

再生材データバンク 実験・解析ガイドライン

第二版：2025 年 11 月 28 日

1 適用範囲

1.1 本ガイドラインは再生材データバンクに登録するためのバージンポリプロピレン（PP）および再生 PP のサンプル作製方法および物性・構造データを取得するための試験法を決めるものである。本ガイドラインにおいて示される値は、SI 単位系で表示する。

1.2 このガイドラインは使用に関連して生じる可能性のあるすべての安全上の懸念事項を網羅することを意図したものではない。このガイドラインを使用する者が、適切な安全衛生上の手順を確立し、使用前に法規制上の制限の適用可能性を判断する責任を負う。

2 参照規格

以下に掲げる規格は、本ガイドラインに引用されることによって、本ガイドラインの規定の一部を構成する。

2.1 JIS 規格

JIS K 7111-1 プラスチック—シャルピー衝撃特性の求め方—第 1 部：非計装化衝撃試験

JIS K 7112-1 プラスチック—非発泡プラスチックの密度の求め方—第 1 部：水中置換法、液体ピクノメータ法及び浮沈法

JIS K 7120 プラスチックの熱重量測定方法

JIS K 7121 プラスチックの転移温度測定方法

JIS K 7139 プラスチック—試験片

JIS K 7171 プラスチック—曲げ特性の求め方

JIS K 7210-1 プラスチック—熱可塑性プラスチックのメルトマスフローレイト（MFR）及びメルトボリュームフローレイト（MVR）の求め方—第 1 部：標準的試験方法

JIS Z 8722 色の測定方法—反射及び透過物体色

3 用語

3.1 JIS 規格にて定義されている用語は、2 に挙げている各規格を参照すること。

3.2 本ガイドラインで特有の用語の定義は次による。

3.2.1 PP 結晶性：フーリエ変換赤外吸収分光測定（FT-IR）で得られる PP 内部基準の IR スペクトル強度（973 cm^{-1} ）と PP 結晶バンドの IR スペクトル強度（998 cm^{-1} ）の比。

3.2.2 ポリエチレン（PE）量指数：フーリエ変換赤外吸収分光測定（FT-IR）で得られる PP 内部基準の IR スペクトル強度（973 cm^{-1} ）と PE 基準の IR スペクトル強度（719 cm^{-1} ）の比。

3.2.3 ポリスチレン（PS）量指数：フーリエ変換赤外吸収分光測定（FT-IR）で得られる PP 内部基準の IR スペクトル強度（973 cm^{-1} ）と PS 基準の IR スペクトル強度（699 cm^{-1} ）の比。

3.2.4 散乱積分強度：放射光 X 線散乱測定において、散乱強度を散乱ベクトル（ q ）に対して積分した値。

注記 散乱ベクトル q は、波長 λ と散乱角 2θ に基づき、 $q = (4\pi/\lambda) \sin \theta$ で定義される。

3.2.5 異物含有率：TG-DTA 測定において、試験終了後の無機系残渣の重量を試験開始時のサンプル重量で除した値

3.2.6 分解開始温度：TG-DTA 測定において、初期重量から残渣量を引いた真のサンプル重量が 1 wt%および 2.5 wt%減少するときの温度

4 サンプル作製方法

4.1 フィルムサンプル

4.1.1 装置：プラスチックを溶融することができる温度が設定でき、真空チャンバーが搭載されている真空熱プレス機および結晶化処理を行うための熱プレス機の 2 台を使用する。プラスチックペレットまたはフレークをフィルム状に成形するための金属板および金型（リン青銅製が望ましい）を使用する。金型セットの模式図を図 1 に示す。

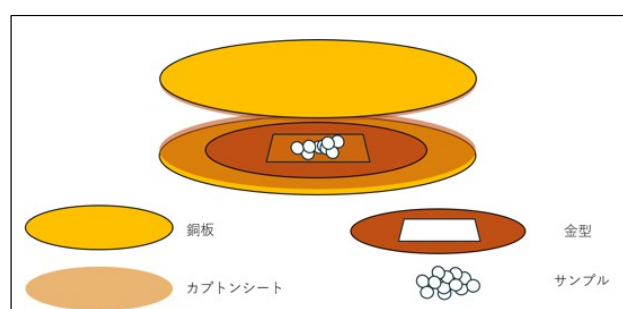


図 1: プレス時のセッティング

4.1.2 試験条件：真空熱プレス機および結晶化処理用熱プレス機の温度をそれぞれ 230 °Cおよび 80 °Cとする。

4.1.4 寸法：フィルムの幅および長さは 80 mm x 80 mm、厚さは 0.5 mm とする。

4.1.4 手順：

60 °Cに保温した真空乾燥機内で、真空引き後最低 4 時間乾燥させる。図 1 に示す通りに下から銅板、カプトン、金型、ペレット、カプトン、銅板の順に重ねる。1 枚のフィルム作成枚にサンプル量は 3.2g とする。230 °Cに設定した真空プレスにサンプルセットを挿入する。試料ドアを閉じ、真空引きを行うと同時にサンプルに圧がかからないぎりぎりにプレスのギャップを縮める。ペレットの溶融に伴いギャップが広がるため、常にプレス板高さを調節する。真空ポンプはサンプル取り出し後まで ON のままとする。気圧計を確認し、真空状態(密封型圧力計で-0.1MPa 以下)になった時に時間計測を開始し、1min 保持する。油圧ジャッキを操作→ 10 MPa プレス→油圧バルブを開いて閉じる(0 MPa) → 10 MPa。この操作を 30 sec 間高速で繰り返す。圧力 10 MPa のまま 1 min 保持後、サンプル室を大気圧に戻す。サンプルセットを 80 °C に設定したテストプレスにプライヤーを用いて高速移動し、すぐに油圧ジャッキでギャップを縮め、弱圧 (1 MPa 以下) をかける。この操作を 3 sec 以内に行う。(上記操作に手間取り 3 sec 以上かかったものは廃棄し、サンプル作成をやり直す。) テストプレスで 10 min 保持したサンプルを取り出し、空冷後試料を取り出す。

4 試験方法

5.1 明度

PP ペレットまたはフレークの明度を求める方法を規定する。

5.1.1 装置： $L^*a^*b^*$ 表色系で測定結果が出力される測色計を用いる。SOM の入力項目およびグレーディングには SCI 方式で取得した明度 (L^*) を用いているが、測定結果として a^* および b^* も記録する。データバンク用のデータ取得には、コニカミノルタ製 CM-26DG を使用した。

5.1.2 試験条件：JIS Z8722 に準拠する。

5.1.3 試験手順：プラスチック容器（70 mmφ 以上）に敷き詰めたペレットの上に測色計を静置して測定

5.2 メルトマスフローレイト (MFR)

PP ペレットまたはフレークの MFR を求める方法を規定する。

5.2.1 装置：JIS K 7210 に対応可能なメルトインデクサーを使用する。データバンク用のデータ取得には、東洋精機製作所製のメルトインデクサー G-02 型を使用した。

5.2.2 試験条件：測定法は B 法であり、試験温度および荷重は、それぞれ 230 °C および 2.16 kg とする。

5.1.3 試験手順：JIS K 7210 の A 法に準拠する。1 種類のペレットに対して 3 回測定を行う。

5.3 ヤング率、降伏応力および破断伸び

4.1 で作製したフィルムサンプルの引張弾性率、降伏応力および破壊歪みを求める方法を規定する。

5.3.1 装置：引張試験用チャックを搭載した万能試験機を使用する。引張試験時の最大荷重は 50 N 以下の場合が多いため、ロードセルは 100 N~1 kN 程度のものを推奨する。データバンク用のデータ取得には、島津製作所製の万能試験機 AGS-X を使用した。

5.3.2 試験条件

5.3.2.1 試験片：4.1 で作製したフィルムサンプルに対して、JIS K7139 の A15 試験片相当のダンベル試験片を切り出す。図 3 にトムソン抜き型を用いたダンベル試験片作製の様子を示す。カッティングマットの上にフィルムサンプルおよび抜き型を置き、ローラープレス機を用いてダンベル試験片を型抜きする。試料寸法はダンベル平行部について 3 点計測し、その平均値を用いて試料の断面積を計算する。各寸法はマイクロメーターでも測定可能であるが、幅方向の測定には非接触式の寸法測定機の使用を推奨する。

5.3.2.2 測定条件：クロスヘッドスピードは 50 mm/min とする。歪みはクロスヘッドの変位をもとに計算する。測定は室温 (25°C) で行い、1 種類のサンプルに対して 5 回の計測を行う。

5.3.3 解析手順：引っ張り特性値、すなわちヤング率、降伏応力、破断応力、破壊歪みの求め方については JIS K7161-1 に準拠する。

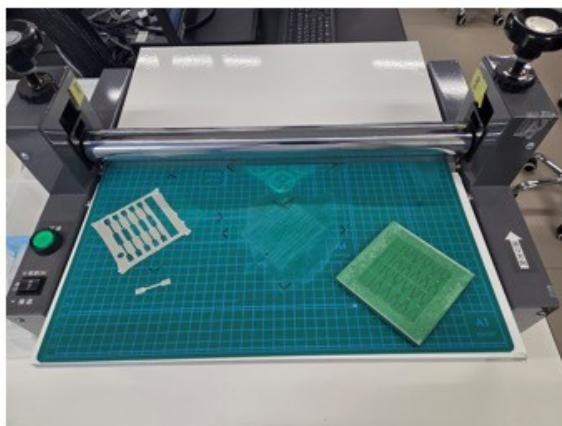


図 3：トムソン抜き型及びローラーを用いたフィルム状ダンベル試験片作製

5.4 密度

4.1 で作製したフィルムサンプルの密度を求める方法を規定する。

5.4.1 装置：JIS K 7112-1 の A 法（水中置換法）に対応可能な電子天秤、浸漬容器、温度計、試験片を沈めるための錘（サンプルの密度が浸漬液の密度よりも小さい場合）を使用する。データバンク用のデータ取得にはメトラートレド製分析天秤 MS105 および密度測定キット 30553760 を使用した。また測定用の水は富士フィルム和光純薬製超純水（210-01303JAN4987481446748）をもちいた。

5.4.2 試験条件：蒸留水または脱イオン水を使用し、水温は 25 °C とする。4.1 で作製したフィルムサンプルを使用し、15 mm 角の大きさに 3 枚切断する。

5.4.3 試験手順：JIS K 7112-1 の A 法に準拠する。1 種類サンプルに対して 3 回測定を行う。

5.5 融点および結晶化温度

4.1 で作製したフィルムサンプルの融点および結晶化温度を求める方法を規定する。

5.5.1 装置：JIS K 7121 に対応可能な示差走査熱量計（DSC）を使用する。データバンク用のデータ取得には、島津製作所製の DSC-60 Plus を使用した。

5.5.2 温度の校正：JIS K 7121 に準拠する。

5.5.3 試験条件

5.5.3.1 試験温度：20 °C～200 °C の範囲とし、加熱速度および冷却速度は 10 °C/min とする。

5.5.3.2 試験環境は窒素雰囲気下とし、窒素ガス流量は 50 mL/min とする。

5.5.3.3 測定容器はアルミ製容器等の熱伝導率の高い材料であること。

5.5.3.4 試験片は 4.1 で作製したフィルムサンプルを測定容器に合わせて無理なく入る寸法に切断する。試験片の質量は 8 mg 程度とする。

5.5.4 試験及び解析手順：JIS K 7121 に準拠する。1 種類について 1 回の測定を行う。融解エンタルピー計算のためのベースラインは線形関数で、下限温度 80 °C、上限温度を 180 °C を結ぶ直線を基本とする。実際のデータと大きく合わない場合には適宜変更する。面積計算により融解エンタルピーを求める。この温度範囲でピークサーチを行い、PP の融点を求める。100 °C 付近に吸熱ピークが存在する時には、80 °C-125 °C の温度範囲でピークサーチを行い、PE の融点を求める。冷却曲線においては上限 140 °C、下限 70 °C の範囲でベースラインを引き、全結晶化エンタルピー、PP 融点を求める。PP の結晶化ピークの他に微小なピークが存在する場合にはそのピーク近傍の温度範囲でピークサーチを行い、PE の結晶化温度を求める。

5.6 PP 結晶性、PE 量指数および PS 量指数

4.1 で作製したフィルムサンプルの PP 結晶性、PE 結晶性、PE 量指数および PS 量指数を求める方法を規定する。

5.6.1 装置：赤外分光光度計 FT-IR を用いる。データバンク用のデータ取得には、島津製作所製の IR Spirit-T を使用した。

5.6.2 試験条件：測定法として全反射法を用い、ダイヤモンドプリズムを使用する。測定は室温で行い、アパーチャなし、積算回数 45 回、分解能 4 cm⁻¹、測定波数領域 400-4600 cm⁻¹ でおこなう。4.1 で作成した試験片を用い、1 種類につき 5 回の測定を行う。

5.6.3 解析手順：

ATR 補正を行い、透過測定に合わせた強度に補正する。baseline 補正を行う。補正はライン補正を採用し、以下の波数における吸光度が 0 になるように baseline 除去を行う。

400.00、 417.07、 494.47、 566.13、 623.46、 652.13、 773.95、 862.81、
921.58、 1076.37、 1193.89、 1529.27、 1602.37、 1911.95、 1999.38、 2479.51、
3676.27、 3957.19、 4600.00

表 1 に示す各波数の吸光度を記録し、表 2 の式を用いて各指数を算出する。

表 1：FT-IR 測定で解析する吸収バンドとその帰属 (A:非晶バンド、C:結晶バンド)

波数 (cm ⁻¹)	699	719	730	841	973	998
高分子種	PS	PE	PE	PP	PP	PP
帰属	A	A/C	C	A/C	A/C	C

注記：タルク、シリカ（ガラス）などの無機物の混入の場合に、PP の 973、998 cm⁻¹ のバンドがこれらの吸収により消失してしまうことがある。このような場合でも PP の 834 cm⁻¹ や PE、PS の吸収は観察されることが多いことから、内部基準バンドとして 843 cm⁻¹ を使い、換算式を用いて 971cm⁻¹ 基準の PE 指数に変換する。係数値の根拠となる検量線を図 3.3 に示した。

表 2：データバンクに入力する各指数の計算方法

指数	計算式	計算式（無機物微量混入時）
PP 結晶性指数	$A_{998} \text{ cm}^{-1} / A_{973} \text{ cm}^{-1}$	計算不可
PE 結晶性指数	$A_{730} \text{ cm}^{-1} / A_{719} \text{ cm}^{-1}$	$A_{730} \text{ cm}^{-1} / A_{719} \text{ cm}^{-1}$
PE 量指数	$A_{719} \text{ cm}^{-1} / A_{973} \text{ cm}^{-1}$	$A_{719} \text{ cm}^{-1} / A_{843} \text{ cm}^{-1} \times 0.6949$
PS 量指数	$A_{699} \text{ cm}^{-1} / A_{973} \text{ cm}^{-1}$	$A_{699} \text{ cm}^{-1} / A_{843} \text{ cm}^{-1} \times 0.6616$

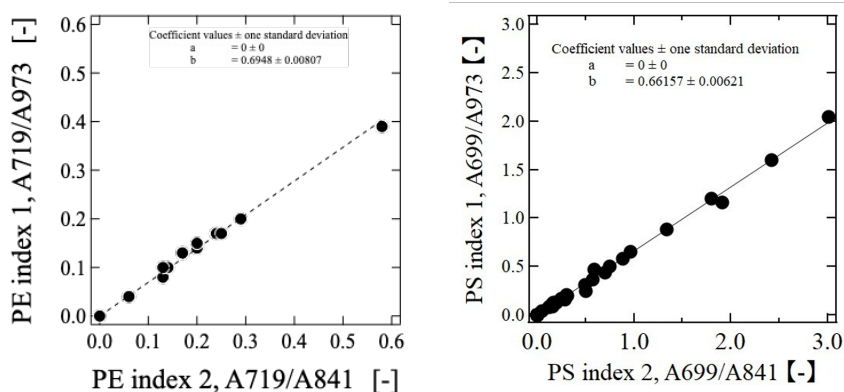


図 3.3：異なる内部基準を用いた際の PE(左) および PS(右) 指数の相関

5.7 X線小角散乱積分強度

4.1 で作製したフィルムサンプルの小角 X 線散乱積分強度を求める方法を規定する。

5.7.1 装置：データバンク用のデータ取得には、3GeV 高輝度放射光施設 NanoTerasu BL08-SAXS を使用した。

5.7.2 では当該装置を使用した場合の条件を記載する。

5.7.2 試験条件：波長 1.54 Å、カメラ長 1600 mm、露光時間 10sec

5.7.3 測定及び解析手順：4.1 で作成したフィルム試料を 7mm ϕ に切り出し、各試料 5 つの測定用試料を作成する。再生材データバンクの積分散乱強度比の算出のためのリファレンスとして、日本ポリケム FY-4 試料を 5 つ用意し、これを同日、同条件で測定する。得られたプロファイルデータから散乱ベクトル範囲 ($0.05 < q < 1.0 \text{ nm}^{-1}$) の積分値を計算し、FY4 の積分値との比を SAXS 積分散乱強度とし、その CV 値と合わせて再生材 DB に入力する。これらは空気散乱、暗電流など強度に影響を与える因子についての補正を行った上で計算するが、全真空下で測定するナノテラス BL08w-SAXS では空気散乱強度が著しく低いため、無視できるものとする。

5.8 異物含有率および分解開始温度

4.1 で作製したフィルムサンプルにおける異物含有率および分解開始温度を求める方法を規定する。

5.8.1 装置：JIS K 7120 に対応可能な示差熱－熱重量同時測定装置 (TG-DTA) を使用する。データバンク用のデータ取得には、島津製作所製の DTG-60A を使用した。

5.5.2 温度の校正：JIS K 7121 に準拠する。

5.5.3 試験条件

5.5.3.1 試験温度：40 °C～500 °C の範囲とし、加熱速度および冷却速度は 10 °C/min とする。

5.5.3.2 試験環境は窒素雰囲気下とし、窒素ガス流量は 50 mL/min とする。

5.5.3.3 測定容器はアルミ製容器等の熱伝導率の高い材料であること。

5.5.5.4 試験片は 4.1 で作製したフィルムサンプルを測定容器に合わせて無理なく入る寸法に切断する。試験片の質量は 12 mg 程度とする。

5.8.3 試験及び解析手順：JIS K 7120 に準拠する。異物含有率は 500 °C における残渣重量を初期サンプル量で除算することで求める。また分解開始温度は初期サンプル量から残渣重量を減算した上で、その重量が 1%、2.5% 減少した温度と定義する。

5.9 シャルピー衝撃試験

4.2 で作製した射出成形サンプルのシャルピー衝撃強度を求める方法を規定する。

5.9.1 装置：JIS K 7111 に対応可能なノッチングツールおよび衝撃試験機を使用する。データバンク用のデータ取得には、東洋精機製作所製のノッチングツール A-4E 型および衝撃試験機 IT 型を使用した。

5.9.2 試験条件：V ノッチ ($r=0.25$) 形状を用い、計測は JIS K 7111 に準拠する。振り子のエネルギーに対し、破壊エネルギーが 10～80% になるように振り子を選択する。サンプル形状についてはマイクロメータ、ノッチ残り幅については光学顕微鏡を用いて計測する。測定温度を室温とする。

5.9.3 試験手順：JIS K 7111 に準拠する。1 種類のサンプルに対して 5 回測定を行う。

5.10 曲げ試験

4.2 で作製した射出成形サンプルの曲げ弾性率および曲げ強度を求める方法を規定する。

5.10.1 装置：JIS K 7171 に対応可能な万能試験機、曲げ試験治具を使用する。データバンク用のデータ取得には、島津製作所製の万能試験機 AGS-X を使用した。

5.10.2 試験条件：JIS K 7171 に準拠する。

5.10.3 試験手順：JIS K 7171 に準拠する。1 種類のサンプルに対して 5 回測定を行う。試験片の厚さはマイ

クロメータを用いて計測する。長さ方向の中央部周辺にて3箇所、両端（最厚部）と中心（最薄部）をそれぞれ計測し全9点のデータの平均値を試料厚とする。試料片の幅はマイクロメータを用いて長さ方向の中央付近の2箇所について測定し、平均値を試料幅とする。曲げ弾性率の算出は初期曲げ速度(2mm/min、歪み0.3%まで)の条件内のデータを用いる。歪みが0.05から0.25%の範囲の応力の歪みに対する変化率を曲げ弾性率とする。曲げ強度は後期曲げ速度(10 mm/min)の条件内のデータを用いる。変位が6 mmの時の応力を規定たわみ曲げ応力とし、これを曲げ強度とする。

6 試験報告

各試験の試験報告に記載すべき事項を示す。

6.1 測色測定

- a) 試験材料の特定に必要な材料種、供給者、製造番号、履歴など知り得る全ての情報
- b) 測定日時
- c) 計測機器
- d) 試験結果：SCI および SCE 方式の L^* 、 a^* および b^* の値

6.2 MFR

- a) 試験材料の特定に必要な材料種、供給者、製造番号、履歴など知り得る全ての情報
- b) 測定日時
- c) 計測機器
- d) 試験結果：メルトフローレート平均値

6.3 引張試験

- a) 試験材料の特定に必要な材料種、供給者、製造番号、履歴など知り得る全ての情報
- b) 測定日時
- c) 計測機器
- d) 試験結果：引張弾性率（平均値及び CV 値）、降伏応力（平均値及び CV 値）、破壊ひずみ（平均値及び CV 値）

6.4 密度測定

- a) 試験材料の特定に必要な材料種、供給者、製造番号、履歴など知り得る全ての情報
- b) 測定日時
- c) 計測機器
- d) 試験結果：密度（平均値及び CV 値）

6.5 DSC

- a) 試験材料の特定に必要な材料種、供給者、製造番号、履歴など知り得る全ての情報
- b) 測定日時
- c) 計測機器
- d) 試験片の質量

- e) 計測結果：PP 融点、(含まれている場合) PE 融点、全体融解エンタルピー、PP 結晶化温度、PE 結晶化温度、全体結晶化エンタルピー

6.6 FT-IR

- a) 試験材料の特定に必要な材料種、供給者、製造番号、履歴など知り得る全ての情報
- b) 測定日時
- c) 計測機器
- d) 計測結果：PP 結晶性指数、PE 結晶性指数、PE 量指数、PS 量指数

6.7 X線小角散乱積分強度

- a) 試験材料の特定に必要な材料種、供給者、製造番号、履歴など知り得る全ての情報
- b) 測定日時
- c) 計測機器
- d) 計測結果：積分散乱強度比(平均値及び CV 値)

6.8 TG-DTA

- a) 試験材料の特定に必要な材料種、供給者、製造番号、履歴など知り得る全ての情報
- b) 測定日時
- c) 計測機器
- d) 試験片の質量
- e) 計測結果：異物含有率、分解開始温度(1%および2.5%重量減少)

6.9 シャルピー衝撃試験

- a) 試験材料の特定に必要な材料種、供給者、製造番号、履歴など知り得る全ての情報
- b) 測定日時
- c) 計測機器
- h) 試験片寸法：試験片の形状、ノッチ残り幅、厚さおよび長さ
- h) 公称振り子エネルギー
- k) 試験結果：個々の試験片に対して以下の内容をまとめる。
 - 1) 破壊の形式：基本的な3種類の破壊形式に試験結果を分類する。
C：完全破壊(ヒンジ破壊Hを含む)、P：部分破壊、N：未破壊
 - 2) 衝撃強度(平均値及び CV 値)ただし最も頻繁に起こる破壊形式がCまたはPの場合のみ

6.10 曲げ試験

- a) 試験材料の特定に必要な材料種、供給者、製造番号、履歴など知り得る全ての情報
- b) 測定日時
- c) 計測機器
- h) 試験片寸法：試験片の形状、幅、厚さおよび長さ

j) 試験結果：曲げ弾性率（平均値及び CV 値）、曲げ強度（平均値及び CV 値）