

技術研修：
未知プラスチック試料の融点測定実験における教材
開発と学生実験導入への試み

メタデータ	言語: jpn 出版者: 公開日: 2020-03-04 キーワード (Ja): キーワード (En): 作成者: 芦澤, 雅人, 増田, 健二, 中本, 順子 メールアドレス: 所属:
URL	https://doi.org/10.14945/00027072

技術研修：未知プラスチック試料の融点測定実験における 教材開発と学生実験導入への試み

○芦澤雅人, 増田健二, 中本順子
静岡大学 技術部 教育研究第一部門

1. はじめに

本学電子物質科学科3年次の学生実験では、「未知プラスチック試料の同定」を実験テーマの一つとして採用している。本研修では、教材開発の一環として従来の融点測定器の問題点を改善した新たな実験装置を考案・試作した。さらに、実験テキストの作成等、学生実験に導入するための一連のプロセスとして、教材開発技術の習得を目的とした技術研修を実施したので報告する。

2. 研修概要

2.1 教材開発を行うに至った背景

従来、融点測定で使用していた実験装置(図1)には以下のような問題点がある。

- ・ 測定温度の上限が300°Cであるため、それを超えるポリテトラフルオロエチレン(融点約327°C)といった試料の融点を測定できない。
- ・ 実験装置が老朽化しているため装置が破損した場合、再購入が難しい。
- ・ 他のコースから実験装置を借用している。

これらの問題を解決するために教材開発を行い、本研修の題材とした。

図1 ヤナコMB-J3の外観図



2.2 研修目的

本学電子物質科学科3年次の学生実験に導入されている「未知プラスチック試料の同定」の測定装置の開発・改良を行う。測定方法についても工夫を加え、教育的に有効な実験教材とする。実験方法の考案、実験装置の試作、予備実験、テキスト作成といった一連のプロセスを行うことにより、学生実験に導入するための教材開発技術の習得を目的とする。

2.3 研修日程

研修は以下の日程で行った。

日付 : 令和元年9月20日(金)

時間 : 10:00~15:00

場所 : 工学部3号館120室

スタッフ : 芦澤雅人, 増田健二, 中本順子

参加人数 : 3名

2.4 研修内容

研修当日は、予めスタッフが作製した実験装置を用いて実際の学生実験を想定した予備実験、研修物品として購入した放射温度計FLIR TG167による融点の測定、テキスト内容の検討を行った。予備実験では温度測定手段に用いた熱電対温度計の校正曲線の作成、各試料(研修時は3種類)の融点測定を行った。



図2 研修の様子

3. 測定系概要

3.1 試料加熱機構

新たに開発した測定系の外観図および模式図を図3に示す。試料の加熱を均一に加熱するためにマントルヒーターを使用した。本実験において学生は試料の変化を観察して融点に達したかどうかを判断しているが、測定時ではその変化を見逃してしまうということが起こり得るため、USB マイクロスコープとノートパソコンを利用して試料の変化を動画として撮影できるようになっている。

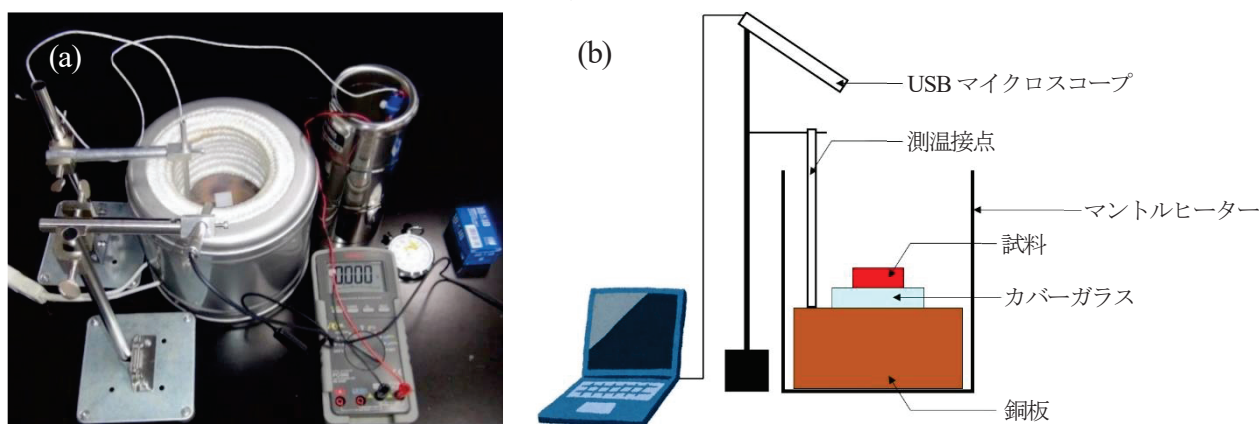


図3 実験装置 (a)外観図、(b)模式図

3.2 熱電対温度計

先述の通り、従来の実験装置(図1)に付属の水銀温度計では測定可能温度の上限が300°Cであるため、温度測定には熱電対温度計(クロメル-アルメルタイプK)を使用した(図4)。測定可能な温度範囲は-200~1370°Cである。2種類の金属に接点を持たせ、温度差を与えると電流が流れるゼーベック効果を基本原理としている。物体の温度と熱起電力の関係から較正曲線を作成し、近似曲線(図5)を用いて温度に換算する。クロメル-アルメル熱電対(タイプK)の温度と熱起電力の関係は理科年表の値(表1)を用いた^[1]。また、融点測定の際に熱起電力の時間変化を記録し、融解の様子を撮影した動画(加熱時間と起電力の関係)を用いて、ExcelのVBAで補間法によるプログラムを作成することでも融点を求めることができる。



図4 熱電対温度計

表1 クロメル-アルメル熱電対温度計(タイプK)の熱起電力と温度の関係

t/°C	0	10	20	30	40	50	60	70	80	90
0	0.00	0.397	0.798	1.203	1.611	2.022	2.436	2.850	3.266	3.681
100	4.095	4.508	4.919	5.327	5.733	6.137	6.539	6.939	7.338	7.737
200	8.137	8.537	8.938	9.341	9.745	10.151	10.560	10.969	11.381	11.793
300	12.207	12.623	13.039	13.456	13.874	14.292	14.712	15.132	15.552	15.974
400	16.395	16.818	17.241	17.664	18.088	18.513	18.938	19.363	19.788	20.214

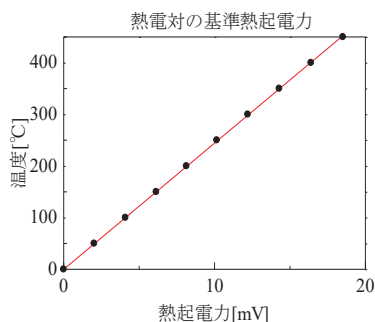


図5 クロメル-アルメル熱電対温度計(タイプK)の較正曲線

3.3 放射温度計

スポットの赤外線温度計(精度 1.5 °C)と赤外線サーモグラフィカメラ(80×60 pixel)の機能を一体化させたサーマルイメージ放射温度計 FLIR TG167(図 6(a))を購入した。温度を有する物体はその温度に応じた波長の光を放出している。この現象を熱放射と呼ぶが、放射温度計ではこの熱放射を計測することで温度を算出している²⁾。TG167 の測定可能な温度範囲は-20~380°Cである。放射率は 0.1 刻みで任意の値に設定できるが、本実験の測定においては 0.95 に設定した。試料のトリガーを引くことで対象の温度が表示され、画面内で温度の高低で色が変わるため融点付近での融点到達判断の指標となり得る(図 6(b))。また、2 点のレーザーポインタが表示されるため、容易に対象物の温度が測定できるようになっている(図 6(c))。

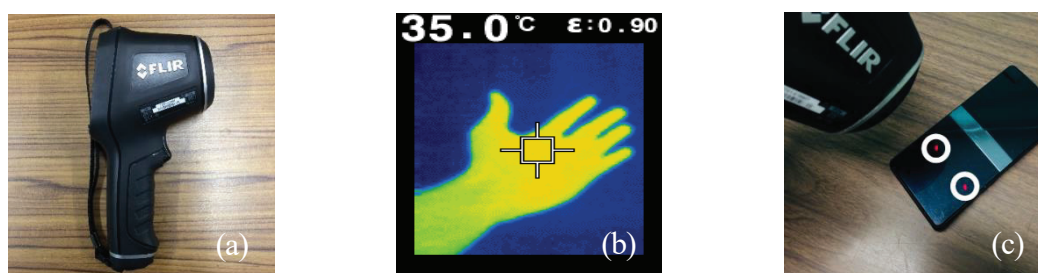


図 6 (a)TG167、(b)温度計測時の様子、(c)測定画面のキャプチャ

4. 研修アンケート結果と学生実験への反映

研修中に挙げた意見や研修終了後に行ったアンケート結果を元に実験方法等を変更した。

アンケート内容は、Q1. 研修の受講目的、Q2. 目的の達成度、Q3. 研修の良かった点と改善点、Q4. その他自由記述となっている。Q1 については、各受講者は「他部門の技術職員の業務内容を体験したい」、「プラスチック試料の融解の違いを知り、業務に役立てられるかもしれないと感じた」、「教材開発から学生実験導入までのプロセスを体験したかった」といった目的で研修を受講しており、Q2 では目的の達成度は高いという回答が得られた。また、本教材を学生実験へ導入する上で最も参考にしたのが Q3 および Q4 であるが、具体的には以下のような意見が挙げられた。

- ・ 銅板にずいぶんスペースがあったので複数の試料を同時に測定できるのではないかと。
→試料の数を 3 種類から 5 種類に増やし、複数試料を同時に測定するように改善した。
- ・ 融点に到達した状態がわかりにくく、写真の表示と同じくして映像として示してほしい。
→実験の事前説明で映像による説明も追加した。
- ・ 熱電対については、接点(丸いところ)だけをつけるなどの注意点が研修で出てきましたが、テキストに熱電対の原理の説明部分も追加して、接点部分を銅板に設置する、という説明があるとよい。
→テキストに上記の内容を追加した。

最後に、学生の熱電対による測定データと放射温度計による測定データの比較を行う。放射温度計での測定画面のキャプチャ(図 7)、各試料の融点の文献値³⁾と各測定データの一覧を示す(表 2)。

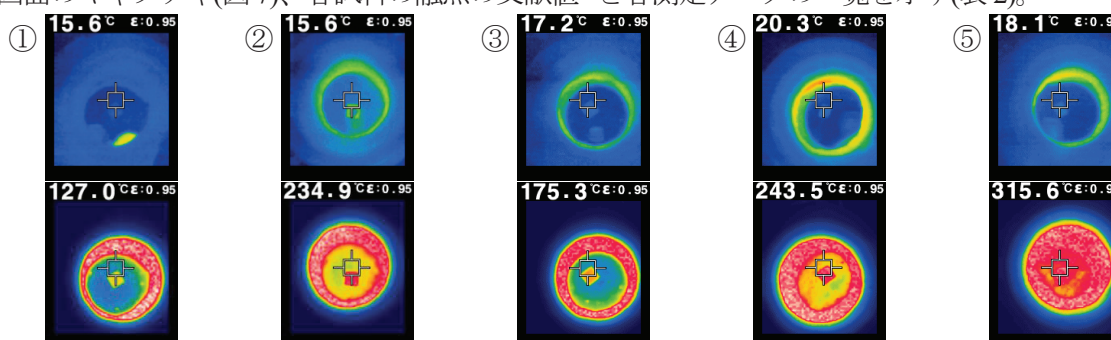


図 7 放射温度計の測定画面(上段：加熱前、下段：融点測定時)

表2 プラスチック試料の融点の文献値と各測定データ一覧

試料名	文献値[°C]	熱電対[°C]	放射温度計 [°C]
① 高密度ポリエチレン	120-140	124	127.0
② ポリエチレンテレフタレート	248-260	235	234.9
③ ポリプロピレン	176	172	175.3
④ ナイロン 66	267	237	243.5
⑤ ポリテトラフルオロエチレン	327	319	315.6

熱電対温度計による学生の実験データと放射温度計による融点の測定値を比較すると、ナイロン 66 とポリエチレンテレフタレートは、学生実験および放射温度計での融点の測定値が文献値と比べて低い値を示したものの、その他の試料では相対誤差が小さく、文献値に近い値が得られているため測定方法としては妥当性が高い。また、放射温度計を使用する上で以下の2つの問題点が挙げられる。

1点目は、放射率の正確な設定である。TG167のマニュアル^[4]には様々な材質の放射率が記載されているが、プラスチック試料ごとの詳細な放射率の記載はなかった。プラスチックは組成分子の共鳴周波数に関連する吸収帯を持っているため波長選択を測定するプラスチックごとに行う必要がある^[5]。言い換えれば、融点付近で放出される赤外線の波長に合わせて各試料で放射率を設定しなければ正確な温度測定をすることができない。

2点目は、試料によっては融点付近で放射温度計画面内の試料と周囲の色変化に差異がない点である。放射温度計の測定画面(図7)では試料の温度が融点に近くなると、試料の色が変化しているため目視による観察と比べて融点到達の判断がより正確に行えることが分かる。しかし、ポリテトラフルオロエチレンは融点が高く、マンテルヒーター内部の壁との温度との差が小さいためか、試料の色による融点到達の判断が困難である。マンテルヒーター内部の壁を熱伝導率の低い中空の筒等で覆うことで、放射温度計の画面内での試料付近の温度の色変化がより鮮明になるのではないかと考えられる。

上記の2点を解決することで放射温度計を学生実験の補助教材として活用し、本実験が教育的に有効なテーマとなるように改良を施していく。

5. 謝辞

増田健二技術専門職員、中本順子技術専門職員には、実験装置の開発・製作に関して直接的な助言を賜るとともに、スタッフとして研修当日の進行等をサポートして頂き感謝致します。電子物質科学科の下村勝教授には、実験方法やテキスト作成にあたって貴重な助言を頂き感謝致します。また、研修に参加くださった3名の方には、研修中に貴重なご意見を頂きました。この場を借りて厚く御礼を申し上げます。

参考文献・引用文献

- [1] 国立天文台 編：理科年表 平成22年(2010), 丸善株式会社(2010), p392
- [2] 日本光学測定機工業会 編：「光計測ポケットブック」朝倉書店(2010), p150
- [3] 妹尾学・栗田公夫・矢野彰一郎・澤口孝志：「基礎高分子化学」共立出版株式会社(2000), p.137, p.195.
- [4] FLIR Systems, Inc. 「ユーザーマニュアル FLIR TG167」(2016),
<http://thermo.secret.jp/flir/manual/tg167_manual.pdf>, (最終閲覧：2020年1月17日)
- [5] Ray Barber・小野晃・阪口育平：「計測と制御 Vol.24, No.12」(1985)