能材料技術部 主査専門研究員 村松真希	1	1
宮城県産業技術総合センター	材料開発・分析技術部 副主任研究員 佐久間華織	5	2
秋田県産業技術センター	素形材開発部 研究員 野辺理恵	2	2
山形県工業技術センター	化学材料表面技術部 後藤喜一	2	2
福島県ハイテクプラザ	技術開発部工業材料科 専門研究員 菊地時雄	1	1
茨城県産業技術イノベーションセンター	繊維高分子研究所 首席研究員兼高分子材料グループ長 浅野俊之	2	1 or 2
栃木県産業技術センター 県南技術支援センター	化学・資源チーム 主任 小林愛雲	1	1
埼玉県産業技術総合センター	専門研究員 山田岳大	3	2
(地独)東京都立産業技術研究センター	開発本部マテリアル応用技術部 副主任研究員 林孝星	1	1
(地独)神奈川県立産業技術総合研究所	化学技術部 主任研究員 武田理香	4	1
長野県工業技術総合センター	材料技術部門材料化学部 主任研究員 斎藤憲洋	1	1
静岡県工業技術研究所	化学材料科 上席研究員 菅野尚子	2	1
名古屋市工業研究所	材料技術部環境・有機材料研究室 室長 大岡千洋	2	1
岐阜県産業技術総合センター	化学部 専門研究員 丹羽厚至	3	2
三重県工業研究所	ものづくり研究課 主任研究員 森澤諭	4	2

機 関 名	担当者代表 所属・役職・氏名	参加 人数	パソコン 使用台数
富山県産業技術研究開発センター	ものづくり研究開発センター 主任研究員 川野優希	1	1
石川県工業試験場	繊維生活部 主任研究員 神谷淳	2	1
福井県工業技術センター	化学・繊維部 化学高分子研究グループ 研究員 前川明子	1	1
滋賀県工業技術総合センター	有機材料係 主査 大山雅寿	1	1
滋賀県東北部工業技術センター	有機環境係 専門員 神澤岳史	1	1
京都府織物・機械金属振興センター	企画連携課 副主査 鈴木卓也	1	1
(地独) 京都市産業技術研究所	高分子系チーム 研究副主幹 仙波健	2	2
奈良県産業振興総合センター	産業技術研究部 繊維・毛皮革・高分子グループ 統括主任研究員 山下浩一	2	2
(地独) 大阪産業技術研究所 和泉センター	高分子機能材料研究部 研究室長 舘秀樹	2	2
(地独) 大阪産業技術研究所 森之宮センター	物質・材料研究部 総括研究員 平野寛	1	1
和歌山県工業技術センター	地域資源活用部 主査研究員 山下宗哲	2	1
兵庫県立工業技術センター	材料・分析技術部 部次長 平瀬龍二	3	2
(地独) 鳥取県産業技術センター	電子・有機素材研究所 研究員 村田拓哉	3	2
島根県産業技術センター	有機材料技術科 科長 河村進	3	1
岡山県工業技術センター	素材開発部 機能材料科 科長 日笠茂樹	2	2
広島県立総合技術研究所 東部工業技術センター	材料技術研究部 部長 青山進	2	2
広島県総合技術研究所 西部工業技術センター	材料技術研究部 部長 田平公孝	3	1
(公財) 広島市産業振興センター	工業技術センター 材料技術室 主任技師 林貴寛	2	2
(地独) 山口県産業技術センター	企業支援部 環境技術グループ グループリーダー 岩田在博	1	1
徳島県立工業技術センター	材料技術担当 研究員 四宮龍星	1	1
愛媛県産業技術研究所	技術開発部 主任研究員 中村健治	2	2

機 関 名	担当者代表 所属・役職・氏名	参加 人数	パソコン 使用台数
高知県工業技術センター	資源環境課 チーフ 鶴田望	1	1
福岡県工業技術センター	化学繊維研究所化学課 課長 蓮尾東海	1	1
熊本県産業技術センター	材料・地域資源室 研究主任 堀川真希	2	1
大分県産業科学技術センター	工業化学担当 主幹研究員 谷口秀樹	3	2
宮崎県工業技術センター	材料開発部 副所長兼材料開発部 長 中武英俊	1	1
鹿児島県工業技術センター	食品・化学部 研究員 脇田薫	2	1
(一) 化学研究評価機構 高分子試験・評価センター	大阪事業所 所長 佐藤圭祐	1	1
産業技術総合研究所	機能化学研究部門 主任研究員 大石晃広	3	3
参加機関 計 48 機関		計 99	

### 3 産業技術連携推進会議の役割について

産業技術連携推進会議 ナノテクノロジー・材料部会 副部会長 川合 章子 氏



# 産技連の支援事業と 産総研の取り組み

1. 地域産業活性化人材育成事業
2. 産技連ホームページの充実化
3. 産技連感謝状
4. 産総研の地域企業への技術支援成果事例

ナノテクノロジー・材料部会 副部会長  
(産総研材料・化学領域 研究戦略部)  
川合 章子

## 1. 地域産業活性化人材育成事業

公設試職員を産総研に招聘し、地域の技術力向上を目指す

### 事業目的

公設試職員と産総研研究者が共に研究活動を行うことを通じて、地域の中小企業に技術支援を行う公設試職員の技術力向上を図り、**地域企業の技術人材育成や技術力強化につなげます。**

受入実績人数：201名 ※令和2年度までの累積

年度別実績	
平成30年度	8名
令和元年度	4名
令和2年度	15名



## 令和2年度地域産業活性化人材育成事業一覧

公設試名	受入ユニット名
福島県ハイテックプラザ	マルチマテリアル研究部門
奈良県産業振興総合センター	製造技術研究部門
大分県産業科学技術センター	先進パワーエレクトロニクス研究センター
石川県工業試験場	製造技術研究部門
山梨県産業技術センター	工学計測標準研究部門
青森県産業技術センター	人工知能研究センター
栃木県産業技術センター	先進コーティング技術研究センター
福岡県工業技術センター	機能化学研究部門
岡山県工業技術センター	機能化学研究部門
長野県工業技術総合センター	製造技術研究部門
栃木県産業技術センター	細胞分子工学部門
青森県産業技術センター	インダストリアルLCPS研究センター
神奈川県立産業技術総合研究所	人工知能研究センター

赤字は材料・化学領域

## 令和3年度地域産業活性化人材育成事業

令和3年度事業は**現在募集中**です！

募集期間：12月末まで（早期終了する場合があります）

### 今年度支援内容

以下について、産総研地域連携推進部（産技連事務局）より支援します。

- ・公設試職員の産総研への出張旅費及び産総研研究者の公設試への出張旅費
- ・本事業の対象となった取り組みの実施に必要な経費の一部

### 支援内容の主なポイント

1. 柔軟な旅程に対応 **【連続した日でなくとも可】**  
（支援上限：最大4往復、且つ最大30泊まで）
2. 事業の目的に合致すれば出張先を問わず旅費を支援（例：学会等）
3. 新型コロナウイルス感染防止の観点から、実施の全日程又は一部の日程を **リモートで実施する事業についても支援**

職員を事業に参加させたい、興味があるので募集要領など詳しい資料を確認したいなど、本事業については以下の宛先へお問い合わせください。  
産総研 地域活性化人材育成事業担当：kassei-ml@aist.go.jp

## 2.産技連ホームページの充実化

加盟機関と加盟機関の利用者へ、利便性の高い情報を提供。

依頼試験等の県内外料金について  
<https://regcol.aist.go.jp/sgr/iraishiken/>

【NEW】技術支援成果事例  
<https://regcol.aist.go.jp/sgr/seika/#i1-1>  
 掲載を希望される場合は、産技連事務局までご連絡ください！

## 3.産技連感謝状

【目的】  
 産技連を利用して特に優れた連携活動を行った機関に対し、感謝状を授与することにより、産技連の上手な使い方を知らしめて、産技連の発展を図る。  
 (要領を定め、令和元年度より実施中)



写真は令和元年度産技連総会

【令和2年度感謝状授与（8件）】

- ・北海道における農工連携の基盤構築
- ・三次元測定機取り扱い者のための教科書活動
- ・北東北公設試技術連携推進会議IoT技術分野研究会
- ・プラスチック成形加工技術研究会 ベにばなコンファランス
- ・中部地域「デジタルものづくり研究会」
- ・関西圏広域連携による産業技術支援フェア
- ・機能性食品開発に関する四国地域連携支援計画
- ・材料加工技術の高度化と技術革新のためのWG活動

## 4.産総研の地域企業への技術支援成果事例

**木材の流動成形による“竹のスピーカー振動板”**

**チヨダ工業株式会社（プレス金型製造業）**

**◆企業概要**  
 所在地：岡山県瀬戸町瀬戸町  
 取扱商品：プレス金型の開発・製作及び製作設備  
 ◆賞歴等々：2014年総務省特許（チヨダ金型製作）、2017年総務省中小企業・小規模事業者300社選出（産総研推薦）、2019年総務省選出優秀企業（岡山県）、2020年（総務省）国土交通省選出優秀企業（産総研推薦）（国土交通省選出優秀企業）

**◆製品の概要・特徴**  
 強靱な竹の繊維組織を活かし、内部振動と音速のバランスを向上した薄肉一体成形の無動板を開発。さらにキャビネットを作りこみ音響システムとして製品化。小型スピーカーとして知れない体感のある音質を実現しました。

**◆販売実績及び波及効果**  
 クラウドファンディング等の販売実績、インターネット及び店舗販売を展開。SNS等でもPR活動中。スイス在住の音楽ジャーナリストにも認められ、海外での試聴会を予定。音育活動として盲学校に寄贈し、好評を得ました。

**◆関係者からの声**  
 ●目の前々弾いて貰っている様な振動感を目指して「ダ」音程 2対1 2対1 止の編み特  
 特に弦楽器のアルゴリズムを目指し、弦楽器の音質オーブイオ  
 店社長からも、お褒めの言葉を頂きました。  
 ●天然植物素材の工業用途開発の推進、産総研推薦による販  
 産総研 産総研で開発された「竹繊維」は、木や竹  
 繊維・物性にバラツキある素材から、評価・加工・プロセス技術の  
 合わせ技により、その特徴を活かし作られた新材料ができました。

**◆産総研の支援内容**  
 開発支援  
 環境や成長過程によって構造・物性が変化する竹の  
 特徴を把握し、型加工に適用するための素材開発  
 産総研の東証（マルチメディア研究部門）  
 樹脂複合化と流動成形による物性向上・安定化  
 竹の成形による厚肉化 0.5mm 以下  
 音質は竹の角！：音速 4000m/s以上、内部損失 0.08以下

**◆産総研との連携のきっかけ**  
 木材流動成形技術の紹介、本技術を実用化し（世の中しない斬  
 り物を選びたい、そのために公的資金を調達し、委託したい）との  
 ご要望から研究者と協働し、リボン申請・支援→商品化に至りま  
 した。（産総研 中小企業支援アドバイザー 桑 止ら）



竹の繊維とプレス加工による流動成形  
 作られたスピーカー振動板をユニットに組み立て、製品化

産総研 産総研 産総研 産総研

お問い合わせ先：産総研 産総研 産総研 産総研  
 <tsnho-jst-m@aisr.go.jp>

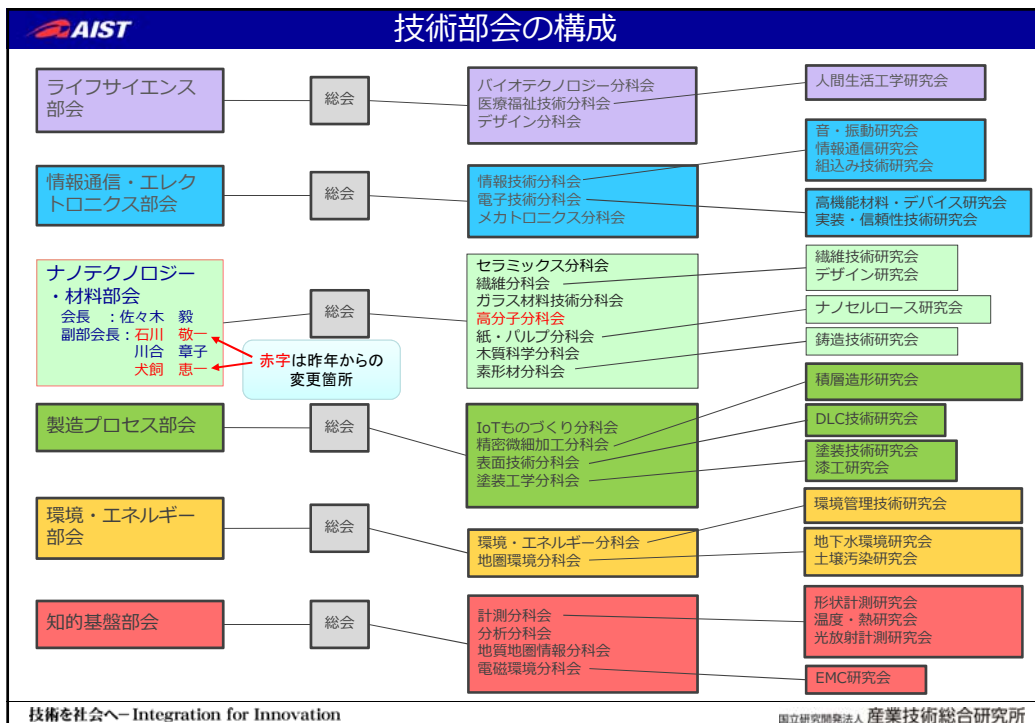
## 産業技術連携推進会議への問い合わせ先

E-mail: [sangi-jimukyoku-ml@aist.go.jp](mailto:sangi-jimukyoku-ml@aist.go.jp)

産業技術連携推進会議事務局

〒305-8560  
 茨城県つくば市梅園1-1-1つくば中央第1  
 産業技術総合研究所 イノベーション推進本部  
 地域連携部 地域・中小企業室 内

# 以下、参考資料



2020年	2021年
9月～11月 紙・パルプ分科会総会 (書面審議)	1/8～ 繊維分科会幹事会 (書面審議)
10/19-30 セラミックス分科会総会 (書面審議)	1/29 <b>ナノテクノロジー・材料部会総会 (オンライン)</b>
11/11 素形材分科会総会 (オンライン開催)	6/30 繊維分科会総会 (書面審議)
11/30-12/16 木質科学分科会総会 (書面審議)	9/16 セラミックス分科会総会 (オンライン開催)
11/30 ガラス材料技術分科会総会 (オンライン開催)	9/24～ 木質科学分科会総会 (書面審議)
2021年	11/8 素形材分科会総会 (オンライン開催)
1月 <b>高分子分科会総会 (書面審議)</b>	11/11 <b>高分子分科会総会 (オンライン)</b>

## 4 共同研究報告

「酸化開始温度(IOT)測定による高分子材料の劣化評価」

高分子分科会共同研究世話人

福島県ハイテクプラザ 技術開発部 専門研究員 菊地 時雄 氏

産総研・地域オープンイノベーション力強化事業

産技連・高分子分科会 共同研究(令和3年度)中間報告

— 酸化開始温度(IOT)による高分子材料の劣化評価 —

産業技術総合研究所 大石晃広、萩原英昭

北海道・東北ブロック 幹事

宮城県産業技術総合センター 今野政憲、佐藤勲征、推野敦子

秋田県産業技術センター 工藤素

山形県工業技術センター 後藤喜一

福島県ハイテクプラザ 菊地時雄

初期の酸化劣化の程度を、簡単に評価できないか？

- 成形時の酸化劣化が、ある境界値(?)を超えると、冷暗所に放置しても、酸化劣化が進み、数か月・数年後に変色・破壊が生じるという経験ありませんか？

- ⇒難燃剤の成形時の熱分解による酸化劣化
- ⇒最終充填部のガス抜け不良による酸化劣化
- ⇒促進暴露試験後、保管した試験片



各評価法の劣化に対する感度

評価方法	屋外暴露時間		
	初期 0～3ヶ月	中期 3～6ヶ月	後期 6ヶ月～
IR	×	○	×
DSC	○	○	×
GPC	○	○	×
強度	×	○	○
粗さ	△	×	×
色差	△	×	×

問題点

\* 溶剤に溶けない樹脂が圧倒的に多い

\* CBが多量に入っているゴムはIRで測定できない

\* 強度測定のスプリングができないものが多い

⇒ 何かいい方法は？

評価方法

- × 機械特性 ⇒ 製品から測定サンプルは作りにくく、強度低下は初期の酸化劣化では差が出ない
- × MFR等の流動特性 ⇒ 必要量が採取できないことが多く、正常部と混ざってしまい、差が出ない
- × GPC分子量分布 ⇒ 測定できない樹脂の方が圧倒的に多い
- △ FT-IR ⇒ 初期の酸化劣化には感度が悪い
- △ DSCによるOIT ⇒ 測定時間が長く、ガスの切り替えとか装置が特殊
- DSCによるIOT ⇒ 感度はいいが、炉が汚染されるため嫌がられる

◎ TG-DTAによるIOT ⇒ 炉は燃焼用に丈夫にできており、最近ではDTAの感度も向上。重量減も測定

## 成形加工学会誌の最近の主な酸化劣化の評価報告

- 藤井、馬場: 成形加工, P.155, vol.30, No.4(2018)  
難燃剤入りABSの耐温湿度性をMFRで比較し耐久性を推定
- 本間、西村 他: 成形加工, P.215, vol.30, No.5(2018)  
PE配管の温水劣化をOIT他で解析
- 井口、西村 他: 成形加工, P.444, vol.26, No.9(2014)  
PETの加水分解劣化をOIT, FT-IR, GPC, 引張試験他で解析
- 岡田、西村 他: 成形加工, P.483, vol.26, No.10(2014)  
PEの熱劣化(酸化)を, 加熱ATR-IR, OIT, 引張試験他で解析
- 児子、光石、後藤: 成形加工, P.349, vol.25, No.7(2013)  
PP/CaCO<sub>3</sub>の熱酸化劣化を, 機械特性で評価し, 表面処理の影響を調べた
- 福嶋、内海、隅田 他: 成形加工, P.161, vol.23, No.3(2011)  
PC/ABSとm-PPEの耐リン系難燃剤の評価を機械特性, 分子量, MFRで評価
- 福嶋、隅田 他: 成形加工, P.567, vol.15, No.8(2003)  
PPのリサイクル時の性能劣化を, 機械特性とTG-DTAを用いたOITで評価  
\*この他に、ケミカル・ルミネッセンス法による評価が2報

## これまでの経緯と今後

- 令和元年  
PPの射出成形 ダンベル試験片で、TG-DTAを用いたIOT測定
- 令和2年  
試験片ごとのばらつきが大きかったという反省から、押し出し機によるリペレットを繰り返して、劣化を促進させることとした。  
材料は、家電で多く用いられている難燃剤入りのABSとした。
- 令和3年  
今年度と同様に、難燃剤入りABS、PC/ABS、PPのリペレットを評価 この手法の可能性を分科会で共有する

## 熱分析による酸化劣化の評価方法

- 酸化開始温度(Initial Oxidation Temperature)測定

⇒空気雰囲気下, 一定昇温速度で加熱し, 分解開始温度を測定

大武義人, 高分子材料の事故原因究明とPL法(アグネ技術センター)

大武義人, ゴム・プラスチック材料のトラブルと対策(日刊工業新聞社)

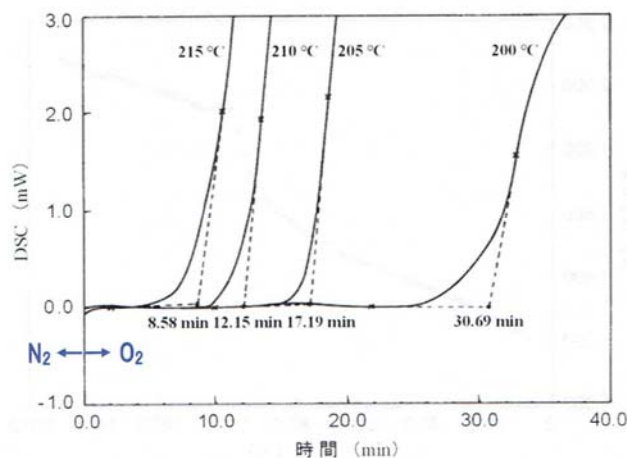
- 酸化誘導時間(Oxidation Inductive Time)測定

⇒不活性ガス雰囲気下, 熱分解させる温度まで, 素早く昇温

空気にガスを切り替え, 一定温度のまま, 分解開始時間を測定

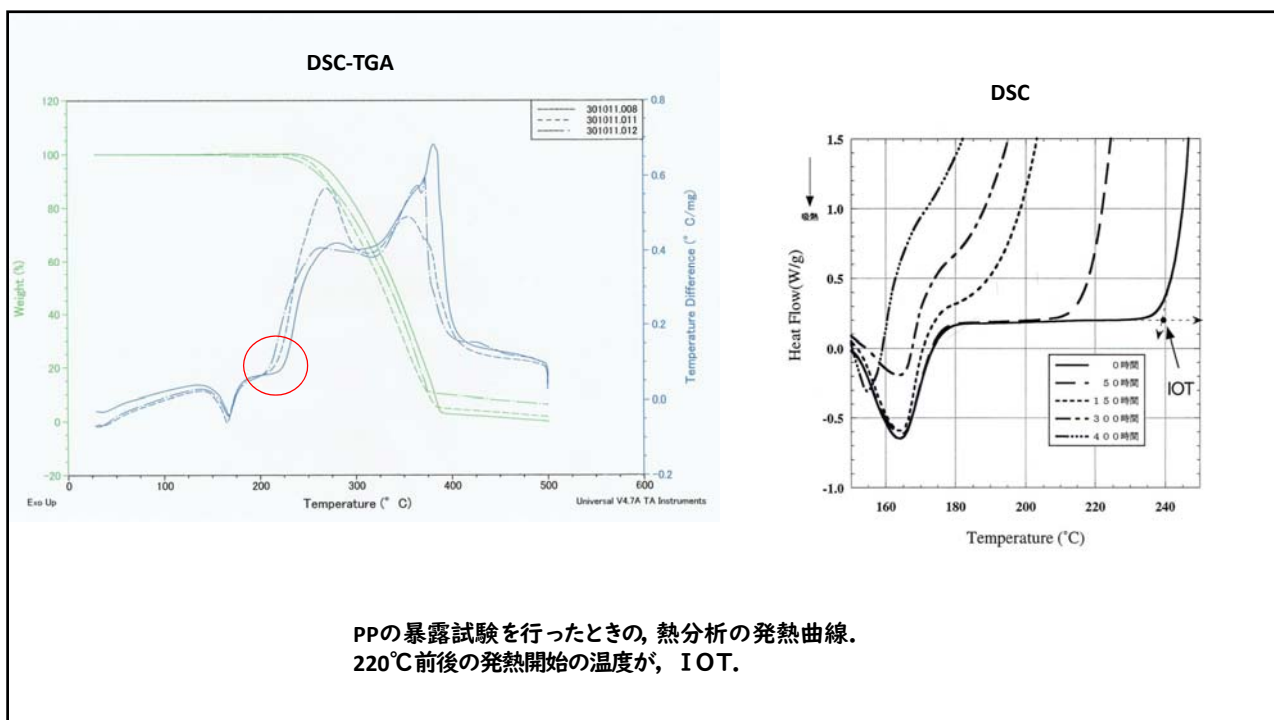
熱分解させる温度を変えて, 数回測定

### 酸化誘導時間測定 OIT



PEの酸化誘導時間における温度依存性

(株)日立ハイテクサイエンス 熱分析セミナーテキストより抜粋



## 難燃剤入りの材料を選んだ理由

- ハロゲン+アンチモン系  
ハロゲン化合物の熱分解により発生したハロゲンラジカルにより樹脂の分子量低下
- リン系   リン系が主流？  
(熱)加水分解などによりリン酸が発生し、エステル系樹脂の加水分解で分子量低下 (PC, PET, PBT)
- 難燃剤は熱分解により 燃焼を食い止める
- 熱分解が起こりやすいので、成形温度は低く設定
- 粘度upせん断発熱up (10°C~20°C) ⇒ 難燃剤の熱分解
- 保管時 (使用時) 数か月で破断事故

## 令和3年度 中間報告

- 今年度の結果の集計方法について

目的:リペレットによる**熱履歴の差**を、熱分析により**評価の可否**を図る



TG-DTAによるIOT(5%重量減)の**絶対値ではなく、その傾向を分類**

成分分析のような A:00%、B:00% 標準偏差00 という評価はしない

サンプル (リペレット0、2、5回)

難燃 ABS

セビアン SER20 V-0 (UL94) 臭素系難燃剤 ダイセルミライズ

難燃 PC/ABS

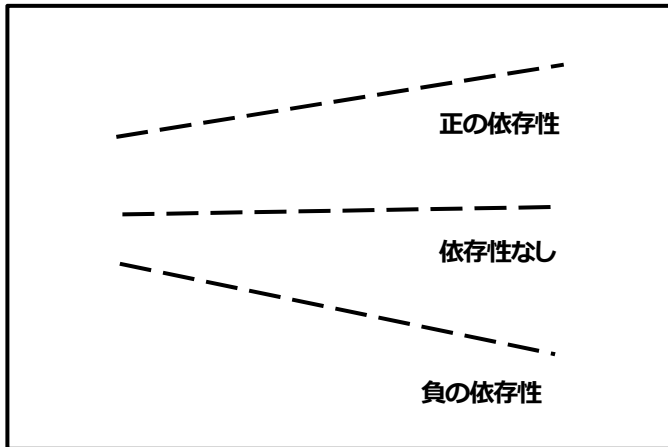
マルチロン TN-7000 V-0/5VB 非ハロゲン系難燃剤 帝人

PP

射出成形標準グレード プライムポリマー

### IOTの熱履歴 (リペレット回数)依存性 例)

IOT (もしくは5%重量減温度)



リペレット回数

リペレット0, 2, 5回の測定において

サンプル測定結果が4°C以内の場合  
依存性無、と判断した

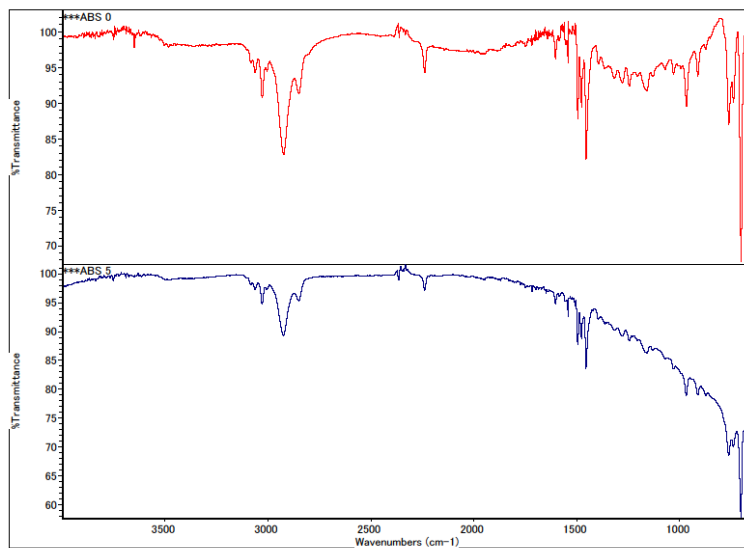
前回同様、ABS, PC/ABSについては  
IOTの評価は無、とした

菊地の予想  
リペレット2回目までは、  
差が無いかあってもわずか  
5回目は大きく変化



下図の方が若干色が濃くなっている

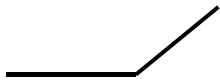
### ABS



# ABS 5%重量減温度 $T_{w95}$ の熱履歴依存性

大きく4グループに分類

a) 42% 正の依存性

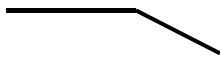


c) 26% 依存性無し

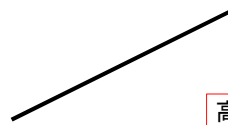


c:この程度の熱履歴では変化無し

b) 11% 負の依存性



d) 21% 正の依存性 d:高温側にシフト



高温側にシフト 63% (a+d)

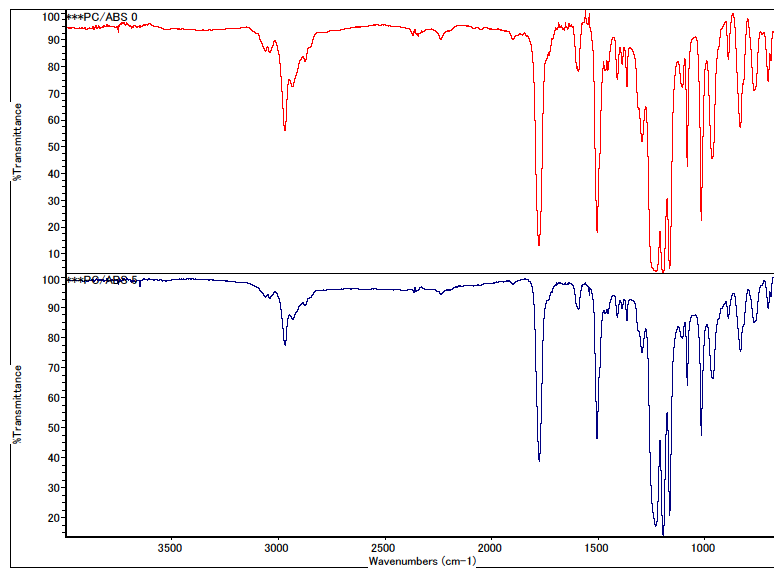
→R2の結果と同様

a,b :0, 2回までは変化しないが 5回になると変化  
aは高温にシフト、bは低温にシフト

## PC/ABS

リペレット 0回

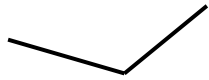
リペレット 5回



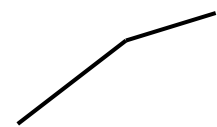
# PC/ABS 5%重量減温度 $T_w95$ の熱履歴依存性

大きく4グループに分類

a) 10% V字型?

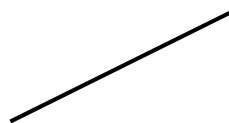


c) 16% 依存性無



b) 16% 正の依存性

d) 58% 正の依存性



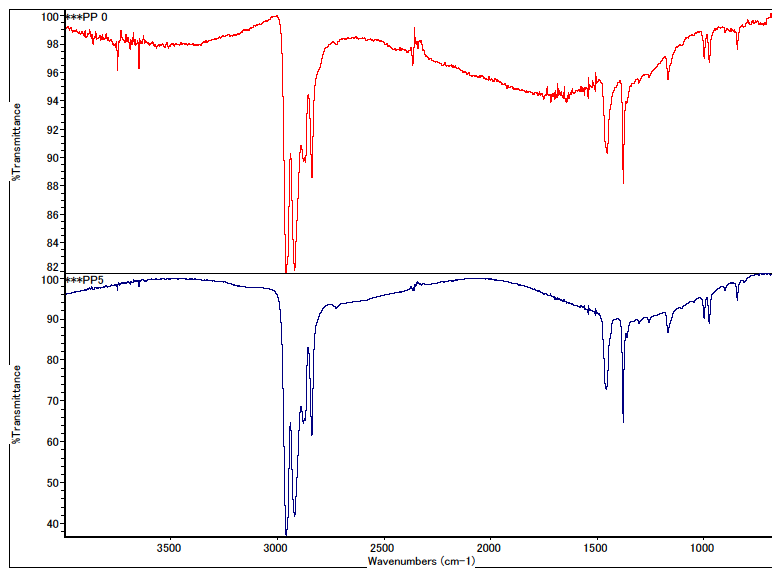
高温側にシフト 74% (b+d)

→R2の結果と同様

## PP

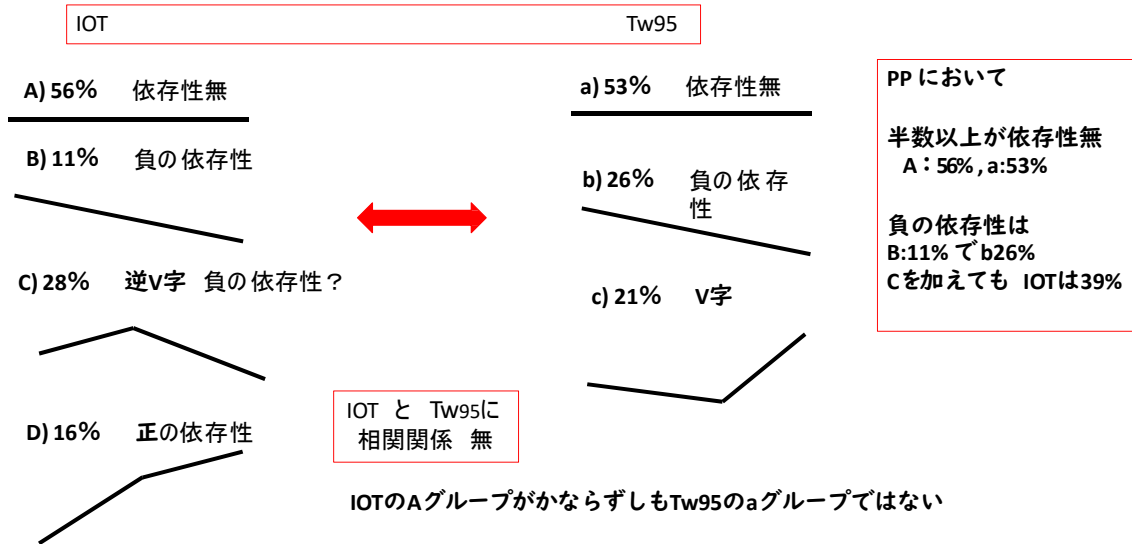
リペレット 0回

リペレット 5回





## PP IOTと5%重量減温度 $T_{w95}$ の熱履歴依存性



リペレット0～5回の熱履歴において、5%重量減温度 $T_{w95}$  は

ABS

- ・熱履歴に伴い高温側にシフトする傾向がある(ようだ)

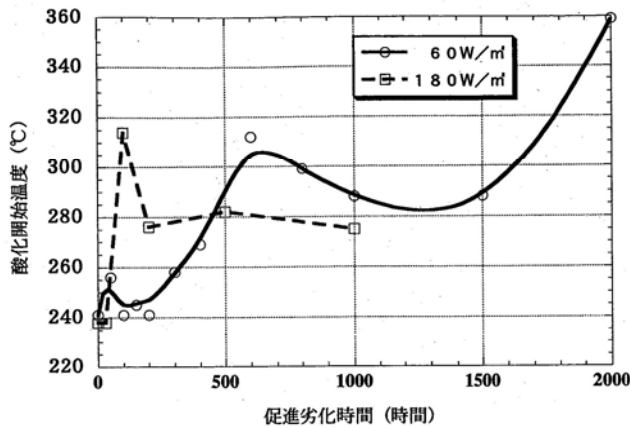
PC/ABS

- ・熱履歴に伴い高温側にシフトする傾向がある(ようだ)

PP

- ・IOT、 $T_{w95}$  ともに熱履歴依存性は無い(ようだ)
- ・IOT、 $T_{w95}$  ともに熱履歴に伴い、低温側にシフトする傾向がある(ようだ)

### 暴露時間 VS IOT



PSの促進劣化にともなう酸化開始温度の変化

GPPSを、キセノンウエザーメーターで、促進暴露試験 (300~400nm 60W/m<sup>2</sup>,180W/m<sup>2</sup>)を行い、暴露時間と酸化開始温度をプロットしたのが左図である。

IOTは、一度上昇してから下がる傾向がみられた。

スチレン系の材料における別の経験であるが、熱分解GCを用いて評価していたころ、劣化品の分解温度のピークも高温側にシフトしていた

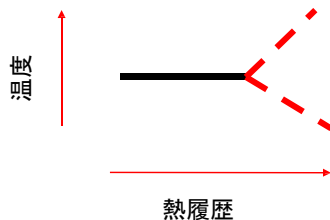
これらの現象が、スチレン系材料に特有なのかは不明

### 菊地の予想 大きく外れた

令和3年 中間報告 まとめ

リペレット2回目までは、  
差が無いがあってもわずか  
5回目は大きく変化

スチレン系の材料は、昨年同様 高温シフト  
PPIは、低温シフト



すべての結果において、  
熱履歴依存のパターンに、測定装置依存は無

PPの結果に関して、過半数が依存性無し  
→サンプルの作成に問題あり？

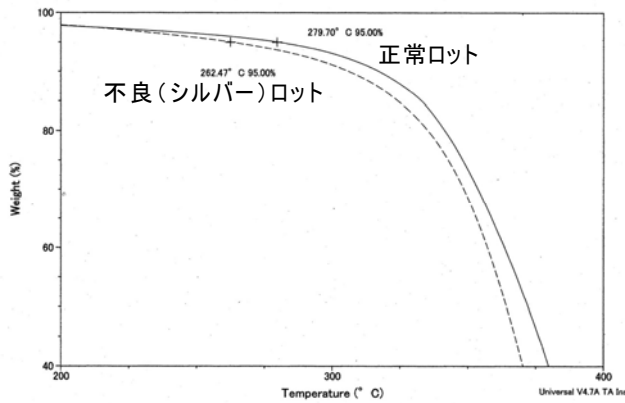
TG-DTAの場合、DSCとは異なり  
ベースラインの安定さや感度に若干の難があるので  
IOTには不向き？

高温側であれ、低温側であれ、バージン材と比較して  
差があれば 判断材料として 採用は可？

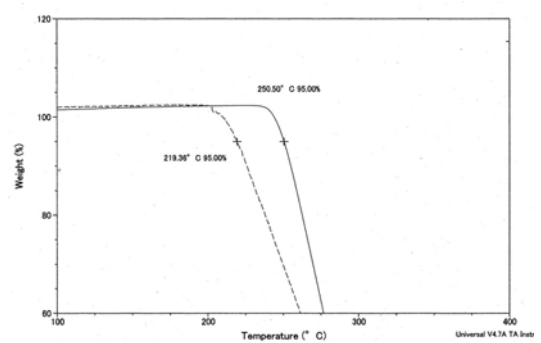
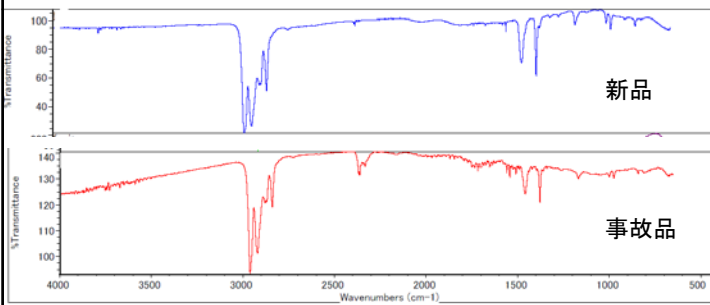
もう少し劣化が進んだサンプルであれば、この手法は可？

### トピックス1

リサイクルPPの成形で、あるロットだけシルバーの成形不良が発生する  
FT-IRでは解析不可であったが、5%重量減温度が、シルバー発生ロットは17°C低下していた  
乾燥不良や空気の巻き込みによる成形不良ではなく、成形時の熱分解による発生ガスであると判断した



### トピックス 2



フレコンバックの吊り下げベルトの破損

5%重量減温度 31°C低温側にシフト

## 5 事例紹介・話題提供

(1) 地域連携推進のための産総研の取り組み～材料評価に関して

産業技術総合研究所

主任研究員 大石 晃広 氏

(2) プロシアニジン含有細胞サイズリポソームの作製と観察による特徴解析

地方独立行政法人 青森県産業技術センター

主任研究員 依田 毅 氏

(3) 熱分析によるポリ乳酸の劣化解析手法の検討

長野県工業技術総合センター

主任研究員 斎藤 憲洋 氏

(書類のみ提供)

(4) 新規導入機器紹介 宮城県産業技術総合センター

(5) セルロースナノファイバーを用いた樹脂、ガラス面への防曇膜の形成

愛媛県産業技術研究所

(6) 樹脂劣化評価手法の開発

名古屋市工業研究所

(7) デジタル画像相関法を用いた CFRP の引張特性評価

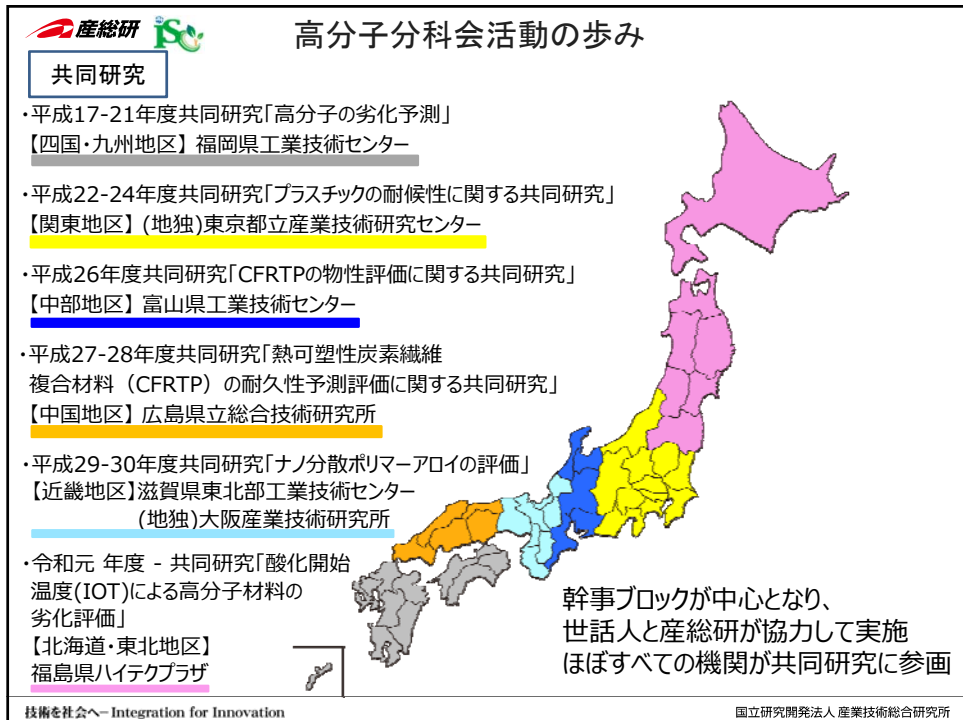
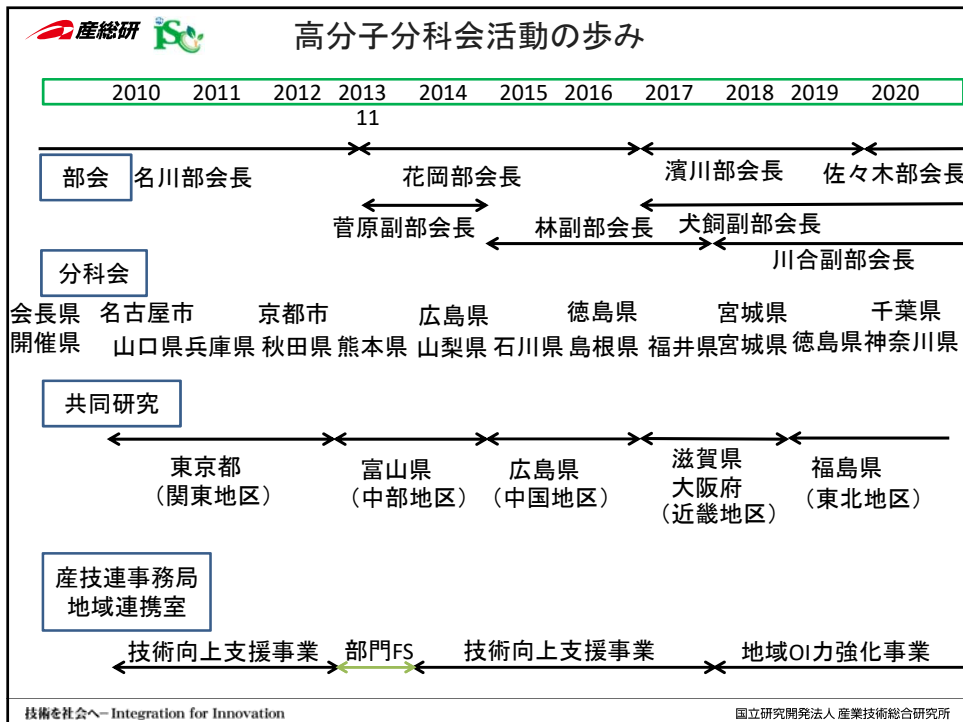
あいち産業科学技術総合センター産業技術センター

## 地域連携推進のための産総研の取り組み ～材料評価に関して

(国研)産業技術総合研究所  
機能化学研究部門  
大石晃広

### 本日の内容

- ・ 高分子分科会活動の歩み  
技術向上支援事業を中心に
- ・ 公設試の地域オープンイノベーション力強化事業  
(高分子分科会)



- ・平成22-24年度共同研究「プラスチックの耐候性に関する共同研究」

学会発表

論文投稿

Weatherability of Polypropylene by Accelerated Weathering Tests and Outdoor Exposure Tests in Japan

- ・平成26年度共同研究「CFRTPの物性評価に関する共同研究」

- ・平成27-28年度共同研究「熱可塑性炭素繊維複合材料（CFRTP）の耐久性予測評価に関する共同研究」

学会発表

論文投稿

Round robin tests to determine fiber content of carbon fiber-reinforced thermoplastic composites by combustion and thermogravimetry

ISO提案

**ISO 22821\_2021 炭素繊維強化プラスチック-熱天秤(TG)による繊維重量の求め方 2021年1月8日発行**

- ・平成29-30年度共同研究「ナノ分散ポリマーアロイの評価」

手順書マニュアル作成

学会発表

論文投稿

- ・令和元-2年度 - 共同研究「酸化開始温度(IOT)による高分子材料の劣化評価」

2019年度  
参画機関数 47機関  
分科会員数 290名



(複数機関は割愛)

公設試のネットワーク

## 産総研・地域オープンイノベーション力強化事業

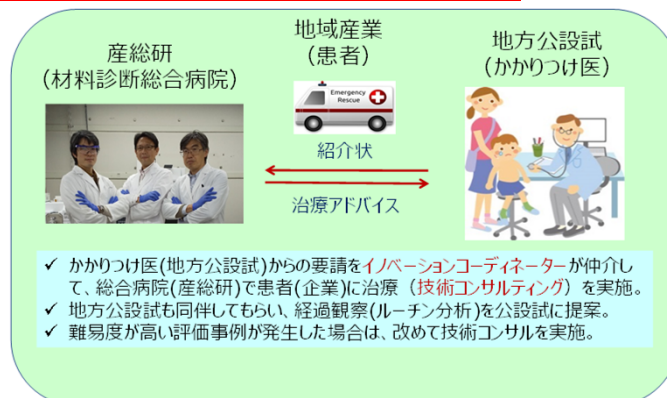
### 産技連・高分子分科会 共同研究

#### — 酸化開始温度(IOT)による高分子材料の劣化評価 —

- 産業技術総合研究所 大石晃広、萩原英昭
- 北海道・東北ブロック 幹事
- 宮城県産業技術総合センター 今野政憲、佐藤勲征、推野敦子
- 秋田県産業技術センター 工藤素
- (地独)岩手県工業技術センター 村上総一郎
- 山形県工業技術センター 後藤喜一
- 福島県ハイテクプラザ 菊地時雄

## 最後に

公設試の地域オープンイノベーション力強化事業<技術向上支援>  
産技連高分子分科会(技術部会)での取り組みの紹介とともに  
公設試と連携して地域企業の課題に取り組む



公設試のみなさまのご協力をお願い致します



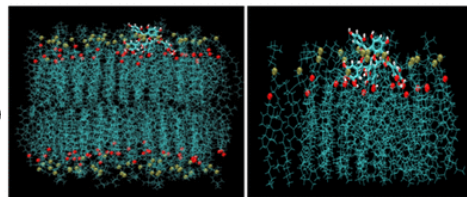
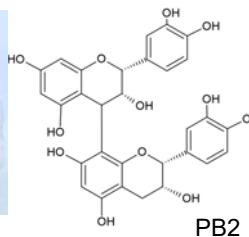
# プロシアニジン含有 細胞サイズリポソームの作製 と観察による特徴解析

八戸工業研究所 技術支援部 依田毅

Aomori Prefectural Industrial Technology Research Center  
地方独立行政法人 青森県産業技術センター

背景1

## リンゴに含まれるプロシアニジンB2 (PB2)



[3]

- ・青森県はリンゴの生産が盛んで「一日一個のりんごで医者いらず」と言われる。
- ・リンゴ果実そのものが、機能性表示食品として販売されている[1]。
- ・リンゴに含まれるプロシアニジンは機能性化合物として注目されている。
- ・プロシアニジンには、脂質吸収を抑える作用が有る。
- ・プロシアニジンは消化管の一部の受容体に作用し、分子機構を変化させることで代謝調節を制御している可能性が高い[2]。
- ・最近、生細胞とシミュレーションを用いてプロシアニジンと膜脂質とが相互作用しているという報告があった[3]。

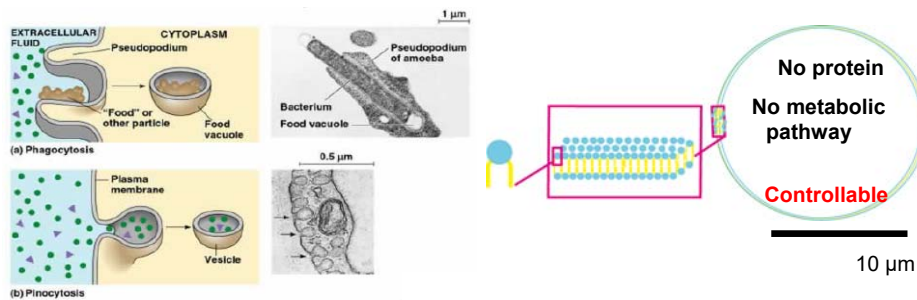
[1]プライムアップル! (ふじ) つがる弘前農業協同組合HP より引用

[2] Matsumura et al., *PLoS ONE* (2014). [3] Wang et al., *J. Agric. Food Chem.*(2021)

Aomori Prefectural Industrial Technology Research Center  
地方独立行政法人 青森県産業技術センター

背景2

## 細胞膜と細胞サイズリポソーム

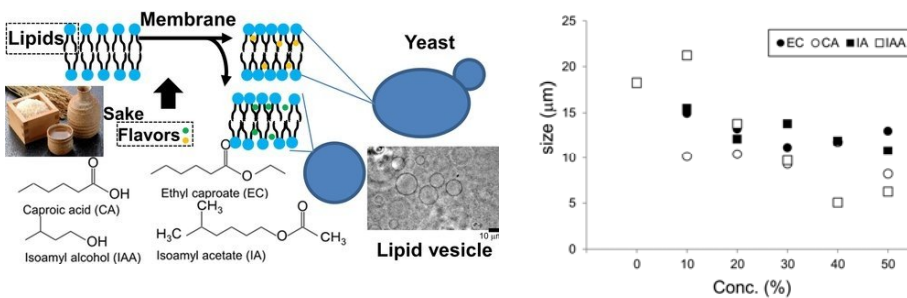


- ・細胞膜は細胞外部と内部を隔てているだけでなく物質の取り込みや排出、信号の伝達を担っている。
- ・細胞サイズリポソームは細胞サイズなので細胞と同じ大きさ同じ曲率を持ちモデルとして有用である[4]。
- ・生体模倣膜小胞の細胞サイズリポソームはタンパク質や代謝系を含まず、構成成分を比較的制御しやすかった。
- ・これまで、光学顕微鏡による直接観察による研究が行われてきた[5]。

[4] Hamada and Yoshikawa *Materials* (2012) [5] Yoda et al., *Chem. Lett* (2010)

背景3

## 吟醸香含有リポソームの観察 (最近の研究)



- ・お酒の発酵過程で重要な香りの、吟醸香の成分であるカプロン酸エチルECや酢酸イソアミルIA、また欠点となる香りのカプロン酸CA、イソアミルアルコールIAAを含む膜細胞サイズリポソームの観察を行った[6-8]。
- ・これら四成分はいずれも膜の流動性に作用し、細胞サイズリポソームを減少させた。また吟醸香を多く生産する変異株では、サイズが小さくなることも発見した。

[6] Yoda, et al., *Biomimetics*. (2020). [7] Yoda and Saito, *Membranes* (2020)

[8] 依田、高分子分科会書面会議

目的

## プロシアニジンB2 (PB2) 含有リポソームの作製と観察

10 μm

プロシアニジンB2(PB2)  
(プロシアニジン的一种で含有量を調べる際の標準物質)

1,2-Dioleoyl-sn-glycero-3-phosphocholine(DOPC)  
(細胞サイズリポソームの作製によく用いられる不飽和リン脂質)

- ・プロシアニジンと膜との相互作用を細胞サイズリポソームを作製して観察して調べることを目的にした。

Aomori Prefectural Industrial Technology Research Center  
地方独立行政法人 青森県産業技術センター

方法

## 細胞サイズリポソームの作製、サイズ計測

① ② ③ ④

サイズ(直径)

DOPC

PB2

<細胞サイズリポソームの作製>

- ①試験管内でクロロホルム溶液に、不飽和脂質1,2-Dioleoyl-sn-glycero-3-phosphocholine(DOPC)とProcyanidin B2(PB2)を溶解した。
- ②窒素ガスを吹き付けて、脂質フィルムを作製した。
- ③デシケーター内で真空乾燥させ、有機溶媒を除去した。
- ④超純水を加えて一晩放置し、脂質の自己集合により細胞サイズリポソームを得た。

<顕微鏡観察①サイズ計測>

作製した細胞サイズリポソームをランダムに各実験区30個以上、作製は2本以上の試験管で行い、平均直径サイズを比較した。

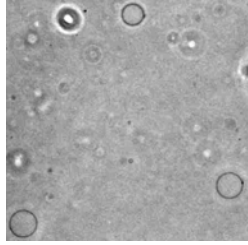
Aomori Prefectural Industrial Technology Research Center  
地方独立行政法人 青森県産業技術センター

結果

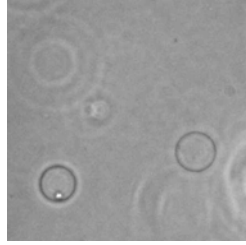
### PB2含有細胞サイズリポソームのサイズ

DOPC

DOPC (50%) / PB2 (50%)

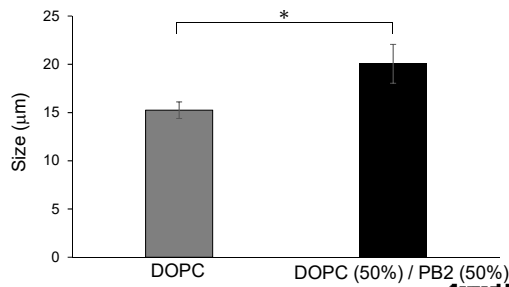


20  $\mu$ m



20  $\mu$ m

**DOPC50%/PB2 50%含有  
リポソームは、  
DOPC100%リポソームより  
有意に大きかった。**

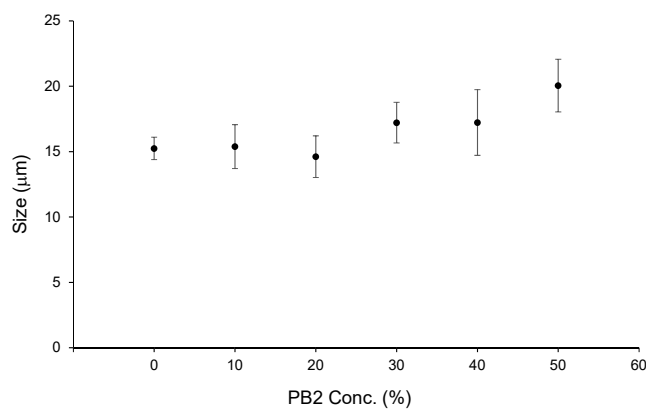


[9] Yoda, Submitted

Aomori Prefectural Industrial Technology Research Center  
地方独立行政法人 青森県産業技術センター

結果2

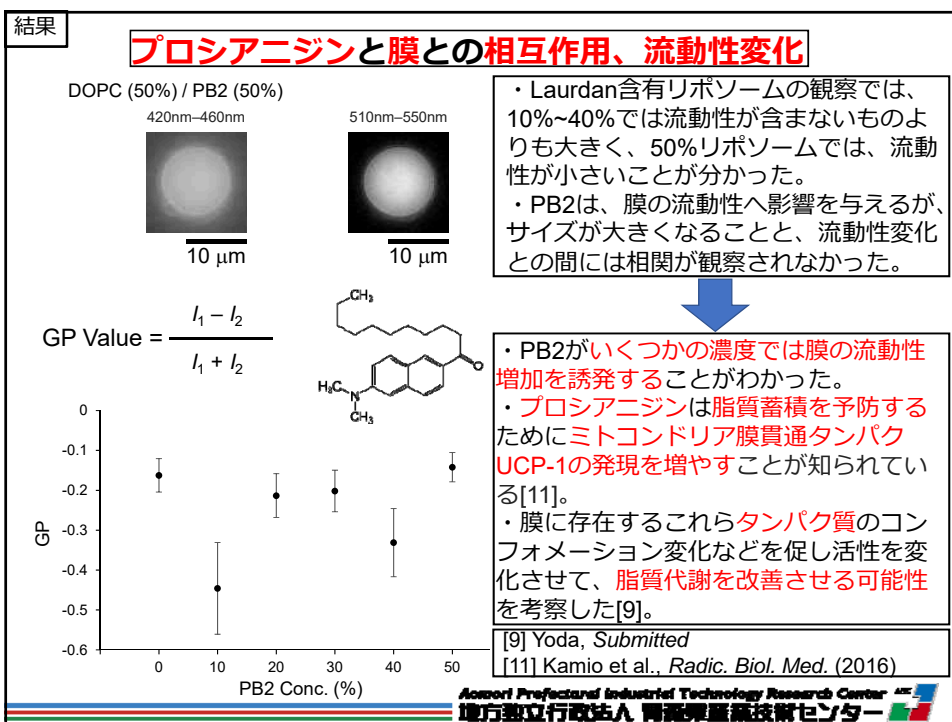
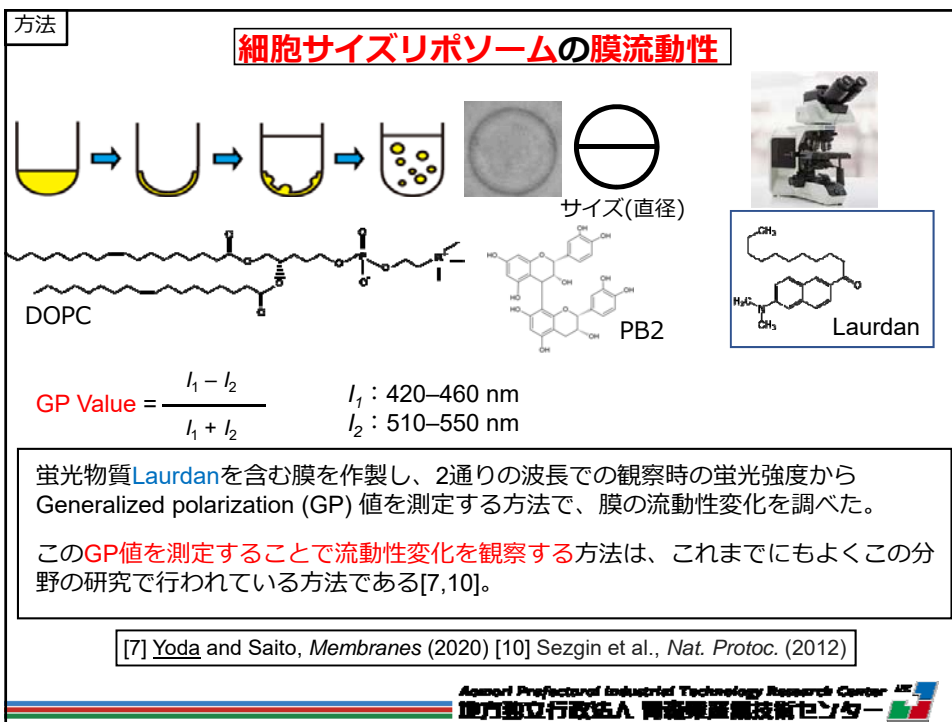
### 細胞サイズリポソームのサイズへのPB2濃度の影響

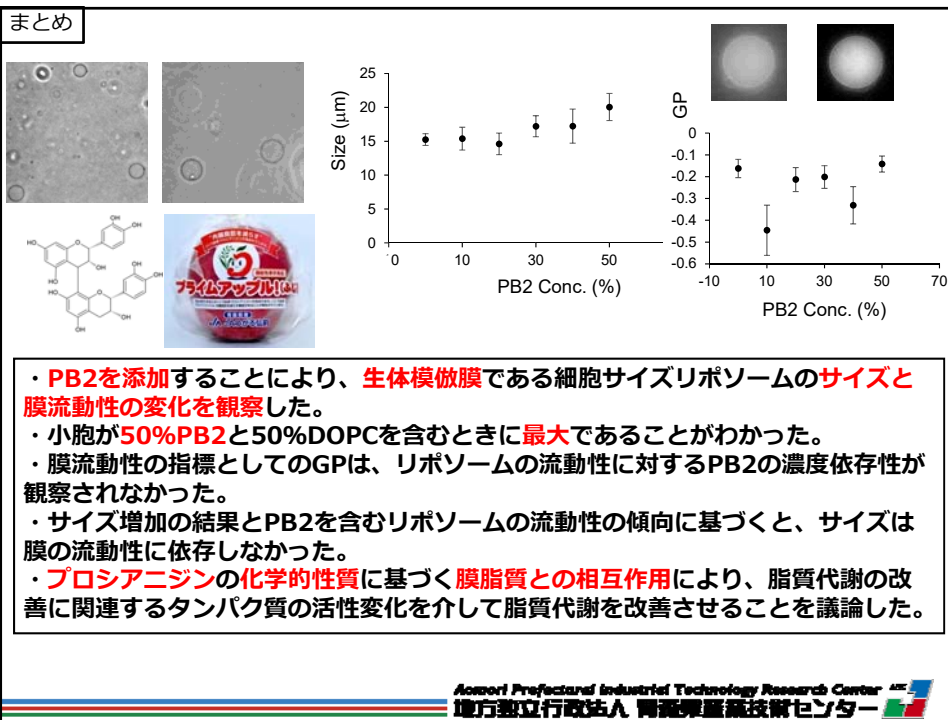
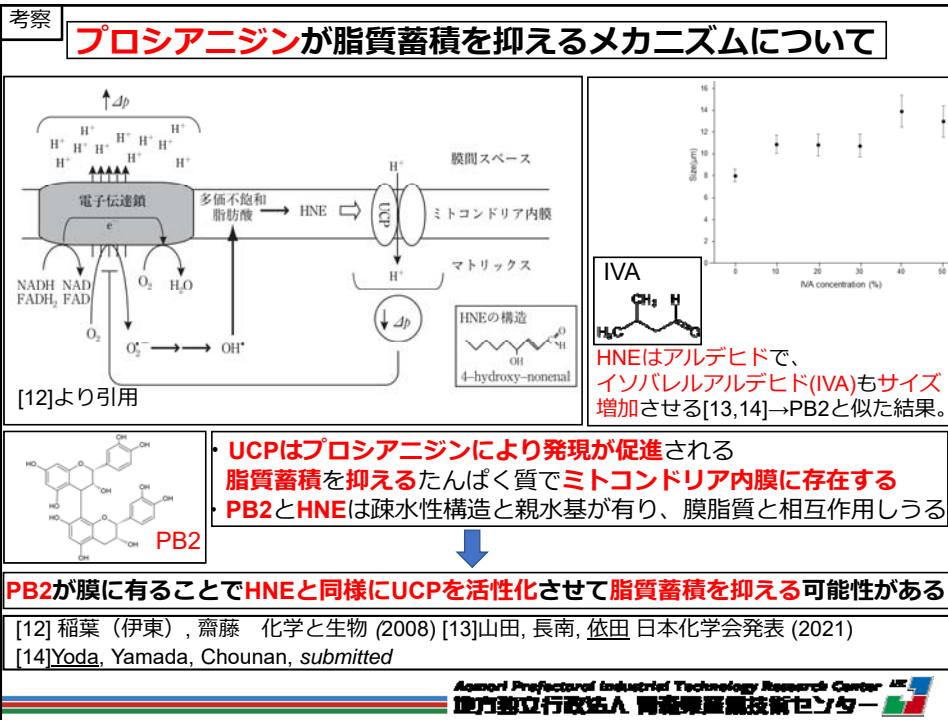


**PB2濃度依存的に生体模倣膜小胞のサイズが増加することがわかった。**

[9] Yoda, Submitted

Aomori Prefectural Industrial Technology Research Center  
地方独立行政法人 青森県産業技術センター





謝辞

下記団体から研究費をいただき、本研究を遂行することが出来ました。  
深く感謝いたします。

- ① 松籟科学技術振興財団研究助成(松籟科学技術振興研究財団) ,
- ② コニカコニカミノルタ画像科学奨励賞  
(コニカコニカミノルタ科学技術振興財団)
- ③ インテリジェント・コスモス奨励賞  
(インテリジェント・コスモス学術振興財団)
- ④ 科学研究費若手研究(日本学術振興会)
- ⑤ チャレンジ研究および第三期戦略課題研究 (青森県産業技術センター)

ご清聴ありがとうございました

# 熱分析によるポリ乳酸の劣化解析手法の検討\*

長野県工業技術総合センター 材料技術部門 材料化学部  
齋藤憲洋 柏木章吾

## Examination of Thermal Analysis as Method for Polylactic Acid Degradation Analysis

Norihiro SAITO and Shogo KASHIWAGI

バイオプラスチックとして利用拡大が期待されるポリ乳酸(PLA)について、使用中の劣化による材料の強度低下及び使用後の環境中での分解の進行状態を解析するための手法として、熱分析の有効性について検討した。その結果、劣化解析のための指標として使用中の強度低下については示差走査熱量測定(DSC)により結晶化挙動を解析した値が適用可能であり、使用後の環境中での分解の進行については熱重量測定(TG)により熱分解挙動を解析した値が適用可能であることが示唆された。

キーワード: バイオプラスチック, ポリ乳酸(PLA), 示差走査熱量測定(DSC), 熱重量測定(TG), 劣化解析

### 1 緒言

プラスチック製品は、大量生産が可能であり、安価で軽量で丈夫であることから世の中に広く普及している。現在普及しているプラスチック材料の一般的な原料は石油であるが、これは有限の資源であることから、今後原料を石油に依存しない材料が求められている。また、近年、焼却時に発生する二酸化炭素による地球温暖化、環境への残留による悪影響などが課題となっている。

このような状況の中でバイオプラスチックが注目されている。バイオプラスチックは、バイオマスを原料に製造される「バイオマスプラスチック」と、微生物によって生分解される「生分解性プラスチック」の総称であり、どちらかの性質を持っていればバイオプラスチックに分類される。「バイオマスプラスチック」は、原料の脱石油化や石油由来材料を焼却することによる二酸化炭素増加を抑制することが可能であり、「生分解性プラスチック」は環境への残留を防げることから環境調和型の材料として期待されている。

バイオプラスチックの中でも特にポリ乳酸(PLA)は、「バイオマスプラスチック」と「生分解性プラスチック」の両方の性質を持ち、穏やかな生分解性を備えている<sup>1)</sup>ため、今後の利用拡大が期待されている。PLAは、使用時には普通のプラスチック同様に必要な物性を保ったまま使用でき、使用後は分解が進行することが望ましい。PLAは、乳酸がエステル結合によって重合した構造をしている。これまでに金野らのPLAの環境中劣化に関する研究において、劣化による物性低下がエステル結合の加

水分解によりおこると考えられることが報告されている<sup>2)</sup>。今後、利用が広がっていくなかで、使用中に劣化により材料がどの程度強度低下しているのか、また使用後の環境中で材料の分解は進んでいるのかどうか調査する必要性が高まることが想定される。そのような場合に、劣化や分解についての情報を得るための解析が必要となるため、少量の試料で迅速に分析が可能な熱分析について、劣化解析手法としての有効性を検討したので、結果について報告する。

### 2 実験方法

#### 2.1 材料及び試験片の作製

材料は、PLA(ユニチカ(株)製テラマックTE-2000)を用いた。試験片は、小型射出成形機((株)新興セルビック製C, Mobile-0813)を用いて成形温度205℃、金型温度40℃で、小型ダンベル試験片(JIS K7139-2009 ダンベル型引張試験片タイプA12, 平行部の幅約5mm, 厚さ約2mm)を射出成形により作製した。

#### 2.2 加水分解による促進劣化

試験片を濃度0.1(mol/L)の水酸化ナトリウム水溶液に温度60℃で浸漬した。浸漬時間は、70, 100, 125, 140, 170, 200, 250, 320時間とした。

#### 2.3 外観観察

外観観察にはデジタルマイクロスコープ((株)ハイロックス製HRX-01)を用いた。

#### 2.4 強度試験

強度試験は、材料試験機(インストロンジャパン製5567)を用いて、試験速度5mm/min, チャック間距離50mmで引張試験を行い引張強さ及び引張破断伸びを求めた。引張破断伸びは、チャック間距離から計算した。

\* 経常研究



表1 DSC温度条件

設定温度 [°C]	昇温(降温) 速度 [°C/min]	保持時間 [分]
210	10	2
70	10	2
210	10	0

## 2. 5 熱分析

### 2. 5. 1 熱重量-示差熱分析(TG-DTA)

示差熱天秤((株)リガク製TG8120)を用いて、空気雰囲気中(流量100mL/min)で室温から10°C/minで400°Cまで昇温測定を行った。

### 2. 5. 2 示差走査熱量測定(DSC)

示差走査熱量計((株)リガク製DSC8230)を用いて、窒素雰囲気中(流量100mL/min)で室温から表1に示す温度条件で測定を行った。

## 2. 6 フーリエ変換赤外分光光度計(FT-IR)分析

FT-IR(日本分光(株)製FT/IR-6300及び一回反射ATR ATRPR0450-S)を用いて、全反射測定法(ATR法)にて、分解能4cm<sup>-1</sup>、積算回数32回で分析を行った。

## 3 結果及び考察

### 3. 1 外観変化

図1に浸漬前、浸漬70時間及び320時間の外観観察結果を示す。浸漬前の試料は半透明であったが、浸漬70時間では白濁したように変色しており、250時間までは同様の外観であった。また、320時間の試料では、表面がかなり荒れた外観となっていた。

### 3. 2 強度試験

図2に浸漬前後の試験片の引張試験の結果を示す。浸漬は、各時間につき試験片2本ずつ行ったため基本的には2本の平均値を示した。浸漬170時間の試験片は、試験機への取り付け時に1本が破損したため1本の結果である。浸漬70時間後は浸漬前とほぼ同等の引張強さと引張破断伸びであった。浸漬時間が増えるにしたがい、引張強さ及び引張破断伸びは減少している。浸漬200時間以降の試験片は脆く、試験機への取り付け時または試験片の回収時に破損してしまったためデータが取得できなかった。

PLAは分子量が低下すると強度が低下することが報告されており<sup>3)</sup>、今回も加水分解が進んで分子量が低下したことに伴い引張強さも低下したと考えられる。

## 3. 3 熱分析

### 3. 3. 1 TG-DTA

図3(a)に浸漬前の分析結果、(b)に浸漬140時間の分析結果を示す。TGのデータでどちらも300°C付近から熱分解によると考えられる重量減少が観測された。樹脂によっては、熱分解により重量が10%減少した時の温度(10%重量減少温度)が分子量と相関し、分子量が低下すると10%重量減少温度も低くなることが知られている<sup>4)</sup>。ま

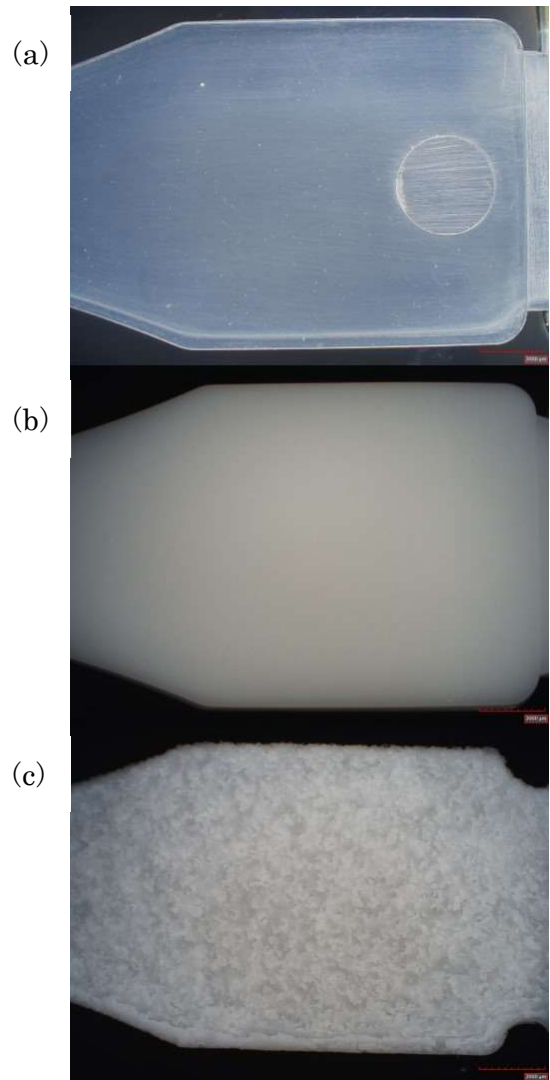


図1 外観観察結果

(a) 浸漬前、(b) 浸漬 70 時間、(c) 浸漬 320 時間

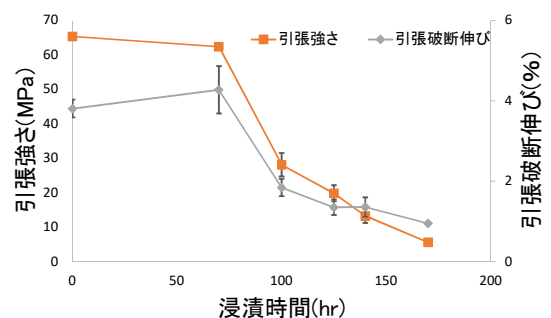
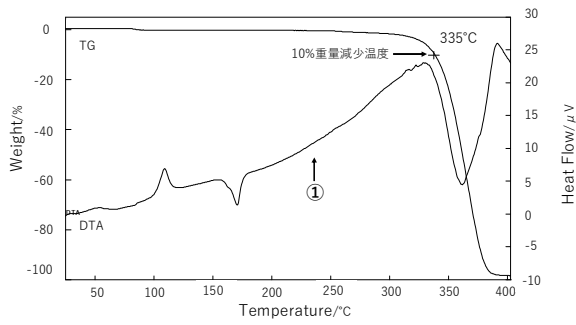
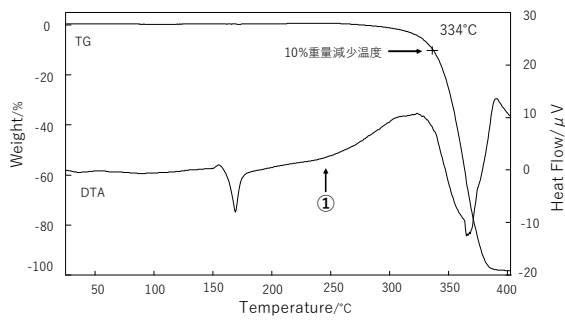


図2 引張試験結果

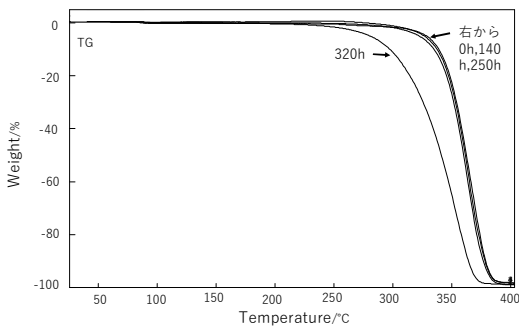
た、樹脂を空气中で加熱していくとある温度で急激な酸化反応がおこる。この温度(酸化開始温度)が樹脂の劣化と相関する場合があることも知られている<sup>4)</sup>。そこで、10%重量減少温度と酸化開始温度が浸漬時間の増加に従いどう変化したかについて着目した。



(a) 浸漬前



(b) 浸漬140時間



(c) 浸漬 0,140,250,320 時間の TG 重ね書き

図3 TG-DTA分析結果

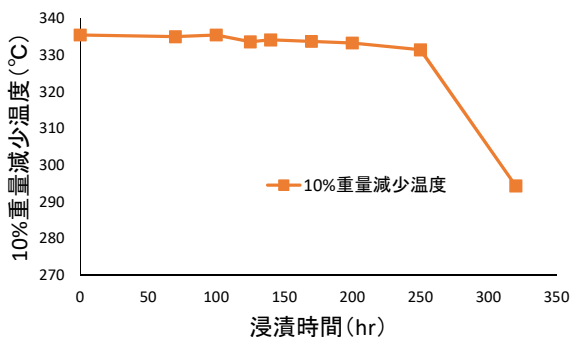
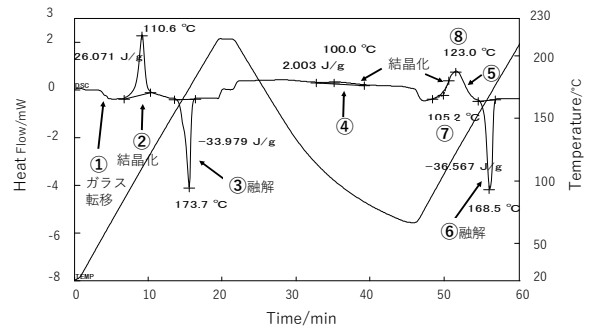
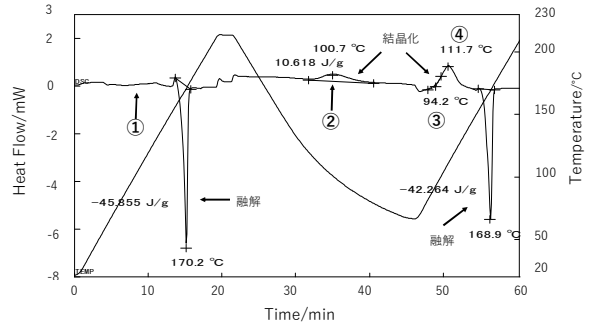


図4 浸漬時間と10%重量減少温度

10%重量減少温度については、浸漬前の試料で約335°Cであったのが、浸漬140時間の試料で約334°Cとあまり差



(a) 浸漬前



(b) 浸漬140時間

図5 DSC分析結果

は見られていない。図3(c)に浸漬時間0,140,200,320時間のTGの重ね書き、図4には浸漬時間と10%重量減少温度の変化を示す。基本的には浸漬時間が増加するに従い、10%重量減少温度は低温側にシフトしていく傾向が見られる。この結果から、PLAでも10%重量減少温度と分子量に相関があるため、この傾向が確認できたものと考えられる。ただし、強度低下が観測された浸漬時間70~170時間の領域での変化は非常に小さく、その後、変化は大きくなっている。そのため、10%重量減少温度は、強度低下を判断する指標としては変化量が小さく利用が困難である。ただし、使用後の環境中での分解の進行について調査するための指標として利用することが可能であると考えられる。

酸化開始温度は、空気中での加熱時に酸化による試料の発熱が始まることにより、DTAのベースラインが上向きに変化し始める温度である。図3(a)の浸漬前のDTAでは読みとることが困難であった(図3(a)中①)。図3(b)の浸漬140時間後のDTAでは、250°C付近に酸化開始温度の可能性がある上向きの変化も見られるが(図3(b)中①)、他の浸漬時間のDTAを確認すると明確に読み取ることが困難であるケースが多かった。そのため、DTAによる酸化開始温度の測定は、PLAの劣化解析には適さないと考えられる。

### 3.3.2 DSC

図5(a)に浸漬前の分析結果、(b)に浸漬140時間の分析結果を示す。浸漬前の試料では、室温から昇温していく

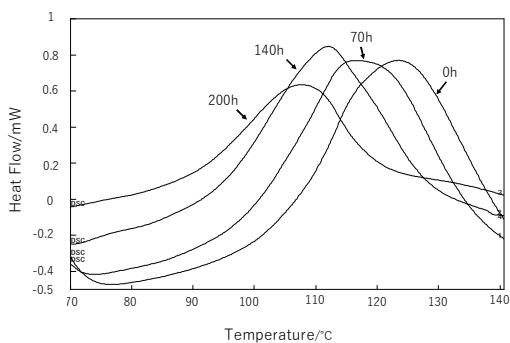


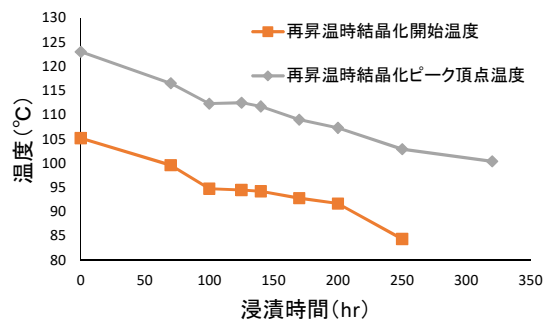
図6 浸漬0,70,140,200時間の再昇温時結晶化ピークの重ね書き(横軸温度に変換)

とガラス転移によるベースラインのシフトが観察される(図5(a)中①)。続いて、結晶化による発熱のピーク(図5(a)中②)、さらに昇温していくと、試料の融解による吸熱ピーク(図5(a)中③)が観察される。その後、210°C 2分保持後、降温していくと100°C付近で極わずかにピークらしいものが観測された(図5(a)中④)。70°Cまで温度を下げた後、再度昇温していくと結晶化によると考えられる発熱ピークが観測され(図5(a)中⑤)、さらに昇温すると融解によると考えられる吸熱ピークが観測された(図5(a)中⑥)。

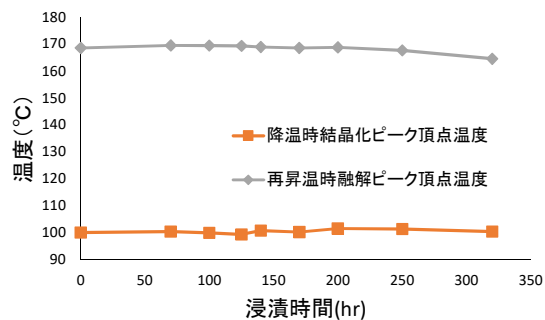
一方、浸漬140時間の試料では、室温から昇温していった時に、浸漬前の試料で観測された結晶化による発熱のピークが見られなかった(図5(b)中①)。これは浸漬時に試料の結晶化が進んでおり、そのため改めて結晶化が起こらなかったものと考えられる。この傾向は全ての浸漬試料で観測された。外観変化観察時に浸漬70時間の試料で白濁したような変化が見られたのも、浸漬時に試料の結晶化が進んだことを反映したものと考えられる。また、浸漬前の試料では極僅かであった降温時の100°C付近の結晶化のピーク(図5(b)中②)が大きくなり明確になっていることが確認された。さらに、70°Cから再度昇温していった時の結晶化を示す上向きのピークの外挿開始温度が浸漬前は約105°C(図5(a)中⑦)であったのが浸漬140時間では約94°C(図5(b)中③)、頂点の温度が浸漬前は約123°C(図5(a)中⑧)であったのが浸漬140時間では約112°C(図5(b)中④)といずれも低温側にシフトしているのが観測された。

最初の昇温時の挙動は、試験片を成形した時の成形条件等の影響を受けていると考えられることから、純粋な材料の挙動としては一度融解した後の冷却時及び再加熱時の挙動を観察することが適している。そこで、浸漬時間と冷却時及び再昇温時の各種挙動の関係を調査した。

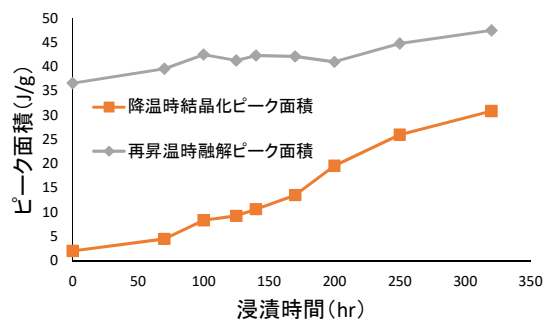
図6に浸漬0,70,140,200時間の再昇温時結晶化ピークの重ね書きを、図7(a)に浸漬時間と再昇温時結晶化開始温度及び結晶化ピーク頂点温度の関係を示す。浸漬320時間の結晶化開始温度については読み取りが困難であったため、データを記載していない。浸漬時間が増加す



(a) 浸漬時間と再昇温時結晶化開始温度及び結晶化ピーク頂点温度



(b) 浸漬時間と降温時結晶化ピーク頂点温度及び再昇温時融解ピーク頂点温度



(c) 浸漬時間と降温時結晶化ピーク面積及び再昇温時融解ピーク面積

図7 浸漬時間とDSCの各種挙動の温度または面積

るに従って再結晶化ピークが低温側にシフトし、結晶化開始温度とピーク温度も低温側にシフトしている。また、図7(b)には、浸漬時間と降温時結晶化ピーク頂点温度及び再昇温時融解ピーク頂点温度を示す。降温時結晶化ピーク頂点温度はどの浸漬時間でもほぼ一定である。また、再昇温時融解ピーク頂点温度については浸漬時間200°Cまではほぼ一定であったが、その後減少している。図7(c)には、浸漬時間と降温時結晶化ピーク面積及び再昇温時融解ピーク面積を示す。降温時結晶化ピーク面積は、浸漬時間が増加するに従い増加する傾向が見られる。また、再昇温時融解ピーク面積については、浸漬時間の増加に伴う変化は小さめである。

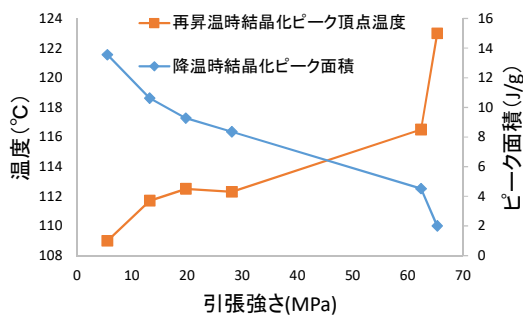


図8 引張強さと降温時結晶化ピーク面積、再昇温時結晶化ピーク頂点温度

DSCのデータの中で、浸漬時間の増加に伴う変化が大きかったのは、降温時結晶化ピーク面積、再昇温時結晶化開始温度及び結晶化ピーク頂点温度である。一般的には、分子量が低いと分子拡散が早いため、結晶化速度が増加することが知られている<sup>5)</sup>。降温時結晶化ピーク面積が増加したのは、もともと結晶化速度が遅いため冷却時に結晶化が進まなかったものが、加水分解による低分子量化が進むに従い結晶化速度が増加したことで、冷却時に結晶化するように変化したためと考えられる。また、再昇温時結晶化開始温度、結晶化ピーク頂点温度が浸漬時間の増加に伴い低温側にシフトしたのも、同様に結晶化速度が増加したことで、より低温側から結晶化が進むようになったためと考えられる。

3. 2及び上記DSC分析の結果から、浸漬により加水分解が進むことで、強度低下がおきるとともに、降温時結晶化ピーク面積、再昇温時結晶化開始温度及び結晶化ピーク頂点温度が大きく変化することが判明した。再昇温時結晶化開始温度と結晶化ピーク頂点温度の挙動は類似している。そこで、強度変化と降温時結晶化ピーク面積、再昇温時結晶化ピーク頂点温度の関連について調査した。横軸に引張強さ、縦軸に降温時結晶化ピーク面積及び再昇温時結晶化ピーク頂点温度をプロットしたグラフを図8に示す。引張強さが増加するに従い降温時結晶化ピーク面積が低下しており、比較的関連性が認められる。そのため、実使用中のポリ乳酸の強度低下について、少量の試料で推定するために、DSCの降温時結晶化ピーク面積を指標として解析することは適切であると言える。一方、再昇温時結晶化ピーク頂点温度については、引張強さが増加すると増加はするものの、引張強さ30MPa以下と60MPa以上の領域とでは増加の挙動が異なっていたため、強度低下の指標として利用するには、注意が必要である。

### 3. 4 FT-IR

図9に浸漬時間0,70,200,300時間のFT-IR分析結果を示す。各ピークの強度比など細かい変化は見られるが、基本的には浸漬時間の増加と関連するようなスペクトル

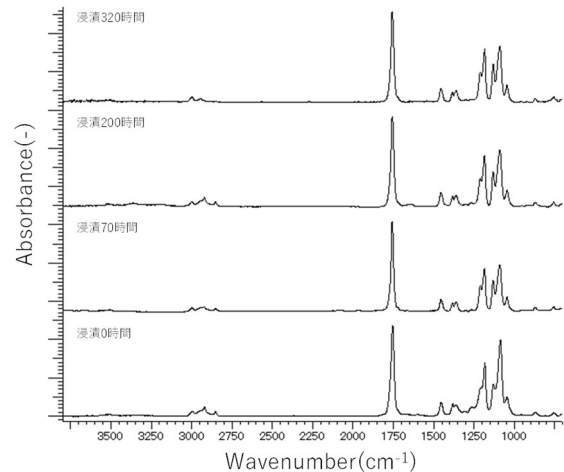


図9 浸漬0,70,200,320時間のFT-IR分析結果

形状の大きな変化は認められなかった。これは、加水分解により分子量低下が進んでも、基本の骨格構造は変化しないためと考えられる。

## 4 結 論

ポリ乳酸の劣化解析手法として、少量の試料で迅速に分析が可能な熱分析の有効性を検証した結果、以下の知見が得られた。

- (1) DSCの降温時結晶化ピーク面積は、劣化による強度低下と相関が認められたため、劣化解析の指標として利用することが可能と考えられる。また、一度融解して徐冷した後の再昇温時結晶化の挙動も劣化の進行と共に変化することが確認された。
- (2) TGの10%重量減少温度は、劣化による強度低下を判断する指標としては変化量が小さく利用が困難であるが、使用後の環境中での分解の進行について調査するための指標として利用することは可能であると考えられる。

## 参考文献

- 1) 望月政嗣, 村瀬繁満, 松永伸洋. ポリ乳酸-植物から生まれた環境調和型次世代合成繊維-. 繊維と工業. 62(11), p.323-329 (2006)
- 2) 金野克美, 可児 浩, 吉田昌充, 吉田光則. 生分解性プラスチックの屋外暴露試験. 北海道立工業試験場報告. 304, p.91- 94 (2005)
- 3) 西村美朗, 平石直子, 石田利夫, 石田健太郎. 生分解性ロープの土中分解性・耐候性の評価. 愛知県産業技術研究所研究報告. 6, p.196- 199 (2007)
- 4) 大武義人. 事故原因究明に便利な分析手法. 高分子材料の事故原因究明とPL法. 東京, アグネ技術センター, 1999, p.135-156.
- 5) 山口政之. ポリ乳酸の改質技術～結晶化度の向上について～. ポリファイル. 48(8), p.27-31 (2011)



## 宮城県産業技術総合センター 令和3年度新規導入分析機器のご紹介

### X線光電子分光分析装置(XPS, Thermo Scientific Nexsa)

最表面から深さ 1nm オーダーの極表面領域の化学成分・化学状態の分析が可能

- ・ アルコンガスクラスタライオン銃(Ar-GCIB)を用いて、ポリマー表面の深さ方向分析が可能
- ・ X線スポットサイズ:10~400 $\mu$ m
- ・ ステージサイズ:60mm×60mm
- ・ 最大試料厚み:20mm

[測定用途例]

- ・ 製品表面の変色原因の解析
- ・ 製品洗浄度の評価
- ・ 表面処理後の化学状態の評価
- ・ 多層薄膜の深さ方向の成分・厚さの分析



### 微小部蛍光 X線分析装置( $\mu$ -XRF, BRUKER M4 TORNADO PLUS)

前処理無しで炭素からの元素分析が可能

- ・ X線照射領域を 20 $\mu$ m 以下まで絞ることが可能
- ・ 1回の測定で最大 190mm×160mm のマッピング
- ・ 大気/真空(最高 2mbar)に対応
- ・ 最大試料:350mm×170mm×120mm

[測定用途例]

- ・ 金属酸化物(腐食)の分析
- ・ 製造工程で混入した微小異物の分析
- ・ 金属や樹脂中に含まれる有害元素の分析
- ・ めっきの膜厚測定



### サブミクロン三次元 X線顕微鏡システム(令和4年2月納入見込み)

ソフトマテリアルのサブミクロン領域の三次元内部形態解析が可能

- ・ 高輝度 X線発生器と高感度カメラによる高速測定
- ・ 観察試料・目的にあわせて選択可能な X線源(W/Cr/Cu/Mo)
- ・ 投影像空間分解能:0.6 $\mu$ m
- ・ 最大試料: $\phi$ 100mm×200mm
- ・ 温度制御:-150 $^{\circ}$ C~200 $^{\circ}$ C

[測定用途例]

- ・ 複合材料中の繊維配向やボイドの解析
- ・ 有機物の接着層の判別
- ・ 食品内部の水分・脂質の分布状態可視化
- ・ 三次元画像を基にした流体シミュレーション



令和4年度から開放利用開始予定

ご利用のお問い合わせは下記まで

宮城県産業技術総合センター 相談窓口 メール soudan-itim@pref.miyagi.lg.jp

電話 022-377-8700

# セルロースナノファイバーを用いた樹脂、ガラス面への防曇膜の形成

續木康広 門家重治

Formation of anti-fog coating on resin or glass surface utilizing cellulose nanofiber

TSUZUKI Yasuhiro and MONYA Shigeharu

本研究では、セルロースナノファイバー(CNF)の透明性、親水性等の特徴を活かし、CNF層をガラス・樹脂上に強固に形成し、防曇性及び耐久性に優れた透明のCNF/樹脂積層体の開発を行った。本報では、樹脂表面へのCNF層の形成方法を検討した。その結果、ウレタン樹脂とCNFを複合化することでCNFと基材となる樹脂との接着が可能となった。さらに、CNF/ウレタン層を形成することで、基材となる樹脂に、防曇性を付与することができた。

キーワード：防曇性、セルロースナノファイバー、樹脂複合

## はじめに

CNFは、高強度で軽いという特徴を持ち、植物由来のため、二酸化炭素の排出抑制効果も期待できる持続型資源であることから注目され、積極的に研究開発が行われている。

CNFは、親水性のナノファイバーであり、繊維幅が特に微細なものは透明材料となることが知られている<sup>1)</sup>。これらの特性を活かし、樹脂、ガラスなどの材料表面にCNF層を形成することができれば、透明性を保ちつつ、防曇性という新たな機能の付与が期待される。

一方、施設園芸等に利用される樹脂フィルムやガラスは、結露、曇りによる太陽光の透過率減少によって、植物の成長に悪影響を及ぼすため、結露、曇りを防止する処理が施されている<sup>2)</sup>。しかし、この処理は耐久性が乏しいことが問題となっている。

前報<sup>3)</sup>では、ウレタン樹脂を用いたCNF/ウレタン層の形成について報告したが、透明性と白化に課題が残った。そこで、本報では、CNF/ウレタン層の透明性の改善に取り組んだ。また、樹脂基材へのCNF層の形成について検討し、耐久性を評価したので報告する。

## 実験方法

### 1. 透明性の改善

#### (1) 攪拌方法の検討

固形分量35%のウレタン樹脂（ヘンケルジャパン(株)製ヨドゾールRX7）と0.2%のCNF水分散液をビーカーに入れ、ホモジナイザー（アズワン(株)製AHG-160D）及び振とう攪拌機（アズワン(株)製SRR-2）で攪拌処理を行った。ホモジナイザーを用いた場合では、200mlビーカーに0.2%CNF 102gとウレタン樹脂 2.3gを測り取った後、5000rpmで、1分、5分、15分攪拌した。また、振とう機を用いた場合は、250mlのポリ瓶に0.2%CNF 102gとウレタン樹脂 2.3gを測り取った後、150rpmで、1分、5分、15分攪拌した。

攪拌を行ったCNFとウレタン樹脂の混合物1gをシリコンゴムで2.5cm×2.5cmの囲いを作ったガラス板上に広げ、40℃で1晩乾燥させ、CNF/ウレタン層を成形した。CNFとウレタン樹脂の配合比は、固形分換算でCNFの添加量を20%とした。

#### (2) 透明性の評価

成形したCNF/ウレタン層の透明性の評価は、目視による評価及び紫外可視分光光度計（日本分光(株)製V-570）を用いたヘイズ測定（曇り度）で行った。

## 2. 樹脂基材への塗工

### (1) 樹脂への CNF/ウレタン層の塗工

ウレタン樹脂と 0.5%CNF 水分散液をビーカーに入れ、ホモジナイザーで 15 分攪拌し、CNF 濃度が 5%及び 20%の CNF とウレタン樹脂の混合液を得た。

得られた混合液をテフロンバットに広げ、7 cm×15cm のポリカーボネート及びアクリルテストピースの片面を CNF/ウレタン混合液に漬け、取り出すことで基材表面へ CNF とウレタン樹脂の混合液を塗工した。塗工後、50℃の恒温槽で 1 晩乾燥させ、CNF/ウレタン層を形成した。

形成した CNF/ウレタン層の組成と基材樹脂を表 1 に示す。

また、対照として、0.5%CNF 溶液を用いて同時に処理し、CNF を形成したテストピースを用いた。

表 1 CNF 配合量

試料名	CNF 濃度	基材
No 1	5%	ポリカーボネート
No 2	20%	ポリカーボネート
No 3	5%	アクリル
No 4	20%	アクリル

### (2) 防曇性試験

目視による防曇性評価は、JISZ1707 の例を参考に、100mL ビーカーに 50℃の温水 100mL を入れ、試験片をかぶせた後、5℃の恒温槽に 1 分間静置し、試験片を取り出し表面の曇り及び水滴の有無を確認した。評価は 3 段階で行い、水滴及び湿りがない場合を○、水滴がなく湿りがある場合を△、水滴及び湿りがある場合を×とした<sup>4)</sup>。

### (3) 耐久性試験

耐久性試験は、摩擦堅牢度試験機（テスター産業㈱社製 AB-301）を用いて測定した。

堅牢度試験では、テストピースを固定し、CNF/ウレタン層を塗工した面に標準布を 100 回擦り付け、試験後の表面状態を観察し、耐久性の評価とした。

## 3. 耐久性向上の検討

### (1) 多層化による耐久性向上の検討

2 (1) で作成した CNF/ウレタン層塗工済みテストピースを更に 1%CNF 水溶液で塗工し、CNF/ウレタン層の多層化を行った。なお、塗工後、50℃の恒温槽で、同様に加熱処理を行った。

### (2) 防曇性試験

目視による防曇性評価は、2 (2) と同様に行った。

### (3) 耐久性試験

耐久性試験は、2 (3) と同様に行った。

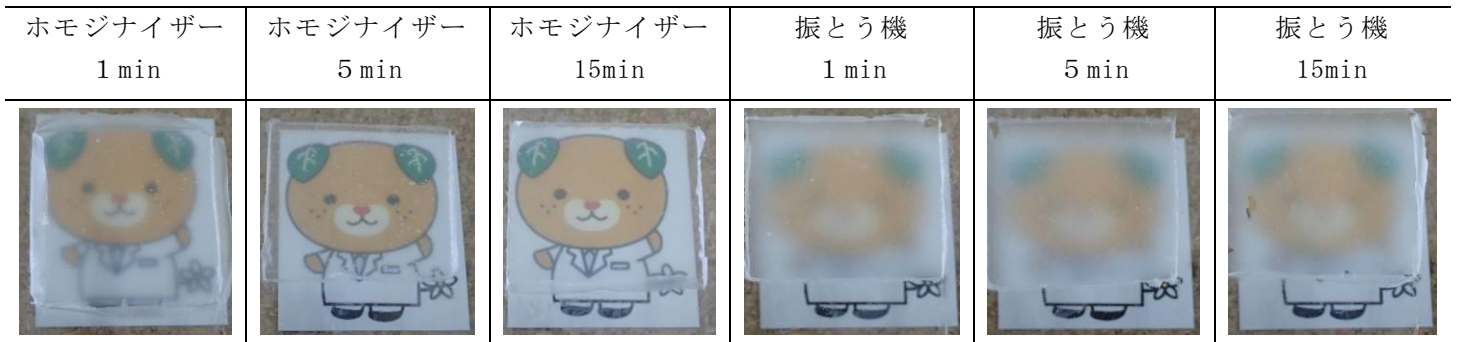
## 結果と考察

### 1. 透明性の改善

#### (1) 攪拌方法の検討

ホモジナイザー及び振とう機を用いて調製した CNF/ウレタン層の外観を表 2 に示す。結果から、いずれの処理においても、ガラス板上に、CNF/ウレタン層を形成することができた。

表2 CNF/ウレタン層の外観



(2)透明性の評価

目視によると、振とう機を用いた攪拌では、透明性が著しく低下した。これに対して、ホモジナイザーによる攪拌を行った試料では、透明性の改善が見られた。

また、図1に示すヘイズ測定の結果から、振とう機での攪拌に比べ、ホモジナイザー処理では、ヘイズ値が低下し、処理時間が長くなるにつれヘイズ値は小さくなることが示された。

これは、CNFの分散性が向上したことが要因と考えられる。

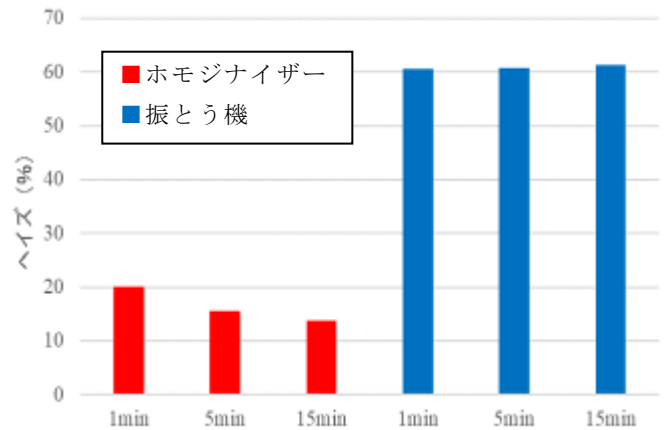


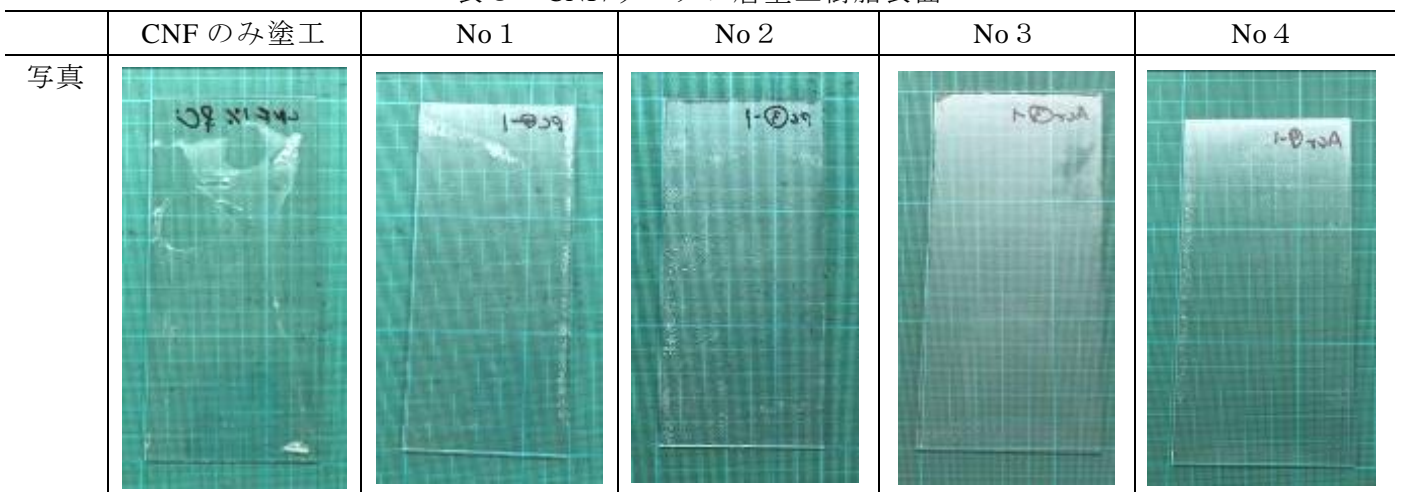
図1 ヘイズ測定結果

2. 樹脂基材への塗工

(1) 樹脂へのCNF/ウレタン層の塗工

ポリカーボネート及びアクリル樹脂テストピースにCNF及びCNF/ウレタン層を形成したサンプル(試験片)を表3に示す。結果から、CNFのみを塗工した場合、CNF層にムラや剥離が生じた。これは、テストピース表面とCNF水溶液の濡れ性が悪いためである。対して、試料No1~No4では、ムラや剥離がなくCNF/ウレタン層を形成することができた。これは、ウレタンが基材のアクリル及びポリカーボネートとCNFの層間で接着剤として働き濡れ性を改善しものと考えられる。

表3 CNF/ウレタン層塗工樹脂表面



(2)防曇性試験

CNF/ウレタン層を形成したテストピースの防曇性試験の結果を表4に示す。結果から、防曇性の発現は見られなかった。これは、CNFによる防曇効果は、親水性が増大することによる濡れ性向上であり、CNF/ウレタン層では、ウレタン部分の疎水性が勝ったためと推測される。また、長時間の暴露においては、白化現象が見られたことから、CNFの吸水が起こっていると考えられる。



表4 CNF/ウレタン層の防曇性評価

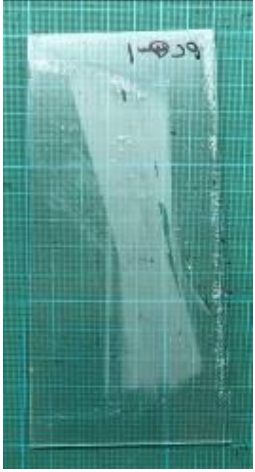


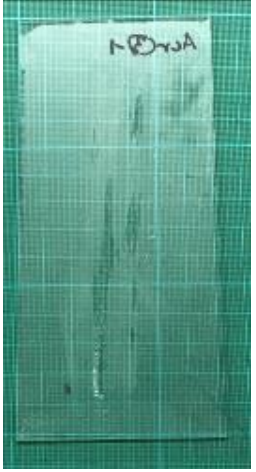
	No 1	No 2	No 3	No 4
防曇性評価	×	×	×	×

※○) 水滴及び湿りなし、△) 水滴なし・湿りあり、×) 水滴及び湿りあり

### (3) 耐久性試験

耐久性試験の結果を表5に示す。耐久性試験の結果、CNF/ウレタン層には、100回研磨後において、表面に研磨方向に沿って白色の筋や剥離が見られた。このことから、CNF/ウレタン層の研磨に対する耐久性は、低いことが示された。

表5 CNF/ウレタン層の耐久性評価

	No 1	No 2	No 3	No 4
写真				

## 3. 耐久性向上の検討

### (1) 多層化による耐久性向上の検討

CNFを多層化した試料の外観は、表2のCNF塗布物のような剥離等は見られず、良好なCNF層を形成できた。(写真1) これは、基材表面に存在するCNF/ウレタン層が、CNF水溶液を弾かなかつたためであると考えられる。これは、事前に塗工されたCNF/ウレタン層とCNF水溶液の濡れ性が良好であったと考えられる。

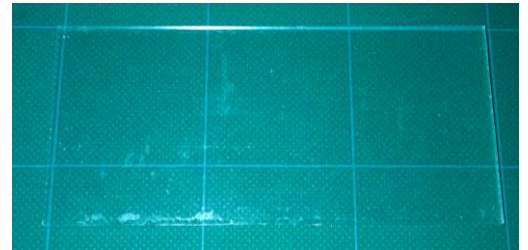


写真1 CNF多層化樹脂の外観

### (2) 防曇性試験

防曇性試験の結果を表6に示す。結果から、CNF/ウレタン層の上にCNF層を重ねることで防曇性を発現することができた。さらに、白化現象が抑制されていた。これは、CNF/ウレタン層の上に形成されたCNF層が先に湿気を吸収しCNF/ウレタン層に水分が到達しなかったためと考えられる。

表6 CNF多層化樹脂の防曇性評価


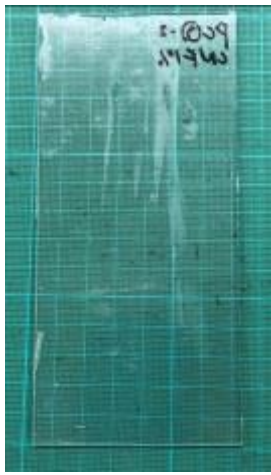


	No 1	No 2	No 3	No 4
防曇性評価	○	○	△	○

※○) 水滴及び湿りなし、△) 水滴なし・湿りあり、×) 水滴及び湿りあり

### (3) 耐久性試験

耐久性試験の結果を表7に示す。多層化していないCNF/ウレタン層では、100回研磨後に、研磨方向に白色の筋がついたのに対し、最外層にCNF層を設け、多層化を行った試料では、100回研磨後も、透明性を維持しており、CNF/ウレタン層の耐久性を向上させることができた。

表7 CNF 多層化樹脂の耐久性評価

	No 1	No 2	No 3	No 4
写真				

### ま と め

樹脂基材への CNF 積層体の形成方法及び積層体の評価を行った結果、以下のことが分かった。

1. CNF/ウレタン層の透明性を改善するため、ホモジナイザーを用いた CNF の分散性の向上を試みた結果、CNF/ウレタン層のヘイズ値を約 14%まで低下させることができた。
2. アクリル、ポリカーボネート樹脂基材に CNF/ウレタン層を形成後、重ねて CNF 層を形成することで、アクリル、ポリカーボネート表面に剥離のない良好な CNF 積層体を形成することができた。
3. 樹脂基材に形成した CNF 積層体を 50°Cの温水の入ったビーカーに 1 分間かざした結果、曇りが発生せず、防曇効果が確認された。また、耐久試験において標準布による 100 回研磨後も透明性を保っており、CNF 積層体の剥離等は見られなかった。

### 文 献

- 1) ナノセルロースフォーラム編：図解よくわかるナノセルロース，第 1 版（日刊工業新聞社）p.174-175（2015）
- 2) 上本朋美編：機能材料，（シーエムシー出版）p.61-63（2018）
- 3) 續木康広, 渡邊雅也, 門家重治：樹脂等の表面処理技術に関する研究（第 1 報）, 愛媛県産業技術研究所研究報告, 57, p.1-5(2019).
- 4) JIS Z 1707, 食品包装用プラスチックフィルム通則(2019).

## 樹脂劣化評価手法の開発

山中 基資、石垣 友三、林 英樹、名倉 あずさ、相羽 誉礼、岡本 和明、  
小田 三都郎、中野 万敬、深谷 聡、丹羽 淳、大岡 千洋

## Development of Analysis Methods for Evaluation of Resin Degradation

Motoshi YAMANAKA, Yuzo ISHIGAKI, Hideki HAYASHI, Azusa NAGURA, Motohiro AIBA, Kazuaki OKAMOTO, Mitsuo ODA, Kazunori NAKANO, Satoshi FUKAYA, Atsushi NIWA, Chihiro OOKA

Abstract : Correlation between outdoor weathering tests and accelerated weathering tests on PP resin was evaluated by calculating an acceleration factor based on results of thermal desorption gas chromatography /mass spectrometry (TD-GC/MS). The outdoor weathering tests were performed in Nagoya City, and the accelerated weathering test were performed by using a sunshine weather meter with a carbon arc light source. Qualitative determination of volatile deterioration products from the test pieces was analyzed by an atmospheric pressure gas chromatography quadrupole-time-of-flight mass spectrometer equipped with a pyrolyzer. The acceleration factor was calculated by matching chart scales of the transition of the amounts of deteriorated products in aged samples on the outdoor weathering and the accelerated weathering tests. Another acceleration factor of the same aged samples was calculated by matching chart scales of the transition of inductive oxidation temperatures (IOT) measured by thermal analysis. The acceleration factors calculated from TD-GC/MS and IOT were in good agreement.

## 1. 緒言

樹脂材料は軽量性、量産性、加工性、意匠性、比強度などが優れているため、生活用品・雑貨をはじめ、電化製品、輸送機械、建材など日常の様々な製品に利用されており、十年以上の長期使用を見込んだ製品も数多い。一方で樹脂材料は製造時から実使用環境下において、紫外線(光)や熱、酸素、金属、水分との接触による自動酸化、加水分解などにより経時的な劣化が進行する<sup>1)-4)</sup>。そのため、製品を適切な期間、安全に使用できるよう樹脂材料には酸化防止剤、紫外線吸収剤など各種添加剤が練りこまれており、劣化への耐久性が付与されている<sup>5)</sup>。

これら材料の耐久性を調べる試験方法の一つに耐候試験があり、主に試料を自然環境に暴露する大気暴露試験(屋外暴露試験)と、光、温度などを人工的に制御した機器を用いて劣化を加速させる促進耐候性試験が知られている<sup>6)-8)</sup>。促進耐候性試験では、より短い期間で劣化試料が得られるが、屋外暴露試験との相関性の評価に課題がある<sup>9)-15)</sup>。

劣化の基準は仕様要件によって様々なため、一様に水準を設けることは困難であるが、例えば樹脂の酸化劣化に関する評価法として、樹脂中に含まれる酸化防止剤に

ついて、液体クロマトグラフ(LC)および液体クロマトグラフ質量分析(LC/MS)による残留量の測定や、熱分析による酸化誘導期間(OIT; Oxidative Induction Time)や酸化開始温度(IOT; Initial Oxidation Time)の測定による耐酸化性評価などが多数報告されている<sup>16)-19)</sup>。しかしながら、LCやLC/MSは前処理が比較的煩雑であり再現性に難があることや、OITやIOTでは活性評価のみであり詳細なメカニズムの解明は困難であるため、より簡便かつ詳細な情報が得られる分析方法が求められている。

そこで本研究では、試料中の劣化生成物の生成とその経時変化に着目し、今回は特に酸化防止剤の変化に焦点を合わせた。熱分解装置を備えた大気圧ガスクロマトグラフ-四重極飛行時間型質量分析計(Py-APGC QTOF-MS)を用いた熱脱着ガスクロマトグラフ質量分析(TD-GC/MS)により、各種耐候試験後のポリプロピレン(PP)樹脂試料における劣化生成物の解析および増減挙動を調査した。また、比較として電子顕微鏡(SEM)による形態観察および熱分析を用いたIOT測定を行い、耐候試験間の相関性について評価を行った。

## 2. 実験

## 2. 1 試験片および劣化試験

市販のPP樹脂板(495 mm×495 mm×1 mm厚)を150 mm×10 mm×1 mmの短冊状に切り出し、それぞれ屋外暴露試験および促進耐候性試験の試験片とした。

### 2. 1. 1 屋外暴露試験

屋外暴露試験は直接暴露試験法を参考に、装置は図1のように当所管理棟3階屋上、曝露角度25°南向きに設置した。暴露期間は2019年5月に開始し、1ヶ月毎に試験片(各1試料)を回収し、12ヶ月間試験を行った<sup>6)</sup>。

### 2. 1. 2 促進耐候性試験

促進耐候性試験はサンシャインウェザメーター(スガ試験機製、S80HBBR)を用い、図2のように試験片を設置した。試験条件は照射強度78.5 W/m<sup>2</sup>(300~400 nm)、ブラックパネル温度63°C、相対湿度50%RH、水スプレーは60分中12分間で行い、照射時間は75h、150h、225h、300h、600h、900hの6水準(各1試料)で行った<sup>7)</sup>。



図1 大気暴露試験の設置の様子(最下段)



図2 促進耐候性試験機の設置の様子

## 2. 2 機器分析

### 2. 2. 1 SEM観察

各耐候試験後の試験片の劣化状態を確認するため、環境制御型電子顕微鏡(FEI社製 Quanta 200)を用いて表面の形態観察を行った。

### 2. 2. 2 高分解能質量分析(Py-APGC QTOF-MS)

各耐候試験後の試験片に含まれる低分子量成分を調査するため、高分解能質量分析計(日本ウォーターズ社製 Xevo G2-XS QToF)を用いて分析を行った。各試料からのTD-GC/MSには、熱分解炉(Frontier Lab社製 PY3030D)およびガスクロマトグラフ(Agilent社製 7890B)を高分解能質量分析計に取り付けたPy-APGC QTOF-MSで行った。本方法では、汎用的なGC/MSで用いられる電子イオン化(EI)法ではなく大気圧イオン化(APCI)法を用いており、EI法に比べプロトンやラジカルカチオンが付加した分子([M+H]<sup>+</sup>や[M•]<sup>+</sup>)に相当する精密質量情報(*m/z*値)が観測されやすいことが知られている<sup>20), 21)</sup>。また、得られる精密質量情報から分子の組成解析が可能である。試料作製は劣化深さの影響を抑えるため、厚みを一定(試験片表裏面を含む直方体試料)にて採取し、表1に示す条件で測定を行った。ただし今回は熱脱着過程においてクライオトラップは用いていない。PP樹脂中の酸化防止剤の分析には、高分解能質量分析計に大気圧固体試料分析プローブ(ASAP; Atmospheric pressure Solids Analysis Probe)を用い、樹脂の熱キシレン抽出溶液から直接導入し測定した<sup>22)</sup>。

表1 TD-GC/MSの条件

カラム	Restek社製 Rxi-5SiMS (30 m x 0.25 mm x 0.25 mm)
試料量	1 mg
パイロライザ温度	280°C
加熱時間	1min
キャリアガス・流量	N <sub>2</sub> ・1.0 mL/min
スプリット比	100 : 1
カラムオープン温度	50°C(2min)→(20 °C/min)→320°C(14.5min)
取込条件	<i>m/z</i> 50-1200, MS <sup>E</sup> モード
分解能	>40,000
イオン化環境	2%アンモニア水をイオン化室内に設置 (Wet Condition), APGC positive mode

### 2. 2. 3 示差熱-熱重量分析(TG/DTA)

各耐候試験後の試験片の耐酸化性を評価するため、示差熱-熱重量分析装置(エスアイアイナテクノロジー社製 TG/DTA7200)を用いて、産業技術連携推進会議 第57回高分子分科会会議資料記載の手法を参考に酸化条件下



(Air:200 mL/min, 昇温速度:10 °C/min)で測定を行い、Differential Thermal Analysis(DTA)曲線から IOT を求めた<sup>23)</sup>。

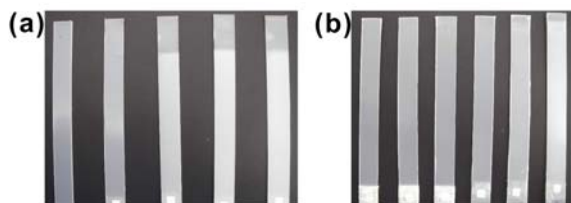


図3 耐候試験後の試験片外観(a)屋外暴露試験、左から未処理、3ヶ月、6ヶ月、9ヶ月、12ヶ月、(b)促進耐候性試験、左から75h、150h、225h、300h、600h、900h

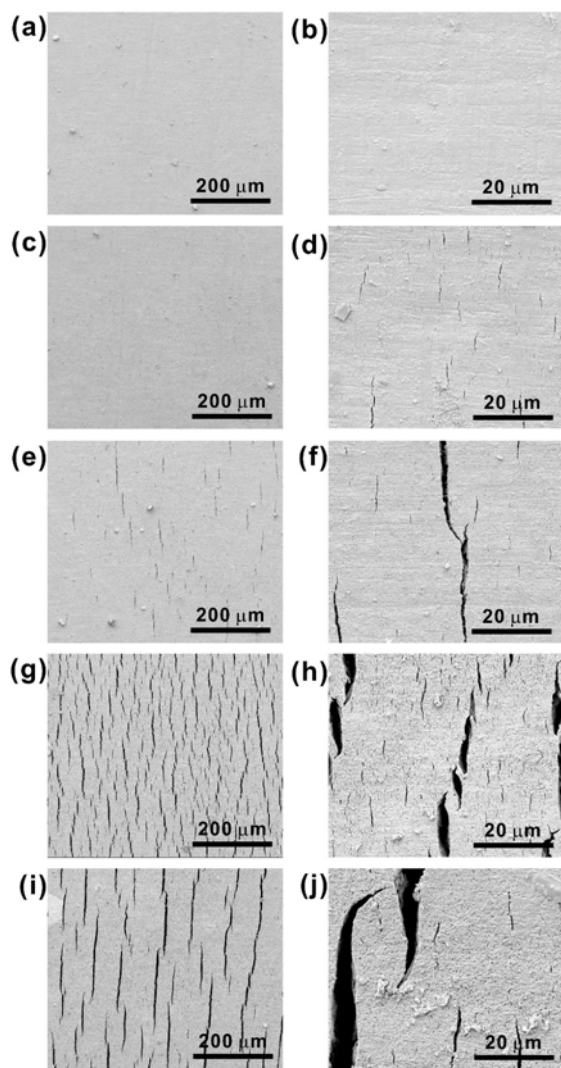


図4 屋外暴露試験片表面のSEM画像(a), (b)2ヶ月、(c), (d)3ヶ月、(e), (f)4ヶ月、(g), (h)6ヶ月、(i), (j)12ヶ月

### 3. 結果と考察

#### 3.1 外観および表面観察による劣化評価

各耐候試験後の試験片の外観写真を図3に示す。屋外暴露試験では3ヶ月を過ぎてから月を追うごとに表面の白化が進行し、6ヶ月以降は顕著であった。促進耐候性試験では600h以降は目視で白化が確認できた。続いて各試験片のSEM画像を図4、5に示す。屋外暴露試験片表面では、3ヶ月目から微細なクラックが確認され、暴露期間に伴い亀裂の伸展が見られた(図4(c)-4(j))。一方、促進耐候性試験片表面では600hからクレズ様の亀裂が確認された(図5(d))。900hでは亀裂の伸展が見られたが、表面の亀裂の数は屋外暴露試験片に比べ全体的に少なかった(図5(e))。また、亀裂の内部には樹脂の細繊維(フィブリル)が確認された(図5(f))。フィブリルの形成を伴う亀裂の生成は緩慢な亀裂伸展であることが知られている<sup>24)</sup>。これらの表面状態の差異は、それぞれの光源特性による表面劣化機構の違いの他、太陽熱、輻射熱の影響、昼夜における温度差や風雨等による外部負荷を受けやすい屋外暴露試験に対し、比較的静的な試験条件である促進耐候性試験の亀裂の伸展は相対的に遅いことが示唆される<sup>7)</sup>。上記から、表面観察のみでは耐候試験の劣化評価は容易ではないことが予想される。

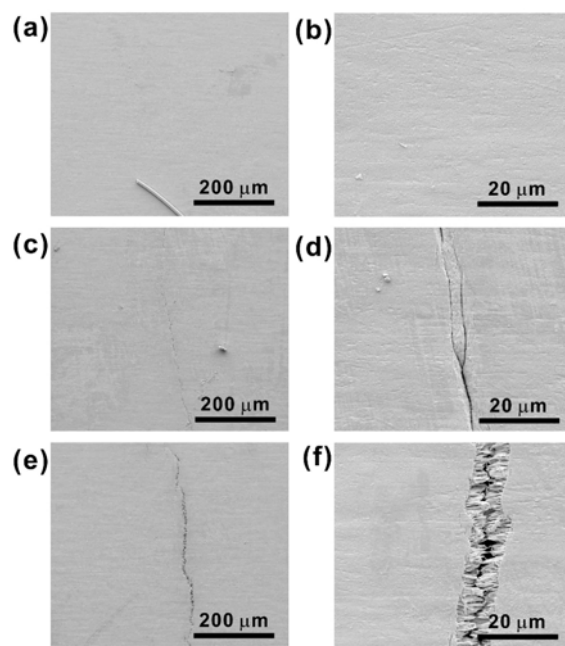


図5 促進耐候性試験片表面のSEM画像(a), (b)300h、(c), (d)600h、(e), (f)900h

### 3. 2 酸化防止剤の分析

#### 3. 2. 1 TD-GC/MS による酸化防止剤の推定

PP 樹脂に含まれる酸化防止剤の調査のため、未処理 PP 樹脂試料およびその熱キシレン抽出物の TD-GC/MS を行った。TD-GC/MS では、熱抽出温度を 280°C、加熱時間を 1 分間に設定して行ったところ、熱分解法に比べ母材由来の熱分解成分による妨害ピークが少なく、添加剤およびその分解成分由来と考えられるピークを効率よく得ることができた。得られたトータルイオン電流クロマトグラム (TICC) から、ベースピーク (BP; 最も信号強度が高いピーク) 強度を用いて表示されたベースピーククロマトグラム (BPC) を図 6 に示す。BPC 中のいくつかのピークを構造解析の指標 (マーカー) とした。各マーカーにおけるマススペクトルの精密質量情報 ( $m/z$  値) から付属のソフトウェア (MassLynx™) を用いて組成式を定性解析した。得られた組成式から化学データベースサイト (ChemSpider など) や化学構造式描画ソフト (ChemDraw™ など) を利用して構造推定を行った。マーカー **a**, **b** および **c1** の解析結果を図 7-9 に示す。マーカー **c1** では  $m/z$  647.4599 が観測され、組成推定から  $C_{42}H_{63}O_3P$  が得られた (図 9)。得られた組成式のデータベースサイト検索から、式 1 に示す①の存在が示唆された。また、マーカー **c2** (obsd.  $m/z$  663.4547) とマーカー **c1** (obsd.  $m/z$  647.4599) は、酸素 1 原子分 (モノアイソトピック質量 15.9949) に相当する質量差があるため、①の酸化体と推定される。マーカー **c1** が熱キシレン抽出物の BPC で確認されなかったのは、前処理の加熱過程で①が全て酸化されたためと考えられる (図 6(b))。

今回、取込条件に MS<sup>E</sup> モードを用いてデータを取得した。MS<sup>E</sup> モードとは一回の測定においてフラグメントの生成が少ない低エネルギーイオン化条件とフラグメントが生成しやすい高エネルギーイオン化条件の 2 種類のスペクトルデータを同時取得する方法である。フラグメントの解析により対象成分の部分構造についての知見が得られる。図 8 はマーカー **b** の高エネルギーイオン化条件で測定したマススペクトルであり、フラグメントに  $m/z$  91.0547 が観測されたことから、トロピリウムイオン ( $m/z$  91.0542,  $C_7H_7^+$ ) を生成しやすい構造 (芳香族骨格) であることが示唆された。ここから、マーカー **b** は図 8 に示す組成式 ( $C_{16}H_{24}O$ ) と構造が推定でき、式 1 の②、③のようなフェノール系酸化防止剤などに由来する生成物と

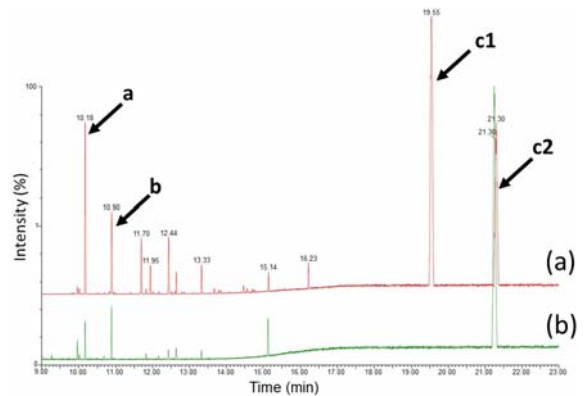


図 6 PP 樹脂試料の BPC (9–22min, (a) 未処理、(b) キシレン抽出物) とマーカー

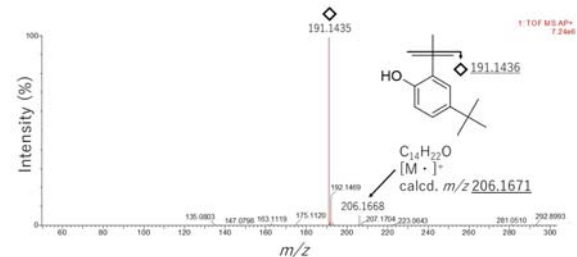


図 7 マーカー **a** のマススペクトルと構造推定

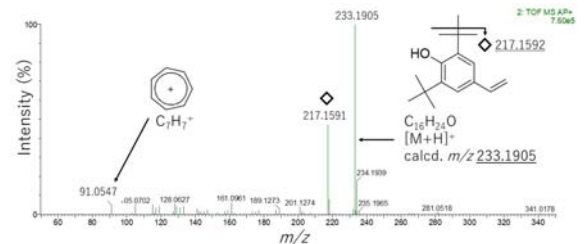


図 8 マーカー **b** のマススペクトルと構造推定

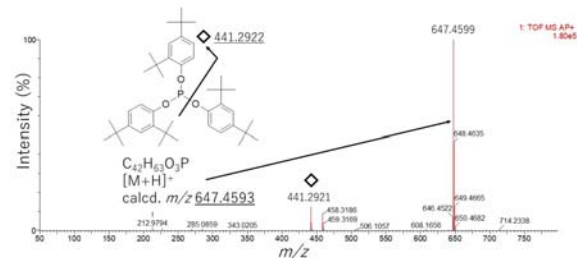
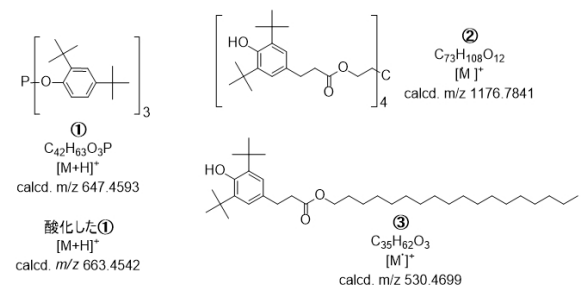


図 9 マーカー **c1** のマススペクトルと構造推定



予想される。マーカー**a**( $C_{14}H_{22}O$ )はマーカー**b**と同様のフラグメントが見られたことから、①の加水分解物が予想される(図7)。

### 3. 2. 2 ASAP 法による酸化防止剤の推定

PP樹脂試料に含有されている酸化防止剤について、ASAP法による定性分析を検討した。ASAP法では試料を急速加熱(100 °C/min)して直接イオン源に導入するため、カラムを通す必要のあるGC/MS法に対し、1000-1500 Da程度の分子量成分が比較的感度良く分析できる。PP樹脂の熱トルエン抽出液の直接導入測定により得られたTICCおよびTICCから①-③に関する質量情報を抽出した抽出イオンクロマトグラム(EIC)を図10に示す。①に関しては酸化物のプロトン付加分子( $m/z$  663.45)、②、③については各ラジカルカチオン( $m/z$  1176.78, 530.47)に相当する $m/z$ ( $\pm 0.05$  Da)に相当するEICで緩やかなピークが確認されたことから、PP樹脂試料には①-③が含まれることが示唆された。

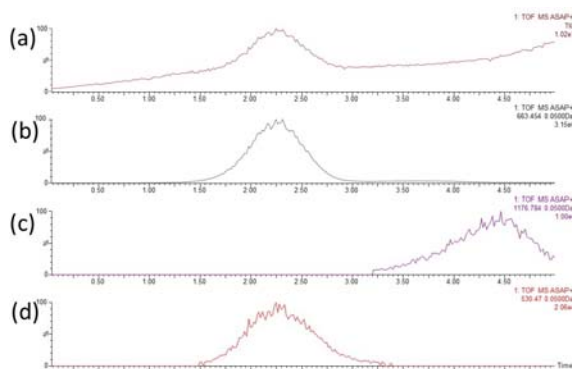


図10 ASAP法による樹脂抽出液の(a)TICCおよびEIC( $m/z$ (b) 663.45, (c)1176.78, (d)530.47)(図中の各縦軸は信号強度、横軸は時間を表す)

### 3. 3 耐候性試験間のTD-GC/MSによる劣化評価

屋外暴露試験片(1-3ヶ月)、促進耐候性試験片(75-300h)のTD-GC/MSのBPCを図11, 12に示す。図11, 12より、各クロマトグラムから強度が変化するピーク(d1-d6)をいくつか選び、劣化のマーカーとした。精密質量情報からそれぞれの組成推定を行ったところ、マーカー**d1**は $C_8H_{10}O_2$ 、マーカー**d2**は $C_8H_{10}O$ 、マーカー**d3**は $C_{13}H_{18}O$ 、マーカー**d4**は $C_{13}H_{20}O_2$ 、マーカー**d5**は $C_{15}H_{22}O_2$ 、マーカー**d6**は $C_{17}H_{24}O_2$ と計算できた。また、MS<sup>E</sup>モードによるフラグメント解析から各マーカーにはトロピリウムイオン

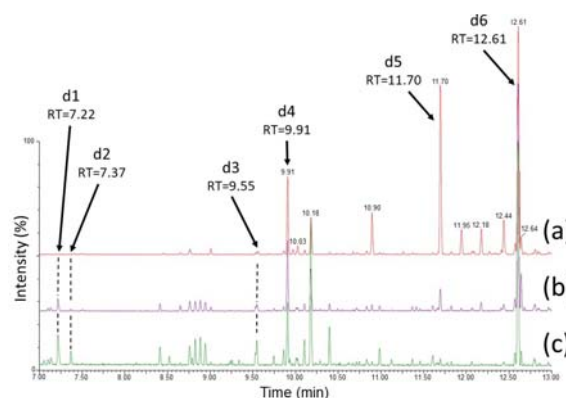


図11 屋外暴露試験片のBPC(7-13min, (a)1ヶ月、(b)2ヶ月、(c)3ヶ月)とマーカー

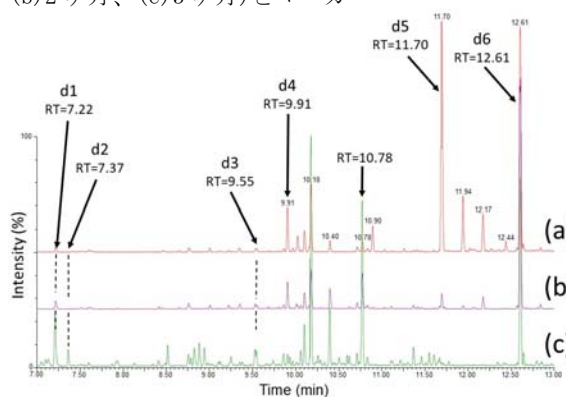


図12 促進耐候性試験片のBPC(7-13min, (a)75h, (b)150h, (c)300h)とマーカー

( $C_7H_7^+$ )またはベンジルカチオン( $C_6H_5^+$ )のフラグメントが確認できた。ここから芳香族骨格を有することが示唆され、酸化防止剤由来の分解物である可能性が高いと考えられる。また先述のマーカー**a**, **b**, **c1**, **c2**について、マーカー**a**, **b**は各耐候試験期間において信号強度に変化が見られた。一方、マーカー**c1**は本稿には掲載していないが屋外暴露試験で1ヶ月、促進耐候性試験で75h時点においてほぼ消失していた。マーカー**c1**は酸化体のマーカー**c2**へ変化したものと考えられる。マーカー**c2**は検出量が多く、飽和濃度域であったため、今回は評価を行わなかった。そこで、マーカー**a**, **b**およびマーカー**d1-d6**について、未処理樹脂と各耐候試験片のTD-GC/MS結果より、各マーカーのBPに関するマスクロマトグラムからピーク面積を求めた。測定は各3回行い、得られた各ピーク面積の平均値と標準偏差を各耐候試験の時間軸に対しプロットしたものを図13に示す。ここで各プロットの時間軸は、各マーカーにおいて増減の挙動が極力重なり合うようにそれぞれのスケールを調整したところ、各



マーカーは共通のスケールで増減挙動がおおよそ一致した。特に屋外暴露試験3ヶ月目まで、促進耐候性試験300h

までの増減挙動は全てのマーカーで類似していた。初期における各マーカーのピーク面積値の推移は、減少後

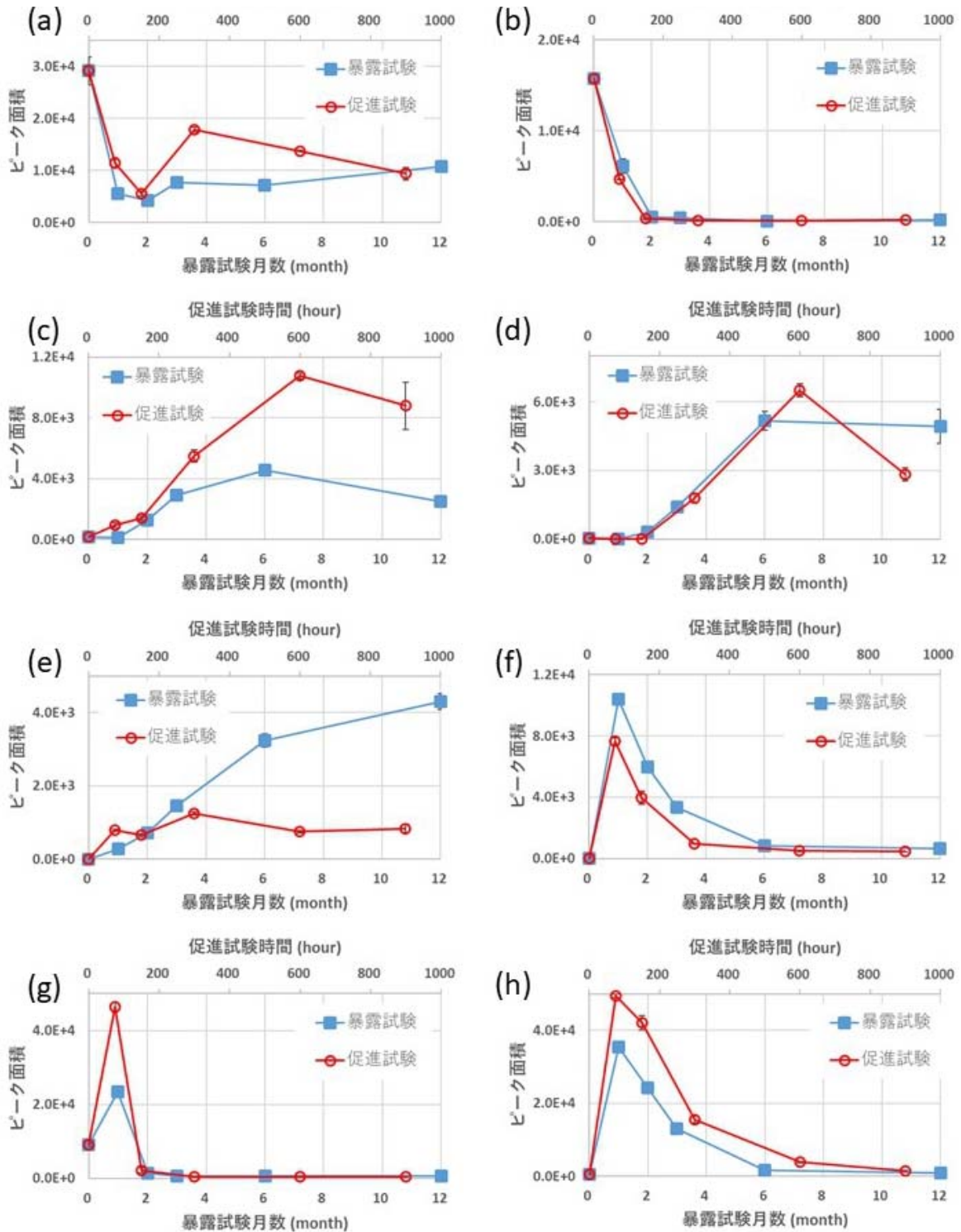


図13 各マーカー(BP)における耐候試験時間に対するピーク面積の推移(a)マーカーa( $m/z$  191.14)、(b)マーカーb( $m/z$  233.19)、(c)マーカーd1( $m/z$  139.08)、(d)マーカーd2( $m/z$  123.08)、(e)マーカーd3( $m/z$  191.14)、(f)マーカーd4( $m/z$  209.15)、(g)マーカーd5( $m/z$  235.17)、(h)マーカーd6( $m/z$  261.19) (屋外暴露試験を暴露試験、促進耐候性試験を促進試験と省略して記載)



ずかに増加傾向を示すもの(図 13(a))、単調減少するもの(図 13(b))、単調増加するもの(図 13(c)-13(e))、増加後減少に転ずるもの(図 13(f)-13(h))など様々であった。各耐候試験間におけるマーカのピーク面積値が必ずしも一致しないのは光源の違いによる劣化機構の差によるものと考えられる。また、3ヶ月目以降と300h以降の増減挙動に違いが見られたのは、SEM 観察結果から表面のクラック発生による劣化を受ける面積の増大、劣化生成物の流出などが原因と予想される(図 4, 5)。マーカのスケールからは、今回の試験では屋外暴露試験 1年(12ヶ月)に対し、促進耐候性試験 1000時間程度(促進倍率約 8.8倍)と計算された。

プラスチックの促進劣化の概算方法として、屋外暴露試験と促進耐候性試験での紫外線総量がそれぞれ等価となる時間を目安に、促進耐候性試験の促進倍率が計算できる<sup>7)</sup>。日本の太陽光の1年間の平均放射露光量(300~400nmの波長域の紫外線)から促進耐候性試験(サンシャインカーボンアーク灯式)で1年間に相当する試験時間を計算すると、1083時間(促進倍率約 8.1倍)となる。耐候試験における環境・データのバラつきを考慮とすれば、TD-GC/MSによる劣化分解物の増減推移から得られた促進倍率と平均放射露光量からの計算値とおおよそ同程度であると評価できる。

一方で促進耐候性試験片のBPCに見られた保持時間(RT; Retention Time)10.78分のピークは屋外暴露試験片では各期間を通して一切検出されなかった(図 11, 12)。これは各耐候試験環境と光源の違いによる劣化機構の差と考えられ、相関性評価の際には注意を要する。

### 3. 3 IOTによる劣化評価

樹脂のIOTは、母材樹脂や酸化防止剤の耐酸化性に関する指標を得ることができるため、樹脂劣化の尺度として利用できる<sup>23)</sup>。IOTは一般的に、示差走査熱量計(DSC)を用いたDSC曲線から求められるが、装置への汚染性が大きいことを考慮し今回はTG/DTAを用いて測定した。図 14に示すようにDTA曲線で初期に発熱が始まる温度をIOTとして求め、各耐候試験試料のDTA曲線から求められたIOTと各耐候試験の経過期間との関係を図 15に示す<sup>25)</sup>。屋外暴露試験3ヶ月目以降および促進耐候性試験300h以降は明確なIOTは見られなかったため、DDTA(Derivative DTA)の変曲点からIOTを求めた。各耐

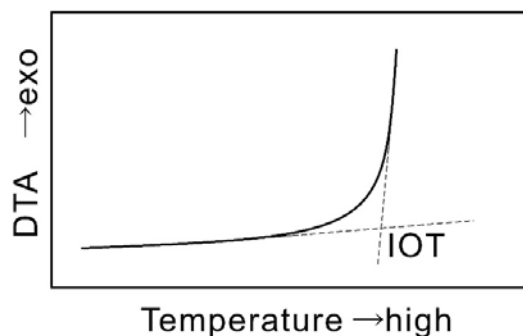


図 14 DTA 曲線からの IOT の求め方

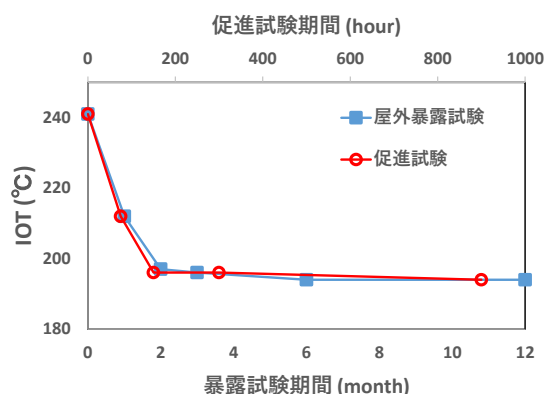


図 15 各耐候試験期間と IOT の関係

候試験の経過期間に対する IOT のプロットの推移が重なるようにスケールを調整すると、屋外暴露試験 1年(12ヶ月)が促進耐候性試験 1000時間程度(促進倍率約 8.8倍)に相当し、TD-GC/MSの結果とおおよそ一致した。

## 4. 結言

本研究では酸化防止剤の変化に着目し、PP樹脂における屋外暴露試験と促進耐候性試験の劣化の相関性について、SEMによる形態観察、Py-APGC QTOF-MSによるTD-GC/MSおよび熱分析によるIOT測定によって評価した結果、以下のことが明らかとなった。

1. Py-APGC QTOF-MSを用いたTD-GC/MSにより、比較的簡便かつ再現良く樹脂試料の劣化生成物の分析が行えた。
2. 劣化マーカを用いた各耐候性試験間における劣化生成物の増減推移の比較は、相関性評価に有用であった。
3. TD-GC/MSによる劣化評価とIOTによる劣化評価はおおよそ一致した。

本評価方法を用いることで、屋外暴露試験と促進耐候性試験における樹脂の初期劣化に関する相関性を、添加剤濃度や耐酸化性の尺度のみでなく、複数の劣化生成物の組成推定、生成過程から評価できる。耐候試験の相関性を適切に評価できることは、材料開発・添加剤開発における試験期間の短縮や配合設計の最適化につながる。本法は添加剤の種類や濃度が既知の材料を用いることでより詳細かつ定量的に解析できる。今後は他の樹脂やゴム材料についても同様な評価が可能か検討していきたい。

#### 参考文献

- 1) 角岡正弘：日本ゴム協会誌，**68**[5]，pp. 274-283(1995)
- 2) 高橋 詢：油化学，**7**[5]，pp. 248-256(1958)
- 3) 山本 連，：高分子，**11**[6]，pp. 451-454(1962)
- 4) 飯塚 智則ら：材料，**66**[3]，pp. 238-243(2017)
- 5) 根岸由典：マテリアルライフ学会誌，**15**[4]，pp. 109-115(2003)
- 6) 大気暴露試験ハンドブック，(財)日本ウエザリングテストセンター(2007)
- 7) 促進暴露試験ハンドブック，(財)日本ウエザリングテストセンター(2009)
- 8) 高分子材料・製品の長寿命化技術・安定化技術，シーエムシー出版，pp. 192-200(2015)
- 9) 大石不二夫：高分子，**48**[11]，pp. 838-841(1999)
- 10) 大西章義：マテリアルライフ，**2**[4]，pp. 213-220(1990)
- 11) 金野克美ら：北海道立工業試験場報告，No. 304，pp. 63-69(2005)
- 12) 深谷憲男ら：あいち産業科学技術総合センター研究報告，pp. 130-133(2016)
- 13) 平出真一郎ら：長野県工技センター研報，No. 10，pp. E30-E32(2015)
- 14) 小河 宏ら：第 22 回高分子分析討論会講演要旨集，IV-05，pp. 155-156
- 15) 柴田貴史：第 23 回高分子分析討論会講演要旨集，I-12，pp. 45-46
- 16) 隅田憲武ら：マテリアルライフ学会誌，**15**[3]，pp. 93-97(2003)
- 17) 春名 徹：日本ゴム協会誌，**70**[1]，pp. 7-15(1997)
- 18) 菊地貴子ら：日本ゴム協会誌，**79**[6]，pp. 335-341(2006)
- 19) 永谷 聡：長野県工技センター研報，No. 6，pp. P58-P60(2011)
- 20) 佐藤信武ら：日本農薬学会誌，**41**[2]，pp. 223-235(2016)
- 21) 荒井祥人ら：第 23 回高分子討論会講演要旨集，III-05，pp. 125-126
- 22) 和田智史ら：群馬県立産業技術センター研究報告，pp. 41-43(2010)
- 23) 大武義人ら：日本ゴム協会誌，**66**[12]，pp. 895-904
- 24) 100 事例でわかる プラスチック材料の破壊・破断面の見方，日刊工業新聞社(2015)
- 25) 仲山和海ら：日本ゴム協会誌，**81**[11]，pp. 467-472(2008)

## 研究論文

## デジタル画像相関法を用いた CFRP の引張特性評価

門川 泰子、岡田 光了、高橋 勤子、福田 徳生

Tensile Properties Evaluation of CFRP  
Using Digital Image Correlation MethodYasuko KADOKAWA\*<sup>1</sup>, Mitsunori OKADA\*<sup>1</sup>, Isoko TAKAHASHI\*<sup>1</sup>  
and Norio FUKUDA\*<sup>1</sup>Industrial Research Center \*<sup>1</sup>

射出成形により作製した熱可塑性炭素繊維強化樹脂(CFRTP)の引張試験におけるひずみ分布をデジタル画像相関(DIC)法により可視化した。その結果、CFRTP のひずみ分布は不均一であり、計測点によって応力-ひずみ曲線は異なることが明らかとなった。X 線 CT 観察、破断面観察の結果から、試験片内部にボイドが存在し、試験片の表面と内部では繊維分布、配向が異なることが観察され、引張試験時のひずみ分布に寄与していると考えられる。

## 1. はじめに

地球温暖化防止のため、自動車による二酸化炭素排出量の削減は世界的な課題となっており、輸送機器産業では燃費の向上を目的として自動車部材の軽量化が進められている。炭素繊維強化樹脂(CFRP)は、軽さと優れた強度を有し、高い軽量化効果が期待される材料として注目されている。しかし、従来の均質な金属材料と比較して不均一であるため、強度のばらつきが生じやすく、安全性や信頼性に乏しいのが現状である。

デジタル画像相関(Digital Image Correlation: 以下 DIC)法は、試験片表面のランダムパターンを撮影し、撮影したデジタル画像を変形過程で比較することにより物体表面の移動量(変位)を計測する方法である。一般的な伸び計によるひずみ計測では標線間のひずみしか確認できないのに対し、DIC 解析では、ひずみ分布の可視化や任意の点のひずみ計測が可能である<sup>1),2)</sup>。

本研究では、加工性・成形性に優れ、量産車の軽量化に有力な材料とされる熱可塑性 CFRP(以下 CFRTP)の引張試験において DIC 法を用いてひずみ分布を可視化し、引張特性を評価した。また、耐候性試験を実施し、引張特性に及ぼす影響を検討した。

## 2. 実験方法

## 2.1 試験片の作製

原料として炭素繊維を 30wt%含んだ長繊維強化 6 ナイロン(TLP1060、東レ(株)製)を使用し、射出成形機(J85AD-110-H、(株)日本製鋼所製)を用いて JIS K 7139

ダンベル形試験片(タイプ A1)を作製した。DIC 法では、試験片の表面にランダムパターンを作製する必要があるため、図 1 のようにスプレー塗料を塗布した。



図 1 ランダムパターン

## 2.2 耐候性試験

耐候性評価のため、促進耐候性試験機(サンシャインウェザーメーター、スガ試験機(株)製)による促進劣化試験をブラックパネル温度 63℃、120 分中 18 分間水噴霧の条件下で 500 時間、1000 時間実施した。

## 2.3 引張試験

引張試験は万能試験機(オートグラフ AG-100kNIS、(株)島津製作所製)を用いて行った(試験速度:2mm/min)。ひずみ計測には、3D 計測システム(ARAMIS、GOM 社製)を使用した。比較のため、炭素繊維を含まない 6 ナイロンについても引張試験とひずみ計測を実施した(試験速度:4mm/min)。

## 2.4 試験片の観察

成形品内部のボイドや解繊状態、繊維の配向状態は、X 線 CT 装置(SMX-225CT、(株)島津製作所製)、X 線顕微鏡(nano-3DX、(株)リガク製)を用いて観察した。引張試験後の破断面は、走査型電子顕微鏡(JSM-6510A、日本電子(株)製)を用いて観察した。耐候性試験後の試験片表面の外観変化は、デジタルマイクロスコープ(VHX-

6000、(株)キーエンス製)を用いて観察した。

### 3. 実験結果及び考察

#### 3.1 引張試験結果・DIC 解析結果

図 2 に DIC 解析によって得られた 6 ナイロンおよび CFRTP の最大主ひずみの分布を示す。ひずみ量は色で表され、ひずみ量が多い部分は赤く表されている。6 ナイロンでは、破断直前までひずみが集中している部分は見られず、試験片全体で均一なひずみ分布となっていた。一方、CFRTP ではひずみ量が多い部分が局所的に現れ、ひずみが不均一に分布し破断した。DIC 解析では、解析ソフト上で設定した任意の点や標線間のひずみ変化を求めることや、動画とオートグラフの荷重出力

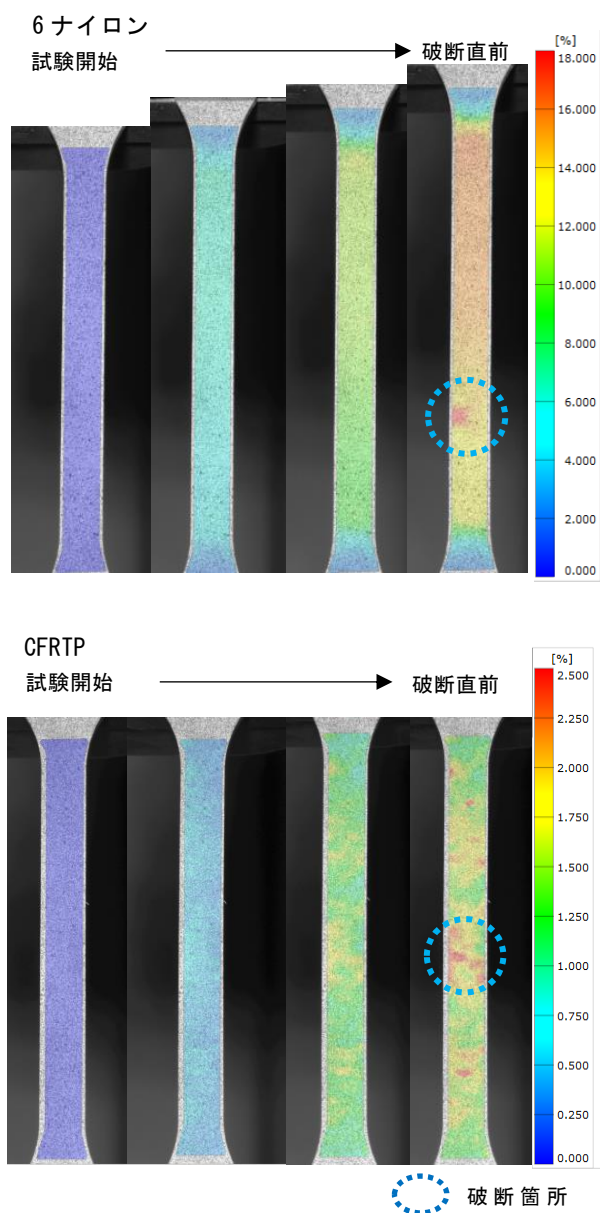


図 2 試験片のひずみ分布

値を同期することで応力-ひずみ曲線を得ることができる。図 3 に解析ソフト上で設定した任意の点①、②、③および④標線間 (標線間距離:75mm)のひずみ変化から求めた応力-ひずみ曲線を示す。6 ナイロンでは、破断時のひずみは計測点によって差があるものの、曲線はほぼ一致した。一方、CFRTP では曲線の傾きが計測部位によって異なり、標線間(④)から求めた応力-ひずみ曲線と一致しておらず、破断部付近(③)のひずみは他と比べて大きくなっていた。これらのことは CFRTP の不均一性の影響が現れたものと考えられ、材料局所のひずみ情報を得る手段として DIC 解析が有効であると考えられる。

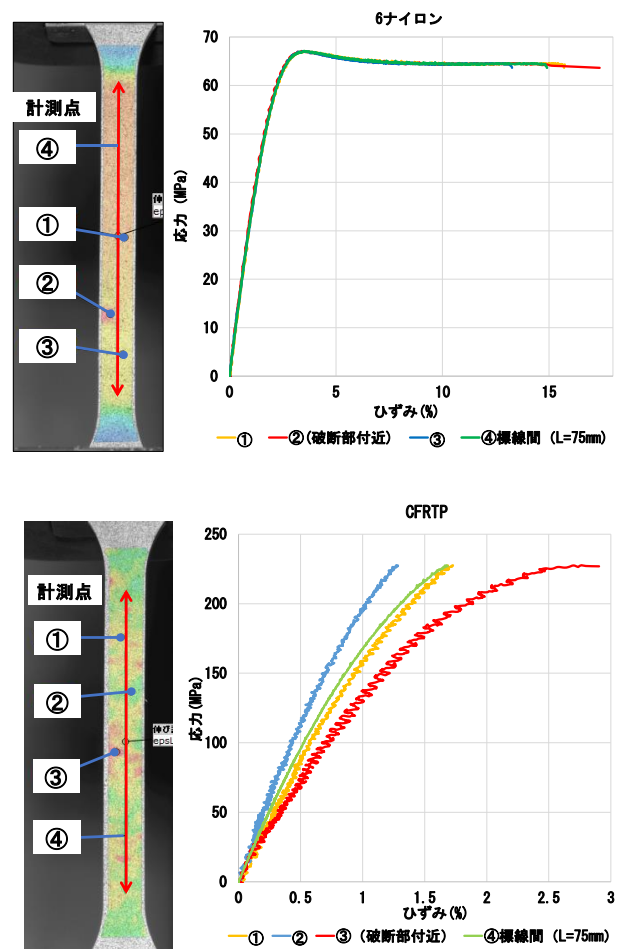


図 3 応力-ひずみ曲線

#### 3.2 CFRTP の内部構造観察結果

図 4 に試験片全体の X 線 CT 観察結果(厚さ方向にスライスした断面像)を示す。試験片中央部に多く観察された黒い部分は密度が低く、他の部分に比べ繊維の割合が少なくなっていることやボイドが存在していることが考えられる。矢印で示した白い部分は密度が高く、繊維が十分にほぐれず凝集している箇所であり、場所により繊維の分布が異なっている様子が観察された。



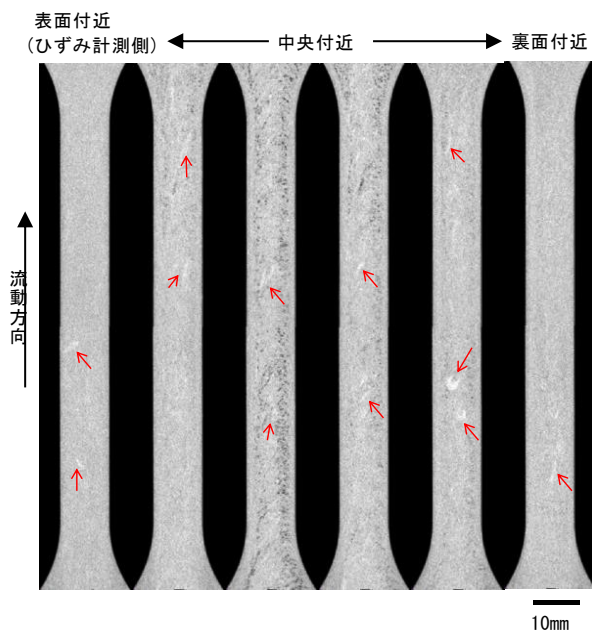


図4 試験片の X 線 CT 観察画像

図5に試験片表面付近と中央部付近の X 線顕微鏡観察結果を示す。樹脂の流動方向に配向した繊維が、試験片の表面付近と比べて中央部付近では少なくなっており、表面と内部では繊維の配向が異なることが推測される。このように試験片内で繊維の分布や配向が不均一となっていることが 3.1 における引張試験時のひずみ分布に影響を及ぼしたと考えられる。

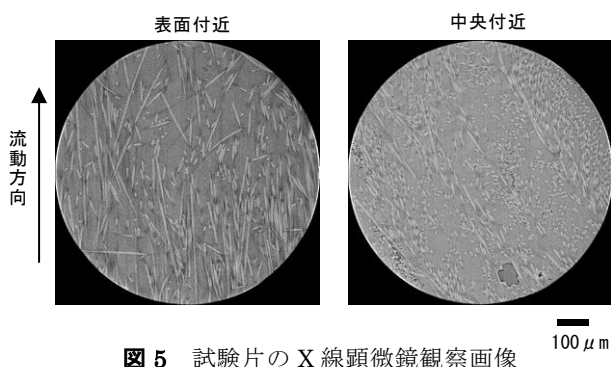


図5 試験片の X 線顕微鏡観察画像

図6に引張試験後の破断面の電子顕微鏡観察の結果を示す。表面付近は破断面に対して垂直に近い方向に配向した繊維が多く観察された。一方、中央部付近は破断面に対して平行に配向した繊維が多く、樹脂が伸びた様子も観察された。このことから、破断面付近のひずみが引張試験の初期段階から大きくなった一因として引張方向に沿わない繊維が多く存在し、繊維による補強効果が十分に得られなかったことが考えられる。また、射出成形により作製した試験片では、射出時に樹脂が受けるせん断力による繊維の折損が発生するため<sup>3)</sup>、繊維長が不均一となることもひずみ分布が不均一となった一因に挙げられる。

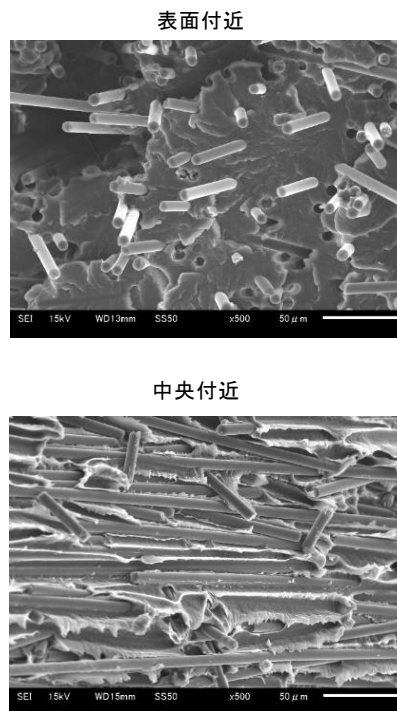


図6 破断面の電子顕微鏡観察画像

### 3.3 耐候性試験の結果

表1に耐候性試験前後の引張試験結果、図7に耐候性試験前後の DIC 解析結果と応力-ひずみ曲線(標線間距離:75mm)を示す。耐候性試験による引張強さ、弾性率、伸びに大きな変化は見られなかった。また、応力-ひずみ曲線についても、多少の差はあるが個々の試験片のバラツキの範囲内であった。

表1 耐候性試験前後の引張試験結果

	引張強さ (MPa)	引張弾性率 (GPa)	伸び (%)
耐候性試験前	229	20.6	1.6
500 時間後	222	20.9	1.4
1000 時間後	224	20.7	1.5

図8に耐候性試験前後の試験片表面の写真を示す。耐候性試験によるクラックの発生、試験時間の増加によるクラックの増加が確認された。また、目視観察により表面の白化、炭素繊維の露出が確認された。これらのことから、耐候性試験により樹脂表面は劣化したと考えられるが、引張特性やひずみ分布には大きく影響しなかった。炭素繊維は紫外線を透過しないため内部まで紫外線が侵入せず、樹脂の劣化が表面近くに抑えられ、引張特性やひずみ分布への影響が少なかったことが考えられる。今後さらに耐候性試験を継続し、引張特性の変化を評価していく予定である。

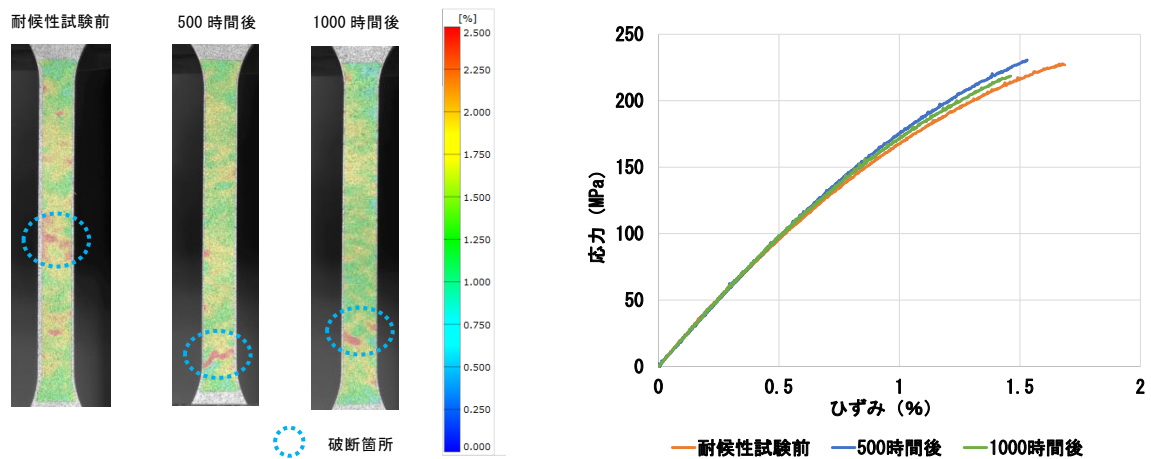


図 7 耐候性試験前後の DIC 解析結果

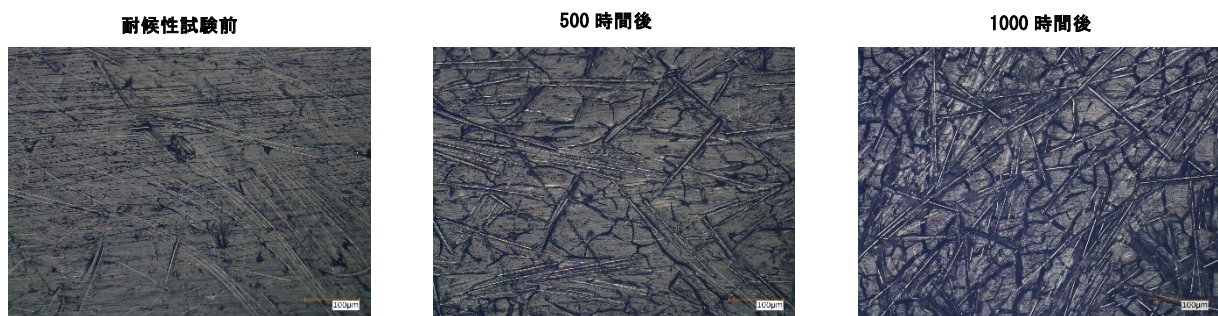


図 8 耐候性試験前後の試験片表面観察画像

#### 4. 結び

本研究では、射出成形により作製した長繊維強化 6 ナイロンの引張試験において DIC 法を用いてひずみ分布を可視化し、引張特性を評価した。結果は以下のとおりである。

- (1) CFRTP のひずみ分布は 6 ナイロンに比べ不均一となった。また、応力-ひずみ曲線は計測点によって異なり、破断部付近のひずみは他と比べて大きくなっていた。
- (2) 材料局所のひずみ情報を得る手段として DIC 解析が有効であり、品質改善に役立つと考えられる。
- (3) 試験片の X 線 CT 観察、破断面の SEM 観察の結果から、試験片内で繊維分布や配向が不均一となっていることが示唆され、引張試験時のひずみ分布に寄与していると考えられる。

- (4) サンシャインウェザーメーターによる耐候性試験後の試験片は、その表面に樹脂の劣化が観察されたが、引張特性やひずみ分布には大きく影響しなかった。今後さらに耐候性試験を継続し、評価する予定である。

#### 文献

- 1) 垣尾尚史, 矢野文彬, 亀井由樹: 強化プラスチック, **64**(4), 158(2018)
- 2) 村上岳, 松尾剛: 62nd FRP CON-EX 2017 講演要旨集, 150
- 3) 岡田光了, 福田徳生, 松原秀樹: あいち産業科学技術総合センター研究報告, **7**, 10(2018)

## 6 資料

- (1) 各地区の活動紹介
- (2) 2022・2023 年度の会長・開催機関
- (3) 今後の会長・開催機関(予定)
- (4) 会長・開催地経過
- (5) 開催地経過
- (6) 会長及び開催地の事務分担
- (7) 公設試のブロック分け
- (8) 運営委員
- (9) 共同研究経過
- (10) 共同研究代表世話人
- (11) 共同研究に係るデータの利用に関する規定
- (12) 今年度のデータの利用状況
- (13) 提案要望事項についてのアンケート結果
- (14) 協議事項

## (1) 各地区の活動紹介

### 1 北海道・東北

#### ○プラスチック成形技術研究会(ベにばなコンファランス)

地域内のプラスチック成形に携わる企業、大学、公設試の技術者、研究者が集まり、プラスチック成形技術をはじめ、様々な分野の我が意を交えた技術講演会(1回/年)を開催している。新型コロナウイルス感染拡大防止のため、オンラインによる講演会を予定し、日程および講師の調整を行っている(11~12月)。

#### ○次世代プラスチック成形技術研究会

東北地域の自動車技術に係わる企業が集まった研究会(会長:山形大学 伊藤浩志教授)であり、4回/年の講演会を開催している。今年度は新型コロナウイルス感染拡大防止のため、オンライン開催した(令和3年6月25日)。今後の開催は未定。

#### ○高分子分科会共同研究

令和3年度の共同研究の企画、とりまとめを担当している。IOTによる樹脂の劣化度評価をテーマに設定し、地域公設試で役割を分担して活動している。

#### ○新規導入設備紹介

(地独)北海道立総合研究機構工業試験場では、JKA 補助事業を活用し、ヒートデストーションテスター(No.148-HD-500、(株)安田精機製作所)を導入した。密閉気槽で 500 °C までの昇温が可能のため、油槽では困難な 300 °C 以上のガラス繊維強化スーパーエンブラなどの荷重たわみ温度の評価も可能である。設備使用が可能な開放機器として、各種プラスチック材料の耐熱性評価に利用されている。

(地独)岩手県工業技術センターは JKA 補助事業を活用し、顕微赤外分光分析装置(Nicolet iS50 FT-IR、Nicolet Continuum、Thermo Fisher Scientific(株))を導入し、開放機器として利用されている。

宮城県産業技術総合センターは、Ar クラスター銃搭載の X 線光電子分光装置(Nexsa、Thermo Fisher Scientific(株))を導入した。また、X 線顕微鏡およびエネルギー分散型蛍光 X 線分析装置も今年度中に導入予定である。

秋田県産業技術センターは電源立地交付金を活用し、ベント式射出成形機(ベント式可塑化ユニット:(株)日本油機、電動射出成形機:NEX110IV-25EG、日精樹脂工業(株))を導入し、政策研究および開放機器として利用している。

### 2 関東

#### ■茨城県産業技術イノベーションセンター

##### (1)プラスチック関係のセミナー

○射出成形機等の実習を含めたセミナーを開催予定(10月から1月)



○万能試験機・メルトインデクサ等評価機器の実習を含めたセミナーを開催予定(10月から1月)

(2) 新規導入機器

○X線顕微鏡 ブルカー・ジャパン(株) Skyscan1272

■栃木県産業技術センター

(1) プラスチック関係のセミナー

○技術者研修「プラスチック材料の強度試験と材料特性評価」(予定)

「熱分析による材料評価技術」(予定)

○技術講習会「製品の耐久性評価のための劣化促進試験」

「マルチマテリアル化における接合技術」(予定)

(2) 新規導入機器(R2年度)

○圧縮成形機 (株)東洋精機製作所 ファインラボプレス SAP-1

○キセノンウェザーメータ 岩崎電気(株) アイスーパーキセノンテスターXER-W83-T02

■埼玉県産業技術総合センター

埼玉県におけるプラスチック関連の取り組み

○環境対応プラスチックへの転換支援

当センターでは新規バイオプラスチックにおける材料及び成形加工技術の開発を実施中

○埼玉県プラスチック資源の持続可能な利用促進プラットフォームの発足

プラスチックに係る資源循環の促進等に関する法律案が閣議決定されたことを受け、埼玉県(環境部)では資源循環に関する事業者と市町村、消費者団体などから構成されるプラットフォームが発足

■千葉県産業支援技術研究所

今年度は高分子に関係するセミナー及び機器の導入はなし

■東京都立産業技術研究センター

(1) プラスチック関係のセミナー

○人材育成事業セミナー「プラスチックの話」(R4年1月下旬実施予定)

(2) 新規導入機器(R3年度決定)

○カールフィッシャー水分計

○自動ノッチ加工機

■神奈川県立産業技術総合研究所

プラスチック関係のセミナー

○令和2年度教育講座「射出成形現象工学コース」オンライン開催(11月予定)

○新技術活用研修「プラスチック射出成形技術科」(予定)

■長野県工業技術総合センター

新規導入機器

R2年度、「3D デジタル生産技術実装化研究拠点」を材料技術部門(長野市)に設置し以下の機器を導入

○金属積層造形装置 トルンプ TruPrint1000

○熱間等方加圧装置 (株)神戸製鋼所 O<sub>2</sub>-Dr.HIP

○計測用 X 線 CT 装置 カールツァイス METROTOM 800 130kV

○3D デジタイジング装置 カールツァイス COMET6 16M

○分析走査電子顕微鏡 日本電子(株) JSM-IT500

○機械的機能評価試験機 インストロン 68TM-30 など

R3 年度、「超精密電子モジュール地域共創開発拠点」を精密・電子・航空技術部門に整備中

#### ■山梨県産業技術センター

講習会

○「セルロースナノファイバーとその活用」(予定) 甲府技術支援センター

#### ■静岡県工業技術研究所

(1)プラスチック関係のセミナー(R3 年度、予定)

○カーボンニュートラルに関する講習会(県内企業を対象とした研究会事業)

○機器分析講習会(県内企業を対象とした研究会事業)

(2)新規導入機器

R2 年度

○微小部蛍光 X 線分析装置 ブルカー・ジャパン(株) M4 TORNADO PLUS 36S

○カールフィッシャー水分測定装置 日東精工アナリテック(株) CA-310

○ノッチ加工機 (株)安田精機製作所 No.189-PN

○粉砕機 フリッチュ・ジャパン(株) P-15

R3 年度

○精密電子天びん メトラー・トレド(株) XSR105DUV

### 3 中部

#### ■あいち産業科学技術総合センター 産業技術センター

○昨年より引き続き、サポイン「次世代自動車電動部品向け新規高機能性薄物シート連続製造技術の開発」(R2~R4 年度)のメンバーとして、参画。

産学官で、燃料電池用セパレータ及び次世代パワーデバイス用基板への応用展開を目指して、共同研究開発を実施。

○県の特別課題研究として、「CFRP のリサイクルによる物性変化に関する研究」に取り組む。

#### ■岐阜県産業技術総合センター

○今年度より、新価値創造によるサステナブル社会推進プロジェクト「現場生産性向上を図る高機能プラスチック製品の開発」を実施(R3-R7 年度)。

このテーマの中で、プラスチックの高機能化を図る課題として、「リサイクルプラスチックの物性向上技術の開発」「帯電防止ブロー成形ボトルの開発」「難燃性プラスチック複合材料の開発」、また、CFRP に関する課題として、「軽量化・複合化によるマルチマテリアル製品の開発」に取り組んでいる。

加えて、金属表面へ高分子を修飾する技術に関する課題として、「金属材料への表面処理技術に関する

る研究」に取り組んでいる(R1-R3 年度)。

#### ■三重県工業研究所

##### ○(独)環境再生保全機構(ERCA)環境研究総合推進費

「リサイクル炭素繊維を原料とした連続繊維強化複合材料部材の開発」

リサイクル炭素繊維を用いた連続糸の製造技術及び高強度を有するリサイクル CFRP 部材の製造技術を開発する。

##### ○みえ産学官連携基盤技術開発研究事業 広域連携研究会 マルチマテリアル検討会

マルチマテリアル材料による軽量化に関する技術情報の提供や技術支援を行う。

#### ■石川県工業試験場

##### (1) 研究関連

##### ○特別研究(県単)「環境配慮型紫外線処理プロセスによる高分子表面改質技術の開発」

二酸化塩素へ紫外線 LED 照射で発生するラジカルを用いることによる、合成繊維や高分子材料への表面親水化技術を開発する。

##### ○研究成果最適展開支援プログラム(A-STEP)「CNF を用いた高性能不連続 CFRP の開発」

不連続炭素繊維基材を用いた CFRP のマトリックス樹脂をセルロースナノファイバー(CNF)で強度補強することで、高強度不連続 CFRP を開発する。

##### (2) 更新設備

##### ○複合材料成形機

スタンパブルシートや熱可塑性 FRP 部品の試作。

最大プレス荷重 500kN、最大成形 温度 450 °C

#### ■富山県産業技術研究開発センター

##### ○サポイン「少量充填CNF—形状制御タルクハイブリッドフィラーの開発と自動車部品への展開」(R3~5 年度)に採択。

形状制御したタルクと CNF(少量充填)のハイブリッドフィラーを用いた PP コンポジットの自動車部品への社会実装を目指して、共同研究開発を実施。

##### ○公益信託鮎久晴富山県内大学等研究助成基金「高せん断非外部加熱によるセルロースナノファイバーの乾燥方法および高混練二軸押出機を用いた乾燥 CNF/ポリプロピレン複合材料の開発」

高せん断非外部加熱により乾燥処理した CNF と PP の複合材料の基本的強度物性、耐久性および CNF 分散性を評価することで高機能複合材料の開発を目指す。

##### ○産学官協働ローカルイノベーション創出事業「生分解性プラスチックの添加剤の改質と生分解性の制御」 生分解性プラスチックに添加剤(デンプンおよびキチン)を混練した複合材料の物性および生分解性を評価し生分解性を制御することのできる生分解性プラスチックの開発を目指す。

##### ○生分解性プラスチックと CNF を複合した新規生分解性プラスチックの開発に向けた共同研究の実施。

##### ○上記内容に関する研究会や研修の開催。

## 4 近畿

### ■福井県工業技術センター

#### (1)活動

- 令和3年3月11日 樹脂流動解析システム利用講習会(web)
- 令和3年3月23日 複合材料用評価試験機・ハイブリッド成形システム機器利用講習会
- 令和3年8月10日 金属AMを活用した眼鏡用金型製作普及講習会

#### (2)新規導入機器など

- 複合材料用評価試験機
- FTIR イメージングシステム
- ハイブリッド成形機用繊維フィーダー

### ■滋賀県工業技術総合センター、滋賀県東北部工業技術センター

#### (1)活動

##### ○技術研修

1. 「熱物性の基礎」(令和2年10月6日 開催場所:滋賀県工業技術総合センター)
2. 「耐候性(環境)試験による製品の寿命・安全・信頼性の向上」(令和2年11月25日 開催場所:滋賀県工業技術総合センター)

#### (2)新規導入機器など

##### 【滋賀県工業技術総合センター】

- プラスチック混練機(Xplore Instruments 社製 MC15HT)
- マルチ検出器 GPC システム(Malvern Panalytical 社製 OMNISEC)
- 高機能赤外分光光度計(PerkinElmer 社製 Spectrum3/Spotlight400i)
- 樹脂気密性測定装置(GTR テック社製 GTR-3000XASK)
- 伸長粘度測定システム(TA instruments 社製 DHR 伸長粘度アクセサリ EVA)

##### 【滋賀県東北部工業技術センター】

- 高温 GPC システム(東ソー社製 HLC-8321GPC/HT)
- 高速液体クロマトグラフ(日本分光社製 EXTREMA)
- 小型押出成形機(東洋精機製作所社製 ラボプラスミル 10S100、Thermo Fisher Scientific 社製 HAAKE Mini Jet Pro/Injection Molding Machine)

### ■(地独)京都市産業技術研究所

#### (1)活動

- 技術セミナー(令和2年10月13日 WEB開催)

「ゴムと樹脂を分子レベルで結び付けた新規ポリマー「SUSYMTM(サシム)」

概要:株式会社ブリヂストンが独自で開発を進めてきた新規ポリマー製品「SUSYMTM(サシム)」について解説。株式会社ブリヂストン 先端技術担当フェロー 会田 昭二郎 氏

- 技術セミナー(令和3年2月4日 WEB開催)

「海洋生分解性・生分解性プラスチック研究開発最前線」 概要:マイクロプラスチック問題解決の鍵となる

海洋性生分解・生分解プラスチックの最先端の研究内容

- ・講演1『プラスチックとの共生～海洋生分解性プラスチック開発を通して～』

大阪大学 工学研究科 宇山 浩 氏

- ・講演2『循環型社会の形成に貢献するバイオプラスチック』

三菱ケミカル株式会社 高機能ポリマー企画部 佐野 浩 氏

- 「NEDOプロジェクトを核とした人材育成、産学連携等の総合的展開／セルロースナノファイバー先端開発技術者養成に係る特別講座」

前期:令和2年9月14日～12月4日、後期:令和2年12月14日～令和3年3月18日

目的:新素材である CNF の幅広い分野での実用化や普及を加速させ、新たな市場の早期創出に繋げる。定員:20名/半期を2回、合計40名 企業限定

■(地独)大阪産業技術研究所

【本部・和泉センター】

(1)活動

- 3D造形イノベーションセンター開設(令和3年4月)

- Youtube ORIST チャンネル開設(プロモーション動画、装置・設備・試験方法など)

([URL:https://www.youtube.com/channel/UCdPUmbfXn7AWLJ6i0At26GA](https://www.youtube.com/channel/UCdPUmbfXn7AWLJ6i0At26GA))

- テクニカルセミナー「CFRPの成型加工技術を学ぶ-概論および新しい成形方法」(令和2年9月29日)

(2)新規導入機器など

- シャルピー衝撃強度測定システム(株式会社東洋精機製作所製 IT) 導入

- 高速引張試験機(株式会社島津製作所製 HITS-T10-S)に小容量試験システム(2kN ロードセルおよび糸用チャック等)の追加導入

【森之宮センター】

(1)活動

- テクニカルセミナー

韌性に優れた高耐熱ビスマレイミド樹脂の材料設計と実装材料への応用(2020年11月13日(金))

- 産業技術支援フェア in KANSAI 2020(eポスター展示 2020年11月27日(金)～12月18日(金)、ライブ配信 2020年12月4日(金))

- ORIST 技術セミナー

超高速通信の実現に向けた 材料、プロセス、EMC 対策技術の紹介(2021年2月12日(金))

- 第21回グリーンナノフォーラム ～創業、協業、新連携 スタートアップ～(2021年9月3日(金))

- 第110回大阪工研協会ニューフロンティア材料部会例会(2020年11月25日(水))

5G・IoT で世界がつながる時代に求められる新材料・新技術 ―フレキシブル基板からネットワークまで

—

- 第45回 大阪工研協会 分析展と講演・技術発表会

最新分析技術およびオンリーワン工業技術シーズ(2021年2月25日(木)～26日(金))

- 第266回 プラスチック技術講演会(2020年12月17日(木))

複合化技術によるベンゾオキサジン樹脂の高性能化、最近の高分子関連情報の紹介

- 第267回 プラスチック技術講演会(2021年3月12日(金))

PPの大气暴露と促進耐候性試験の相関について、メタルウェザーによるプラスチックの耐候性評価

○第268回 プラスチック技術講演会(2021年7月9日(金))

樹脂ブレンド中でのカーボンナノチューブの局在化現象と複合樹脂の特性、ブス・ニーダーによる優しいコンパウンド

○第70回プラスチックがわかる基礎講座と成形加工・分析評価の体験実習講習会(2021年9月28日(火)～30日(木))

○NEDO「海洋生分解性プラスチックの社会実装に向けた技術開発事業」(産総研)に再委託機関として参画(R2-6年)

○農水省委託プロジェクト研究《脱炭素・環境対応プロジェクト》「木質リグニン由来次世代マテリアルの製造・利用技術等の開発」(森林総合研究所)に参画(R2-6年)

(2) その他機器の導入など

○粘弾性測定装置(Anton Paar 製 MCR702 フルスペック)の導入、受託研究に活用開始

○熱伝導・制御技術展2020(大阪産業創造館)に出展2020年8月21日(金)

○コンバーテック2021(新機能材料展、東京ビッグサイト)に出展(2020年12月9日(水)～11日(金))

■兵庫県立工業技術センター

(1) 活動

○技術講演会(日本ゴム協会関西支部との共催) オンライン開催(令和2年10月22日)

「散乱法によるゴムの階層構造解析」、「防着剤などのゴム用添加剤」

○ものづくり基盤技術入門研修事業(令和2年11月9日 オンライン開催)

「フーリエ変換赤外分光光度計による分析について」

異物分析を主とした分析テクニックおよび得られた赤外吸収スペクトルの解析方法(データベース検索機能を理解する)について

○所内研究発表会 オンライン開催(令和2年12月8日)

(2) 新規導入機器など

○加硫判定機 JSRトレーディング(株) キュラストメーター7型 TYPE R(ゴム用)

加硫中の配合ゴムに一定振幅で振動変形を与えた時に発生する応力を測定し、温度と時間に依存した曲線(加硫曲線)を得るための装置

■奈良県産業振興総合センター

(1) 活動

○分光分析技術セミナー(令和3年2月5日)

JKA 機械設備拡充補助事業により導入した FT/IR 装置の説明会。

○プラスチック技能検定(射出成形)(令和3年6月9日～7月7日、19日間)

センターにて実施し、職員を技能検定委員として派遣。

○所内研究発表会をオンラインで開催(令和3年8月31日)

(2) 新規導入機器など

○超遠心粉砕機 ヴァーダー・サイエンティフィック ZM200

○B型粘度計 東機産業 TVB-10H

## ■和歌山県工業技術センター

### (1)活動

#### ○プラスチック材料に関する研究会の開催

「設計・成形における強度低下要因と強度トラブル対策」本間技術士事務所 本間精一氏

#### ○繊維技術に関する勉強会の開催

「透湿防水布の種類と機能評価法」京都女子大学教授 榎本 雅穂 氏

### (2)新規導入機器など

特になし

## 5 中国

### ○中国ブロック全体での取り組み

(国研)産業技術総合研究所中国センターが産学官連携の一環として「樹脂やゴム材料等の分析・評価に関わる技術情報データベース&研究者・グループ名鑑」を作成するにあたり、中国ブロック各県の公設試に寄せられた相談・課題解決事例を提供するとともに、高分子材料に関する各県の取り組みを紹介した。

### ○講習会、研究会

#### ■岡山県

中国ゴム技術研究会と共催して、以下の講演会を WEB 開催し、あるいは更に二回の講演会を開催予定である。

- ・8月3日開催『基礎から学べるゴムと金属の加硫接着技術～接着剤選定方法、接着現場の改善、最新動向まで～』

講師 ラバーボンドケミカル株式会社 代表取締役 江口力人氏

参加:89名

- ・9月16日開催予定『白色無機充填剤、補強剤』

講師 株式会社 白石中央研究所 研究員 杉田智明氏

#### ■広島県

広島県では、広島県総合技術研究所と広島市産業振興センターの連携事業により、広島高分子材料研修会を行っている。その一環として、東部工業技術センターで7月にプラスチック材料技術者研修の開催を予定していたが新型コロナウイルス感染症拡大により中止した。(プラスチック材料技術者研修は東部と西部で隔年開催している)。

### ○広島市

広島市では、広島県総合技術研究所と広島市産業振興センターの連携事業により、広島高分子材料研修会を行っている。例年、広島市産業振興センターでは年3回の講演会を開催しているが、昨年

度は新型コロナウイルス感染症の影響により、全て中止した。今年度は、新型コロナウイルス感染症対策を徹底することで7月に第1回を開催した。第2回以降はオンラインで開催する予定である。

#### ■島根県

ものづくり産業技術基盤強化緊急対策事業により、島根県産業技術センターでは昨年度末～今年度にかけて高分解能分析走査電子顕微鏡、熱分析システム、赤外分光光度計などを導入したが、導入した装置に関して人材育成セミナーを開催、または今後開催する予定である。

#### ■鳥取県

鳥取県で活躍する産業人材育成を目的とした「分析技術能力強化事業」の一環として、高分子材料を対象とした「熱分析 困ったときの測定テクニック～熱分析における測定手法の選び方と応用解析～」を新型コロナウイルス感染症対策のもと開催する予定である。

#### ○導入設備

##### ■広島県西部工業技術センター

射出成形機(日本製鋼所製、JSW80ADS)令和3年度4月1日より設備利用開始

##### ■島根県産業技術センター

赤外分光光度計(日本分光製、FT/IR-6700、IRT-7200)

熱分析システム(パーキンエルマー製 DSC8500、リガク製 TG-DTA8122、TMA8311)

高分解能分析走査電子顕微鏡(日本電子製、JSM-IT800SHL)

##### ■山口県産業技術センター

熱分析と質量分析を同時に行える質量分析装置付熱分析装置の新規導入及び繊維強化プラスチック等の機械的特性を評価するための万能材料試験機の更新を予定している。

#### ○その他

##### ■広島県

広島県立総合技術研究所西部工業技術センターでは、NEDO「海洋生分解性プラスチックの社会実装に向けた技術開発事業」(受託機関:産総研、5か年計画2年目)を行っている。

## 6 四国・九州

##### ■愛媛県

今年度より高分子関連の研究として以下の1テーマを新たに実施。

- 資源循環促進税活用事業(県単)「いぶし窯を活用した効率的なリサイクル炭素繊維回収技術の開発」  
菊間瓦のいぶし窯を用い、CFRP廃棄物から炭素繊維を回収する技術を開発する。



## ■徳島県

- 地方大学・地域産業創生交付金事業(内閣府)により高感度 X 線 CT スキャン装置(リガク/nano3DX)を導入。樹脂中の炭素繊維等、サブミクロンレベルでの 2D、3D 観察が可能。
- 高分子関連の経常研究 2 件
  - ・「柑橘果皮を原料とした新規高機能素材の開発」
  - ・「ナノ粒子を分散させた複合材料に関する研究」
- 令和 3 年度 高付加価値型ものづくり推進事業  
高機能素材(CNF、CFRP 等)を活用した木工関連製品の開発を目的とし、企業との共同研究を 4 件実施中。

## ■福岡県

- プラスチック中核人材育成事業(射出成形講座「座学」)  
例年、県内プラスチック関連中小企業人材を対象に、射出成形技能検定対策として、福岡県工業技術センターで講習会を開催しているが、R2 年度はコロナ感染症蔓延の影響のため開催を見送った。
- くるめゴム技術講座【実習コース(初級編・応用編)「トラブル解析、機器分析実習」】、  
例年、久留米市補助事業により福岡県工業技術センターと(株)久留米リサーチ・パークの主催で、ゴム製造業の人材を対象にしたゴム技術者の育成講座を別コースで実施しているが、R2 年度はコロナ感染症蔓延の影響のため開催を見送った。

## ■大分県

- 新規導入設備紹介  
大分県産業科学技術センターでは令和 3 年度に、簡易射出成形機と真空加熱プレスを設置します。混練性・押出性試験機で混練した少量のコンパウンドからダンベル片等の試験片を作製するために使用します。
- セルロースナノファイバー(CNF)事例紹介セミナー  
主催:大分県産業科学技術センター 日時:R3.10.14

## ■熊本県

- CNF 特別 Web セミナー  
主催:ナノセルロースジャパン・環境省ナノセルロース・マッチング事業  
日時:R2.9.11  
熊本県産業技術センターからの参加者:永岡研究主幹が講師。他 3 名聴講。
- 令和 2 年度第 1 回「CNF に係る公設試研究者向けの勉強会」(Web 配信)  
主催:地方独立行政法人京都市産業技術研究所 日時:R2.9.13-R2.9.14  
熊本県産業技術センターからの参加者:4 名聴講。
- セルロースナノファイバー活用促進セミナー  
主催:鹿児島県工業技術センター 日時:R2.11.19  
熊本県産業技術センターからの参加者:3 名聴講。
- 令和 2 年度第 2 回 CNF・公設試研究者向け勉強会(Web 配信)  
主催:京都産技研・近畿経済産業局 日時:R3.2.26

熊本県産業技術センターからの参加者:城崎研究参事が講師。他 3 名聴講。

○ナノセルロースシンポジウム(Web 配信)

主催:京大生存圏研究所 日時:R3.3.9

熊本県産業技術センターからの参加者:永岡研究主幹が講師。他 3 名聴講。

○モノづくりフェア2021

主催:日刊工業新聞社 日時:R3.10.13-15

九州各県公設試が CNF 製品を展示する中において、

熊本県産業技術センターで開発した CNF 遮熱材を展示・プレゼン。

熊本県産業技術センターからの参加者:4 名参加。

■鹿児島県

○セミナー開催

「セルロースナノファイバーの利用技術セミナー」

開催日:令和 2 年 11 月 19 日

開催場所:工業技術センター 参加者数:31 名

内 容:

①CNF 利用促進のための原料・製造による適性について/森林総合研究所 林徳子氏

②竹 CNF の特徴と今後の展望/九州大学 教授 近藤哲男氏

○機器導入

・走査型プローブ顕微鏡/nanosurf CoreAFM

・ナノ粒子解析システム/Malvern Panalytical NS300・ゼータサイザーLab

・GPC 測定装置/(株)島津製作所 高速液体クロマトグラフ・示差屈折率計・質量分析計

Wyatt Technology 多角度光散乱検出器

・蛍光X線分析装置/(株)リガク ZSX PrimusIV

・接触角測定機/(株)あすみ技研 B100

(2) 2022・2023 年度の会長・開催機関

	2022 (R4) 年度	2023 (R5) 年度
会長	岐阜県産業技術総合センター	
開催	(地独)鳥取県産業技術センター	滋賀県

(3) 今後の各地区の会長・開催・共同研究幹事機関(予定)

開催年度	会 長	開 催 地	共同研究幹事
2022 (R4) 年度	中部 岐阜県	中国 鳥取県	四国・九州
2023 (R5) 年度		近畿 滋賀県	未定
2024 (R6) 年度	近畿 奈良県	北海道・東北 北海道	関東
2025 (R7) 年度		四国・九州 大分県	未定
2026 (R8) 年度	中国 未定	関東 東京都	中部
2027 (R9) 年度		中部 名古屋市	石川県
2028 (R10) 年度	四国・九州 未定	中国 未定	中国
2029 (R11) 年度		近畿 未定	未定
2030 (R12) 年度	北海道・東北 福島県	北海道・東北 福島県	近畿
2031 (R13) 年度		四国・九州 未定	未定
2032 (R14) 年度	関東 埼玉県	関東 千葉県	北海道・東北
2033 (R15) 年度		中部 岐阜県	宮城県

※共同研究の期間を今後2年とした場合。

(4) 会長・開催地経過 (年度毎, 2004(平成16)年～)

開催年度	会長	開催地
平成16年	四国・九州 福岡県工業技術センター 化学繊維研究所	四国・九州 高知県工業技術センター
平成17年		近畿 京都市産業技術研究所
平成18年	北海道・東北 山形県工業技術センター	北海道・東北 山形県工業技術センター
平成19年		四国・九州 宮崎県工業技術センター
平成20年	関東 (地独) 東京都立産業技術研究センター	関東 埼玉県産業技術総合センター
平成21年		中部 愛知県産業技術研究所
平成22年	中部 名古屋市工業研究所	中国 (地独)山口県産業技術センター
平成23年		近畿 兵庫県立工業技術センター
平成24年	近畿 (地独)京都市産業技術研究所	北海道・東北 秋田県産業技術センター
平成25年		四国・九州 熊本県産業技術センター
平成26年	中国 広島県立総合技術研究所 西部工業技術センター	関東 山梨県工業技術センター
平成27年		中部 石川県工業試験場
平成28年	四国・九州 徳島県立工業技術センター	中国 島根県産業技術センター
平成29年		近畿 福井県工業技術センター
平成30年	北海道・東北 宮城県産業技術総合センター	北海道・東北 宮城県産業技術総合センター
令和元年		四国・九州 徳島県立工業技術センター
令和2年	関東 千葉県産業支援技術研究所	関東 (地独)神奈川県立産業技術総合研究所
令和3年		中部 あいち産業科学技術総合センター 産業技術センター

○会長は2年ごと、開催地は1年ごとにブロック単位の持ち回りとし、ブロック内から選出する。

○平成22年以降の会長県・開催県の選出ブロックは、以下のサイクルの輪番とする。

会長県：中部→近畿→中国→四国・九州→北海道・東北→関東の順に12年サイクル

開催県：中国→近畿→北海道・東北→四国・九州→関東→中部の順に6年サイクル

○次期会長県は輪番のブロック内で調整・選出し、2年前の12月末に会長に連絡する。

○開催県は各ブロックの未開催の機関で経産省における順番の若い機関から(北から)担当する。開催予定機関に特別な理由がある時は、地区内で開催予定機関が中心となって調整する。ただし別途各地区で取り決めがある場合は、それにしたがう。

## (5)開催地経過 (ブロック毎, 1968(昭和43)年～)

ブロック	加盟機関数	開催数	開催年度	開催公設試
北海道・東北	10	6	昭和63年	北海道立工業試験場
			平成6年	福島県ハイテクプラザ
			平成12年	岩手県工業技術センター
			平成18年	山形県工業技術センター
			平成24年	秋田県産業技術センター
			平成30年	宮城県産業技術総合センター
関東	10	14	昭和45年	埼玉県産業技術総合センター
			昭和46年	神奈川県産業技術総合研究所
			昭和48年	静岡県静岡工業技術センター
			昭和49年	長野県工業試験場
			昭和54年	栃木県産業技術センター
			昭和56年	新潟県工業技術センター
			昭和59年	長野県工業試験場
			平成3年	群馬県工業試験場
			平成4年	東京都立産業技術研究所
			平成8年	千葉県産業支援技術研究所
			平成14年	茨城県工業技術センター
			平成20年	埼玉県産業技術総合センター
			平成26年	山梨県工業技術センター
			令和2年	神奈川県立産業技術総合研究所(書面開催)
中部	7	8	昭和44年	名古屋市工業研究所
			昭和50年	富山県工業技術センター
			昭和53年	岐阜県製品技術研究所
			平成9年	名古屋市工業研究所
			平成15年	三重県科学技術振興センター
			平成21年	愛知県産業技術研究所
			平成27年	石川県工業試験場
			令和3年	あいち産業科学技術総合センター(オンライン)

ブロック	加盟機関数	開催数	開催年度	開催公設試
近畿	11	12	昭和 43 年	大阪市立工業研究所
			昭和 47 年	大阪市立工業研究所
			昭和 51 年	大阪市立工業研究所
			昭和 55 年	大阪府立産業技術総合研究所
			昭和 60 年	大阪市立工業研究所
			昭和 61 年	滋賀県工業技術総合センター
			平成 2 年	奈良県工業技術センター
			平成 5 年	福井県工業技術センター
			平成 11 年	和歌山県工業技術センター
			平成 17 年	京都市産業技術研究所 工業技術センター
			平成 23 年	兵庫県立工業技術センター
			平成 29 年	福井県工業技術センター
中国	7	5	昭和 52 年	岡山県工業技術センター
			平成元年	広島県立西部工業技術センター
			平成 10 年	広島市工業技術センター
			平成 22 年	(地独)山口県産業技術センター
			平成 28 年	島根県産業技術センター
四国・九州	8	9	昭和 57 年	大分県産業科学技術センター
			昭和 58 年	徳島県立工業技術センター
			昭和 62 年	福岡県工業技術センター
			平成 7 年	愛媛県工業技術センター
			平成 13 年	鹿児島県工業技術センター
			平成 16 年	高知県工業技術センター
			平成 19 年	宮崎県工業技術センター
			平成 25 年	熊本県産業技術センター
			令和元年	徳島県立工業技術センター

○高分子分科会は 1963(昭和 38)年設立

(6) 会長及び開催地の事務分担

	事務内容
会長	<ul style="list-style-type: none"> <li>・指導機関(独立行政法人産業技術総合研究所)との事前連絡</li> <li>・分科会長印の管理</li> <li>・開催地への開催依頼事務</li> <li>・次期会長, 次期開催県への内諾</li> <li>・ナノテクノロジー・材料部会への活動報告</li> <li>・分科会開催企画(開催日, 特別講演, 話題提供など)→開催地と協議</li> <li>・話題提供, 事例紹介, 研究会報告等の紹介</li> <li>・開催案内の通知及び出欠の取りまとめ→開催地でもよい</li> <li>・開催資料を開催地と協議し作成</li> <li>・開催当日の会長挨拶, 議事進行及び一部座長</li> </ul>
開催県	<ul style="list-style-type: none"> <li>・開催日の決定→会長機関と協議</li> <li>・開催場所の決定(会議, 交流会, 宿泊, 昼食等の企画)</li> <li>・特別講演の企画(講演者選定, 依頼, 礼状等)</li> <li>・開催資料を会長と協議して作成</li> <li>・見学会の企画</li> <li>・開催に係る経費のすべて(見積, 負担金, 領収書発行, 収支決算) →収支報告の必要なし</li> <li>・会場の設営, 受付及び負担金の受領</li> <li>・会議の開催司会と一部座長</li> <li>・交流会, 見学会はすべて担当</li> <li>・議事録作成</li> </ul>
その他	<ul style="list-style-type: none"> <li>・分科会長印は開催地で保管し持ち回り</li> <li>・予算は負担金ほか</li> </ul>

## (7) 公設試のブロック分け ( 箱囲い は令和3年度の運営委員)

参画機関(公設試)を地区毎の6ブロックに分ける。

### 1 北海道・東北

(地独)北海道立総合研究機構 産業技術研究本部 工業試験場, (地独)北海道立総合研究機構 森林研究本部 林産試験場, (公財)函館地域産業振興財団 北海道立工業技術センター, (公財)釧路根室圏産業技術振興センター, (地独)青森県産業技術センター, (地独)岩手県工業技術センター, 宮城県産業技術総合センター, 秋田県産業技術センター, 山形県工業技術センター, 福島県ハイテクプラザ

### 2 関東

茨城県産業技術イノベーションセンター, 栃木県産業技術センター, 埼玉県産業技術総合センター, 千葉県産業支援技術研究所, (地独)東京都立産業技術研究センター, (地独)神奈川県立産業技術総合研究所, 長野県工業技術総合センター, 山梨県産業技術センター, 静岡県工業技術研究所, 静岡県工業技術研究所 浜松工業技術支援センター

### 3 中部

あいち産業科学技術総合センター 産業技術センター, 名古屋市工業研究所, 岐阜県産業技術総合センター, 三重県工業研究所, 富山県産業技術研究開発センター, 富山県農林水産総合技術センター, 石川県工業試験場

### 4 近畿

福井県工業技術センター, 滋賀県工業技術総合センター, 滋賀県東北部工業技術センター, 京都府中小企業技術センター, 京都府織物・機械金属振興センター, (地独)京都市産業技術研究所, 奈良県産業振興総合センター, (地独)大阪産業技術研究所 本部・和泉センター, (地独)大阪産業技術研究所 森之宮センター, 和歌山県工業技術センター, 兵庫県立工業技術センター

### 5 中国

(地独)鳥取県産業技術センター, 島根県産業技術センター, 岡山県工業技術センター, 広島県立総合技術研究所 東部工業技術センター, 広島県立総合技術研究所 西部工業技術センター, (公財)広島市産業振興センター, (地独)山口県産業技術センター

### 6 四国・九州

徳島県立工業技術センター, 愛媛県産業技術研究所, 高知県工業技術センター, 福岡県工業技術センター, 熊本県産業技術センター, 大分県産業科学技術センター, 宮崎県工業技術センター, 鹿児島県工業技術センター

## (8) 運営委員

- 1 定員 : 各ブロック1名以上(会長県が運営委員長)。
- 2 任期 : 会長県と同じく2年とする。但し、運営委員の再任を妨げない。
- 3 選出 : 各ブロックで協議し、選出した候補者を会長に報告し、承認後各機関に報告する。
- 4 役割 : 会の運営について会長に補佐、助言する。但し、決定権限およびその結果に対する責任は会長にある。提案された案に関して各地区の間の意見集約し、地区の意見の取りまとめをする。提案すべき各種案を会長と協議し決定する。連合部会開催に際して補佐を行う。補佐の内容に関しては今後協議を行い決定する。



## (9) 共同研究経過

年度	研究テーマ名 【幹事ブロック】世話人所属
平成 11-13 年	生分解性プラスチックの全国土壌分解性フィールドテスト 【近畿】(地独)大阪市立工業研究所 (地独)京都市産業技術研究所
平成 14-16 年	高分子材料の劣化予測 【北海道・東北】(地独)北海道立総合研究機構
平成 17-21 年	高分子の劣化予測 【四国・九州】福岡県工業技術センター 化学繊維研究所
平成 22-24 年	プラスチックの耐候性に関する共同研究 【関東】(地独)東京都立産業技術研究センター
平成 26 年	CFRTP の物性評価に関する共同研究 【中部】富山県工業技術センター
平成 27-28 年	熱可塑性炭素繊維複合材料(CFRTP)の耐久性予測評価に関する共同研究 【中国】広島県立総合技術研究所 西部工業技術センター
平成 29-30 年	ナノ分散ポリマーアロイの評価 【近畿】滋賀県東北部工業技術センター (地独)大阪産業技術研究所 和泉センター
令和元年-3 年	酸化開始温度(IOT)による高分子材料の劣化評価 【北海道・東北】福島県ハイテクプラザ

○共同研究幹事はブロック単位の輪番とし、近畿→北海道・東北→四国・九州→関東→中部→中国の順とする。

## (10) 共同研究代表世話人

○令和元-3年度 「酸化開始温度(IOT)による高分子材料の劣化評価」

▽福島県ハイテクプラザ

技術開発部 工業材料科 菊地 時雄

TEL:024-959-1737 FAX:024-959-1761 E-mail:kikuchi\_tokio\_01@pref.fukushima.lg.jp

○平成 29-30 年度 「ナノ分散ポリマーアロイの評価」

▽滋賀県東北部工業技術センター

[現]公益財団法人 滋賀県産業支援プラザ 平尾 浩一

TEL:077-511-1424 FAX:077-511-1418 E-mail:hirao.koichi@shiga-irc.go.jp

▽地方独立行政法人 大阪産業技術研究所 和泉センター

高分子機能材料研究部 舘 秀樹

TEL:072-551-2676 FAX:072-551-2699 E-mail:tachi@tri-osaka.jp

## (11) 共同研究に係るデータの利用(概略)

共同研究のデータは原則として高分子分科会のホームページにアップロードするか, その他の方法で一般に公開する。

### 1. 参画機関がデータを利用する場合

	自身が取得したデータ	幹事機関がまとめたデータ
・公開前	事前の了承が必要	事前の了承が必要
・公開後	事後報告が必要	事後報告が必要

### 2. 幹事機関がデータを利用する場合

- ・事実上すべて事後報告

### 3. 第三者がデータを利用する場合

- ・著作権は高分子分科会に帰属
- ・営利利用の禁止
- ・上記内容を遵守する旨の誓約をいただく

## (12) 今年度のデータの利用状況

1件

提供先 : 福岡県内企業

提供資料 : 「平成11-13年度 生分解性プラスチックの全国土壌分解性フィールドテスト」報告書

## 共同研究に係るデータの利用に関する規定

本規定は、産業技術連携推進会議 ナノテクノロジー・材料部会 高分子分科会(以下、高分子分科会という)において取り組む共同研究に係るデータの利用(外部への提供、対外発表等)に関して定める。

(基本原則)

### 第1条

共同研究に係るデータは、原則として報告書、データベース等として一般に公開するものとする。

2 共同研究の参画機関(以下、参画機関という)は、所定の手続きのもと、当該機関以外の参画機関が採取したデータについても対外発表等に利用できるものとする。

(規定の対象)

### 第2条

本規定の対象となるデータとは以下のとおりとする。

- ①参画機関が取得したデータ。
- ②幹事機関が保有する参画機関から送付されて来たデータ及びそれを基に幹事機関にて加工編集したデータ。
- ③幹事機関が、②を基に高分子分科会へ提出した資料及びその一部。
- ④共同研究報告書(幹事機関が作成し高分子分科会へ提出したもの)及びその一部
- ⑤その他、高分子分科会が対象として指定するもの。

(ホームページによる公開)

### 第3条

共同研究に係るデータの一般への公開は、原則として高分子分科会のホームページ(以下、HP という)にて無償で行うものとする。

2 HPには下記の点を明記するものとする。

- ①著作権は高分子分科会にあること。
- ②高分子分科会に無断で記載内容を転載、複製、第三者へ配布することを禁止すること。
- ③データの使用により利用者が被ったいかなる損害に対しても、高分子分科会は一切の責任を負わないこと。

3 HPにて公開するデータは、前条②、③、④及び⑤に規定するデータのうち高分子分科会が指定するものとする。

4 データのダウンロードは、利用者名、利用目的を明らかにし、別紙1に示す「誓約書」の内容を高分子分科会会長に誓約することを条件とする。

- 5 ホームページの作成, ダウンロード様式的设计, データベース形式の設定, 公開時期の決定等は, 産業技術総合研究所, 高分子分科会事務局, 当該共同研究の幹事機関が協力して行うものとする。

(印刷物及び電子媒体による公開)

#### 第4条

下記の場合においては, HPにて公開するデータを印刷物及び電子媒体(CD 等)により一般に公開することができるものとする。

①共同研究報告書が高分子分科会へ提出された後, 3ヶ月を経過しても HP が作成されていない場合。

②高分子分科会が印刷物及び電子媒体による公開を特に認める場合。

2 データを記載した印刷物及び電子媒体(以下, 印刷物等という)の配付は利用者名, 利用目的を明らかにし, 別紙1に示す「誓約書」の提出を条件とする。

3 印刷物等の配付は, 原則として当該共同研究の幹事機関が行うものとする。ただし, 高分子分科会が印刷物等を成果として関連機関に配付した場合において, 当初に配付を受けた機関が第三者に対して複製を配付しようとする場合においては, 当該機関が配付を行うことができるものとする。

4 印刷物及び電子媒体の配付を行う機関は配付を受けるものに対して, 印刷製本代, 電子媒体代等の実費を請求できるものとする。

(参画機関によるデータの利用)

#### 第5条

参画機関及びその職員は, 第2条に規定するデータを, 機関内部での報告において利用することができる。

2 参画機関及びその職員は, 对外発表において第2条に規定するデータを利用することができる。对外発表とは, 学会発表, 誌上発表(論文, 総説, 技術資料, 機関の研究報告書), 書籍出版, 機関の成果報告会での発表, マスコミへの発表及びそれに準ずる行為により, 高分子分科会及び参画機関以外の不特定多数の第三者に対してデータを公表することをいう。この場合, 可能な限り出典を明示し, 高分子分科会共同研究の成果を含むことを示すものとする。

3 前項の場合, 原則として事前に高分子分科会会長に概要と公表先を文書によって報告するものとする。(様式任意。機関が对外発表届出等の様式を定めている場合にはそれを準用する。)

4 参画機関及びその職員は, HP等によって公開される以前に第2条②, ③, ④及び⑤に規定するデータを第三者に対して開示しようとする場合は, 前項の報告に準じた文書を高分子分科会会長に提出し, 事前に了承を得て開示するものとする。また, データの配付を伴う場合は, 別紙1に示す「誓約書」の提出を配付の条件とする。

5 第2条に規定するデータのうちHP等によって公開されないデータであって当該機関以外の参画機関が採取, 編集したデータを利用しようとする場合は, データの保有機関に対して利用目的を明らかにした上で利用を申し入れ, 申し入れを受けた機関は特段の支障がない限りこれを受け入れるものとする。

(利用状況の報告等)

#### 第6条

誓約書の受領、転載許可等の判断や事務作業は別紙2に記載する共同研究代表世話人に委任し、分科会会長名で書類を発行するものとする。なお、代表世話人(又はその代理人)は事後報告を会長に行い、毎年の高分子分科会開催時に1年間のデータの利用状況について報告を行う。

2 代表世話人に変更があった場合は、代表世話人の所属機関は速やかに高分子分科会事務局に連絡するものとする。その場合、高分子分科会事務局は速やかに別紙2を変更して、高分子分科会構成機関に連絡するとともに、毎年の高分子分科会開催時に報告を行う。

(有効期間)

#### 第7条

本規定の有効期間は、施行の日より、高分子分科会が本規定の廃止を決定する日までとする。

(補則)

#### 第8条

本規定に定めるもののほか、共同研究に係るデータの利用に関して必要な事項は、産業技術総合研究所、高分子分科会事務局、当該共同研究の幹事機関の協議により定めるものとする。

#### 附 則

この要領は、平成20年10月17日から施行する。

(別紙1)

## 誓約書

産業技術連携推進会議  
ナノテクノロジー・材料部会 高分子分会  
会長 殿

産業技術連携推進会議 ナノテクノロジー・材料部会 高分子分会(以下, 高分子分会)にて実施しました平成 一 年度共同研究「高分子の劣化予測に関する共同研究」の平成 年 月発行報告書を受領するに当たり, 下記の項目を遵守することを誓約します。

1. 内容を一切宣伝及び営利目的に使用しないこと。
2. 内容を転載する場合には高分子分会会長に転載許可を受けること, 並びに“産業技術連携推進会議 ナノテクノロジー・材料部会 高分子分会 平成 一 年度共同研究の成果である”ことをどこかに明示すること。
3. 報告書をコピーしないこと。
4. 受領者以外に配布しないこと。

以上

令和 年 月 日

[ 受領者 ]

所属:

住所:〒

氏名:

印

電話:

FAX:

E-mail:

(別紙2)

共同研究代表世話人

○平成 11-13 年度共同研究「生分解性プラスチックの全国土壌分解性フィールドテスト」

**【近畿地区】**

(地独)大阪市立工業研究所 電子材料研究部 電子材料研究部長 松川公洋

TEL:06-6963-8031 FAX:06-6963-8040 E-mail:kmatsu@omtri.or.jp

京都市産業技術研究所 企画情報室 研究戦略担当フェロー 北川和男

TEL:075-326-6100 FAX:075-326-6200 E-mail:kazuok@city.kyoto.jp

○平成 14-16 年度共同研究「高分子材料の劣化予測」

**【北海道・東北地区】**

(地独)北海道立総合研究機構 産業技術研究本部 ものづくり支援センター 金野克美

TEL:011-747-2387 FAX:011-726-4057 E-mail:konno-katsumi@hro.or.jp

○平成 17-21 年度共同研究「高分子の劣化予測」

**【四国・九州地区】**

福岡県工業技術センター 化学繊維研究所 化学課 井手誠二

TEL:092-925-7721 FAX:092-925-7724 E-mail:ide@fitc.pref.fukuoka.jp

○平成 22-24 年度共同研究「プラスチックの耐候性に関する共同研究」

**【関東地区】**

(地独)東京都立産業技術研究センター 開発本部 開発第二部 材料技術グループ 清水研一

TEL:03-5530-2646 FAX:03-5530-2629 E-mail:shimizu.kenichi@iri-tokyo.jp

○平成 26 年度共同研究「CFRTP の物性評価に関する共同研究」

**【中部地区】**

富山県工業技術センター 企画管理部産学官連携推進担当 水野渡

TEL:0766-21-2121 FAX:0766-21-2402 E-mail:mizuno@itc.pref.toyama.jp

○平成 27-28 年度共同研究

「熱可塑性炭素繊維複合材料(CFRTP)の耐久性予測評価に関する共同研究」

**【中国地区】**

広島県立総合技術研究所 西部工業技術センター 材料技術研究部 田平公孝

TEL:0823-74-1152 FAX:0823-74-1131 E-mail:k-tahira81393@pref.hiroshima.lg.jp

上記確認日:平成 30 年 11 月 1 日

○平成 29-30 年度共同研究「ナノ分散ポリマーアロイの評価」

滋賀県東北部工業技術センター

[現]公益財団法人 滋賀県産業支援プラザ 平尾 浩一

TEL:077-511-1424 FAX:077-511-1418 E-mail:hirao.koichi@shiga-irc.go.jp

地方独立行政法人 大阪産業技術研究所 和泉センター 高分子機能材料研究部 舘 秀樹

TEL:072-551-2676 FAX:072-551-2699 E-mail:tachi@tri-osaka.jp

○令和元-3 年度共同研究「酸化開始温度 (IOT) による高分子材料の劣化評価」

福島県ハイテクプラザ 技術開発部 工業材料科 菊地 時雄

TEL:024-959-1737 FAX:024-959-1761 E-mail:kikuchi\_tokio\_01@pref.fukushima.lg.jp

上記確認日:令和 3 年 10 月 28 日



## (13) 提案要望事項についてのアンケート結果

各機関代表より回答いただいた結果は、以下のとおりである。

### 1. 共同研究について

共同研究を実施する前に、会長機関から依頼状が必要ですか。

	回答数
必要(どちらかといえば必要も含む)	20
不要(どちらかといえば不要も含む)	23
どちらとも言えない	6

**必要な理由** (回答をいただいた順に記載)

- ・業務としての必要性を勤務所内に理解してもらうため、可能であれば依頼状をいただきたい。
- ・弊所では、産技連の共同研究についても研究管理システムへの入力を行っており、1つの研究としてカウントを行うため。
- ・勤務所内における周知および決裁の都合に加え、公有財産を使用して(人および装置稼働にかかる)費用をかけて実験を実施することを考慮すると、依頼状があった方が望ましいと考える。
- ・成果を対外発表する際(協力機関として記載される場合も含む)の経緯を明確にしたいため。
- ・依頼状があれば、書類提出だけで決裁が簡単に完了するため。もし依頼状のない場合には、役員や管理職員に対して申請の前に過去の書類などで事前説明に回る必要があり、時間を要する。
- ・依頼状も何もないと、データの取り扱いなど責任の所在も分からないから。
- ・所内決裁に使用するためにも依頼状があった方がいい。
- ・勤務所内で、どのような業務を実施しているか把握してもらうのに必要である。(4件)
- ・必ずしも必要はないが、あった方が説明しやすいです。
- ・共同研究の内容について、部署内で説明するために必要です。
- ・勤務所内で、正式業務と認められるために、依頼状をもとに決裁を受けたいため。
- ・依頼状および研究の目的、実施方法が記載されている案内状があると、内部での情報共有、事務処理が容易に行えるため。
- ・可能なら、依頼状はいただきたいです。所内で許可をもらう際に、あった方が説明しやすいです。
- ・外部機関とどのような研究活動を実施するかを報告する必要があるため。
- ・依頼状でなくてもいいが、参加希望調査などでよいのでなんらかの書面が欲しい。さもないと業務として認められないため、勤務時間内に測定できず、また自由に装置も使用できない。
- ・依頼状等は必要(ただし、以下の理由で、分科会長名で機関長に出すべき。)他の分科会では担当検討の提案を運営委員で検討し、分科会として実施を決定し、会長名で募集等の案内している。その点本分科会のような、担当県の担当者からの連絡のみでは、たとえ企業支援等に有用なデー

タの蓄積を行うためであってもその担当者個人の趣味的・興味のあることに分科会参加者を巻き込んで実施しているとみなされる。分科会活動を消耗品や設備を使わず個人の興味として、業務の範囲外で実施するのであれば別であるが、業務の一環として実施するためには、分科会長名での案内等が必要である。この文書自体も会長県担当ではなく分科会長、開催県担当ではなく開催機関長で宛先はできれば機関長であるべきである。

・当センターではこれまで依頼状がなくても問題なかったものでなしでもいいが、必要としている機関がある以上、依頼状は出した方がいいと思う。

#### **不要な理由**

- ・これまでも依頼状なしで問題なかったため。(3件)
- ・従来、依頼状なしでも問題ありませんでした。
- ・共同研究の明確な目的があれば問題ないので、依頼状は必要ない。
- ・従来、依頼状がなかったが、特別問題になったこともなかったため、必要ない。(8件)
- ・起案・回覧時に、今回使用したが、なくても依頼・試料送付メールなどで代用できるため。
- ・実施要領を記載した案内があれば、共同研究に参加する機関および所属組織内での情報共有化は行えることから、依頼状は不要。
- ・なくても、特に問題はない。
- ・これまで依頼状がないことが問題になったことはないため。今回主体作成元を会長県として依頼状を作成しました。必要な機関があれば、今後も作成すればよいと思います。
- ・実施要領などがあれば、依頼状は不要です。
- ・依頼状があった方が内部説明しやすいが、必要というわけではない。
- ・これまで依頼状はありませんで、それで特別問題になったことはありませんので今年度は必要ないです。しかし近年手続きが厳格化傾向にあるため将来的には必要になる可能性があります。
- ・共同研究の実施に際しては、これまで高分子分科会では各県に参加希望の問い合わせを行い、各所属機関における決裁をうけたとの判断により参加希望機関をとりまとめて共同研究を行ってきた。また、会長から各所属機関に対して正式な依頼状が送付された段階で各所属機関として依頼を断ることは難しいと考えられる。以上より、共同研究を開始する上で会長からの依頼状は不要と考える。
- ・高分子分科会共同研究において、依頼状がないと参加が難しい状況ではありませんので、必要ありません。

#### **どちらとも言えない**

- ・従来、依頼状がなかったが、特別問題になったこともなかった。但し、その時の状況により、必要となるかもしれないので、希望者のみ依頼状を発行する柔軟な対応をお願いしたい。
- ・当機関では現状、これまで依頼状がないことで特別問題になったことはありません。参加の機関で必要とされている機関があると思われしますので、その扱いについては一任します。
- ・高分子分野で共同研究ができる状況にないので、回答は控えさせていただきます。
- ・対象外のため。
- ・どちらでも構いません。

## 2. オンライン開催での工場見学について

今後、オンラインでの工場見学を実施することを希望しますか。

	回答数
オンラインでの工場見学を希望する	9
オンラインでの工場見学を希望しない	36
どちらとも言えない(明確な回答なしも含む)	4

### 希望する理由

- ・工場見学は、知見を広げる良い機会であるから、希望する。ただ、各都道府県で色々と事情があると思うので、実施するかどうかは、その都度開催都道府県に任せる。
- ・今後も通常開催が難しいようであれば、工場の協力が必要であるが、知見を広げ、今後の業務に活かせるので、検討してほしい。(2件)
- ・オンラインでも見学できるのであれば希望しますが、撮影の許可がでるかが心配です。
- ・今後の業務に活用したいため、希望する。
- ・今後の業務に活かせるので、検討してほしい。
- ・他県の特徴ある企業の工場見学は、いつも非常に興味深い内容なので、オンライン工場見学(あるいは企業側の制作した工場内ツアー動画)であればぜひ視聴したい。しかし工場内での動画撮影を許可する企業は非常に少ないのでは。
- ・今後も通常開催が難しいようであれば、工場の協力が必要であるが、知見を広げ、今後の業務に活かせるので、検討してほしいとは思っておりますが、撮影の手間など開催都道府県の幹事の負担が大きくなることを考えると強く要望はできないと感じます。
- ・オンライン工場見学のようなことができるのであれば実施を検討してほしい。しかし、開催県担当者の負担を強いてまでは実施の必要はないと思う。ホームページでオンライン工場見学など公開している企業もあるので、そのように対応してくれる企業があればお願いしたい。

### 希望しない理由

- ・会議と比べると、見学はオンライン化のハードルが高い(カメラ解像度、手ぶれ、周囲の騒音など)。実施には専用機材の購入や事前の下見など幹事の負担が大きいため。(普段からオンライン見学を実施している工場で協力が得られる場合は実施してもよいと思う。)
- ・オンラインであると、工場内を撮影した動画の情報管理などが難しいと思います。コロナが治ってから、オンラインではなく現場での工場見学を希望します。
- ・開催都道府県の負担が大きく、そこまでして実施したいとは思わない。
- ・受入企業側の機密保持の観点から映像として残りうる Web 工場見学の受け入れ先を探すのは非常に難易度が高いものと考えられる。開催都道府県の負担軽減の点から努力目標で良いのでは。
- ・撮影の手間など開催都道府県の幹事の負担が大きくなる。また、デジタルデータが残る可能性に関し、企業側の了解が得にくいのではないか。
- ・開催都道府県の負担が大きくなるのはよくないので、毎年必ず工場見学をするのではなく、少ない負担でできること(その時期に注目されているモノに関する事業の紹介など)を織り交ぜてはどうか

でしょうか。

- ・オンラインでの見学は、担当サイドの負担が大きい割にあまり有用ではないと思われます。
- ・オンラインでの工場見学では場所の雰囲気や紹介されない細かい部分などがわからないため。
- ・撮影の手間など開催幹事都道府県の負担が大きくなると思うため、希望しない。(5件)
- ・オンラインで得られる現場の情報の割に、準備される方は負担が大きいため。
- ・オンライン工場見学は、協力企業および開催都道府県幹事の負担の割に、得られる知見が限定的となることが想定されることから、積極的には希望しない。
- ・工場見学を無理してオンラインでやる必要性を感じない。
- ・オンラインでの見学から得られるものより見学協力をお願いする企業側の負担の方が大きいと考えられるため希望しない。
- ・工場見学に関しては、Web 開催時には、特に行わなくてよいのではと考えます。①生放送 or 撮影編集動画どちらも幹事機関や企業の負担が非常に大きくなるものと思います。②またコロナ感染症の状況にもよりますが、何よりもこれを行うために幹事機関が企業と何度も打合せや撮影などの必要があり、人同志の接触機会を減らすという Web 開催の方向性から少し離れてしまうのではないかと考えます。
- ・工場内の撮影許可、撮影、通信容量確保など開催都道府県の幹事の負担が大きくなる。
- ・撮影の手間など開催都道府県の幹事の負担が大きくなり、また現地に出向くことに意義があると考ええるからです。
- ・撮影可能工場の選定や実際の撮影と配信など開催幹事都道府県の負担が大きいと思われる。
- ・現場で実際に工場を見る場合に比べて、見えるものが限定される。電子データで公開できる内容であれば、youtube などでも情報が得られる。
- ・現場で見学できないのであれば、現場の雰囲気などが感じられず、開催の意義を感じない。撮影など開催都道府県の負担が大きくなるとともに、公開手法によっては企業の内部情報が流出する恐れがある。
- ・ご担当の負担が大きいと思われますので、Web 開催の場合は、工場見学は中止で良いと思います。
- ・オンラインの場合、画面を録画するなどの恐れもあり、現場の許可を得ることは難しいと思う。また、幹事県の負担も増加となるため、オンライン工場見学は難しいと考える。
- ・撮影を行うとなれば、企業秘密などにより難色を示されることを想定され、事業者との調整や撮影で開催都道府県の負担が非常に大きい。実際の製造現場を見ることができるとは有意義な機会であるが、通常開催まで中止で良いと考える。
- ・幹事県の負担が大きくなると思われるので、希望しない。コロナウィルスの感染状況次第ですが、社外との接触を制限している企業もあるのではないかと。
- ・幹事の負担が大きいことに加えて、現地での見学こそ意味があると思います。(2件)
- ・工場見学は大変有意義と考えるが、Web 開催に対して撮影許可に応じる相手先を探すのが難しくなることが懸念される。
- ・オンライン工場見学は困難だと思います。
- ・開催都道府県幹事の準備負担が大きくなると予想するから。(情報管理の観点からも)。できたとし

ても、内容は薄くなってしまうのではないかと思います。

・オンライン工場見学は、通常の工場見学よりも開催都道府県の負担が大きくなると思われますので、希望しません。

**どちらとも言えない(若しくは、明確な回答なし)**

・知見を広げるためには有効であるが、企業や開催機関の手間を考えると必ず実施してほしいとはいえない。

・オンラインでの見学はある方がいいが、撮影では肝心の部分を見せていただかずに、一般向けの見学コースになることが多いと聞いている。私個人としては、開催地の幹事の判断にお任せしたい。

・開催都道府県の意向にお任せします。負担の大きさを考えると、開催都道府県が主体となって撮影するのは難しいと思います。オンラインでの工場見学を実施している企業もあるので、開催都道府県の判断で依頼されてよいかもしれません。

・オンライン見学に対応している企業が徐々に増えつつあるので、幹事の負担が少なくオンライン見学ができるのであれば、実施してもいいと思う。ただ、見学したいと思う企業でオンライン見学に対応している企業を見つけるのに手間がかかることもあるので、実施するかしないかは、開催都道府県の意向で決めればよいと思う。

### 3. 今後の分科会の開催方式について

今年度のうちに前もって開催方式を決めておくことについて、ご意見をください。

	回答数
今年度中に決めておいた方がいい	10
今年度中に決める必要がない	19
上記2回答以外(どちらとも言えないなど)・無回答	20

**今年度中に開催方式を決めた方がいいと回答した方の意見**

・次年度以降の予定がわからないため、事務局や開催都道府県の意向調査は行った方が無難であると考えます。また、弊所でも参加予算との兼ね合いがあるため、前もって開催方法についてある程度わかっているならば非常に対応しやすいです。他の参加都道府県についても同様ではないかと思えます。

・開催県の場合、予算の問題もあるため暫定でも決めておいた方がよい。

・開催機関の負担を軽くするため、可能であれば決めておいた方がよい。

・予定を立てやすいため、事前に決めておいた方がよい。

・ご担当の負担を考慮しますと、今年度のうちに開催方法を決めておくのはよいことと思います。通常開催に決めてしまうことは難しいので、次年度もオンライン開催で良いと思います。ハイブリッド開催が一番負担が大きいので、避けるべきでしょう。

・今年度のうちに意向調査をしておくことに賛成。但し、どちらの開催方式にするかの決定自体は、来年度でないとできないのではないかと。

・県によっては独自の指標で、出張可能な地域を規定しているところもあるので、あらかじめ意向は

調査しておいた方がよいと思います。

・開催方式については事前に決めておいた方がよいと思います。

・決めてよい。

・来年度、直前に変更を余儀なくされる可能性があるため、現時点ではハイブリッドを計画してどちらにも対応できるようにするのが良いと考える。

#### **今年中に開催方式を決める必要がないと回答した方の意見**

・来年度の旅費予算計上のためを考えると、今年度に開催方式を決めるのは有難いことであるが、来年度の状況が全く予測できない中で開催方式を前年度に決めるのは変更の可能性がある場合無駄になるので、今年と同様、当該年度に決めればよい。ただ、オンライン開催だと複数人参加できるメリットがあるので、今後もオンライン開催が望ましいようにも思われる。

・1年先の状況は読めないと思うので、もう少し待って、来年度になってから方式決定で良いと思う。

・新型コロナウイルスが収束するまでは、今回同様、事前アンケートにて開催方法を決めるのがよいかと思います。

・例年通り 11 月ごろに開催するのであれば、来年度に意向調査を行った上で決めても構わないのではないかと思います。当方としては、収束の兆しが見え、会議開催が受け入れられる社会状況であれば、通常開催を希望します。ハイブリッド開催については、開催都道府県の負担が大きいため希望しません。

・現地開催の予算を確保しておけば、WEB 開催となっても問題はない。当センターでは、特に前の年度で決定する必要はない。

・状況は都度変わるので、来年になって決めてもよいと思う。

・前年度中に決定することに異論はありませんが、次年度開催時期のコロナウイルスの状況は予測不能なため、オンライン開催以外の方式を前年度中に決定するのは難しいのではないのでしょうか。

・交流の場として通常開催が望まれるが、感染状況が読めない中で開催方法については開催都道府県の考え方が優先されるべきと考える。また弊所では地域ごとの感染状況を都度見極めて出張可否を判断しており、来年度の参加可否について現時点では言及できない。

・1年前の時点では、どうするか決めるのは早いと思う。通常開催を前提で進めればよい。

・開催時における国や県の移動制限や規制の有無が不明であり、今年度の決定は困難である。(Web 開催であれば決定可能であるが、通常開催の場合は、開催時期の新型コロナの状況によって変更の可能性がある。) \*次期開催県では、人口 10 万人当たりの直近 1 週間の新規感染者数により、都道府県を感染流行嚴重警戒地域 (V)、感染流行警戒地域 (IV)、感染注意地域 (III) などの指標とその指標に合わせた対策が取られている。

・コロナの今後の状況が全く予見できず、現時点で次年度の予定を議論するのは困難であるため、もう少し状況が見えた段階で議論するのが良いと思います。

・オンライン開催はあくまで、代替措置と考えます。新型コロナウイルスの収束が読めませんので、次年度の参加意向調査までは不要と考えます。

・コロナ禍の収束が見通せない状態なので、1年先の開催方法を決めることは難しいと思われる。

・不明なものを先んじて悩む必要はないのではないのでしょうか。輪番に従い当該年度に検討すればよいと思う。

- ・次回開催までの期間が長いので、現在と同様のアンケート方式でよいと考える。
- ・ワクチン接種が進むと感染収束の可能性もあるため、4月になって判断すればよいと考えます。
- ・来年度の状況に応じて決定すればよいと思う。
- ・状況次第ということもあるので、前年に決めることは難しいのではないかと思います。
- ・今年度中に意向調査を行わなくてもよいです。なお、開催方式については、開催地が遠方の場合、時間や旅費から参加が難しい場合がありますので、コロナウィルス収束後も、選択肢としてオンライン開催(ハイブリッド含む)の検討をお願いします。

#### **上記以外の意見**

- ・現時点において、コロナの収束は不明ですので、通常開催とオンライン開催のハイブリッド開催を希望します。(工場見学はオンライン開催不要)
- ・現況下では次年度もオンラインでの開催の可能性のあるものと考えております。当機関では可能であれば通常開催が実施できればとも考えておりますことから、今年度内に開催方法の方向性を決めておくこと(どういう状況の際にはオンライン開催実施など)は良いと思いますが、最終的な開催方法については今年度と同様に当該年度になってからの決定で良いのではないかと考えております。
- ・旅費の要否が分かることが要点かと思いますが、これまで、通常開催の分科会会議に参加してこなかったもので、回答は控えさせていただきます。
- ・今年度中の意向調査の前にオンライン開催の位置づけを議論する必要がある。オンライン開催は通常開催が困難な場合のオプションとし、通常開催を原則としてほしい。
- ・今年のうちを決める必要はないと思いますが、通常開催できればその方がいいのか、それとも今後もオンライン開催としたいか、アンケートを取った方がいいかと存じます。通常開催では個々に情報交換できるメリットがありますし、オンライン開催であれば、一機関複数名の参加ができるなど、一長一短があるため、意見が分かれることが予想されます。
- ・ハイブリッド開催は各県の都合に合わせやすいので、今後の選択肢の一つにさせていただけるとよいと思います。
- ・本年と同様に、通常開催を基本として、やむを得ない場合はオンライン開催とするのがよい。
- ・今後においても、オンラインでの開催は選択として残しておいた方がよいと思われます。
- ・分科会は公設試の交流を目的とした部分が大きいことを鑑み、通常開催を基本としつつ、感染状況に応じてオンライン開催とすることが望ましいと思う。ハイブリッド開催は幹事県の負担が大きく、難しいのではないかと。
- ・オンライン開催では会員同士で交流するのは難しいので、通常開催を希望。
- ・コロナなどの移動制限がある場合はもちろんであるが、旅費などの削減もあり、コロナなど感染症の如何に限らず、ハイブリッド開催は検討しておいた方がよい。
- ・通常開催が主で、ハイブリッドでも参加可能とすることを希望します。
- ・今後もオンライン開催を希望。
- ・今後はオンライン希望。
- ・重要な会議は、感染防止対策を講じた上で通常開催するのが望ましいと考えています。次年度以降も通常開催を希望します。
- ・どちらでもよい。

- ・特に意見はありません。
- ・会長、開催機関に一任します。
- ・事務局・開催都道府県に一任します。
- ・無回答

なお本設問において、今後の開催方法についての希望に触れていた都道府県が上記のとおり、多々あり、回答を区分すると下記のとおりであった。

	回答数
通常開催を希望	8
オンライン開催を希望	5
ハイブリッド(オンラインと通常開催の併催)を希望	6
ハイブリッド開催は希望しない	3



## (14) 協議事項

### ○共同研究依頼状について

決裁の都合や、共同研究を業務の一環として行うために必要である等の意見を受けて、今年度は会長名で依頼状を発行したところである。依頼状を受け取ったことで、不都合のあった機関があるか、後日アンケートにて伺いたい。(依頼状により、共同研究への参加を断れなくなった等)

### ○「共同研究に係るデータの利用に関する規定」の改定について

共同研究に係るデータの利用に関する規定 第3条には、管理方法について、「共同研究に係るデータの一般への公開は、原則として高分子分科会のホームページにて無償で行うものとする。」(ダウンロードには「誓約書」の内容を分科会会長に誓約することが条件)とあるが、過去の共同研究報告書の管理は各機関にゆだねられているのが現状である。

会員の皆様の意見を伺った上で、共同研究報告書の管理方法について見直し、規定を修正したいと考えている。

過去の共同研究報告書の管理方法について、後日アンケートを行い、以下の3案から決定する。

1. 産技連技術部会のページに掲載する(オープン)
2. 会員専用のページに掲載する(産技連会員のみアクセス可能)
3. 会長機関で保管

(1案は誓約書なし。2, 3案については、開示要望があった場合、その都度「誓約書」の内容を分科会会長に誓約する。)