

令和2年度環境省委託業務

令和2年度 脱炭素社会を支えるプラスチック等

資源循環システム構築実証事業

(セルロースファイバーによる化石資源由来プラスチック使用量の削減)

委託業務

成果報告書

令和3年3月

トクラス株式会社

要旨

近年、射出成型製品で、軽量化や環境対応の観点から、木粉等セルロースフィラー（以下 CF）添加ポリプロピレン（以下 PP）部品が注目されており、自動車や家電部品の一部で利用されている。化石資源由来プラスチックを CF に置き換え、使用量の削減を拡大するためには、以下の技術的課題を解決する必要がある。

- CF の充填率が高くなるほど、流動性が低下し、既存のプラスチック生産設備で製造できなくなる。
- 求める用途性能に対し、適応する CF のスペック（サイズ、充填率等）が解明されていない。
- 工業製品として、CF を供給できる品質評価手法が確立されていない。
- 家電・OA 機器等のプラスチック製品では難燃性が求められるが、CF 充填率が高くなるほど、難燃性の確保が困難となる。
- CF 添加によって耐衝撃性能が低下する。

本事業ではこれらの課題を解決することで、CF 添加 PP をプラスチック産業界に普及させ、化石資源由来プラスチック使用量を削減することを目的とし、以下の取り組みを実施した。

（１）成型流動性を確保する CF の開発

水熱処理、圧縮処理等を用いて、成型流動性を確保する CF の改質技術の開発に取り組んだ。流動性には、木粉の化学的組成と嵩比重という因子が寄与していることを解明でき、流動性目標であった MFR 3.0 g/10min 以上となる CF 製造技術を構築することができた。流動性改善においては、圧縮処理の方が水熱処理よりも効果が大きいことが確認された。

（２）難燃性を有する複合化技術の開発

家電・OA 機器等への用途拡大を考えると、難燃性は重要な性能になる。本年度は CF 添加 PP において難燃性 V-0 の達成を目標とした。ポリリン酸アンモニウム（APP）と CF の相乗効果によって、CF 添加量が 40%以上かつ APP20%以上において難燃性 V-0 を達成した。これにより家電・OA 機器への利用が期待できるが、実製品の成型試作において外観不良が発生した。難燃化処方の製品化には外観と難燃性の両立が必要である。

（３）耐衝撃性能の改善

CF を添加することで、曲げ強度や弾性率は向上する一方で、フィラー添加特有の耐衝撃性の低下が確認された。既存 PP 製品においても耐衝撃性を求められることは多いため、CF 添加 PP の耐衝撃性改善は必須である。そこで、本年度は、昨年度作製した水熱処理 CF 添加 PP に対して衝撃強度を 2 倍以上にするという目標を達成した。また、 α オレフィンコポリマーの使用により、ノッチなし衝撃強度において No Break に到達する処方を確立した。

（４）CF 性状/配合と適応用途のマッピング

CF の特徴はフィラーサイズや形状を変えることができるため、プラスチック製品に様々な特性を付与できることにある。CF 性状及び添加量（20%~50%）の組合せにおける CF 添加 PP の機械特性評価を実施し、CF 添加 PP 製品の製品化検討に利用できるデータベースの一部を構築した。また実製品での成型検証、製品評価等を開始し、社会実装に向けた課題抽出とその対策について検討を行った。

（５）バイオマス原料の品質評価

バイオマス原料である CF は脱炭素社会の実現に向けた次世代の材料として注目を浴びている。用途特性に適合する CF 生産において安定な製品を得るための品質管理方法が重要である。CF の物理的性状に着目し、CF の簡易な品質管理手法の検討を実施した。水熱処理や圧縮処理で作製した CF においては「嵩比重」によって、CF の評価が可能であることがわかった。また、比表面積等での評価の可能性についても示唆されたが、CF 種類を拡大すると精度は低い。今後、統計解析の実施により、様々な CF が混在した場合においても CF の評価が可能となるような評価項目の検証を行う。

（６）CF 価格 100 円/kg 以下を確保する製造条件の検討

CF 添加 PP の普及には、既存プラスチック製品に対抗した価格設定が重要となる。そこで、本年度は CF 原料の調達可能量と CF 価格が 100 円/kg 以下になる製造条件について検証した。本事業では約 22 万トン/年の CF 原料が必要であり、未利用残材の推計値は 730 万トン/年となっていることから、CF 添加 PP に用いる CF 原料の調達可能量は十分にあることが示された。

（７）LCA の検証・評価

CF 添加 PP のライフサイクルでの CO2 排出量を算出し、切替対象である PP 製品との比較を実施した。CF 製造から廃棄、リサイクルまでの工程における消費電力量を調査し CO2 排出量を試算した結果、CF 添加 PP は PP と比べて CO2 排出量が少ないことが示された。CF 添加量の増加によって、CO2 排出量がさらに削減される傾向となった。流動性改善効果の見られた圧縮処理の条件において CF 添加量を 50%とすることで、その効果は PP 製品と比べて 1.31 kg-CO2e/kg（25%削減）を削減できる見込みとなった。

Summary

Recently, injection molding products made of cellulose (CF) reinforced polypropylene (PP) has been attracting attention because of its light weight and an environment friendly characteristic. CF reinforced PP (CF-PP) is used in a part of automotive/ home electric appliance industries. CF could contribute to reduce fossil-based plastics consumption. However, several technical problems as bellow should be solved;

- It is difficult to produce high concentrated CF-PP by general facilities because higher concentrated CF-PP diminishes its flowability.
- Suitable CF specification for required property on target applications is still unclear.
- No quality control method (QCM) for CF as an industrial material has been established.
- It is difficult to give flame resistant property onto higher concentrated CF-PP in spite of essential property on plastic products of home/ office appliances.
- CF compounding to PP decreases impact resistant property.

The aim of this work is to contribute to reduce a consumption of fossil-based plastics by introducing CF-PP into the plastic industry, and the solution of above problems helps CF-PP promotion. Investigations made in this year were described below.

(1) Development of CF imparted molding flowability

Hydrothermal treatment (HT) and compression treatment (CP) was developed to improve flowability. It was confirmed that CF-PP flowability was influenced by the ratio of major components and bulk density of CF. According to these technologies, CF flowability over 3.0 g/10 min on MFR was accomplished. It was confirmed that CP was superior to HT focusing on the improvement of flowability.

(2) Investigation of compounding technology on CF-PP giving flame resistance property

Flame resistant property will be one of the most important factors to expand CF-PP application on home/ office appliances. The target was set to attain score “V-0”. The synergy between ammonium polyphosphate (APP) and CF achieved this score when CF content was more than 40% and APP content was more than 20%. This anti-flammable CF-PP is expected to promote to the home/ office appliances, but the appearance defect was occurred at a trial molding of existing products. In order to commercialize a flame-retardant prescription, it is necessary to have both appearance and flame-retardant properties.

(3) Improvement of impact resistance

PP compounded with CF improves flexural strength and modulus, but it was confirmed to diminish impact resistance as the negative effect by filler addition. Therefore CF-PP must be improved on impact resistance because conventional PP products require impact resistance. At the

work of this year, improving impact resistant property twice higher than that of CF-PP treated with HT in previous year was accomplished. Moreover, compounding condition using α -olefin co-polymer was established to attain “No Break” on charpy unnotched impact strength. This technology contributes to expand CF-PP into the application requires this property.

(4) Potential application assessment based on CF property/ content

CF is able to impart various features on plastics by controlling its size and shape. The influence of the combination between the physical properties and content (20 ~ 50%) of CF on the mechanical properties of CF-PP was investigated. The part of database to assist CF-PP introduction was established.

(5) Quality control method (QCM) for CF as raw material

As a biomass, CF is getting popular as new generation material to contribute a low-carbon society. QCM is important to produce stable CF for required specification. Easy QCM was investigated by focusing on the physical property of CF. HT-CF and CP-CF could be evaluated by “bulk density”. Specific surface area also had a potential for QCM however the analysis precision was not enough when expand the prediction range of CF type to commercial CF. An appropriate evaluation basis for various kind of CF by statistical analysis will be investigated through next year.

(6) Investigation of the production condition which could allow CF price less than 100 JPY/kg

Ideal price setting of CF-PP is important to introduce CF-PP into the market aggressively. In this year, the available amount of CF resource and the production method which CF price was possible to set lower than 100 JPY/kg were investigated. Expected CF consumption on sale promotion of CF-PP would be 220,000 tons/year and available raw material for CF would be 7.3 million tons/year. Therefore, it was indicated that there was enough volume of CF as raw material for CF-PP.

(7) LCA investigation

CO₂ emission of CF-PP in the product life cycle was compared with conventional PP products. In this year, CO₂ emission was calculated from an electric consumption in a whole of product life stages (from CF production through disposal or recycling). As the result, it was indicated that CO₂ emission of CF-PP was lower than that of conventional PP products. CF-PP containing 50% of CF made by compression method (CP-PP) which can improve flowability promised to achieve 1.31 kg-CO₂e/kg (25%) reductions of CO₂ emission comparing with conventional PP products.

目次

1. 業務の概要	7
1.1. 業務テーマ	7
1.2. 業務の目的	7
1.3. 業務の期間	7
1.4. 本業務に至った背景	7
1.5. 業務の内容	8
1.5.1. 成型流動性を確保する CF の開発	8
1.5.2. 難燃性を有する複合化技術の開発	8
1.5.3. 耐衝撃性能の改善	8
1.5.4. CF 性状/配合と適応用途のマッピング	8
1.5.5. バイオマス原料の品質評価	9
1.5.6. CF 価格 100 円/kg 以下を確保する製造条件の検討	9
1.5.7. LCA の検証・評価	9
1.6. 本事業の目標設定	10
1.7. 事業実施体制	11
1.8. 事業推進会議及び検討会の開催	13
1.9. 実証事業後の波及効果	14
1.9.1. 実証事業終了後の普及計画	14
1.9.2. 実装技術の波及見込	15
2. 業務成果報告	16
2.1. 成型流動性を確保する CF の開発	16
2.1.1. 水熱処理条件の検証	16
2.1.2. 圧縮処理条件の検証	28
2.1.3. CF 添加 PP の流動性の検証	35
2.1.4. まとめ	42
2.2. 難燃性を有する複合化技術の開発	43
2.2.1. 難燃剤配合の検証	43
2.2.2. 難燃化と各種成形体性能の関連性検証	55
2.2.3. まとめ	80
2.3. 耐衝撃性能の改善	81
2.3.1. 耐衝撃配合の検証	81
2.3.2. 耐衝撃配合と各種成形体性能の関連性検証	86
2.3.3. まとめ	87
2.4. CF 性状/配合と適応用途のマッピング	88
2.4.1. 機械的特性への影響評価	88
2.4.2. 耐久特性への影響評価	105
2.4.3. 製品用途検証	113

2.4.4. まとめ	127
2.5. バイオマス原料の品質評価	128
2.5.1. CF の物理的特性因子評価	128
2.5.2. 各種特性との相関性検証	131
2.5.3. まとめ	143
2.6. CF 価格 100 円/kg 以下を確保する製造条件の検討	144
2.6.1. バイオマス原材料の調達可能量の調査	144
2.6.2. CF 製造条件の検討.....	145
2.7. LCA の検証・評価	147
2.7.1. 評価方法	147
2.7.2. 評価結果	149
3. 総括.....	159

1. 業務の概要

1.1. 業務テーマ

セルロースフィラーによる化石資源由来プラスチック使用量の削減

1.2. 業務の目的

近年、射出成形製品においては軽量化や環境対応の観点から、木粉等セルロースフィラー（以下 CF）添加ポリプロピレン（以下 PP）部品が注目されており、自動車や家電部品の一部で利用されているが、爆発的な普及には至っていない。CF は、サイズや形状、組成が様々で、これらが製品性能に影響を及ぼすことから、製品化の開発負荷は大きく、既存のプラスチック産業界において、積極的に導入検討されていない現状がある。

これら現状をとらえ、CF の添加量が高くなっても汎用のプラスチック生産設備で製造が可能であり、且つ CF のサイズや形状と製品性能の関係を明確化することで、既存プラスチック産業界での導入を促し、化石資源由来プラスチックの使用量の削減につなげることを目的とする。

1.3. 業務の期間

令和 2 年 4 月 1 日から令和 3 年 3 月 31 日

1.4. 本業務に至った背景

プラスチックにタルクや炭酸カルシウムのような無機系の充填剤（以下フィラー）を添加し、補強や増量（プラスチック使用量の削減）する素材は広く利用されているが、その充填量には限界がある。そうした中、CF（木粉等）を PP 等に添加したウッドプラスチックコンポジット（WPC）がエクステリア用途を中心に需要が拡大している。CF は柔軟性のあるフィラーであるがゆえに充填率を高めることができ、WPC の既存国内流通製品はフィラー充填率が 50%を超えている。

これはプラスチック使用量の削減にも繋がり、特に射出成型製品分野において軽量化や環境対応の視点からも CF 添加 PP への注目は高まっている。しかしながら、CF 添加 PP には、「CF の高充填に伴う流動性低下により汎用設備での生産が困難」、「CF は可燃性材料であり家電部品等で求められる難燃性の確保が困難」、「CF の添加による耐衝撃性能の低下」、「CF はサイズや形状、組成が様々であり、CF 添加 PP の性能を把握するには開発負荷が大きい」、「CF の品質管理手法・基準が確立していない」等の課題があり、爆発的な普及に至っていない。そこで本事業では「成型流動性を確保する CF の開発」、「難燃性を有する複合化技術の開発」、「耐衝撃性能の改善」、「CF 性状/配合と適応用途のマッピング」及び「バイオマス原料の品質評価」を実施する。

これらの取組みにより、CF 添加 PP の用途展開を促し、化石資源由来プラスチックの使用量を削減することによる脱炭素社会の実現に貢献する。

1.5. 業務の内容

1.5.1. 成型流動性を確保する CF の開発

CF 処理技術（水熱処理、圧縮処理等）により MFR = 3.0g/10min 以上の流動性を確保する最適な CF 製造技術を確立すること。

1.5.1.1. CF 処理技術の検証

水熱処理、圧縮処理等を用い、流動性向上に関する最適処理方法を検討すること。

1.5.1.2. CF 添加 PP の流動性の検証

各種処理条件で作製した CF と樹脂をコンパウンドし、CF 性状及び添加量と流動性の関係を明らかにすること。

1.5.2. 難燃性を有する複合化技術の開発

燃焼時に CF が炭化層となることで、難燃性が付与できる配合検証から、V-0 を確保する最適な CF 添加 PP の製造条件を確立すること。

1.5.2.1. 難燃剤配合の検証

難燃剤の添加量等、CF 添加 PP の組成が V-0 を確保する最適な処方を検討すること。

1.5.2.2. 難燃化と各種成形体性能の関連性検証

難燃化条件が、成形性や機械的特性に及ぼす影響を明らかにすること。

1.5.3. 耐衝撃性能の改善

耐衝撃性能を令和元年度に実証した水熱処理 CF 添加 PP の 2 倍以上に向上させる処方を確立すること。

1.5.3.1. 耐衝撃配合の検証

樹脂配合や添加する CF 種類が耐衝撃性能に及ぼす影響を明らかにすること。

1.5.3.2. 耐衝撃配合と各種成形体性能の関連性検証

耐衝撃配合が、成形性や機械的特性に及ぼす影響を明らかにすること。

1.5.4. CF 性状/配合と適応用途のマッピング

CF の形状×添加量（20%~50%）の組み合わせによる機械的特性、耐久特性の関係を体系化したマッピングを行い、各種性能に及ぼす影響を明らかにすること。

1.5.4.1. 機械的特性への影響評価

1.5.1 にて作製した CF の種類が機械的特性に及ぼす影響を明らかにすること。

1.5.4.2. 耐久特性への影響評価

CF 添加 PP にて、CF 性状等が耐久特性に及ぼす影響を明らかにすること。

1.5.4.3. 製品用途検証

昭和プロダクツ株式会社の輸送包装部材（プロテクター等）、コニカミノルタ株式会社の複合機用部材（内装筐体、消耗品用部材等）について、従来材料と CF 添加 PP の機械特性比較や部材の成型試作を実施し、用途適性の検証を行うこと。

1.5.5. バイオマス原料の品質評価

CF の物理的性状の簡易評価手法を確立すること。

1.5.5.1. CF の特性因子評価

水熱処理、圧縮処理等で作製された各種 CF の性状を明らかにすること。

1.5.5.2. 各種特性との相関性検証

1.5.5.1 の評価結果と原料、成形体の各種性能の相関評価を実施し、特性の違いを代替できる簡易的な評価方法を明らかにすること。

1.5.6. CF 価格 100 円/kg 以下を確保する製造条件の検討

バイオマス原料の調達可能量を調査すると共に、CF 製造条件（生産規模、稼働率、設備費用、原材料価格）を調査し、CF 価格 100 円/kg 以下を確保する製造条件を明らかにすること。

1.5.7. LCA の検証・評価

1.5.7.1. 消費電力の測定

CF 添加 PP の製造にかかわる各工程の消費電力測定を行うこと。

1.5.7.2. CO₂ 排出量の算出

実測した消費電力データからライフサイクルでの CO₂ 排出量の算出と、ポリプロピレン樹脂に対する削減効果を算出すること。また事業性評価を行うこと。

1.6. 本事業の目標設定

本事業の目標を表 1-1 に示す。CF 添加 PP は化石資源由来プラスチック使用量の削減に寄与するが、現状として普及には多くの課題がある。本事業では下記に示す課題を解決することで CF 添加 PP の普及を促進する。

表 1-1 本事業における課題と目標

	項 目	採択時の技術の状況	本年度の目標	最終目標
0	全体目標	CF は、サイズや形状、組成が様々で、これらが製品性能に影響を及ぼすことから、製品化の開発負荷は大きく、汎用設備で対応できない課題がある。	CF 添加 PP の流動性・難燃性・耐衝撃性、バイオマス原料の品質評価等の課題解決に係る実証として、本年度は下記項目の内容を実施する。	汎用の生産設備で成型が可能であり、流動性・難燃性・耐衝撃性等の機能付加された CF 添加 PP の量産実証を実施する。また CF のサイズや形状と製品性能の関係を明確化する。
1	成型流動性を確保する CF の開発	流動性確保において、CF 成分の影響、嵩比重の影響等が大きいことがわかった。	CF 処理技術（水熱処理、圧縮処理等）により MFR =3g/10min 以上の流動性を確保する最適な CF 製造技術を確立する。	流動性（MFR =3g/10min 以上）を確保する CF の量産実証を行う。
2	難燃性を有する複合化技術の開発	CF 添加量 40~50% 難燃剤 20%添加にて、V-0 を確保する配合処方確立するも、難燃化剤添加量のミニマイズ化が必要。	炭化層形成のメカニズム解析から、V-0 を確保する CF 添加 PP 配合の最適条件を確立する。	V-0 確保する CF 添加 PP の量産技術を確立する。
3	耐衝撃性能の改善	各種 CF 添加 PP と製品材料との機械特性比較の結果、耐衝撃性能に課題がある。	フィラーと樹脂との界面強化、CF 形状の最適化により従来 CF 添加 PP の 2 倍以上を実現する配合技術を確立する。	従来 CF 添加 PP の 2 倍以上を確保する CF 添加 PP の量産実証を行う。
4	CF 性状/配合と適応用途のマッピング	各種 CF について、添加量 20%~50% のサンプルの機械特性評価を実施。また得られたデータを元に製品材料との比較を実施し、課題抽出を行った。	CF の形状×添加量（20%~50%）の組合せによる機械特性、耐久特性の関係を体系化し、各種性能に及ぼす影響を明らかにする。また製品用途適性の評価を行う。	CF の特性因子（サイズや形状）及び添加量と製品性能の関係を明確化する。また実製品形状による量産実証を行う。
5	バイオマス原料の品質評価	CF 成分の簡易品質評価手法を確立。CF 形状による簡易評価手法が確立していない。	機械特性に影響を及ぼす CF 形状因子の抽出と CF 特性の簡易評価手法を確立する。	バイオマスの種類、状態等簡易評価手法に基づく品質基準を策定する。
6	CF 価格 100 円/kg 以下を確保する製造条件の検討	CF 価格 100 円/kg 以下を確保する条件が明らかにできていない。	バイオマス原料の調達可能量、CF 製造条件（生産規模、稼働率、設備費用、原材料価格）を調査し、CF 価格 100 円/kg 以下を確保する製造条件を明らかにする。	CF 価格 100 円/kg 以下を確保する CF 量産技術を確立する。
7	LCA の検証・評価	水熱処理 CF 添加 PP についての CO2 削減効果について試算を行い、課題抽出を行った。	CF 添加 PP の製造にかかわる各工程における消費電力の実測を行い、ライフサイクルにおける CO2 排出量を算出し、汎用ポリプロピレン樹脂に対する削減効果を算出する。	量産実証により得られたデータを元に汎用ポリプロピレン樹脂に対する 0.4kg-CO2/kg 以上の削減効果を確保する条件を明確化する。

1.7. 事業実施体制

本事業の実施体制図と各機関の役割分担表をそれぞれ図 1-1 及び表 1-2 に示す。トクラス株式会社を代表事業者とし、CF の化学的な解析実績のある「産業技術総合研究所」、用途拡大に必要な難燃化技術を有する「同志社大学」、様々なプラスチック製品をすでに製造販売しており、汎用プラスチック射出成型品の高い生産技術力と市場知識の豊富な「昭和プロダクツ株式会社」および「コニカミノルタ株式会社」の 4 機関が共同実施者として参画した。また、代表事業者である「トクラス株式会社」は、これまでの WPC（ウッドプラスチックコンポジット）および CNF（セルロースナノファイバー）複合材料の製造及び開発経験によって培った技術と産学官を含めた幅広い連携を利用し事業を遂行することが可能である。

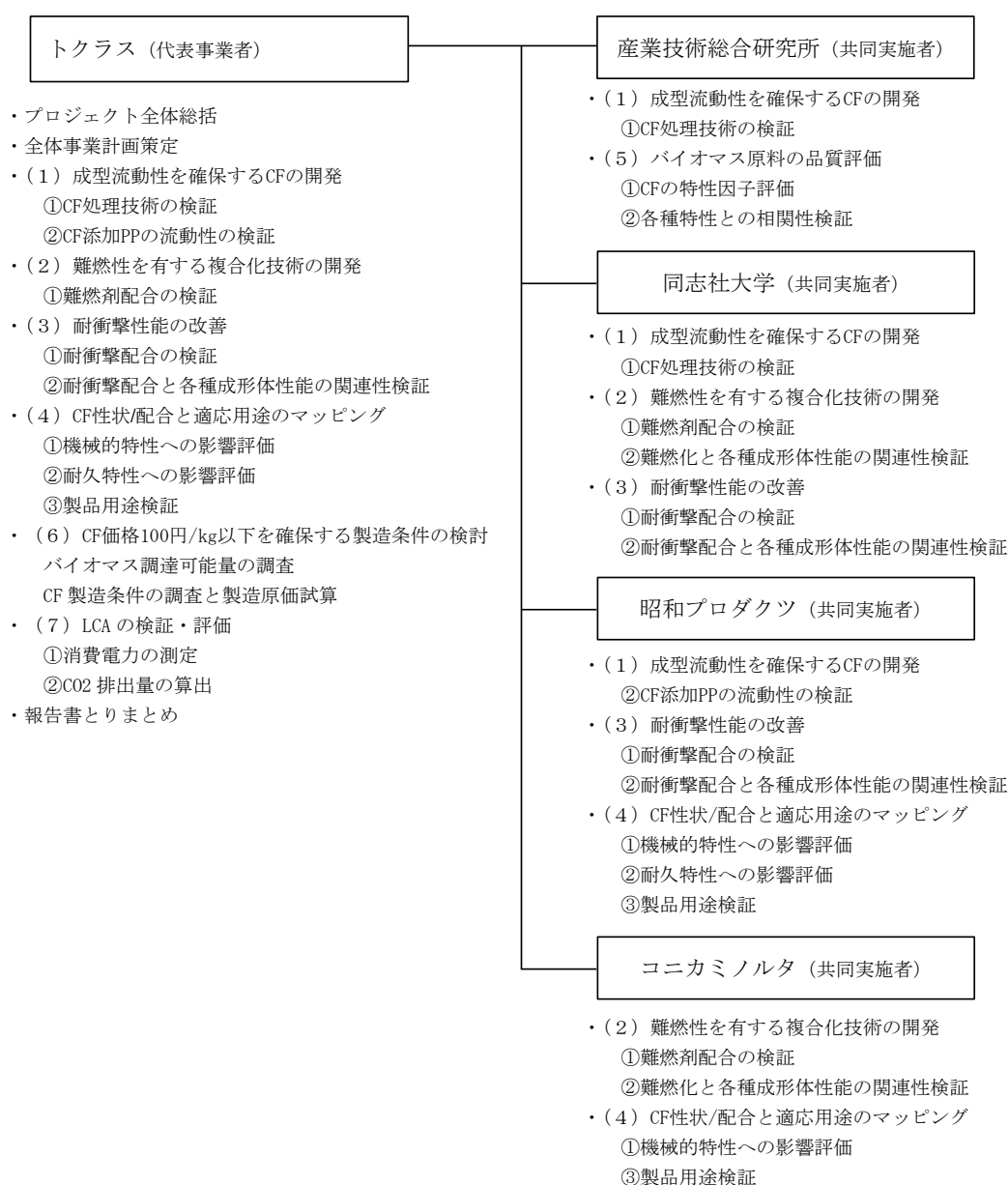


図 1-1 実施体制図

表 1-2 本年度実施テーマと担当実施機関

テーマ		担当機関
(1) 成型流動性を確保する CF の開発		
① CF 処理技術の検証		トクラス 産業技術総合研究所 同志社大学
② CF 添加 PP の流動性の検証		トクラス 昭和プロダクツ
(2) 難燃性を有する複合化技術の開発		
① 難燃剤配合の検証		トクラス 同志社大学 ユニカミノルタ
② 難燃化と各種成形体性能の関連性検証		同志社大学 ユニカミノルタ
(3) 耐衝撃性能の改善		
① 耐衝撃配合の検証		トクラス 同志社大学 昭和プロダクツ
② 耐衝撃配合と各種成形体性能の関連性検証		トクラス 同志社大学 昭和プロダクツ
(4) CF 性状／配合と適応用途のマッピング		
① 機械的特性への影響評価		トクラス 昭和プロダクツ ユニカミノルタ
② 耐久特性への影響評価		トクラス 昭和プロダクツ
③ 製品用途検証		トクラス 昭和プロダクツ ユニカミノルタ
(5) バイオマス原料の品質評価		
① CF の特性因子評価		産業技術総合研究所
② 各種特性との相関性検証		産業技術総合研究所
(6) CF 価格 100 円/kg 以下を確保する製造条件の検討		
① バイオマス原料の製造条件検証		トクラス
(7) LCA の検証・評価		
① 消費電力の測定		トクラス
② CO2 排出量の算出		トクラス

1.8. 事業推進会議及び検討会の開催

本業務を円滑に遂行するにあたり、事業推進会議(共同実施者との打合せ)等を実施した。実施内容の詳細を表 1-3 に示す。今年度はオンライン(Web)による開催とした。

表 1-3 事業推進会議等の実施内容

開催日	場所	参加機関		主な議題
第 1 回事業推進会議				
20/6/18	Web	トクラス	同志社大学	● 事業概要説明 ● 仕様書、役割確認 ● スケジュール確認
20/6/19			産業技術総合研究所	
20/6/25			昭和プロダクツ	
20/7/1			コニカミノルタ	
第 2 回事業推進会議				
20/9/15	Web	トクラス	産業技術総合研究所	● 進捗の確認
20/10/1			昭和プロダクツ	
20/10/6			コニカミノルタ	
20/10/14	同志社大学	同志社大学		
現地視察会及び検討会				
20/12/18	トクラス (Web)	環境省		● 事業概要説明 ● 計画、進捗報告 ● トクラスの設備見学 ● その他
		審査評価委員		
		監査法人 トーマツ		
		トクラス		
		産業技術総合研究所		
		同志社大学		
		昭和プロダクツ		
		コニカミノルタ		
第 3 回事業推進会議				
21/1/12	Web	トクラス	産業技術総合研究所	● 進捗の確認 ● 今後のスケジュール共有
21/1/12			同志社大学	
21/1/13			昭和プロダクツ	
21/1/14			コニカミノルタ	

1.9. 実証事業後の波及効果

1.9.1. 実証事業終了後の普及計画

図 1-2 には、実証事業終了後の普及計画を示す。2030 年には、想定規模の 70%弱を目標とする。対象とする各産業分野においては、評価等の製品化までに要する期間が異なるため、実用化の時期が異なっている。また、分野において、PP 製品生産側の製造規模、利用側の用途により、使用量が異なるため、増加率も分野により異なってくる。本事業参画および連携メンバーによる実績を作製するとともに、本事業成果のマッピングデータを活用し、あえて競合を参入させることで市場拡大を図る。

		22年	23年	24年	25年		30年
想定事業規模	販売量	1.0千t/年	7.5千t/年	24千t/年	53千t/年		580千t/年
	シェア	0.1%	0.9%	2.8%	6.2%		68.4%
事業の マイルストーン	全体	実績作り=本事業参画機関および関連企業で実施				業界団体の設立	★シェアの拡大
	商品展開	★CFおよびCFコンパウンドのサンプルワーク開始(⇒中小メーカー成形中心) ★参画および協力機関の自社販売製品を中心に展開 →輸送容器⇒家庭用品・家具⇒建設・産業資材⇒電気・電子機械⇒自動車の順に立上げ →同業他社へのOEM展開 →自社製品拡大				相乗効果による市場拡大	
	製造体制	★院庄林業(製材廃材)OEM生産	★真庭木協同組合(間伐材)OEM生産 ★昭和プロダクツ(紙廃材)生産	★その他林業メーカー製紙メーカーとの連携開始			
	コンパウンド	★トクラス(既存ライン)	★トクラス(ライン増設)	★ユーザーorCF製造拠点に近いコンパウンダーでのOEM			

図 1-2 事業終了後の普及計画

1.9.2. 実装技術の波及見込

PP 系製品が代替できないプラスチック材料として、ABS (AS) 樹脂と塩ビ樹脂が挙げられる。

ABS (AS) 樹脂は成形加工法が PP と同様であるものの、強度と加工性（接着性や塗装性等）が求められるため、こうした特性を有していない PP 製品では代替できない現状にある。一方で、PP に CF を添加することで高強度化を実現できるとともに、CF 添加量が多くなるほど接着性や塗装性も向上する。こうした特性付与により、CF 添加 PP はスペックが合致すれば、コスト高の ABS 樹脂の用途に対しても導入できる可能性が高い。

塩ビ樹脂製品には、高耐候性や難燃性が求められている。本事業では難燃性付与についても目標に掲げており、本事業達成に伴い、塩ビ樹脂分野への用途拡大も提案できる可能性が生まれる。耐候性においては WPC でエクステリア用途での使用実績があることで品質的課題をクリアできるものと見込んでいる。しかしながら、塩ビ製品の成形加工法は PP 製品とは異なることから成形条件等の検証も必要になる。

また、ABS 樹脂と塩ビ樹脂は一部木質感の意匠性を求められる用途（住宅用のですりや取手等）にも利用されている。CF 添加 PP は高い木質感を有していることから、この分野への展開が早いと期待できる。

上記背景をもとに表 1-4 では、見込まれる代替数量を示す。総量で 155 千 t/年程度と予想される。しかしながら、こうした樹脂は中小企業を中心に製品製造を分業していることから、樹脂変更に対する抵抗や提案工数は多くなることが想定される。したがって、ABS 樹脂、塩ビ樹脂ユーザー拡大のためにも PP 製品への普及が必須と予想される。

表 1-4 ABS 樹脂及び塩ビ樹脂への波及見込

代替対象材	想定規模	ターゲット	代替率	代替量
ABS(AS)樹脂	437 千 t/年	ほとんどの製品をターゲットと想定	30%	131 千 t/年
塩ビ樹脂	121 千 t/年	ターゲットは、建材用途が中心	20%	24 千 t/年

2. 業務成果報告

2.1. 成型流動性を確保する CF の開発

[概要]

CF に成型流動性を付与することを目的とした場合、昨年度の結果より水熱処理の有効性及び嵩比重の影響を確認した。そこで、本年度は、CF の成型流動性の確保を目的とした手法の確立として、「水熱処理条件の検証」、「圧縮処理条件の検証」を実施した。

CF 添加 PP の普及促進において、流動性の確保は必須事項である。そこで、CF を改質することで CF を添加した PP の流動性を改善する技術の開発を目指した。昨年度は水熱処理の有効性について確認した。また、CF の嵩比重を制御することによって添加後の成型流動性が改善することを確認した。嵩比重を制御する方法としては、圧縮処理を見出している。

本年度は、水熱処理及び圧縮処理の最適条件を検証した。その結果、水熱処理及び圧縮処理のどちらの手法においても、成型流動性の目標値であった MFR 3.0 g/10min 以上を達成した。流動性改善の視点からは圧縮処理がより効果大きいことが確認できた。以下に得られた結果の詳細を示す。

2.1.1. 水熱処理条件の検証

2.1.1.1. 目的

CF 添加 PP の成型流動性の向上を目的とし水熱処理の検証を行った。昨年度の結果から水熱処理によって CF の成型流動性が向上するという結果が得られている。今年度は、本プロセスの最適化について検証を行った。

2.1.1.2. 原材料

本試験では、岡山県真庭市産のヒノキチップ（含水率：約 50%、2 cm~5 cm）を原料とした。ヒノキチップは粉砕機にて小チップ(~1 cm、図 2-1-1-1)に粉砕して使用した。



図 2-1-1-1 水熱処理に使用した小チップ

2.1.1.3. 試験方法

水熱処理 CF の作製は、図 2-1-1-2 に示すように「水熱処理工程」と「粉碎工程」により構成されている。水熱処理条件の最適化のためには、それぞれの工程における条件を検証する必要がある。

水熱処理工程では、温度と時間条件の影響について調査した。また、粉碎工程においては、粉碎粒径の違いによる影響を評価した。未処理チップと水熱処理チップの粉碎結果の比較より、水熱処理による粉碎形状への影響を調査した。

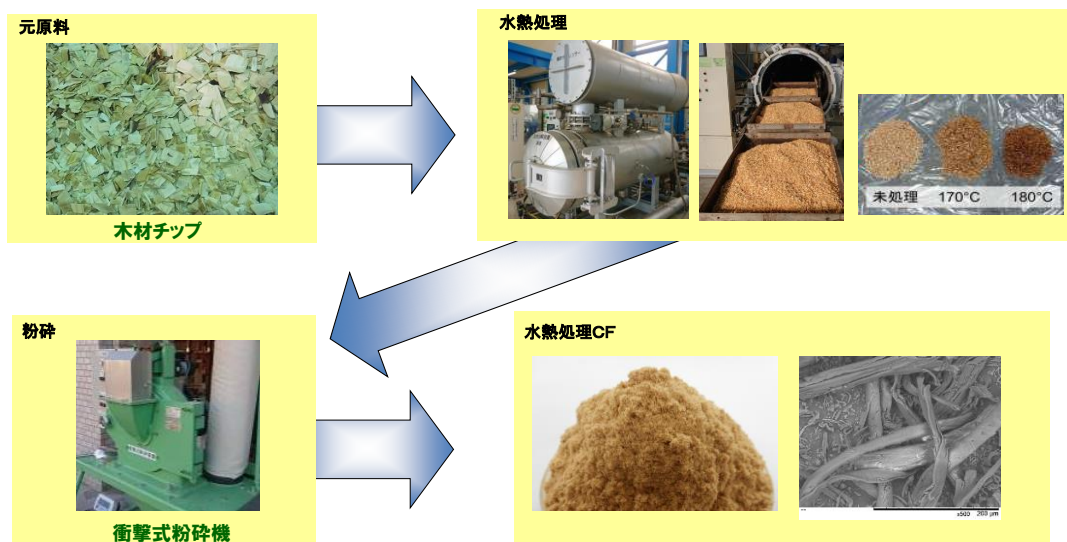


図 2-1-1-2 水熱処理工程図

水熱処理工程

加水分解装置を用いた水熱処理方法を下記に示す。装置は加水分解装置（ヤスジマ社製、図 2-1-1-3）を使用し、「2.1.1.2 原材料」で作製した小チップを 1 バッチあたり 39 kg スケールで実施した。試験条件を表 2-1-1-1 に示す。

表 2-1-1-1 水熱処理の検証条件

Name	形状	温度 [°C]	圧力 [MPa]	時間 [分]
未処理	小チップ	-	-	-
水熱 160-20	小チップ	160	0.51	20
水熱 170-20	小チップ	170	0.68	20
水熱 180-20	小チップ	180	0.85	20
水熱 170-10	小チップ	170	0.68	10
水熱 170-30	小チップ	170	0.68	30



図 2-1-1-3 加水分解装置（左）とサンプル投入の様子（右）

粉碎工程

先述した水熱処理チップを衝撃式粉碎機（DD2、榎野産業社製）にて粉碎し、粉体化した。粉碎条件について表 2-1-1-2 に示す。

表 2-1-1-2 水熱処理チップの粉碎条件

Name	原料	メッシュサイズ (直径) [mm]	目標粒径 [μm]
未処理-φ0.35	未処理	0.35	150
未処理-φ0.50	未処理	0.50	200
未処理-φ1.00	未処理	1.00	400
HT-T160	水熱 160-20	0.50	200
HT-T170	水熱 170-20	0.50	200
HT-T180	水熱 180-20	0.50	200
HT-M10	水熱 170-10	0.50	200
HT-M30	水熱 170-30	0.50	200
HT-φ0.35	水熱 170-20	0.35	150
HT-φ1.00	水熱 170-20	1.00	400

構成成分の評価

CF の化学的特性として、構成成分である灰分、抽出成分、リグニン、セルロース、ヘミセルロースの定量分析を行った(図 2-1-1-4)。CF は分析前に 105 °C で十分に乾燥を行った。

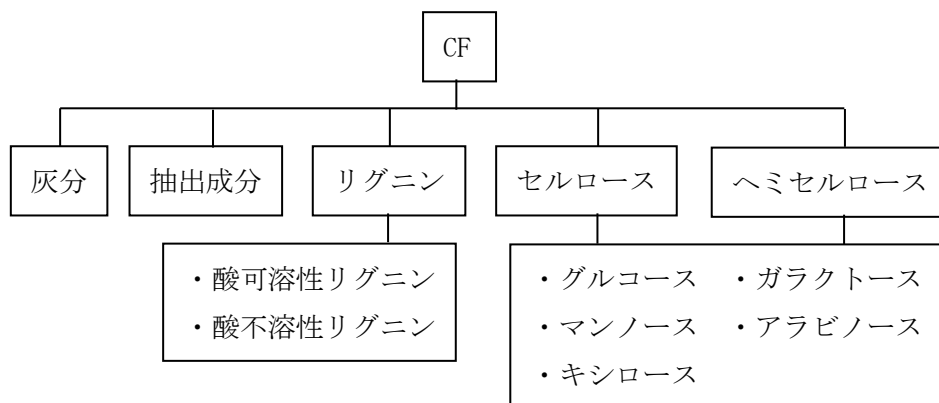


図 2-1-1-4 CF 構成成分

灰分：

CF 中に存在するシリカ等の無機成分で構成される。CF 中の有機成分を熱分解し、残存成分を灰分として測定した。まず、熱分解に用いる磁性るつぼを 105 °C で 1 時間乾燥した後、るつぼ重量を精秤した。約 0.5 g の CF をるつぼに入れ、電気炉を用いて、600 °C で 24 時間熱分解処理を行った。この熱分解処理により、CF の有機成分は揮発し、るつぼ内には無機成分が灰分として残存する。熱処理後、デシケーター内で室温まで放冷し、重量を測定し、あらかじめ測定した空のるつぼ重量を差し引き、灰分を定量した。

抽出成分：

CF 中の油脂分をエタノール・トルエン混合溶液（液比 1:2）で抽出し、抽出成分として定量した。約 1 g の CF を入れた円筒ろ紙と、180 ml のエタノール・トルエン混合溶液をソックスレー抽出器に設置した。マントルヒーターを用いてエタノール・トルエン混合溶液が沸騰するように加熱した。エタノール・トルエン混合溶液の蒸気は冷却管で冷却されることにより液化する。円筒ろ紙内の CF の油脂分は、そのエタノール・トルエン混合溶液に溶出する。抽出処理は 6 時間行った。抽出液をあらかじめ重量を測定したナスフラスコに移し入れた後、エバポレーターを用いて、油脂分抽出液からエタノールとトルエンを除去した。溶媒除去後のナスフラスコの重量からナスフラスコ自身の重量を差し引き、抽出成分を除去した。

リグニン：

CF の主要構成成分の一つであるリグニンは、酸不溶性と酸可溶性リグニンに大別される。CF を硫酸加水分解すると、ヘミセルロースやセルロースといった多糖は単糖にまで分解し、硫酸水溶液中に溶解する。大部分のリグニンは、硫酸加水分解により溶解せず、この画分を酸可溶性リグニンという。まず、この酸不溶性リグニンを定量するために、エタノール・トルエン混合溶液で抽出処理した脱脂 CF 約 50 mg を 72%の硫酸水溶液 0.6 ml を用いて

30 °C で 90 分間処理した。その後、硫酸濃度が 2.7%になるように水 15.4 ml を加え、オートクレーブを用いて 120 °C で 60 分処理し、CF の酸可溶成分を完全に加水分解した。得られた加水分解液に水 4 ml と、後に行う糖分析のためにイノシトール 5 mg を加えた。加水分解液は、あらかじめ重量を測定したメンブレンフィルター（細孔径 0.2 μm）を用いて吸引ろ過し、メンブレンフィルター上に酸加水分解残差を回収した。得られたメンブレンフィルターは蒸留水で十分に洗浄、乾燥した後に重量を測定した。その重量からメンブレンフィルター自身の重量を差し引き、酸不溶性リグニンを定量した。

硫酸溶液に溶解した少量の酸可溶性リグニンは、溶液の光吸収スペクトルから定量した（図 2-1-1-5）。上記で得られた CF の加水分解液 1 ml に 2.7%の硫酸水溶液 4 ml を加え希釈した。その希釈溶液を UV-vis 分光光度計を用いて波長 280 nm の吸光度を測定した。吸光度から以下の式により酸可溶性リグニン量を算出、定量した。

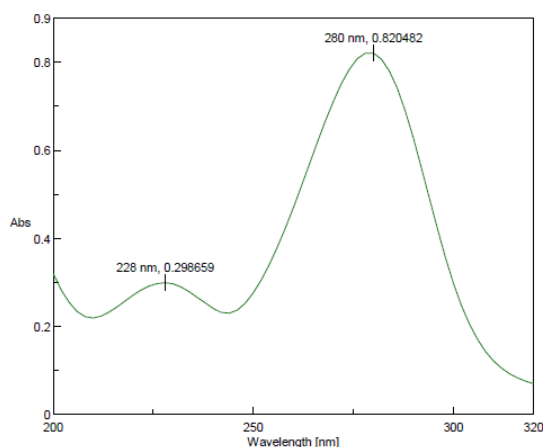


図 2-1-1-5 酸可溶性リグニンの UV-vis スペクトル

酸可溶性リグニン量 = （希釈率 × 加水分解液量 × 吸光度）／リグニン吸光係数
ここで、リグニン吸光係数は、110 とした。

セルロース及びヘミセルロース：

CF 中のセルロース、ヘミセルロースは上述の硫酸加水分解処理により、単糖であるグルコース、キシロース、マンノース、ガラクトース、アラビノースにまで分解され、加水分解液に溶解している。加水分解液中の各単糖は、液体クロマトグラフィーを用いることで分離可能である。まず、CF の硫酸加水分解液 1 ml を分取し炭酸カルシウムを用いて中和した。その後遠心分離器を用いて 25 °C、10000 rpm で 15 分間分離処理を行い、上澄み 2 ml を分取し、液体クロマトグラフィー分析に供した。液体クロマトグラフィー分析の検出器には RI (254 nm) を用い、流量は 0.6 ml/min とした。CF を構成する各単糖と、内部標準のために加えたイノシトールのピーク面積を算出し、あらかじめ測定した各単糖の検量線から、グルコース、キシロース、マンノース、ガラクトース、アラビノースの重量を算出、定量した（図 2-1-1-6）。

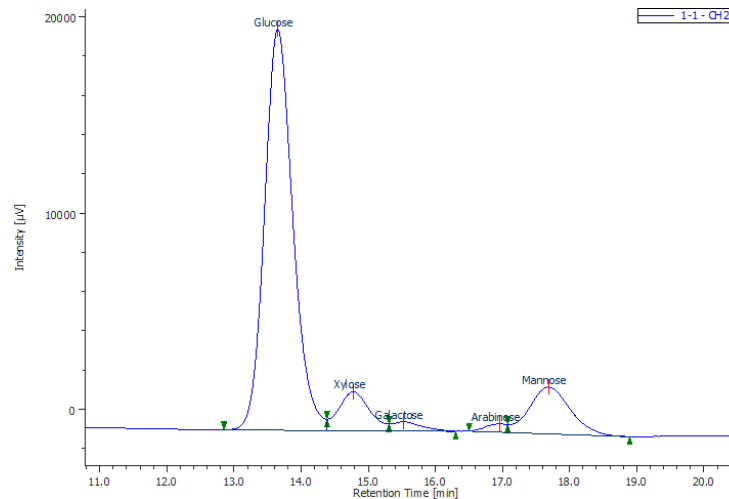


図 2-1-1-6 構成糖の液体クロマトグラフィースペクトル

セルロースはグルコースのみで構成されるポリマーであるのに対し、ヘミセルロースは数種の単糖で構成されるポリマーである。代表的なヘミセルロースである、グルコマンナンはガラクトースとマンノース、キシランはアラビノースとキシロースで構成される。定量した各単糖からセルロース、ヘミセルロースの算出は以下の式で行った。

セルロース重量 = グルコース重量 - マンノース重量 × 0.25

グルコマンナン重量 = マンノース重量 × 1.25 + ガラクトース重量

キシラン重量 = キシロース重量 + アラビノース重量

ヘミセルロース重量 = グルコマンナン重量 + キシロース重量

2.1.1.4. 試験結果

水熱処理による構成成分の変化

水熱処理条件の最適化として、はじめに温度条件を検討した。図 2-1-1-7（左）では、処理時間を 20 分に固定し、温度条件による CF 構成成分の変化を示す。構成成分の測定結果より、水熱処理温度が高くなるにつれて、ヘミセルロース含有率が低下した。一方で、セルロース含有率は大きく変化していなかった。ヘミセルロースが分解したにもかかわらずセルロース含有率の変化が小さいことから、同時にセルロースも分解していることが示唆される。リグニンにおいては、含有率が増加していることから分解性が低いと言える。さらに、ヘミセルロースの変化について詳しく調査した結果を図 2-1-1-7（右）に示す。ヘミセルロースの中でも、特に、グルコマンナンの方が分解されやすいことが確認された。加えて、水熱温度の増加によって、セルロース／ヘミセルロース比率が増加していることから、ヘミセルロースはセルロースよりも高分解性であると言える。よって、水熱処理によって、CF 構成成分の一部が分解されることが確認された。また、その分解優先度は、グルコマンナン > キシラン > セルロース > リグニンとなる。

温度条件最適化の観点でみると、170 °C 以上でヘミセルロースの分解速度は収束する傾向が確認された。よって、適切な処理温度は 170 °C と考えられる。

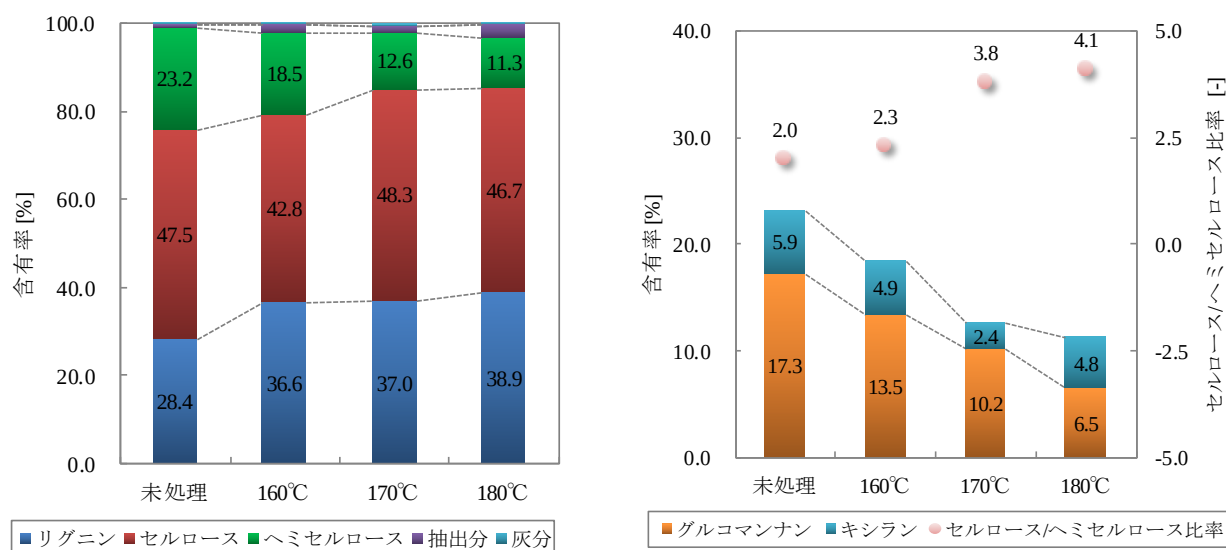


図 2-1-1-7 水熱処理時間 20 分における処理温度と CF 構成成分の関係
[(左)構成成分、(右)ヘミセルロース成分]

続いて、水熱処理時間の最適化を実施した。図 2-1-1-8 では温度を 170 °C に固定した時の処理時間と構成成分の関係を示す。結果として、20 分と 30 分ではヘミセルロース含有率が変わらないことから、20 分間の処理で効果が得られることが確認された。

以上より、成分変化の観点から、水熱処理条件は 170 °C 以上で 20 分以上の処理を実施すればよいということになる。また、最適な水熱処理条件は、「170 °C かつ 20 分」であることが示唆された。

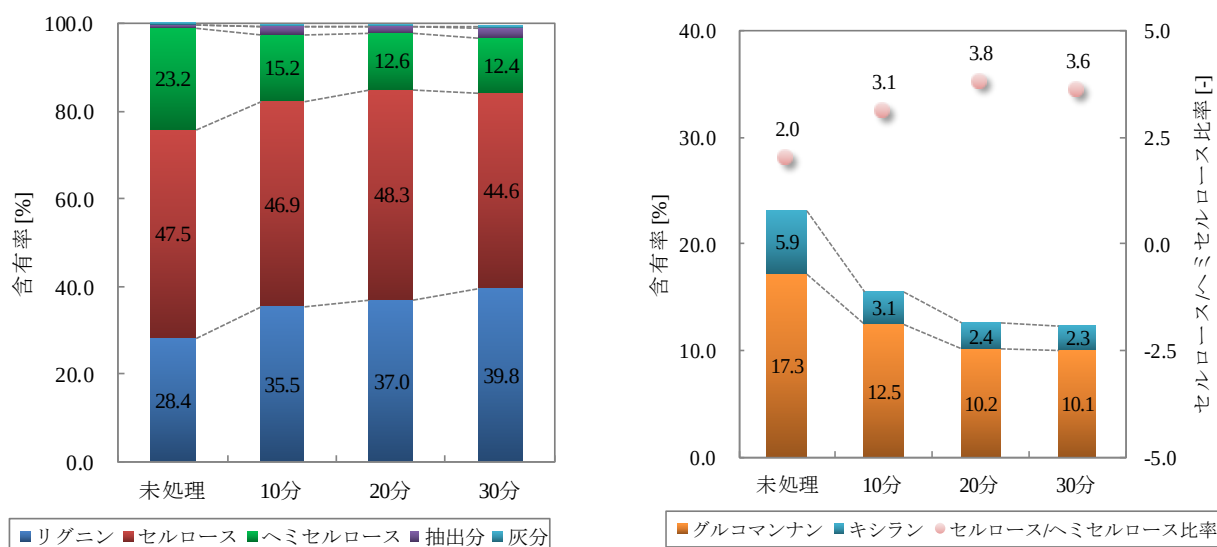


図 2-1-1-8 水熱温度 170 °C における処理時間と CF 構成成分の関係
〔(左)構成成分、(右)ヘミセルロース成分〕

水熱処理による形状の変化

水熱処理が CF 改質に及ぼす効果の検証を目的として、形状因子について調査した。図 2-1-1-9 には、各水熱処理条件と平均粒子径及びメジアン径の関係を示す。平均粒子径は、水熱処理を長時間することで小さくなる傾向がみられた。メジアン径は未処理と比較すると熱履歴に応じて小さくなることが確認できた。また、図 2-1-1-10 に示す粒度分布より、水熱処理によって特に 50 μm 以下の微粒子数が増加していることがわかる。一方で、微粒子数の増加が確認されたにもかかわらず平均粒子径がメジアン径より大きいことから一定数の大粒子が存在していると言える。従って、水熱処理を施すことでヘミセルロースをはじめとする CF の構成成分が分解され、CF が部分的に脆弱化した。その結果、粒子径の小さい CF が生成されながらも一定数の大粒子を含む幅広い粒度分布を示していることがわかった。

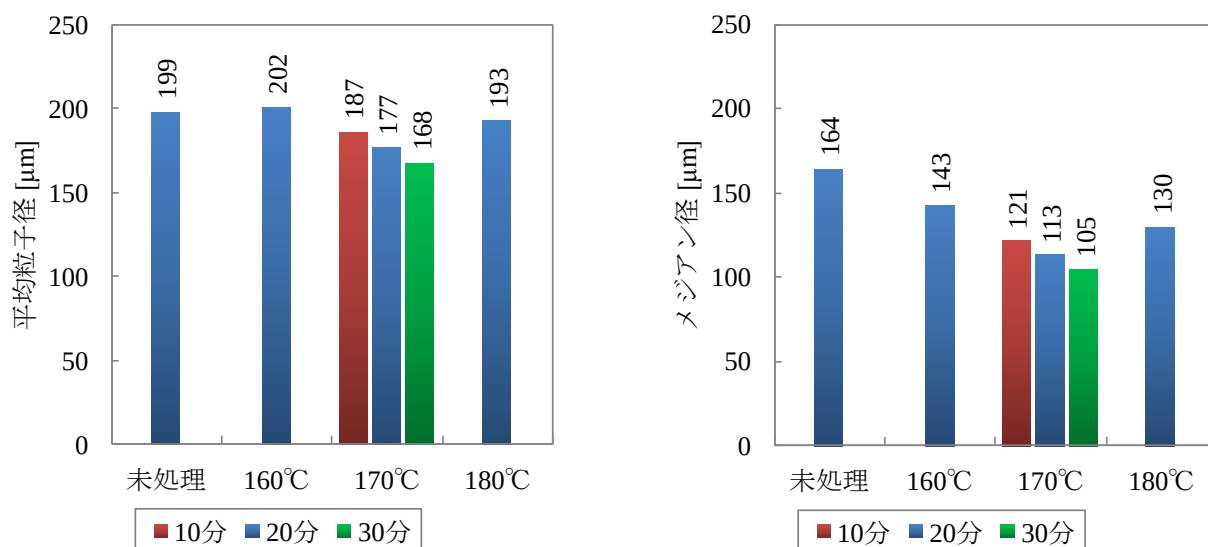


図 2-1-1-9 水熱処理による粒子径の変化 [(左)平均粒子径、(右)メジアン径]

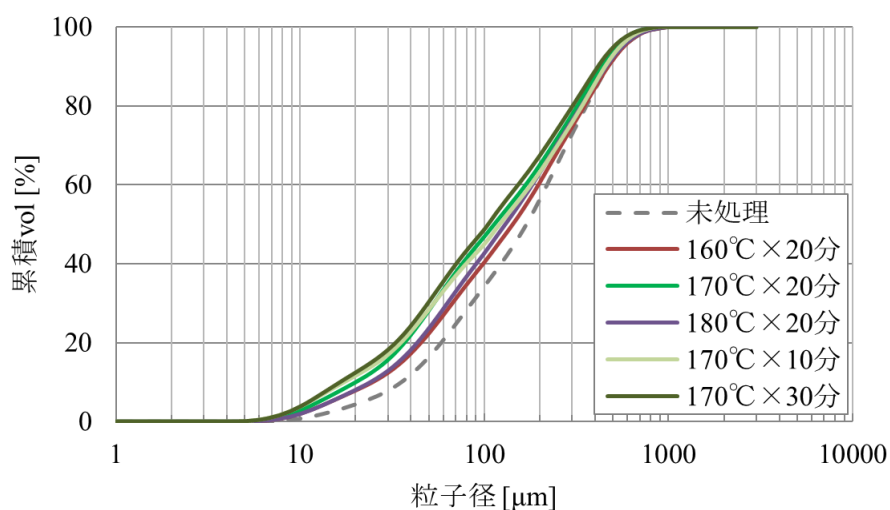


図 2-1-1-10 水熱処理条件と粒度分布

その他の形状因子として、アスペクト比と嵩比重への影響について図 2-1-1-11 に示す。アスペクト比は、水熱処理の有無に関わらず変化は見られなかった。嵩比重については熱履歴が大きくなるにつれて増加傾向にあった。これは粒度分布が広がったことで、大粒子間の空隙に微粉末が入り込んだ充填状態となっている可能性が示唆される。

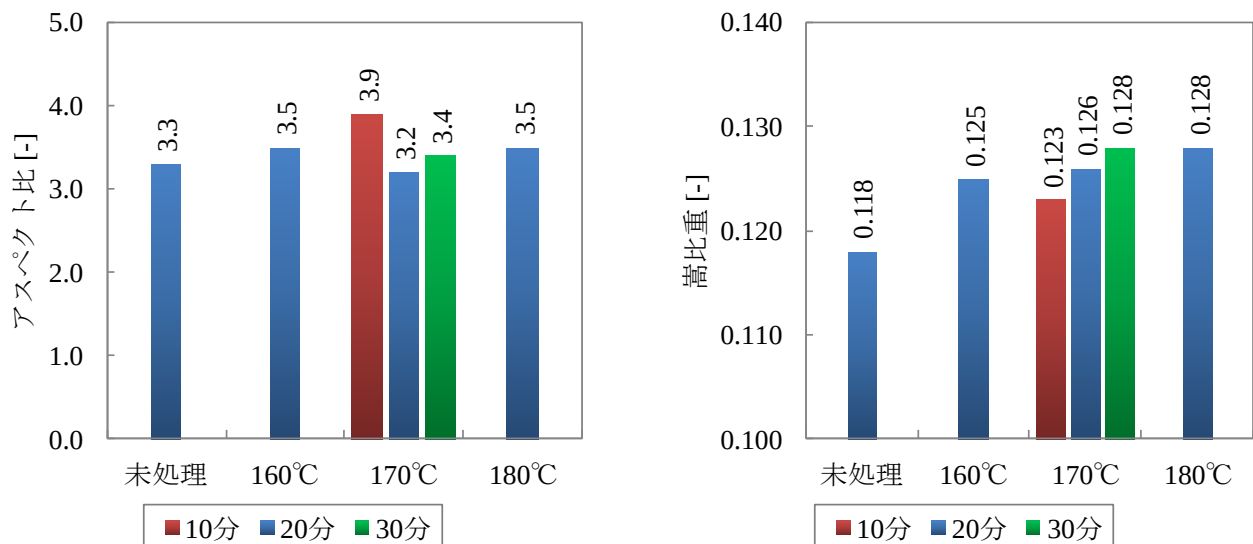


図 2-1-1-11 水熱処理条件が粒子特性へ及ぼす影響 [(左)アスペクト比、(右)嵩比重]

粉砕工程における形状の変化

構成成分が変化していることによって、水熱処理は粉砕後の形状に違いを出す可能性がある。ここでは、未処理及び水熱処理（170 °C, 20 分間）の小チップを衝撃式粉砕機にて粉砕し、3 種類（φ0.35, φ0.50 及び φ1.00）の粉砕径（粉砕機スクリーンの穴径）における粉砕粒子の形状をそれぞれ比較した。

図 2-1-1-12 では粉砕後の平均粒子径及びメジアン径を、図 2-1-1-13 では粒度分布を示す。前項で水熱処理によって粉砕時の粒子の微細化が進行していることを確認したが、本結果より粉砕条件を変えても同様であることが確認できた。また、粉砕径の小さい φ0.35 と φ0.50 では 50 μm 以下の粒子数が増加しているものの、粉砕径が大きい場合は水熱処理による微粉末生成は進行していないことがわかる。生成する微粉末量は粉砕時の仕事量に依存することから、φ1.00 の場合はほとんど粉砕されない粒子径が多く、微粉末生成を促すほどの仕事が発生していないためと考えられる。

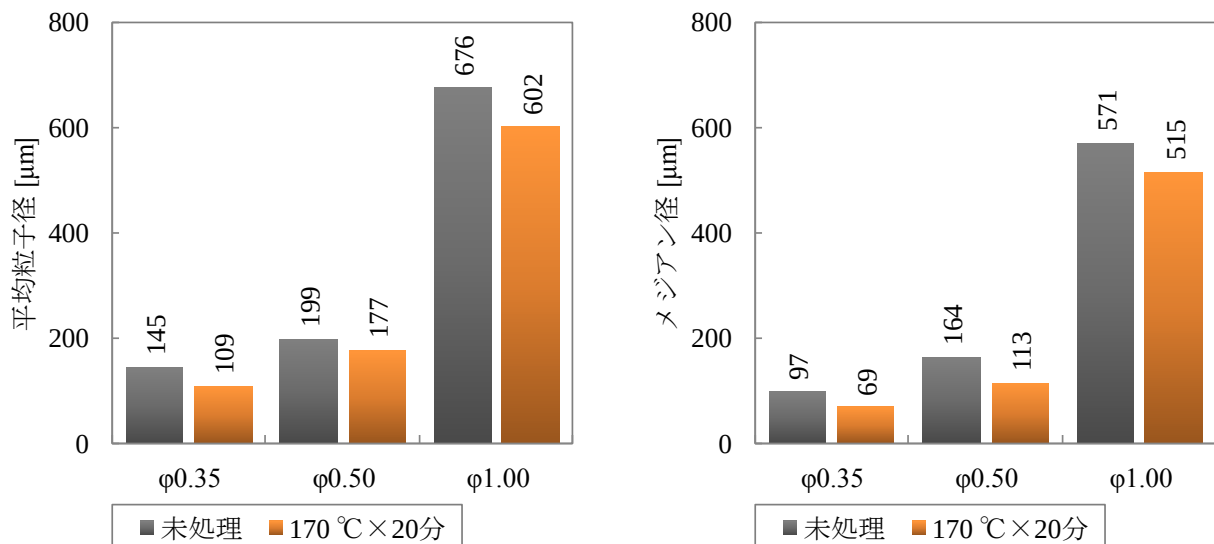


図 2-1-1-12 水熱処理 CF の粉碎条件と粒子径の関係 [(左) 平均粒子径、(右) メジアン径]

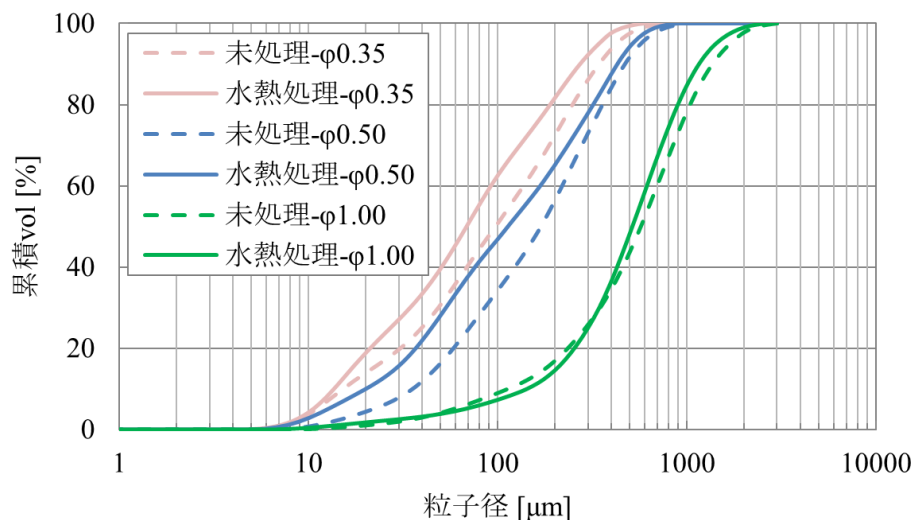


図 2-1-1-13 水熱処理 CF の粉碎条件と粒度分布の関係

各粉碎径ごとのアスペクト比及び嵩比重について図 2-1-1-14 に示す。アスペクト比は、粉碎径の違いに関わらず変化は見られなかった。また、水熱処理の有無についても影響は少ないことがわかる。これらの結果より、水熱処理工程及び粉碎工程の条件によるアスペクト比への影響は小さいことがわかる。一方で、嵩比重に関してはどの粉碎径においても、水熱処理によって増加傾向にあることが確認された。また粉碎径が大きくなるほど嵩比重は低下し、粒子径の大きい条件 (φ1.00) において大きく低下していることが確認された。これは粉碎メッシュ径が φ1.00 の場合では微粉末量が少ないことから、大粒子間に充填される微粉末が少ないため、空隙率が高くなったことに起因すると考えられる。昨年度の結果より、高嵩比重化が流動性改善に寄与するため、φ0.50 以下での粉碎が好ましいと考える。

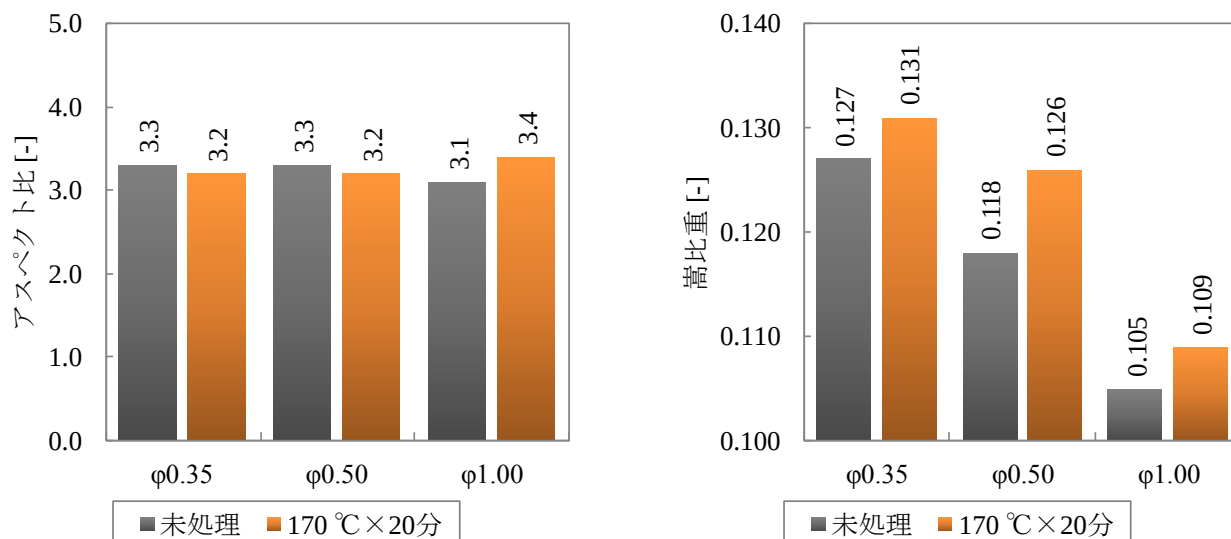


図 2-1-1-14 粉砕条件が粒子特性へ及ぼす影響 [(左)アスペクト比、(右)嵩比重]

2.1.1.5. まとめ

本項では、水熱処理による性状の変化について調査した。水熱処理は CF に対して以下の特性を変化させることが確認された。

- 構成成分：ヘミセルロースを優先的に分解し、セルロースの分解も進行していた。
- 粒子径：粒子径は小さくなる傾向にあり、微粒子数が増え粒度分布が広がる。
- 嵩比重：熱履歴が大きくなるほど、嵩比重が高くなる傾向がある。
- アスペクト比：大きな変化はみられない。
- 粉砕径：水熱処理による成分分解によって、φ0.50 以下の粉砕工程では微粉末が増加する傾向にある。

以上より、CF 性状を変化させる水熱処理の条件は「170 °C 以上かつ 20 分以上」であることが確認できた。粉砕工程においては、粉砕メッシュ径を「φ0.50 以下」とすることで嵩比重を高くすることができた。

2.1.2. 圧縮処理条件の検証

2.1.2.1. 目的

昨年度の結果より、CF 添加 PP に成型流動性を付与する方法として、CF の意図的な圧縮処理による嵩比重制御について可能性を見出した。そこで、本年度は CF の嵩比重制御を目的とした圧縮処理のプロセス最適化を実施した。

2.1.2.2. 原材料

2.1.1 項と同様に、図 2-1-1-1 に示す岡山県産のヒノキチップを衝撃式粉砕機で事前に粉体化したものをを用いた。粉砕径は $\phi 0.50$ とした。

2.1.2.3. 試験方法

衝撃式粉砕機で事前に粉砕した CF を後述するローラーコンパクター法及びディスクペレッター法でそれぞれ圧縮処理した。圧縮した木粉はスーパーマスコロイダー（増幸産業社製）にて解繊し、圧縮処理 CF とした。

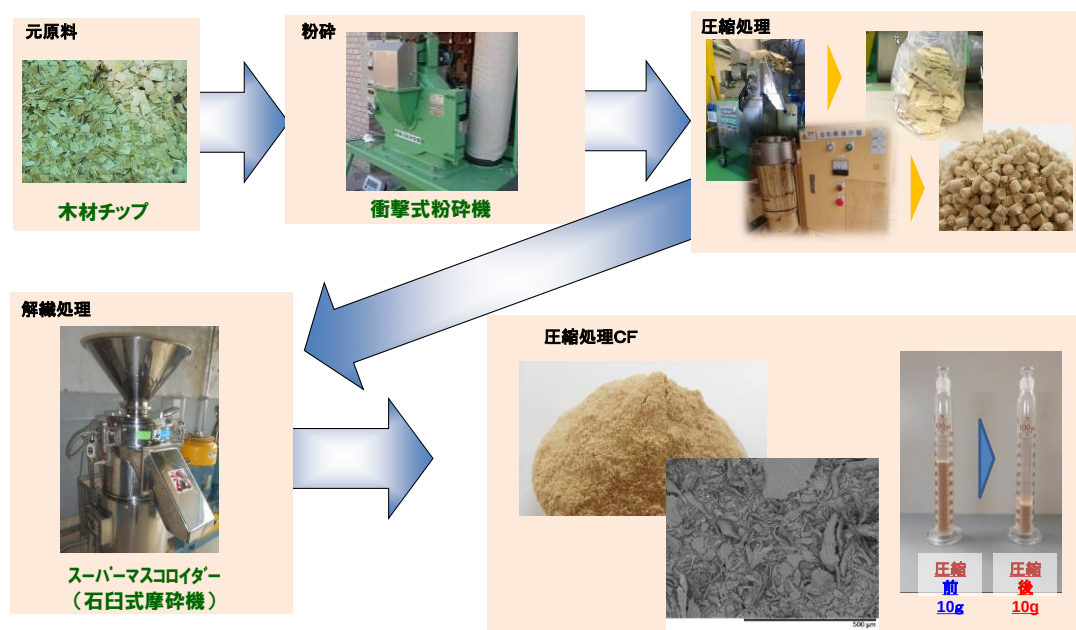


図 2-1-2-1 圧縮処理の概略図

ローラーコンパクター法

ローラーコンパクターは、水平式の原料供給スクリューと上下配置の圧縮ロールの組み合わせによる「連続処理式乾式造粒機」である。乾いている原料粉体を板状に圧密し、その後、粉砕して顆粒とする方法で粉体の造粒を可能とする機械である。

今回は CF を造粒機（フロイント・ターボ社製、図 2-1-2-2）に投入し、板状に圧縮した。その後開繊処理により圧縮木粉を得た。本試験における処理条件（表 2-1-1-3）の項目としては、「ロールの圧縮圧」、「脱気圧」及び「スクリュー回転数」とした。

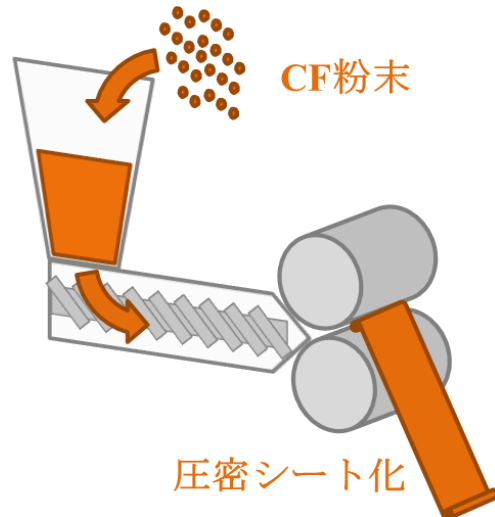


図 2-1-2-2 ローラーコンパクター（左）とその処理概要（右）

ディスクペレッター法

ディスクペレッター（図 2-1-2-3）は、ローラーコンパクターと同様に原料粉体を乾式で圧縮し、ペレット状に加工するための「乾式押出造粒機」である。原料を上部から自然落下で供給し、ローラーにて加圧しながら細孔のあるディスクダイを通過することで圧縮ペレットを作製する。本工程を用いて、CF を圧縮ペレット化した。処理条件（表 2-1-1-3）の項目は、「ダイス穴径」によりペレットの圧縮度を調整することとした。

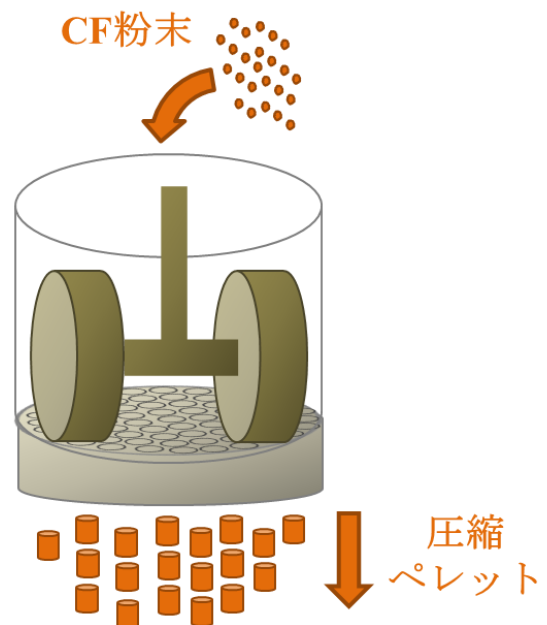


図 2-1-2-3 ディスクペレッター（左）とその処理概要（右）

表 2-1-1-3 圧縮処理検証条件

Name	RC			DP	マスコロイダー
	圧縮圧 [t/cm]	脱気圧 [kPa]	SW 回転数 [rpm]	ダイス穴径 [mm]	クリアランス [μm]
RC-1	0.5	-	60	-	200
RC-2	0.5	-20	60	-	200
RC-3	1.0	-20	75	-	200
φ5-200	-	-	-	φ5	200
φ5-300	-	-	-	φ5	300
φ4-100	-	-	-	φ4	100
φ4-200	-	-	-	φ4	200
φ4-300	-	-	-	φ4	300

※RC：ローラーコンパクター DP：ディスクペレッター SW：スクリュウの略

2.1.2.4. 試験結果

ローラーコンパクターによる粉砕結果

後工程のマスコロイダーによる解繊処理はクリアランスを 200 μm に固定し、ローラーコンパクターでの圧縮条件（表 2-1-1-3）を検証した。まず、ローラーコンパクターで圧縮した CF の状態について述べる。RC-1 では圧縮密度が低く、粉末に戻りやすい状態であった。そこで、RC-2 では空隙率を減らし圧縮圧を高めるために脱気処理を検証した。その結果、粒子が圧縮されたことによる芯が残っており、圧縮処理により硬い粒子を含む CF への変化が確認された。また、処理量も約 25%改善された。更に、圧縮圧を 1.0 t/cm とし、スクリュウ回転数を 75 rpm とした場合、同様に芯残り良好な CF を得ると同時に処理量を RC-2 の更に 12%も改善することに成功した。なお、スクリュウ回転数が 75 rpm の際、機械的負荷が大きかったことで、これ以上の回転数は難しいことも確認できた。

表 2-1-1-4 ローラーコンパクターによる圧縮処理結果

Name	圧縮後 CF の状態	処理量 [kg/h]
RC-1	柔らかい CF（粉末に戻りやすい）	31.3
RC-2	硬い CF（芯が残った）	41.8
RC-3	硬い CF（芯が残った）	46.9

ローラーコンパクターで作製した圧縮処理 CF（RC-1~3）の粒子径測定結果を図 2-1-2-4 に示す。圧縮度の低い RC-1 では平均粒子径及びメジアン径が小さくなっているが、脱気処理をした圧縮度の高い RC-2, 3 については未処理 CF と同等であった。また、図 2-1-2-5 に示す粒度分布から RC-1 のみ 50 μm 以下の粒子数が増加していることが確認できる。これは RC-2, 3 において脱気処理の際に微粉末も空気と一緒に排除されているためだと考えられる。加えて、RC-2, 3 では 300 μm 以上の粒子数が増加しており、微粉末量の減少に伴

う相対的な上昇だけではなく、圧縮処理における「圧縮された CF の芯」となる比重の高い粒子が増加していることが推察される。

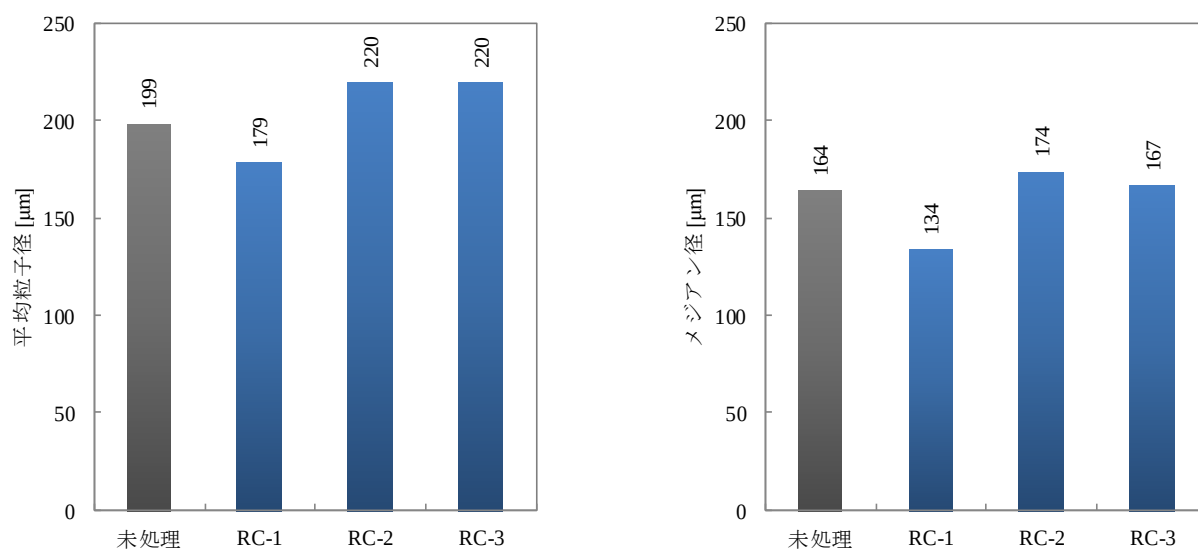


図 2-1-2-4 ローラーコンパクターでの圧縮条件と粒子径の関係

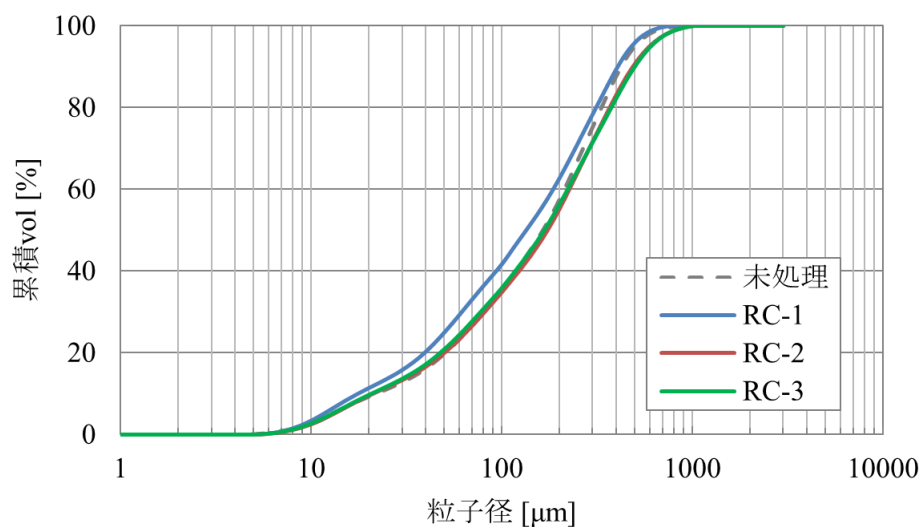


図 2-1-2-5 ローラーコンパクターでの圧縮処理と粒度分布

続いて、嵩比重について図 2-1-2-6 に示す。未処理 CF と比較した場合、嵩比重はどの条件においても未処理品の 1.5 倍以上に向上している。これにより、ローラーコンパクターは CF の嵩比重アップに有効であると言える。

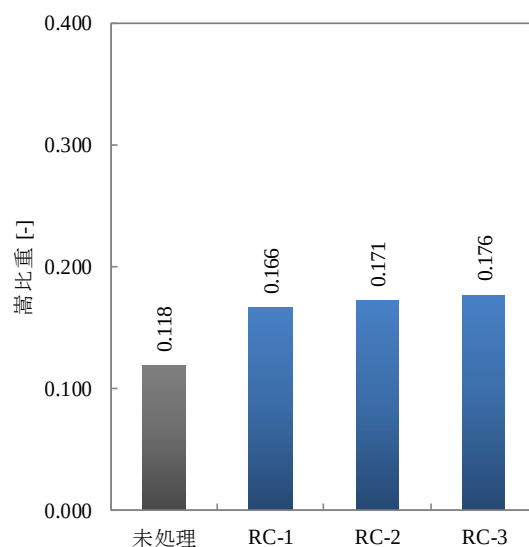


図 2-1-2-6 ローラーコンパクターでの圧縮条件と嵩比重の関係

ディスクペレッターによる粉砕結果

ディスクペレッターを用いた圧縮処理について条件検証（表 2-1-1-3）を実施した。本工程では、ダイス穴径の比較による圧縮処理時の条件検証だけでなく、後工程のマスコロイダーの解繊条件についても同時に検証した。まず、ディスクペレッターで圧縮した CF の粒子サイズに関する結果を図 2-1-2-7 に示す。どの条件においても、本工程によって粒子径は小さくなることが確認された。図 2-1-2-8 に示す粒度分布より、マスコロイダーのクリアランスが 200, 300 μm の場合、未処理 CF と比較すると 50 μm 以下の粒子数が増加し、更に 100 μm では 20 μm 以下の粒子数が大きく増加していることがわかる。この結果から、粒子サイズは解繊時の条件に影響を受けると言える。

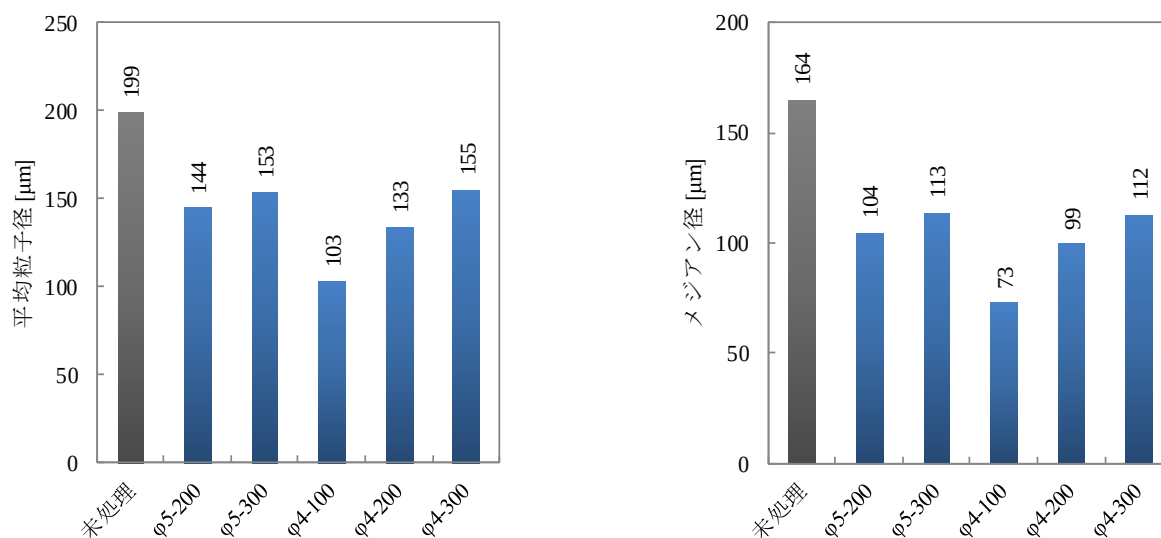


図 2-1-2-7 ディスクペレッターでの圧縮条件と粒子径の関係

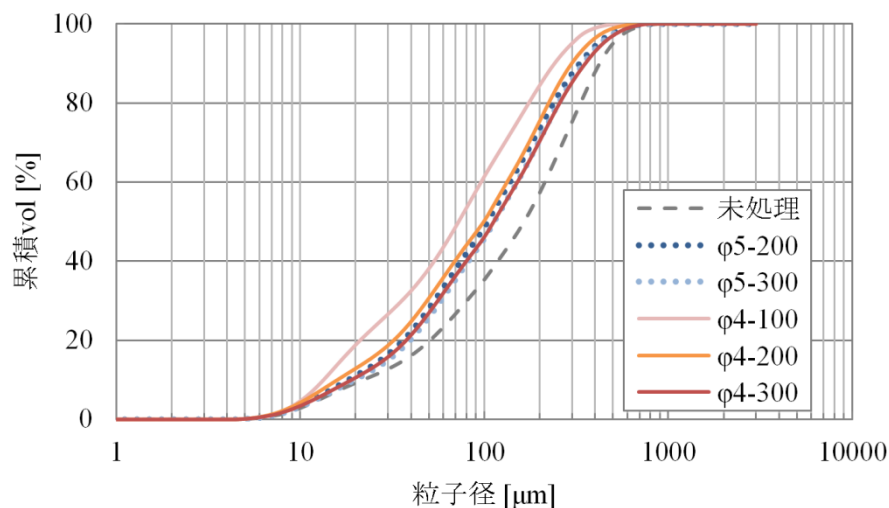


図 2-1-2-8 ディスクペレットによる圧縮処理と粒度分布

続いて、このディスクペレット処理をした CF の嵩比重について調査した。その結果を図 2-1-2-9 に示す。圧縮処理によって、嵩比重は最大で 2.8 倍まで向上した。ディスクのダイス穴径が小さいほど、嵩比重が高くなる傾向があった。これはダイス穴径に応じて圧縮圧力が大きくなるためと考えられる。一方、マスコロイダーのクリアランスが狭くなるにつれて、嵩比重が低くなる傾向が見られた。

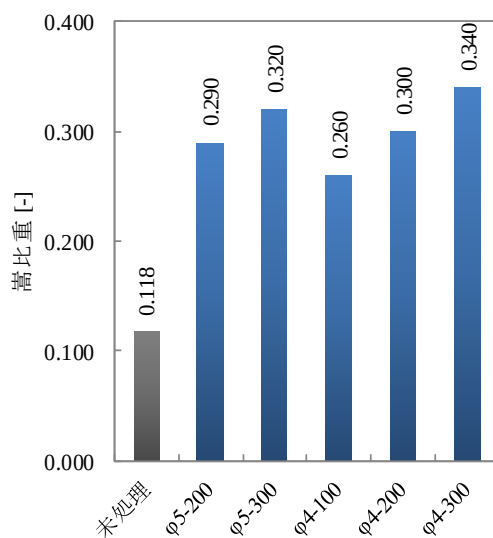


図 2-1-2-9 ディスクペレット処理による嵩比重への影響

圧縮処理 CF の構成成分変化

水熱処理では高温加水分解によって CF 構成成分を変化させていることが確認された。圧縮処理では粒子径に大きな変化があったが、同様に構成成分の変化についても調べることが、後の流動性への寄与因子を決定する上で重要である。図 2-1-2-10 では、圧縮処理に

伴う CF 構成成分の変化をまとめた。圧縮処理の場合、CF の構成成分の変化は確認されなかった。よって、圧縮処理では、CF の形状のみを改質しており、次項で流動性改善に関わる因子解析において成分と形状の双方からのアプローチが可能となった。

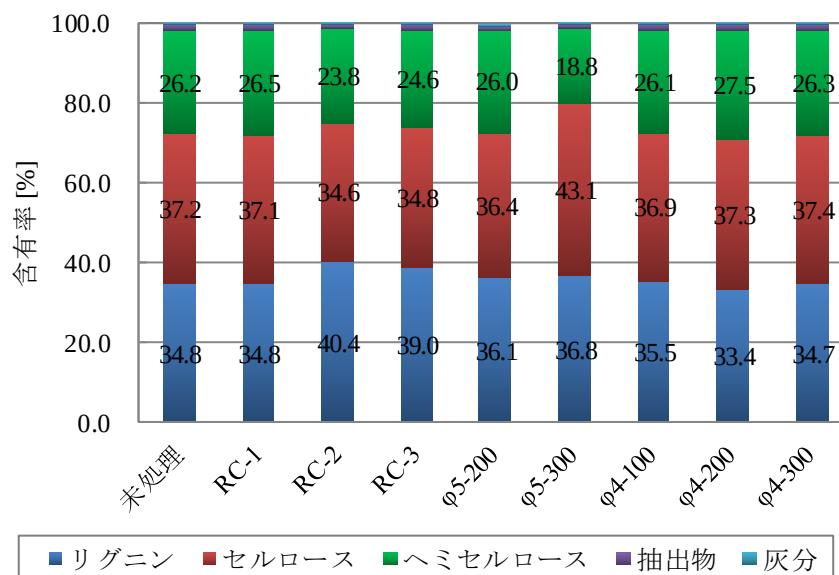


図 2-1-2-10 圧縮処理による CF 構成成分の変化

2.1.2.5. まとめ

本項では、圧縮処理による CF 性状の変化について調査した。圧縮処理が CF の改質に及ぼす影響について以下にまとめる。

- 粒子径：解繊時の条件に依存し、微粉末量が多いと粒度分布の広い CF となる。
- 嵩比重：どちらの方法においても大きく上昇し、手法や条件によって制御可能。

以上より、圧縮処理は CF の嵩比重の上昇に有効であると言える。また、ローラーコンパクターと比較して、ディスクペレッターは高嵩比重化の効果が大きく、条件によって嵩比重を制御することができることがわかった。

2.1.3. CF 添加 PP の流動性の検証

2.1.3.1. 目的

前項で作製した水熱処理及び圧縮処理 CF を PP と複合し、CF 添加 PP としての流動性を評価した。ここでは CF の性状や添加量との関係を検証した。

数値目標：MFR > 3.0 g/10min

昨年度の結果より、CF として未処理木粉（ヒノキ）を使用し、添加量が 40%以下の場合において MFR 目標値は十分に達成できることが確認されている（図 2-1-3-1）。よって、本年度は CF 添加量が 50%の場合において、上記目標の達成に向けた条件検証に注力した。

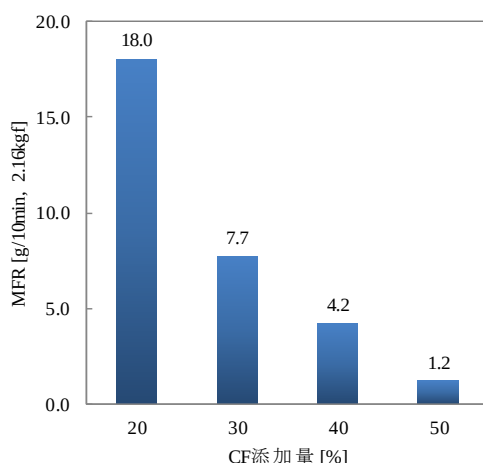


図 2-1-3-1 CF 添加量と MFR の関係

2.1.3.2. 試験方法

CF 添加 PP の作製

表 2-1-3-1 に示すサンプル条件をもとに配合された CF、PP（MFR = 30 g/10min）及び無水マレイン酸変性ポリプロピレン（以下 MaPP）を二軸押出機(TEX28、JSW 社製)を使用して、ペレット状の CF 添加 PP コンパウンドを得た。図 2-1-3-2 にコンパウンド作製の概要と作製されたコンパウンドの一例を示す。



図 2-1-3-2 コンパウンド作製の概要とサンプル例

表 2-1-3-1 CF 添加 PP の配合条件[CF : PP : MaPP = 50 : 48 : 2]
(左: 水熱処理、右: 圧縮処理)

サンプル名	原料 CF 種類	サンプル名	原料 CF 種類
HT-1	未処理-φ0.35	RC-1	RC-1
HT-2	未処理-φ0.50	RC-2	RC-2
HT-3	未処理-φ1.00	RC-3	RC-3
HT-4	HT-T160	DP-1	φ5-200
HT-5	HT-T170	DP-2	φ5-300
HT-6	HT-T180	DP-3	φ4-100
HT-7	HT-M10	DP-4	φ4-200
HT-8	HT-M30	DP-5	φ4-300
HT-9	HT-φ0.35		
HT-10	HT-φ1.00		

流動性評価

流動性の評価指標として、MFR を用いた。メルトインデクサー（Melt Indexer G-01、東洋精機製作所製）を用いて、荷重 2.16 kgf、測定温度 230 °C の条件にて測定した。

2.1.3.3. 試験結果

水熱処理による流動性改善効果の検証

前項にて作製した水熱処理 CF を PP に添加して流動性を評価した。水熱処理条件の検証において「水熱処理」と「粉碎処理」の 2 工程について、それぞれ条件の最適化を図った。それぞれの水熱処理条件と流動性の関係を図 2-1-3-3(左)に示す。

ブランクと比較すると、全ての水熱処理条件において MFR 値が上昇することが確認された。これにより、水熱処理は流動性を改善するための CF の改質方法として有効であると言える。また、温度は 170 °C 以上で MFR 値の上昇傾向は見られなくなる。よって 170 °C での処理が適していると考える。

同様に 170 °C での時間条件を検証したところ 20 分までは MFR 値の上昇が確認されたが、30 分は 20 分の場合と同等の MFR 値となった。この変化は水熱処理による成分変化と同様の傾向であった。従って、最適な水熱処理条件は、「温度が 170 °C、かつ、時間が 20 分間」ということがわかった。

また、水熱処理によって、後工程の粉碎によって出来上がる木粉の形状に違いが見られた。そこで、図 2-1-3-3(右)では、水熱処理条件を「170 °C で 20 分間」の場合において粉碎条件を変えた場合の CF 添加 PP の流動性を未処理 CF と比較した。

結果として、粉碎径が小さい程流動性が高いことが確認された。どの粉碎条件においても水熱処理 CF は未処理 CF よりも流動性が高いことがわかる。目標値の MFR 3.0 g/10min 以上に対して、粉碎径が $\phi 0.50$ 以下での粉碎処理が必要と考える。

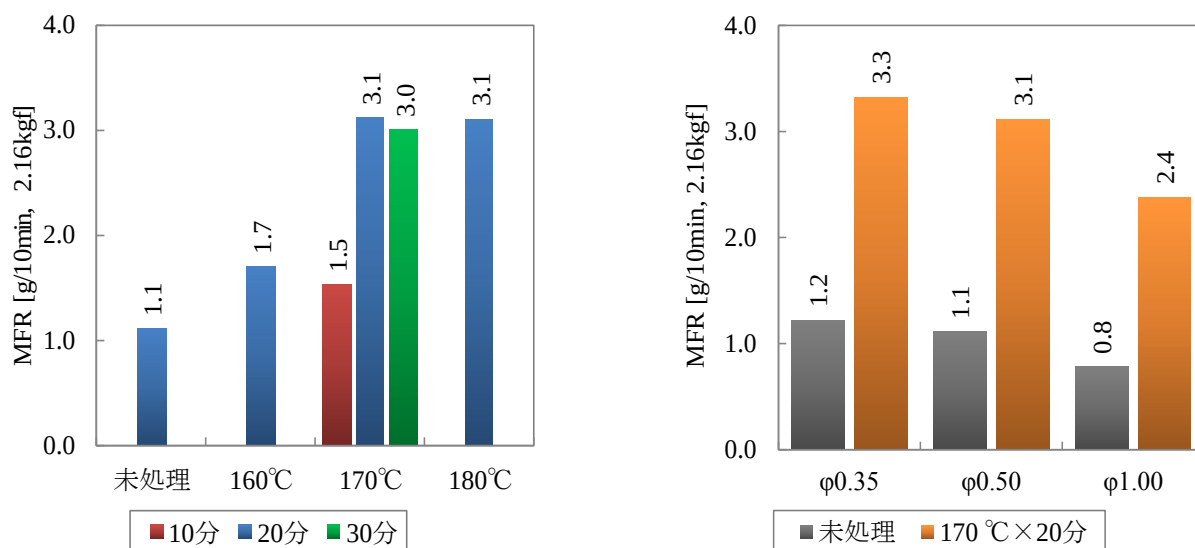


図 2-1-3-3 水熱処理条件による流動性の変化[(左)水熱処理条件、(右)粉碎条件]

続いて、水熱処理に伴い変化した CF の各性状と流動性についての関係性について、水熱処理は CF のどの因子に影響を与えており、流動性の改善に寄与しているかを調べた。

ここでは、それぞれ各種成分、粒子径、嵩比重と流動性の関係について検証した。図 2-1-3-4 において、各 CF の構成成分と MFR の関係を示す。

水熱処理によって優先的に分解されるヘミセルロース含有率が低下すると **MFR** 値が上昇していることが確認された。一方で、含有率の変化が小さいセルロースとリグニンは流動性と相関は見られなかった。よって、水熱処理による流動性の改善は CF 中のヘミセルロースを分解することに起因すると言える。

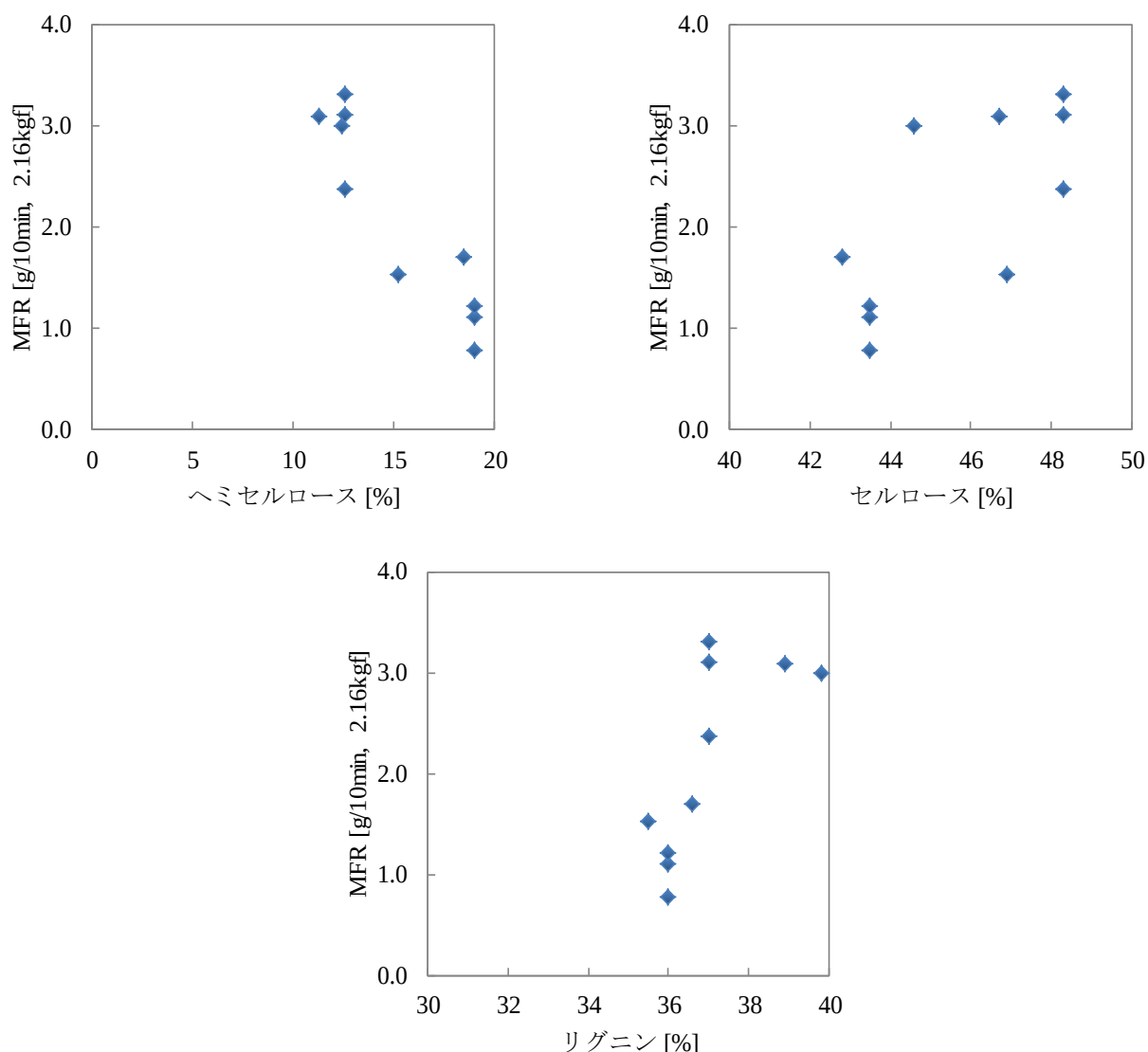


図 2-1-3-4 水熱処理による CF 構成成分変化に伴う流動性への影響
[(左上)ヘミセルロース、(右上)セルロース、(下)リグニン]

水熱処理は CF の構成成分を変化させるため、粉碎後の粒子形状にも変化を及ぼす可能性がある。そこで、流動性に寄与する因子評価のため、水熱処理による変化した CF 形状と流動性の関係を検証した。図 2-1-3-5 には、平均粒子径、嵩比重及び結晶化度と **MFR** の関係を示す。前述の結果より、熱履歴によって「小粒子化」「高嵩比重化」する傾向にあることがわかっているため、その 2 因子で流動性の傾向を評価したところ、嵩比重が増加すると流動性は向上する傾向が見られた。

また、昨年度の結果から、結晶化度は CF 中のセルロース含有率増加に依存して増加することがわかっている。今回の水熱処理の結果では、ヘミセルロース含有率の減少は見られたものの、セルロース含有率の変化は見られなかった。結晶化度と流動性についても同様に相関は見られなかった。

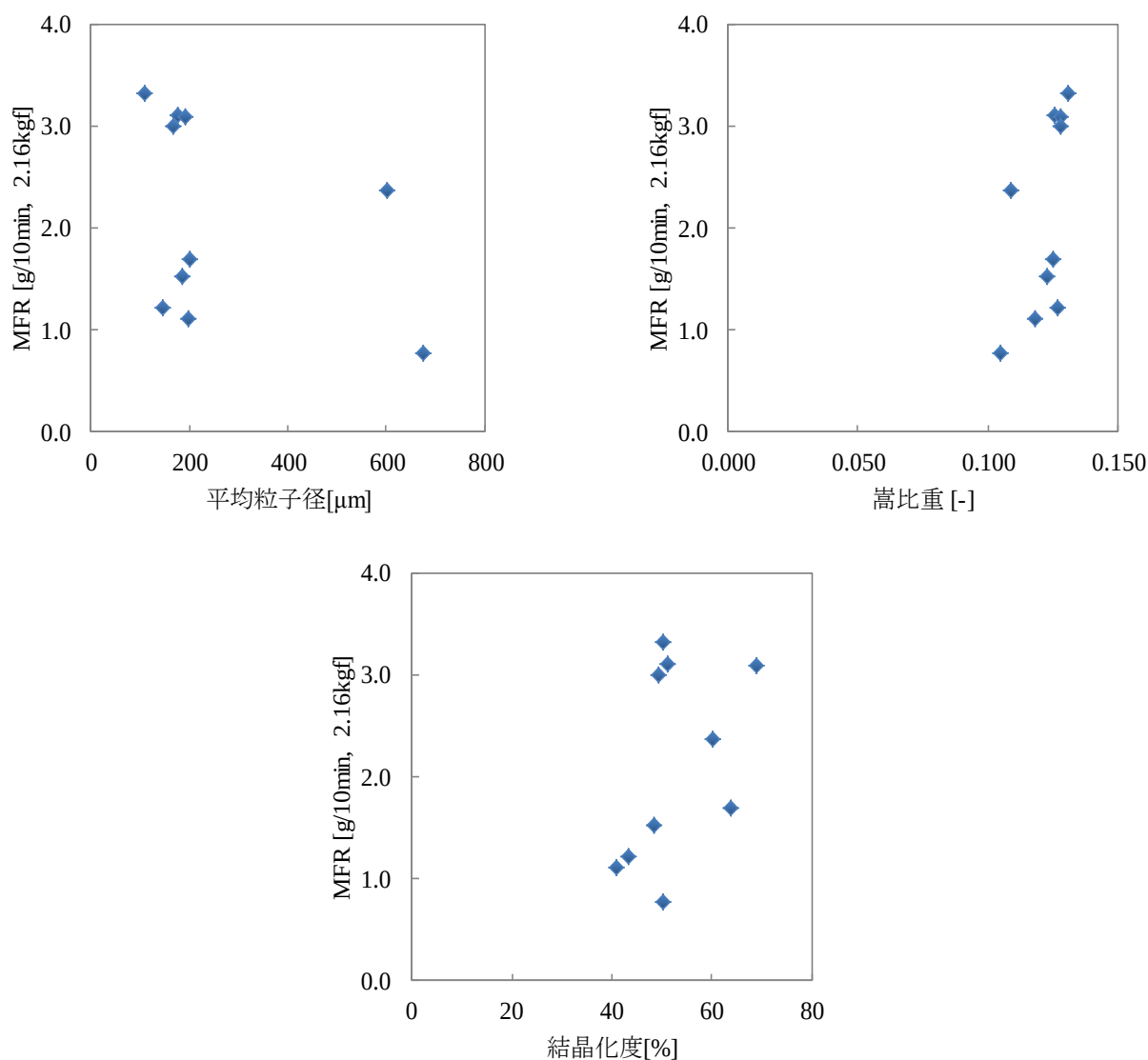


図 2-1-3-5 水熱処理による変化した粒子性状と流動性の関係
 [(左上)平均粒子径、(右上)嵩比重、(下)結晶化度]

以上の結果より、CF 添加 PP の流動性指標の目標値であった「MFR 3.0 g/10min 以上」を水熱処理によって達成することを実証した。今回検証した条件下において、水熱処理は CF 構成成分のうち特にヘミセルロースを優先的に分解し、一部セルロースの分解も開始していることが確認された。よって、ヘミセルロースだけではなくセルロースの成分変化を考慮することによって、水熱処理の進行度をより具体的に捉えることができる。そこで、水熱処理条件と CF 中のセルロース／ヘミセルロース比率の関係を図 2-1-3-6(左)に示した。

水熱処理中の熱履歴増加に伴い、セルロース／ヘミセルロース比率が増加していることがわかった。この比率と MFR 値の相関性が高いことが図 2-1-3-6(右)から読み取れる。

これらのことから、水熱処理は CF 添加 PP の流動性改善に有効であると言え、水熱処理の進行状況と流動性の関係を結びつける指標はセルロース／ヘミセルロース比率であると考ええる。

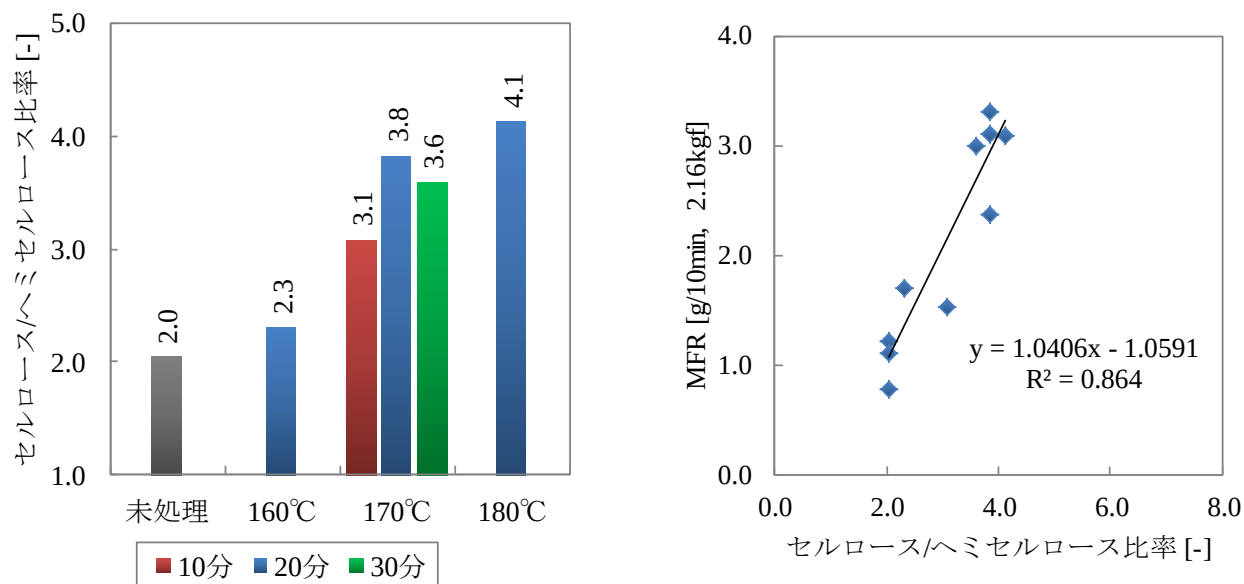


図 2-1-3-6 水熱処理によるセルロース／ヘミセルロース比率の変化と流動性との関係

圧縮処理による流動性改善効果の検証

圧縮処理によって作製した CF を用いた CF 添加 PP の流動性の測定結果を図 2-1-3-7 に示す。未処理 CF と比較すると、すべての圧縮処理条件において流動性を向上させる結果を得られた。ローラーコンパクターで処理した場合では MFR が目標値に到達しなかったが、ディスクペレッターで処理した場合には、すべての条件で目標である「MFR 3.0 g/10min 以上」を達成した。圧縮処理 CF を使用した CF 添加 PP の流動性は水熱処理品と比較して流動性の変化が大きい。そこで、圧縮処理によって変化した CF の性状との関係を調べて流動性向上に寄与する因子を調査した。

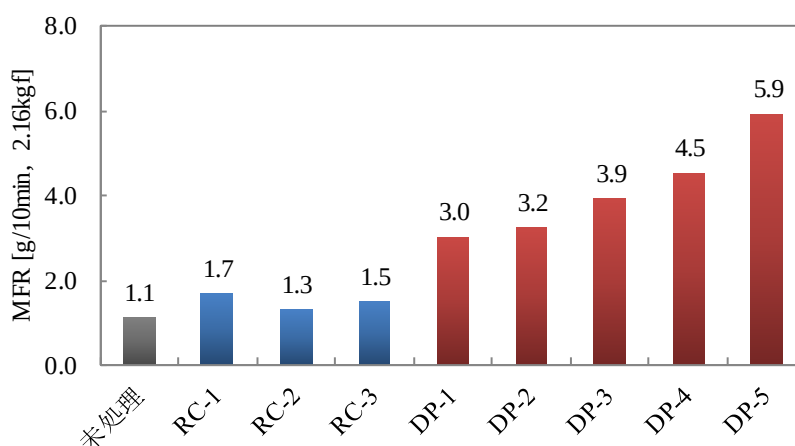


図 2-1-3-7 各圧縮処理条件に伴う流動性の変化

先述にて、圧縮処理では CF の粒子径と嵩比重を変化させることが確認されている。圧縮処理では流動性の改善効果が大きかったことから、その変化に寄与する因子を特定するためにそれぞれの関係性を調べた。その結果を図 2-1-3-8 に示す。

平均粒子径との関係をみると、全体的な傾向として平均径が小さい程流動性が高い傾向が見られた。これは昨年度に報告したマッピングの傾向に似ている。しかしながら、処理条件毎でみると、ディスクペレッターで評価したものについては平均粒子径が大きくなると流動性も高くなるという傾向があった。一方で嵩比重との関係を調べた結果、嵩比重の増加と MFR 値の上昇には相関性が見られた。よって、圧縮処理による流動性の改善において、嵩比重が重要な指標になることが分かった。

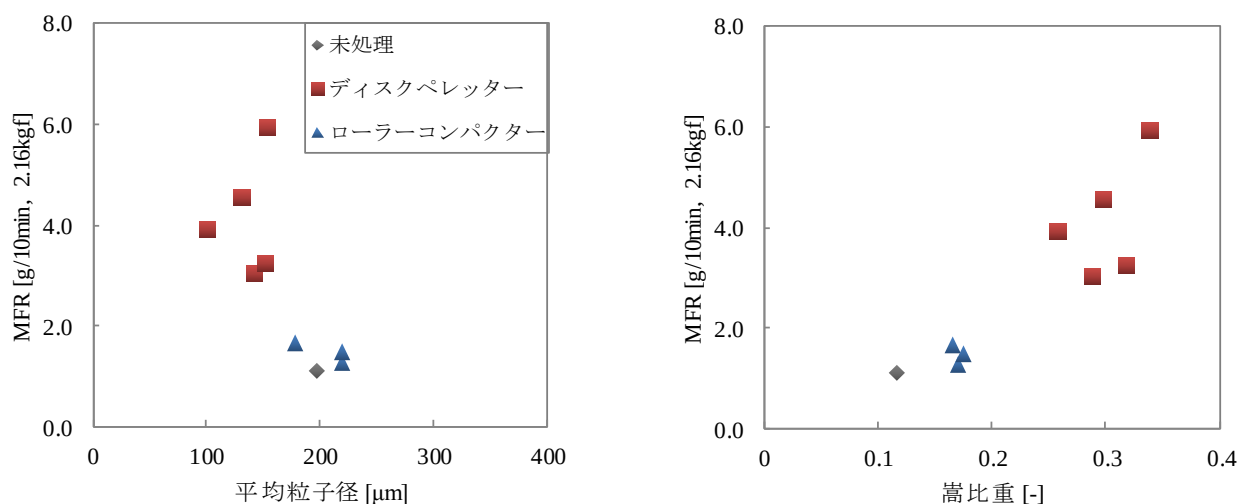


図 2-1-3-8 圧縮処理による変化した粒子性状と流動性の関係
[(左)平均粒子径、(右)嵩比重]

2.1.4. まとめ

本項では CF 添加 PP の流動性を改善するために、原料となる CF の改質処理を試みた。水熱処理条件の流動性向上に寄与する因子は、セルロース／ヘミセルロース比率であった。一方、圧縮処理条件の流動性向上に寄与する因子は、嵩比重であった。結果として、水熱処理及び圧縮処理の両手法において、成型流動性の目標値であった「MFR 3.0 g/10min 以上」を達成した。

また、圧縮処理の方が水熱処理よりも成型流動性の向上効果が高く、成型流動性を確保する CF の最適な処理方法は圧縮処理であると考ええる。

2.2. 難燃性を有する複合化技術の開発

[概要]

プラスチック製品では、電気、電子系機器を中心に、難燃性を求める用途も多い。しかし、CF は可燃性の素材であり、添加することで難燃性に対してプラス方向には働かない。さらに、プラスチックの難燃化には、難燃剤の多量な添加（一般的には 30%以上）が必要である。そこで、本事業では、燃焼時に CF が炭化層となることで、難燃性が付与される技術確立を目指した。本年度は難燃性が付与できる配合検証を試み、V-0 を確保する最適な CF 添加 PP の製造条件を確立することを目標とした。その結果、CF が木粉の場合は 40% 以上かつ難燃剤 APP（ポリリン酸アンモニウム）を 20%添加することで V-0 を達成することができた。また、難燃剤添加による CF 添加 PP の機械的特性への影響も解明した。更に、セルロースの場合は CF が 45%以上、APP を 20%添加する必要があることがわかった。以下に得られた結果の詳細を示す。

2.2.1. 難燃剤配合の検証

2.2.1.1. 目的

CF 添加 PP の用途拡大のためには、電気機器用途を中心に求められる難燃性を付与することが重要である。そこで、CF 添加 PP において難燃性能 V-0 を確保する処方を検証した。

2.2.1.2. 試験内容

2.2.1.2.1. サンプル条件

表 2-2-1-1 及び表 2-2-1-2 に示す配合をもとに、難燃性 CF 添加 PP を作製した。ここでは、CF としてスプルース由来木粉（平均粒子径: 45 μm 、WF）とセルロース（平均粒子径: 40 μm 、CeL）を用いた。PP は MFR = 100 g/10min のものを使用し、難燃剤は APP（タイエン K）を用いた。

表 2-2-1-1 木粉における難燃配合

No.	WF	PP	MaPP	APP	No.	WF	PP	MaPP	APP
	[%]	[%]	[%]	[%]		[%]	[%]	[%]	[%]
DC-13	40.0	58.4	1.6	-	DC-FR27	50.0	38.0	2.0	10.0
DC-14	45.0	53.2	1.8	-	DC-FR28	50.0	33.0	2.0	15.0
DC-15	50.0	48.0	2.0	-	DC-FR29	50.0	28.0	2.0	20.0
DC-FR21	40.0	48.4	1.6	10.0	DC-FR39	35.0	63.6	1.4	-
DC-FR22	40.0	43.4	1.6	15.0	DC-FR40	35.0	53.6	1.4	10.0
DC-FR23	40.0	38.4	1.6	20.0	DC-FR41	35.0	48.6	1.4	15.0
DC-FR24	45.0	43.2	1.8	10.0	DC-FR42	35.0	43.6	1.4	20.0
DC-FR25	45.0	38.2	1.8	15.0					
DC-FR26	45.0	33.2	1.8	20.0					

表 2-2-1-2 セルローズにおける難燃配合

No.	CeL	PP	MaPP	APP	No.	CeL	PP	MaPP	APP
	[%]	[%]	[%]	[%]		[%]	[%]	[%]	[%]
DC-16	40.0	58.4	1.6	-	DC-FR33	45.0	43.2	1.8	10.0
DC-17	45.0	53.2	1.8	-	DC-FR34	45.0	38.2	1.8	15.0
DC-18	50.0	48.0	2.0	-	DC-FR35	45.0	33.2	1.8	20.0
DC-FR30	40.0	48.4	1.6	10.0	DC-FR36	50.0	38.0	2.0	10.0
DC-FR31	40.0	43.4	1.6	15.0	DC-FR37	50.0	33.0	2.0	15.0
DC-FR32	40.0	38.4	1.6	20.0	DC-FR38	50.0	28.0	2.0	20.0

2.2.1.2.2. 試験方法

水平燃焼試験

表 2-2-1-1 及び表 2-2-1-2 のうち、CF 添加量が 40% ~50%の配合で UL94 規格に基づき、水平燃焼試験を実施した。「幅 13 mm、長さ 125 mm、厚さ 1.6 mm」と「幅 13 mm、長さ 125 mm、厚さ 3.2 mm」の 2 種類の試験片を射出成形で作成し試験に用いた。図 2-2-1-1 に示すように、試験片の自由端から 25 mm 及び 100 mm の箇所に標線を付けた。すべての試験片にて試験前に熱風乾燥機で 80 °C × 24 時間以上の熱風乾燥を行った。試験片の本数は各条件につき 3 本とし、HB 評価の判定基準に関して、3 本のうち 1 本のみ不合格の場合はさらに 3 回試験を行い、すべてが合格の場合、適合とした。

試験装置の概略を図 2-2-1-2 に示す。試験片の長さ方向は水平に、幅方向は水平に対して 45°の角度で保持し、滴下の影響を防ぐために試験片の下に金網を設置した。炎の高さを約 20 mm、試験片端とガストーチバーナー口との距離を 10 mm、接炎角度を 45°で試験を行った。接炎は 30 秒間もしくは火が試験片の自由端から 25 mm の標線箇所に達するまで行った。点火には可燃性ガス（榮製機株式会社製, RT-20/HC シリーズ用 R200）を燃料とするガストーチバーナーを使用した。試験は空気の流れを感じない室内で行った。

水平燃焼試験では、25 mm ~ 100 mm 間の燃焼時間から燃焼速度を算出し、燃焼特性の評価に用いた。また、自己消火性の有無も確認した。

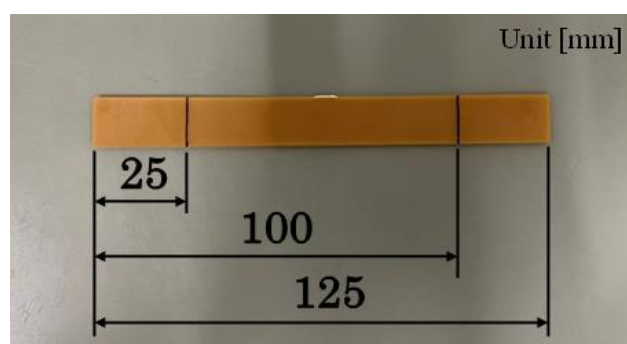


図 2-2-1-1 水平燃焼試験片

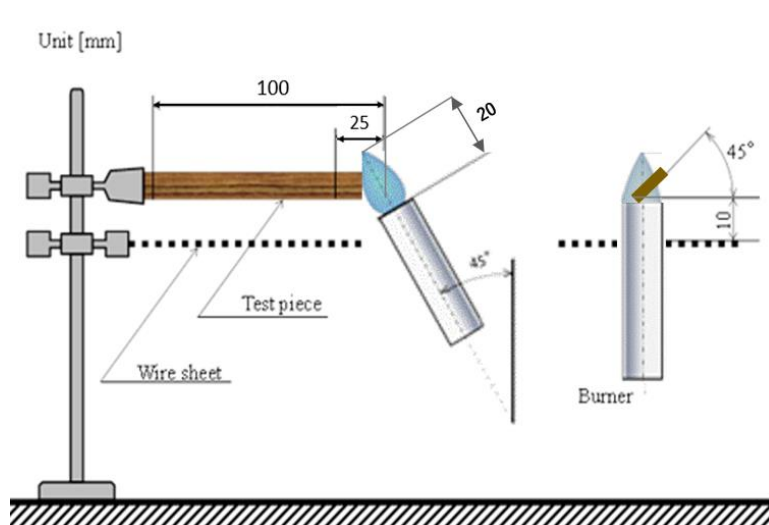


図 2-2-1-2 UL94 水平燃焼試験

垂直燃焼試験

水平燃焼試験において自己消火性を示した試料のみに対して、UL94 規格に基づき垂直燃焼試験を実施した。水平燃焼試験と同様の 2 種類の試験片を試験に用いた。すべての試験片に関して試験前に熱風乾燥機で 80 °C × 24 時間以上の熱風乾燥を行った。試験片の本数は各試料につき 5 本とした。ただし、5 本のうち 1 本のみ不合格の場合はさらに 5 回試験を行い、すべてが合格の場合、適合とした。

試験方法の概略を図 2-2-1-3 に示す。試験片を垂直に固定し、水平燃焼試験と同様のバーナーを用いて試験を行った。また、試験は空気の流れを感じない室内で行った。炎の高さを約 20 mm、試験片下端とガストーチバーナー口との距離を 10 mm として、試験片の真下から接炎を行った。1 度目の接炎を 10 秒間行い、その後 30 秒以内に燃焼が終了した場合は 2 度目の接炎を 10 秒間行い、燃焼時間を記録、燃焼の合計時間を求めた。

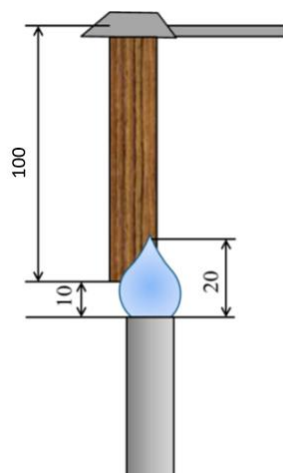


図 2-2-1-3 UL94 垂直燃焼試験

コーンカロリメータ試験

燃焼特性を定量的に評価するためにコーンカロリメータ試験を行った。射出成形によって 100 mm × 100 mm × 3 mm の試験片を作成し、試験を行った。試験は ISO5660-1 に従って実施した。コーンカロリメータ試験によって、燃焼時の酸素消費量から発熱速度、発熱量及び総煙生成量を測定した。

炭化層厚み測定

射出成形機（PLASTER ET-40V、東洋機械金属株式会社製）を用いて図 2-2-1-4 に示すダンベル試験片を作成し、その後試験片を切断、10 mm × 10 mm × 4 mm の試験片を作成した。そして試験片を熱風乾燥機にて 80 °C で 24 時間乾燥させた後にマッフル炉に投入し、550 °C で試験片を燃焼した。燃焼時間は 20 秒、30 秒、40 秒とした。燃焼後試験片を水没させ急冷した。その後、炭化層が崩れないように試験片を切断し、エポキシ樹脂で硬化させた。断面を実体顕微鏡（MT9430、メイジテクノ株式会社製）で撮影した。コンピュータソフト Sigma Scan Pro 5 を用いて撮影画像より炭化層厚みを測定した。

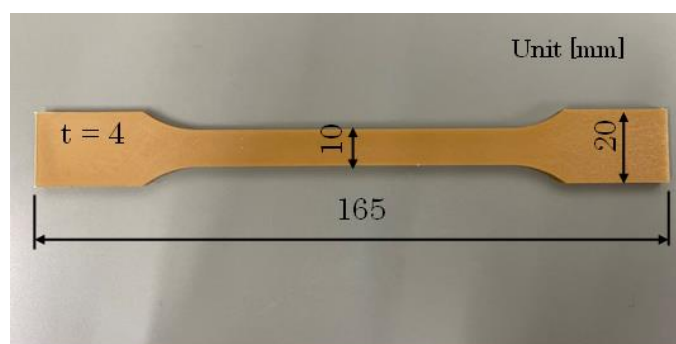


図 2-2-1-4 ダンベル試験片

2.2.1.3. 試験結果

水平燃焼試験

CF 添加量が 40%~50%の配合における水平燃焼試験結果を表 2-2-1-3 に示す。ここで、燃焼速度は各条件にて自己消化性を示さなかった試験片の燃焼速度の平均値であり、UL94 規格に基づいた V-0、V-1 等の難燃性評価は後述の垂直燃焼試験結果による。自己消化性を示さなかった試験片については、厚さ 3 mm 未満の試料で燃焼速度 75 mm/min 以下、厚さ 3 mm 以上の試料で燃焼速度 40 mm/min 以下を達成していることを条件に UL94 規格の HB 評価を与えた。

APP 無添加の場合、木粉では添加量 50%以上で HB 判定となったが、セルロースでは添加量にかかわらず HB には到達しなかった。また、DC-FR25、DC-FR26、DC-FR28、DC-FR29、DC-FR35、DC-FR37 及び DC-FR38 に関しては、厚みが 1.6 mm、3.2 mm の両方の試験片で 3 回の試験すべてで自己消化性を示した。この結果より、CF 添加量が 45%以上かつ APP 添加量が 15%以上となると、難燃性が高くなる傾向にあることがわかった。

表 2-2-1-3 水平燃焼試験結果

No.	厚み t [mm]	燃焼速度 [mm/min]	自己 消化 数	UL94 規格	No.	厚み t [mm]	燃焼速度 [mm/min]	自己 消化 数	UL94 規格
DC-13	1.6	63.1	0	HB	DC-FR27	1.6	9.82	0	HB
	3.2	41.7	0	-		3.2	-	3	HB
DC-14	1.6	61.7	0	HB	DC-FR28	1.6	-	3	HB
	3.2	40.4	0	-		3.2	-	3	V-0
DC-15	1.6	55.9	0	HB	DC-FR29	1.6	-	3	V-0
	3.2	38.0	0	HB		3.2	-	3	V-0
DC-16	1.6	64.9	0	HB	DC-FR30	1.6	42.4	0	HB
	3.2	45.7	0	-		3.2	26.4	0	HB
DC-17	1.6	66.3	0	HB	DC-FR31	1.6	36.7	0	HB
	3.2	44.3	0	-		3.2	9.38	2	V-1 ^{*1}
DC-18	1.6	62.5	0	HB	DC-FR32	1.6	14.4	1	HB
	3.2	40.2	0	-		3.2	-	3	V-0
DC-FR21	1.6	36.0	0	HB	DC-FR33	1.6	44.0	0	HB
	3.2	21.3	0	HB		3.2	12.5	0	HB
DC-FR22	1.6	27.1	0	HB	DC-FR34	1.6	15.6	2	HB
	3.2	-	3	V-0 ^{*1}		3.2	-	3	V-0
DC-FR23	1.6	17.3	2	V-0	DC-FR35	1.6	-	3	V-0
	3.2	-	3	V-0		3.2	-	3	V-0
DC-FR24	1.6	29.6	0	HB	DC-FR36	1.6	27.3	0	HB
	3.2	-	3	HB		3.2	-	2	HB
DC-FR25	1.6	-	3	HB	DC-FR37	1.6	-	3	HB
	3.2	-	3	V-0		3.2	-	3	V-0
DC-FR26	1.6	-	3	V-0	DC-FR38	1.6	-	3	V-0
	3.2	-	3	V-0		3.2	-	3	V-0

*1: 判定を V-0、V-1 としたものは、後述の垂直燃焼試験の結果も含んだ判定とする。

<u>DC-FR21</u>		t=1.6mm T=60s T=90s t=3.2mm T=60s T=90s			
WF	40%				
APP	10%				
<u>DC-FR23</u>		t=1.6mm T=60s T=90s t=3.2mm T=60s T=224s			
WF	40%				
APP	20%				

図 2-2-1-5 水平燃焼試験結果の一例

垂直燃焼試験

水平燃焼試験にて自己消化性を示した試験片に対して垂直燃焼試験を行った。ここでは、CF と APP の下限添加量を調べるために、WF35%における APP 添加量 0%~20%の配合についても調査した。まず、垂直燃焼試験で V-0 を達成した 5 種類の配合 (DC-FR23、DC-FR26、DC-FR29、DC-FR35、DC-FR38) の垂直燃焼試験結果を表 2-2-1-4 及び表 2-2-1-5 に示す。

この 5 種類のすべてにおいて、厚みが 1.6 mm、3.2 mm の両方の試験片で、1 度目と 2 度目の接炎後すぐに自己消化した。この時、ドリップやクランプ部までの燃焼も確認されなかったため、これらは全て V-0 評価となった。一方で、水平燃焼試験において自己消化性を示したものの、垂直燃焼試験において V-0 評価基準に満たなかったものに関しては UL94 規格の V-1 及び HB 評価となった。

また、WF 添加量が 35%の配合については、APP 添加量が 20%の場合、試験片厚み 3.2 mm においては V-1 となったものの、V-0 に到達するものはなかった(表 2-2-1-6)。

表 2-2-1-4 垂直燃焼試験結果 (DC-FR23、DC-FR26、DC-FR29)

DC-FR23					DC-FR26					DC-FR29				
	t=1.6[mm]		t=3.2[mm]			t=1.6[mm]		t=3.2[mm]			t=1.6[mm]		t=3.2[mm]	
No.	残炎時間 [s]		残炎時間 [s]		No.	残炎時間 [s]		残炎時間 [s]		No.	残炎時間 [s]		残炎時間 [s]	
	①	②	①	②		①	②	①	②		①	②	①	②
1	1	0	0	0	1	0	1	0	0	1	0	0	0	0
2	0	1	0	0	2	1	0	0	3	2	1	0	0	0
3	0	0	0	0	3	0	2	0	0	3	0	0	0	0
4	0	2	0	0	4	0	0	0	0	4	0	5	0	0
5	0	1	0	0	5	0	0	0	0	5	0	3	0	0

表 2-2-1-5 垂直燃焼試験結果 (DC-FR35、DC-FR38)

DC-FR35				
	t=1.6[mm]		t=3.2[mm]	
No.	残炎時間		残炎時間	
	[s]		[s]	
	①	②	①	②
1	0	3	0	0
2	0	0	0	0
3	0	0	0	0
4	0	2	0	0
5	0	1	0	0

DC-FR38				
	t=1.6[mm]		t=3.2[mm]	
No.	残炎時間		残炎時間	
	[s]		[s]	
	①	②	①	②
1	0	0	0	0
2	0	1	0	0
3	0	2	0	0
4	1	7	0	0
5	0	6	0	0

表 2-2-1-6 垂直燃焼試験結果 (DC-FR39 ~DC-FR42)

DC-FR39				
	t=1.6[mm]		t=3.2[mm]	
No.	残炎時間		残炎時間	
	[s]		[s]	
	①	②	①	②
1	50	-	50	-
2	50	-	50	-
3	-	-	-	-
4	-	-	-	-
5	-	-	-	-

DC-FR40				
	t=1.6[mm]		t=3.2[mm]	
No.	残炎時間		残炎時間	
	[s]		[s]	
	①	②	①	②
1	50	-	50	-
2	50	-	50	-
3	-	-	-	-
4	-	-	-	-
5	-	-	-	-

DC-FR41				
	t=1.6[mm]		t=3.2[mm]	
No.	残炎時間		残炎時間	
	[s]		[s]	
	①	②	①	②
1	27	35	50	-
2	29	17	50	-
3	-	-	-	-
4	-	-	-	-
5	-	-	-	-

DC-FR42				
	t=1.6[mm]		t=3.2[mm]	
No.	残炎時間		残炎時間	
	[s]		[s]	
	①	②	①	②
1	43	7	13	3
2	42	17	14	9
3	-	-	14	2
4	-	-	8	1
5	-	-	8	4

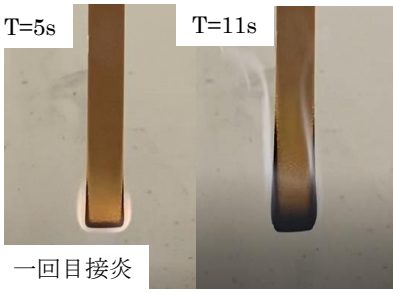
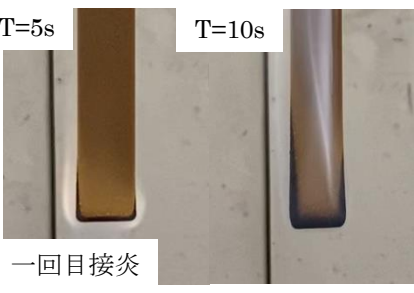
		t = 1.6 mm		t = 3.2 mm	
<u>DC-FR23</u>					
WF	40%				
APP	20%				

図 2-2-1-6 垂直燃焼試験結果の一例

以上の結果より、CF 添加量と APP 添加量の組み合わせによる難燃性評価結果について表 2-2-1-7 には木粉での評価結果、表 2-2-1-8 にはセルロースの評価結果をまとめた。その結果、V-0 を達成する CF と APP の最少配合は「CF40%かつ APP20%」であることがわかり、本年度の目標である V-0 を確保する最適な処方確立した。

表 2-2-1-7 木粉における難燃性の評価一覧

		APP 添加量 [%]							
		0		10		15		20	
試験片厚み		t=1.6	t=3.2	t=1.6	t=3.2	t=1.6	t=3.2	t=1.6	t=3.2
WF 添加量 [%]	35	not V ^{*2}	not V	not V	not V	not V	not V	not V	V-1
	40	HB	-	HB	HB	HB	V-0	V-0	V-0
	45	HB	-	HB	HB	HB	V-0	V-0	V-0
	50	HB	HB	HB	HB	HB	V-0	V-0	V-0

*2: CF35%では垂直燃焼試験のためのため HB の判定はせず、V 評価に満たないものは”not V”と表記した。

表 2-2-1-8 セルロースにおける難燃性の評価一覧

		APP 添加量 [%]							
		0		10		15		20	
試験片厚み		t=1.6	t=3.2	t=1.6	t=3.2	t=1.6	t=3.2	t=1.6	t=3.2
CeL 添加量 [%]	40	HB	-	HB	HB	HB	V-1	HB	V-0
	45	HB	-	HB	HB	HB	V-0	V-0	V-0
	50	HB	-	HB	HB	HB	V-0	V-0	V-0

コーンカロリーメータ試験

表 2-2-1-9 にコーンカロリーメータ試験の結果を示す。また、図 2-2-1-7 及び図 2-2-1-8 には、総発熱量と時間変化、発熱速度と時間変化についてのグラフを示す。

まず、APP の添加による難燃化への影響調査のため、CF 添加量が 40%における APP 添加量 0%と 10%の配合にて WF (DC-13 と DC-FR21) と CeL (DC-16 と DC-FR30) でそれぞれ比較を実施した。APP 無添加の場合、総発熱量及び発熱速度が高いため、十分な難燃性を発揮することができていないと考えられる。そこで APP を 10%添加すると、WF、CeL のどちらにおいても総発熱量と発熱速度が低下している。また、APP を添加した配合では、いずれも試験開始後 50 秒付近から急激に発熱速度が減少している。この要因の 1 つとして、APP が加熱されたことによる CF 系の脱水炭化の促進が考えられる。APP は 250 °C 付近で分解を開始し、300 °C 付近で急激にアンモニアを放出、メタリン酸が生成される。そして、このメタリン酸が CF の脱水炭化（炭化層の形成）を促進し、その結果発熱を抑えることができたと考えられる。また、炭化層の形成のみならず、APP の熱分解工程で生じるリン酸が試料表面を覆ったことや放出されたアンモニアや水が不燃性ガスとして難燃化に寄与したことなども推察される。

次に、CF 添加量の難燃化への影響を調べるために、CF 添加量が 40%と 50%の配合にて比較した (WF: DC-FR21 と DC-FR27、CeL: DC-FR30 と DC-FR36)。CF の増加によって、ピーク発熱速度が低下する傾向にあったが、総発熱量及び平均発熱速度に関しては有意な差が見られなかった。

コーンカロリーメータ試験前後の試料写真一例を表 2-2-1-10 に示す。今回、燃焼試験において最も良い V-0 評価になった配合の 1 つである DC-FR29 (WF: 50%、APP: 20%) はコーンカロリーメータ試験においても全てのサンプルの中でも最も低い総発熱量及び最大発熱速度の値を示し、試験後のサンプル質量も多く、質量減少の程度も小さいことが伺えた。

つまり、他の試料に比べてより早い段階で炭化層が形成され、その結果発熱を抑えることができたと考えられる。よって、CF 及び APP の添加量を増加させることで、APP による脱水炭化反応が促進され、試料への伝熱並びに揮発性の可燃性物質の拡散防止により、高い難燃性を実現することが可能であると考えられる。

表 2-2-1-9 コーンカロリメータ試験結果

項目	DC-13	DC-16	DC-FR21	DC-FR27	DC-FR29	DC-FR30	DC-FR36
試料厚さ[mm]	3.81	3.82	3.83	3.83	3.84	3.82	3.84
試験前サンプル質量[g]	39.10	40.03	41.56	43.57	47.08	42.38	44.90
試験時間[min]	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
総発熱量[MJ/m ²]	135.49	136.38	99.56	89.38	72.99	97.07	92.11
発熱速度が 200kW/m ² を継続 して超えた時間 [sec]	332.00	285.40	43.10	21.70	12.30	27.80	21.30
試験後に裏面に至 る亀裂・穴の有無	有	有	有	有	有	有	有
試験後サンプル質 量[g]	1.40	0.59	9.43	11.01	16.17	11.60	11.26
質量減少[g]	37.70	39.44	32.13	32.56	30.91	30.78	33.64
最大発熱速度 [kW/m ²]	510.17	493.37	337.94	254.38	230.88	325.97	261.66
総煙生成量 [m ² /m ²]	1804.7	1632.1	1760.4	1471.2	1721.2	1958.4	1389.9

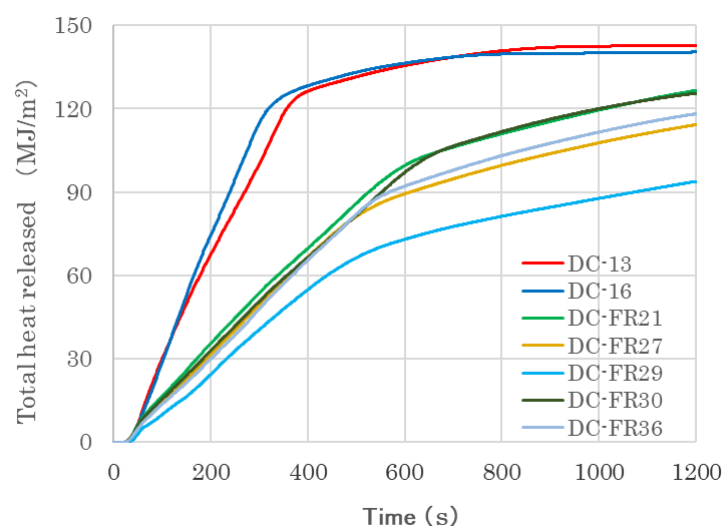


図 2-2-1-7 総発熱量の時間変化

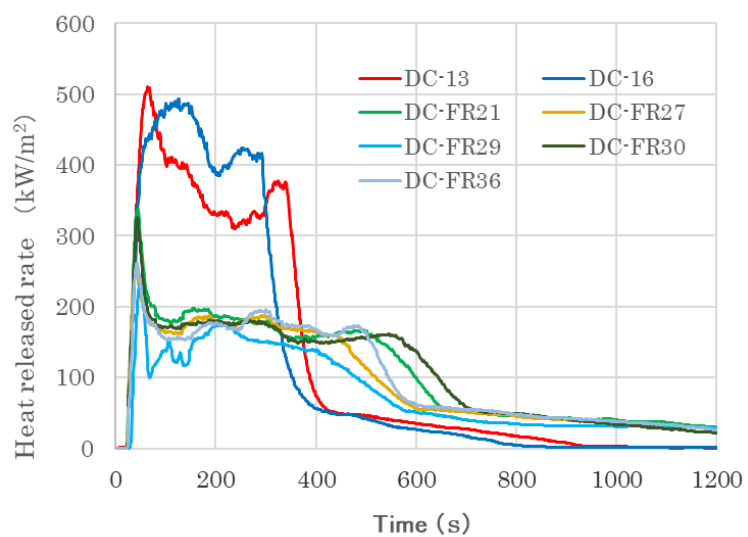


図 2-2-1-8 発熱速度の時間変化

表 2-2-1-10 コーンカロリメータ試験前後の試料写真一例

試料	試験前	試験後
DC-13		
DC-FR29		

炭化層厚み測定

炭化層形成による難燃機構が発現したと考えられることを受けて、炭化層の厚さを測定し、そこから炭化層形成速度を求めた結果を図 2-2-1-9（左）に示す。測定の対象としたのは同図に示す 10 条件の試料である。

燃焼時に炭化層が形成される際、炭化層の形成速度が速い試料ほど、早い段階で断熱性やガスバリア性を発現し、より高い難燃性を確保することが可能であると考え炭化層の厚みについて測定を行った。しかし、図 2-2-1-9（左）に示すように、今回の測定では炭化層形成速度が大きいほど難燃性が優れているといった結果は得られなかった。

炭化層厚さから求めた炭化層形成速度と難燃性の間に相関がみられなかったことを受けて、難燃効果を発揮しうる別の要因として炭化層の密度を考えた。密度が高ければ、燃焼の過程で生成した可燃性物質の拡散を防ぎより優れた難燃性を確保することが可能であると考えた。炭化層の密度は燃焼後の試験片の質量を測定した後、形成された炭化層を削り落として試験片の質量を測定することで炭化層の質量を求め、その値を用いて密度を算出した。

炭化層厚さと炭化層密度の関係を図 2-2-1-9（右）に示す。図 2-2-1-9（右）中のシンボルについて、V-0 評価を達成した材料（厚み: 3.2 mm）は Open circle で、V-0 を達成できなかった材料は Closed circle で示した。本測定より、V-0 評価を達成した試料ほど炭化層密度が大きいという結果が得られた。つまり、良好な難燃性が得られる際のメカニズムとして、厚い炭化層が形成されることよりも、密な炭化層が形成されることが求められると考えられる。

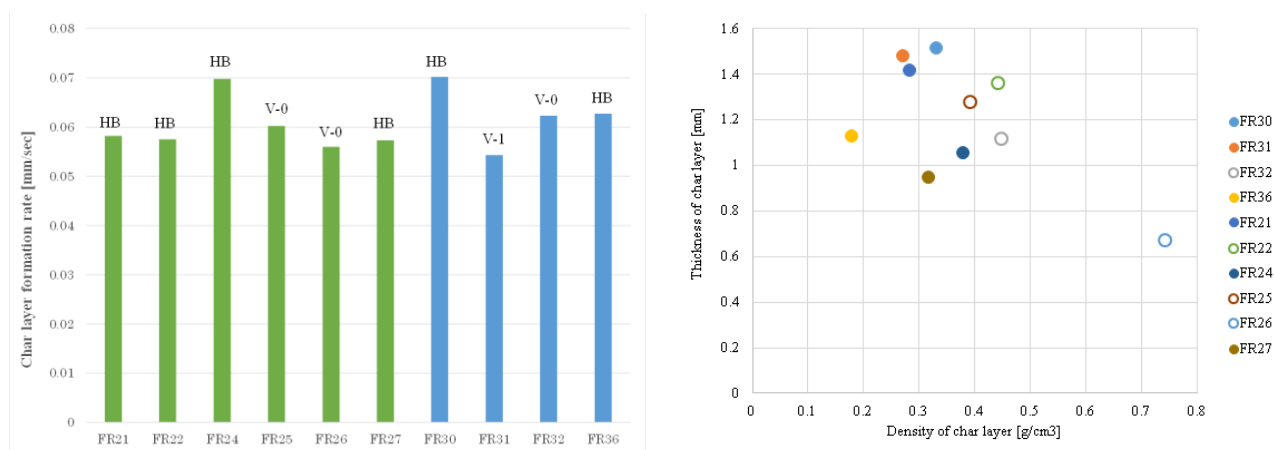


図 2-2-1-9 炭化層形成速度（左）と炭化層の厚さと密度の関係（右）

2.2.2. 難燃化と各種成形体性能の関連性検証

2.2.2.1. 目的

前項で検証した難燃化処方では、難燃性を付与するために難燃剤であるAPPを添加している。このため、最終材料としての各種特性、例えば、引張特性、クリープ特性などの機械的性質およびトライボロジー特性と機械加工特性などの様々な性能への影響が懸念される。本項では難燃化条件が成形体性能に及ぼす影響について検証した。

2.2.2.2. 試験方法

基礎物性評価用試験片の作製

作製したコンパウンドを 80 °C に設定した強制対流定温乾燥機にて乾燥した後、小型射出成形機（babyplast 6/10、Rambaldi 製）を用いて、成形温度 200 °C、射出圧 50 bar にて短冊試験片及びダンベル試験片にそれぞれ成形した。短冊試験片は厚さ 4 mm、幅 10 mm、長さ 80 mm、一方、ダンベル試験片は平行部の厚さ 2 mm、幅 5 mm、長さ 30 mm、つかみ部幅 10 mm、全長 80 mm を作製した。

各種機械的特性評価用試験片の作製

本項では、「2.2.1 難燃剤配合の検証」にて作製した各種難燃化処方されたサンプルの機械的諸特性（常温引張特性、高温引張特性、引張クリープ特性及び機械加工特性）を詳細に評価した。そのサンプルの作製については、コンパウンドを80 °C に設定した強制対流定温乾燥機にて乾燥した後、射出成形機（Si-100-6、東洋機械金属社製）を用いて、図2-2-2-1に示す射出条件でJIS K 7162-1994 に定められる1 Aダンベル試験片を成形した。なお、本試験片は機械加工特性評価にも用いた。

Injection Pressure [MPa]	150
Back pressure [MPa]	5
Holding pressure [MPa]	40
Cylinder temperature [°C]	175
Tool temperature [°C]	60
Screw rotation speed [rpm]	100
Injection speed [mm/sec]	50
Holding time [sec]	10
Cooling time [sec]	15

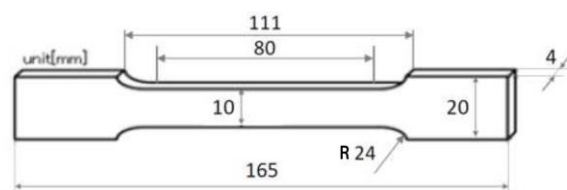


図2-2-2-1 ダンベル試験片の射出条件（左）とCF添加PPの引張試験片形状（右）

基礎物性試験

上記で作製した試験片を用いて基礎物性試験（曲げ試験、引張試験、衝撃試験）はいずれも温度 23 ± 1 °C、湿度 50 ± 5 %RH の実験環境の下で行った。

（曲げ試験）

試験には万能試験機（TENSIRON RTG-1250、エー・アンド・デイ社製）を用い、スパン 48 mm、中央集中荷重からなる 3 点曲げ試験を試験速度 2 mm/min の速度一定制御で行った。弾性率の解析は自動で行い、曲げ強度（ σ_f ）、曲げ弾性率（ E_f ）を下記式（1）、（2）より算出した。

$$\sigma_f = (3F_f L_f)/(2bh^2) \text{ [MPa]} \quad (1)$$

$$E_f = (L_f^3 m_f)/(4bh^3) \times 10^{-3} \text{ [GPa]} \quad (2)$$

ここで、 F_f は曲げ試験時の最大荷重、 L_f は支点間距離、 b は試験片の幅、 h は厚さ、 m_f は弾性域の傾きで、解析開始点を 0.05 %GL、終了点を 0.25 %GL とした荷重—変位線図上平均傾きである。

（引張試験）

ダンベル型試験片を用いて万能試験機（TENSIRON RTG-1250、エー・アンド・デイ社製）を用い、試験速度 20 mm/min 一定の速度制御で行った。弾性率の解析は自動で行い、解析開始点 0.05 %GL、終了点 0.25 %GL とし、標線間距離（GL）16 mm とした。また、伸びの算出にはチャック間変位を用い、初期チャック間距離 30 mm とした。引張強度（ σ_t ）は下記式（3）より算出した。

$$\sigma_t = F_t/A_0 \text{ [MPa]} \quad (3)$$

ここに、 F_t は引張試験時の最大荷重、 A_0 は初期断面積である。

（衝撃試験）

衝撃試験には容量 2 J のシャルピー衝撃試験機（U-F インパクトテスター、上島製作所）を用い、ノッチなし試験片とノッチ付き試験片について試験した。式（4）により算出されたシャルピー衝撃強さをそれぞれ $I.V_N$ 、 $I.V$ とした。

$$I.V_N \text{ or } I.V = W/bh \times 10^3 \text{ [kJ/m}^2\text{]} \quad (4)$$

※W: 衝撃試験時の吸収エネルギー、 b : 試験片の幅、 h : 厚さ

（流動性）

流動性の評価指標として、MFR を用いた。メルトインデクサー（Melt Indexer G-01、東洋精機製作所製）を用いて、荷重 2.16 kgf、測定温度 230°C の条件にて測定した。

高温引張試験

図 2-2-2-1 に示した JIS K 7162-1994 に規定されるダンベル型試験片に対して恒温槽を装備した万能試験機(オートグラフ AG-Xplus、島津製作所社製)を使用して、標点距離 80 mm、引張速度 1.0 mm/min の条件で引張試験を行った。試験温度は室温 (17 °C)、高温 (80 °C) の 2 水準を設定した。恒温槽中で高温引張試験を行う際、加熱開始の後、試験片の温度が設定した試験温度に達した後、さらに 30 分間保持した後に引張を開始した。引張試験は各条件で 5 回実施し、その平均値を用いて評価した。

引張クリープ試験

引張クリープ試験には、高分子用引張クリープ試験機 (CREEP TESTER L100ER、東洋精機製作所社製) を用いた。図 2-2-2-1 に示したダンベル型試験片を恒温槽内のチャックに取り付け、恒温槽内の温度が 80 °C、標点距離 110 mm (チャック間) とし、あらかじめ 80 °C で試験された各サンプルの引張強度に対して、60%、80%、90% の 3 水準にて一定応力下の条件で引張クリープ試験を行った。恒温槽中で高温引張試験を行う際、試験片の温度が設定した試験温度に達した後、さらに 30 分間保持した後にクリープ試験を開始した。クリープ試験は各条件で 3 回実施し、その平均値を用いて破断クリープひずみ及びクリープ寿命を評価した。

トライボロジー特性評価試験

トライボロジー特性を評価するため、以下に示す摩擦摩耗試験、摩耗量測定、EDS 分析、ビッカース硬さ試験をそれぞれ実施した。

(摩擦摩耗試験)

本実験では室温・乾式下で押出方向に対して垂直な断面に摩擦摩耗試験を行った。試験機には Ball-on-disk 型試験機 (FPR2200、レスカ社) を使用した。また、摩擦係数の評価方法は、Ball-on-disk 試験中、ボール・ディスク間に発生するトルク T および垂直荷重 P を用いて、以下に示す式を用いて摩擦係数 μ を算出する。ただし、 r はボールの回転半径である。摩擦摩耗試験の条件を表 2-2-2-1 に示す。

$$\mu = T/(P \cdot r) \quad (5)$$

表 2-2-2-1 摩擦摩耗試験の実験条件

Experimental device	Ball-on disc type friction tester (FPR2100)
Movement	Rotation
Ball	Bearing steel polished ball (SUJ-2, $\Phi 4.76$)
Load	1[N]
Experiment time	3600[s]
Circumferential speed	20[mm/s](Approx 64 rpm)
Circumferential radius	3[mm]

(摩耗量測定)

本実験では摩耗特性を評価するために形状解析レーザ顕微鏡（以下、レーザ顕微鏡、VK-X210、キーエンス社製）を用いて、ラインプロファイル測定により摩耗量を測定した。

(EDS 分析)

材料の分散性の調査を行うために走査型電子顕微鏡（TM3030Plus、日立ハイテク社製）を用いて試料表面の EDS 分析を行った。なお、EDS 分析では CF 種による違いを調べるために DC-FR27、DC-FR36 のみを使用した。観察倍率は 800 倍で行った。炭素 (C)、酸素 (O) の分布の調査を行った。C の分布は主に PP、O の分布は主に CF である。

(ビッカース硬さ試験)

押出方向に対して平行な方向の硬さを測定した。ビッカース硬さ試験を行う前に、試験片表面を鏡面研磨した。ビッカース硬さは、各試料に対して 10 ヲ所測定した。

(機械加工特性試験)

図 2-2-2-2 に実験概要を示す。種々の配合率（表 2-2-1-1 及び表 2-2-1-2）で成形した CF 添加 PP（被削材）をエンドミルによって側面切削したときに生じた切削抵抗・切削温度を測定した。切削抵抗は工作機械のテーブルに取り付けた 3 軸動力計によってサンプリングレート $f_s = 5000 \text{ Hz}$ で計測し、切削温度は被削材の側面からサーモカメラによって $f_s = 150 \text{ Hz}$ で計測した。被削材の一例を図 2-2-2-3、加工条件を表 2-2-2-2 に示す。工作機械には Accumill 4000（DMG 森精機株式会社製）、エンドミルには 2 枚刃のスクエアエンドミル WXL-2D-DE（オーエスジー株式会社製）を用いた。

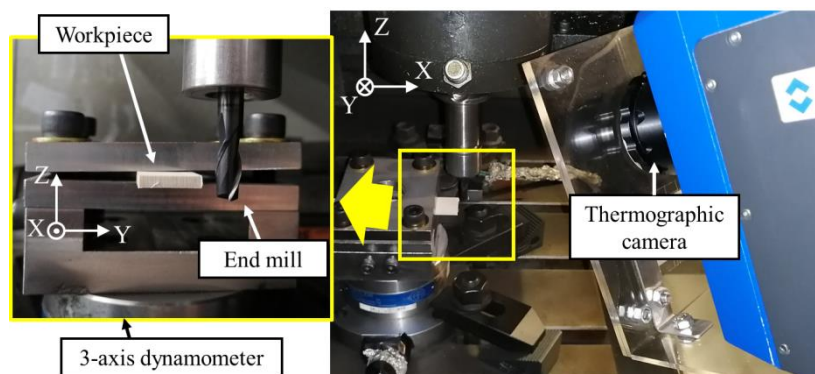


図 2-2-2-2 切削実験の概要

表 2-2-2-2 加工条件

Spindle speed $S [\text{min}^{-1}]$	6000
Feed speed $F [\text{mm/rev.}]$	0.05
Axial depth of cut $A_d [\text{mm}]$	4
Radial depth of cut $R_d [\text{mm}]$	0.4
Tool diameter $D [\text{mm}]$	8

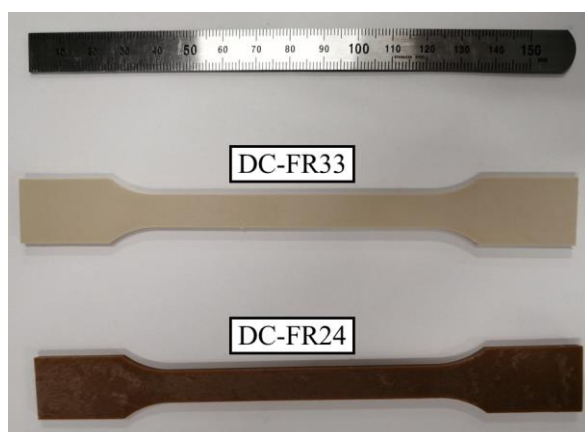


図 2-2-2-3 CF 添加 PP（被削材）の一例

（切削熱評価）

切削実験で得られたサーモグラフィ動画の一例を図 2-2-2-4 に示す。図 2-2-2-4 よりエンドミルの切削点付近の温度が切削熱によって上昇していることがわかる。なお切削点付近以外に見られる顕著な温度上昇は飛散した切粉を撮影したものである。切削熱による切削点付近の温度上昇に注目するため、切削点付近における最大温度を、動画の各フレームで求めた結果を図 2-2-2-5（左）に示す。切削点付近の温度が加工開始後から徐々に上昇し、加工終了後には概ね元の温度に戻っていることがわかる。加工中においても温度波形が一定でないのは、エンドミルの断続切削によって切削と空転を繰り返しているためである。温度波形のうち、周期的に現れる極大値が切削によって発生した熱（切削熱）を示しており、本報の評価対象であると考えるが、図 2-2-2-5（左）のように時々刻々と変化する測定値から切削熱を示す測定値のみを評価することは困難である。そのため、まず温度上昇が定常となり始めた時刻からの 2 s 間を評価区間とし、さらに図 2-2-2-5（右）のように測定値の最大値を、評価区間を 20 分割した小区間ごとで求め、その最大値の平均を各被削材の切削熱として評価した。

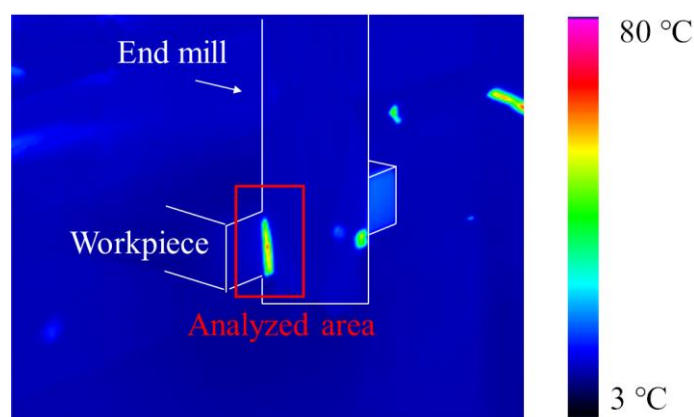


図 2-2-2-4 サーモグラフィ動画

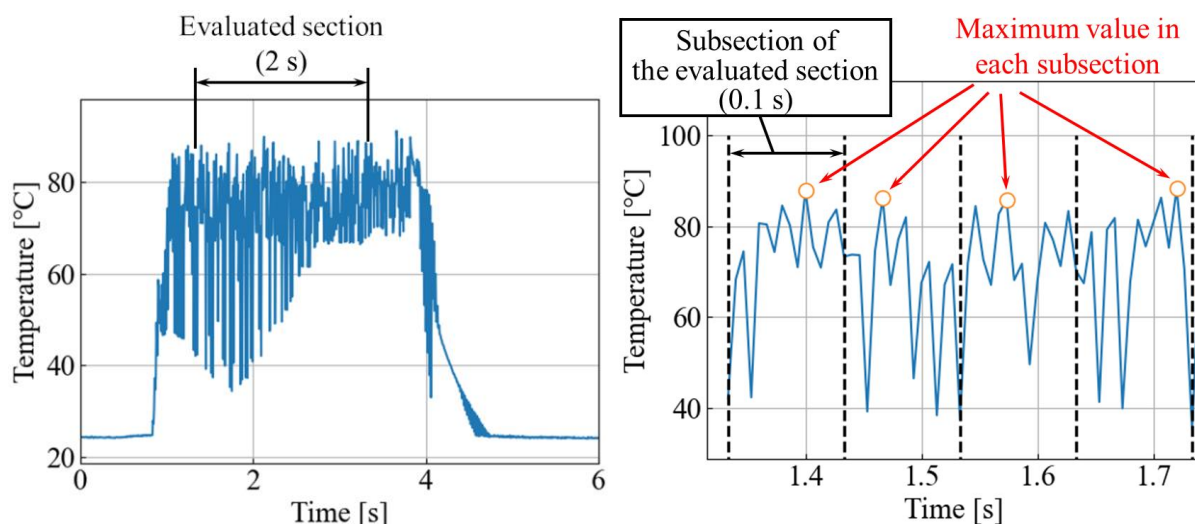


図 2-2-2-5 切削点付近の最大温度の時系列データ（左）と切削熱の評価方法（右）

（切削抵抗評価）

切削実験で得られた X 方向の切削抵抗の一例を図 2-2-2-6 に示す。図 2-2-2-5（左）と同様に加工序盤と終盤では切削抵抗の波形が徐々に変化し、加工時の中央付近では波形が概ね定常になっているものの、エンドミルの断続切削によって一定でないことがわかる。切削抵抗においても、周期的に見られる極大値が切削によって発生した抵抗値を示しており、本報の評価対象であると考えるが、先述したように切削時の測定値のみを評価するのは困難である。一方、切削抵抗はサーモグラフィよりも高いサンプリングレート f_s で測定できるため、より時間的に鮮明に切削現象を捉えられていることが図 2-2-2-6 からわかる。

このことを利用し、切削抵抗の測定値は切削熱よりも統計的な手法によって評価した。ただし、切削抵抗の評価区間は切削熱と同様に測定値の波形が定常となり始めた時刻から 2 s 間とした。図 2-2-2-6 に示す評価区間内の切削抵抗のヒストグラムを図 2-2-2-7 に示す。切削抵抗のヒストグラムは空転時の測定値を示す分布が大部分を占めているが、切削時の測定値を示す分布も僅かながら捉えられていることが図 2-2-2-7 よりわかる。この切削時の測定値を示す分布の平均が統計的に妥当な切削時の測定値であると考える。

本報では、この切削時を示す分布を推定するために EM アルゴリズムと呼ばれる手法を用いた。EM アルゴリズムは複数のガウス分布（GMM）によって構成される分布の確率密度関数を推定する手法である。図 2-2-2-7 に示すヒストグラムを EM アルゴリズムによって推定した結果を図 2-2-2-8 に示す。ただし、推定には 4 つのガウス分布によって構成される GMM を用いた。

それはこのヒストグラムは切削時と空転時の分布に大別できるが、いずれの分布も完全なガウス分布ではないため、2 つのガウス分布で構成された GMM では精度よく元のヒストグラムを再現できなかったためである。

推定された確率密度関数が元のヒストグラムを精度よく再現できていることが図 2-2-2-8 からわかる。このようにして求めた GMM のうち、平均値が最小のガウス分布を切削時の測定値を示す分布であるとして、その平均値を評価対象とした。以上の方法によって切削時の測定値を X、Y 方向で求め、その合力を切削抵抗として評価した。

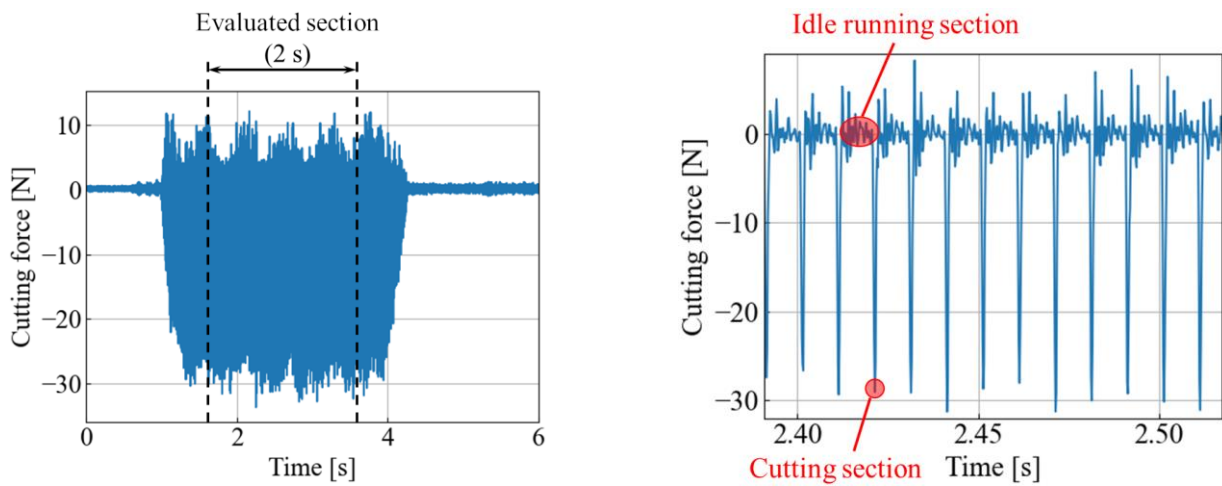


図 2-2-2-6 X 方向の切削抵抗[(左)全体図、(右)拡大図]

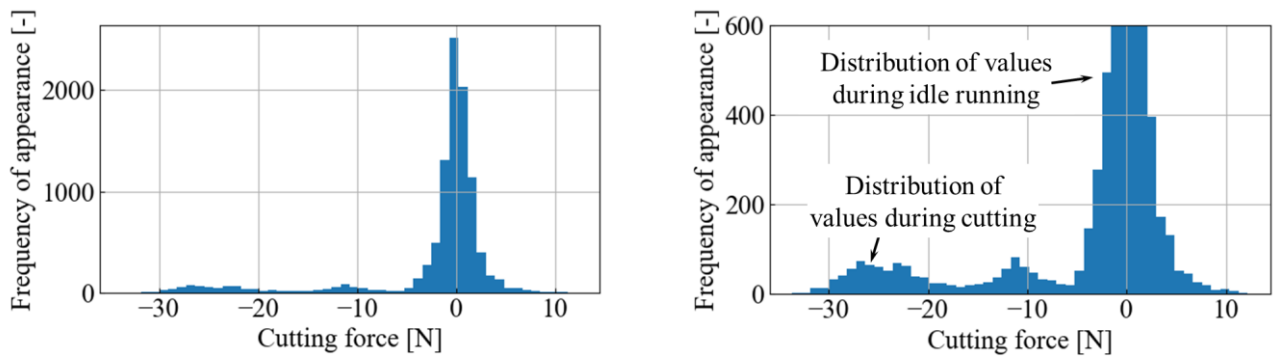


図 2-2-2-7 X 方向の切削抵抗のヒストグラム[(左)全体図、(右)拡大図]

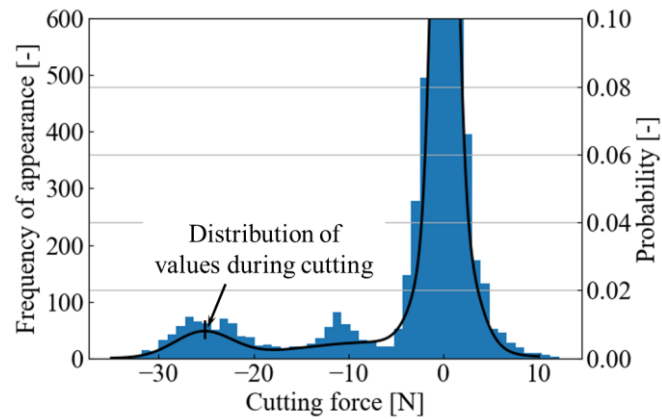


図 2-2-2-8 推定された X 方向の切削抵抗の確率密度関数

2.2.2.3. 試験結果

2.2.2.3.1. 基礎物性試験

流動性

種々の CF 添加量（35%~50%）からなる CF 添加 PP について難燃剤を 0%~20% 添加した場合の MFR（230℃）の特性値を図 2-2-2-9 に示す。図中のタイエン K が 0% のバーの推移を見ると、いずれの材料系についても CF 含有量が増加するにしたがって MFR の値は単調に低下している。さらに、それぞれの CF 添加量について難燃剤の添加量が増す時の MFR 値の推移も単調に低下することが分かる。

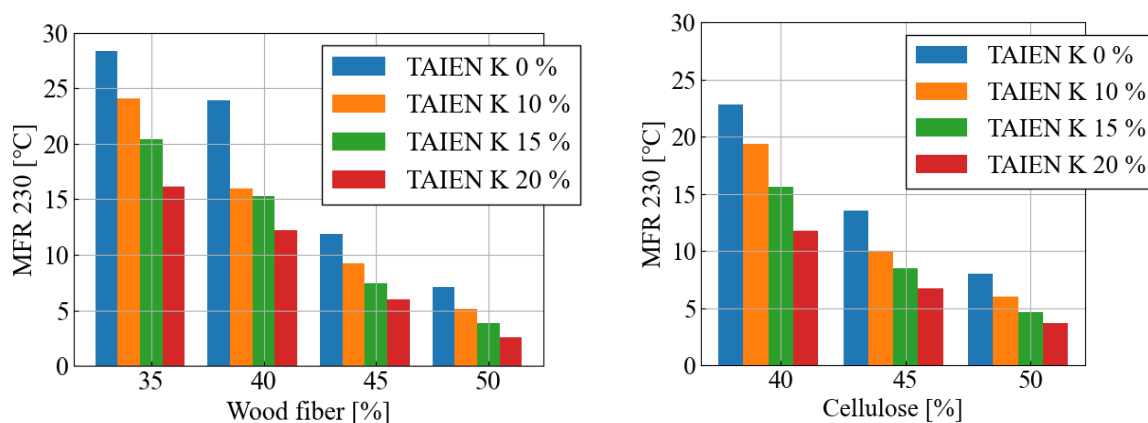


図 2-2-2-9 CF 添加 PP における難燃剤（APP: タイエン K）添加による MFR 値への影響.
[左 : WF、右 : CeL]

機械的特性

CF 添加量が機械的特性に及ぼす影響を図 2-2-2-10 にまとめた。WF では、WF 添加量が増加するに従い引張強さ、ヤング率が向上している。破断伸びについては WF が 40%~45% 添加では向上しているが、50%では低下している。衝撃強さについては、ここに示す材料では、ほとんど変化が見られない。また、CeL においても全ての特性値について WF とほぼ同様の傾向を示すが、引張弾性率の向上傾向がより顕著である。

一方、これらのベース樹脂である PP の特性値は、曲げ強度 38.8 MPa、曲げ弾性率 1.49 GPa、引張強度 26.5 MPa、引張弾性率 1.63 GPa、破断伸び 4.2%、シャルピー衝撃強度（ノッチ付き）3.2 kJ/m²であった。これらの値と難燃剤無添加の CF 添加 PP の特性値を比較すると、曲げ強度、曲げ弾性率及び引張強度については、いずれもベース樹脂の特性値を上回り強度の向上が認められる。一方、破断伸びやシャルピー衝撃強度（ノッチ付き）については、WF の一部や CeL における衝撃強度でベース樹脂の特性を上回るケースが見られるが、破断伸びについてはほとんどの CF 添加 PP でベース樹脂を下回るケースが散見され、CF や難燃化剤の添加によるマイナス面が認められる。

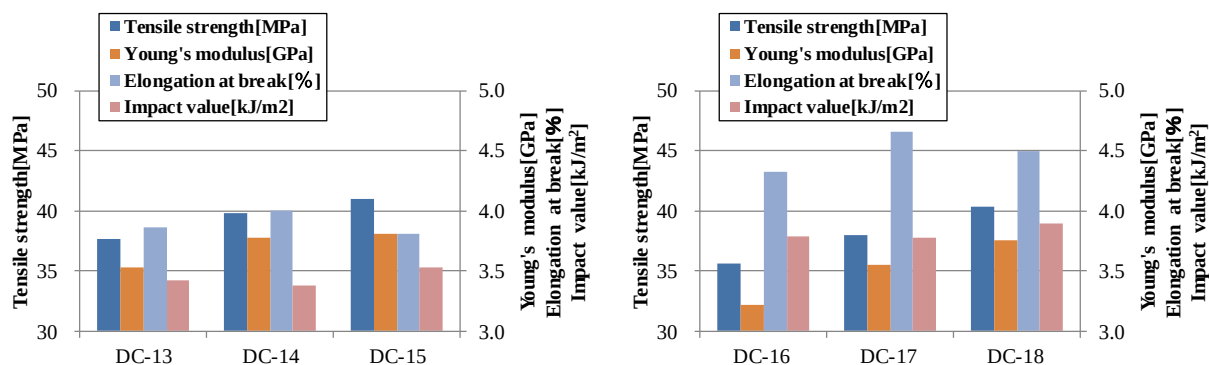


図 2-2-2-10 40% ~ 50% CF 添加 PP における機械的性質.[左: WF、右: CeL]

これらの基礎物性値と CF 添加率および難燃剤添加率の詳細な関係については以下で述べる。CF 添加量と難燃剤添加量においてそれぞれ 4 水準にセットされた機械的特性の応答を図 2-2-2-11 および図 2-2-2-12 に示した。ここで、図中に記載している数値については図の中での比較のために、特性評価値としては最下位桁の数値は丸められる。また、同種の特性値については WF と CeL で共通のカラーバーを使用し、両者の比較が容易になるようにした。

(引張強度と曲げ強度)

WF (図 2-2-2-11) について見ると、引張強度 (図(a)) と曲げ強度 (図(d)) の CF 添加および難燃剤添加に対する特性値の応答は基本的に同様に、CF 添加率が増加するに従って強さは向上し、難燃剤の添加率が上がるに伴い低下する。よって、強度が最大値を示すのは CF 添加量が最も多く、かつ難燃剤の添加がないケースで、逆に強度が最低値を示すのは CF 添加量が最も少なく難燃剤の添加率が最大の配合であった。このような配合に対する強度の応答は CeL (図 2-2-2-12) についても同様であることがわかる。詳細には、WF の方が強度の応答レンジが広く、CeL の方が狭い。

一方、表 2-2-1-7 に示すように、難燃化評価において V-0 を達成できた配合は、WF 添加量が 40%~50% の場合、難燃剤の添加量が 20% であった。したがって、難燃性能を満足できる材料の引張強さは (34~36) MPa、曲げ強度で (55~60) MPa であった。また、CeL の場合、表 2-2-1-8 に示すように、40% 添加では薄板に対する V-0 評価が得られなかった。それに伴い難燃性能を満足できる配合の強度レンジはさらに狭くなり、引張強度は (~36) MPa、曲げ強度で (55~57) MPa であった。これはベース PP の引張強度 26.5 MPa、曲げ強度 38.8 MPa に比べ 40% 程度向上している。

(引張弾性率と曲げ弾性率)

図 2-2-2-11 および図 2-2-2-12 に見られる通り、WF および CeL における引張弾性率と曲げ弾性率の材料構成に対する応答は CF の種類によらず基本的に同じで、CF 添加量の増加に伴い弾性率は向上し、難燃剤添加量の増加でも同様に向上する。強度に対する材料の応答と比較すれば、この難燃剤の添加量に対する応答は強度の応答とは逆である。したがって、弾性率については CF と難燃剤は共に強化因子として作用した。CF 添加量が 40%~50%

の場合において、V-0 の難燃化レベルを満足できる材料の弾性率のレンジは、WF では引張弾性率 (4.2~4.4) GPa、曲げ弾性率で (4.4 ~ 5.4) GPa、CeL ではそれぞれ (3.8~4.3) GPa、(3.7~4.9) GPa であった。これはベース PP の引張弾性率 1.6 GPa、曲げ弾性率 1.5 GPa に比べはるかに高い高剛性材料が得られたと評価できる。

(衝撃強度)

衝撃強度 (図 2-2-2-11(c)と図 2-2-2-12(c)) は WF と CeL では少し異なるレンジにあるが、その配合による影響は基本的に同じである。WF の衝撃強度は CF 添加量が増加するほど増加し、難燃剤添加量の増加に従って低下する。ただ、図中の 1 点 (WF45%、難燃剤 15%) だけがごくわずかにずれている。一方、CeL では CF 添加量に対する衝撃強度の感度が低く表れているが、それぞれの添加量に対する特性値の挙動は同じと判断することができる。前の引張強度や曲げ強度と同様な応答を示しているといえる。CF 添加量が 40%~50%において V-0 の難燃化レベルを満足できる材料の衝撃強度のレンジは、WF では (2.8~3.0) kJ/m²、CeL では (3.2~3.5) kJ/m² であった。このことはベース PP の 3.2 kJ/m² と同等あるいは少し低下したと言える。

(破断点伸び率)

破断点伸び率 (図 2-2-2-11(f)と図 2-2-2-12(f)) は、WF と CeL においてどちらも難燃剤添加量の増加に対して単調に減少するが、CF 添加量に対する応答が複雑で、その傾向は CeL の難燃剤添加量が少ない (0~10) %領域で顕著である。また、その材料特性応答は他のどの特性とも異なる。CF 添加量が 40%~50%の場合において、V-0 の難燃化レベルを満足できる配合の破断伸びは WF では (2.7~3.0) %、CeL では (3.2~3.4) %と低い値に留まり、これらは基材 PP の 4.2%に比べるとわずかながら低下したと評価される。破断伸び特性は難燃剤が無添加の場合では、CeL においてベース PP の 4.2%を上回る特性値が得られたが、難燃性 CF 添加 PP での改善は実現できなかった。

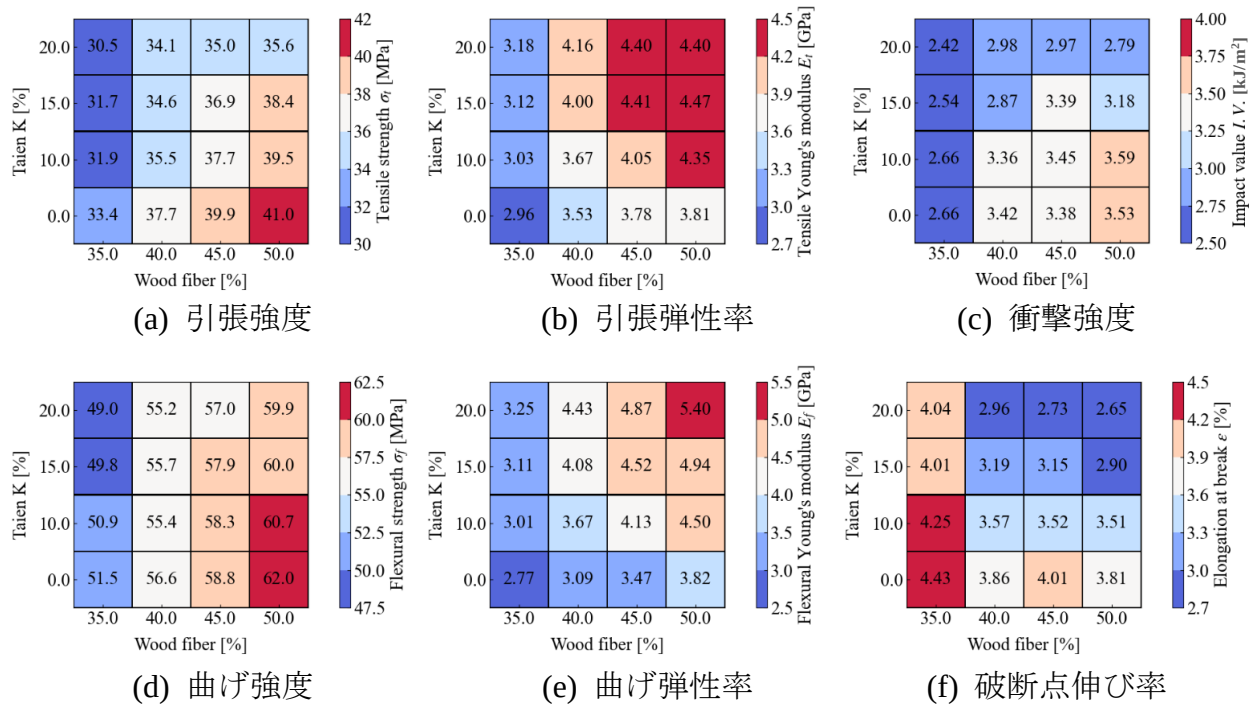


図 2-2-2-11 WF および難燃剤添加率が機械的特性に及ぼす影響

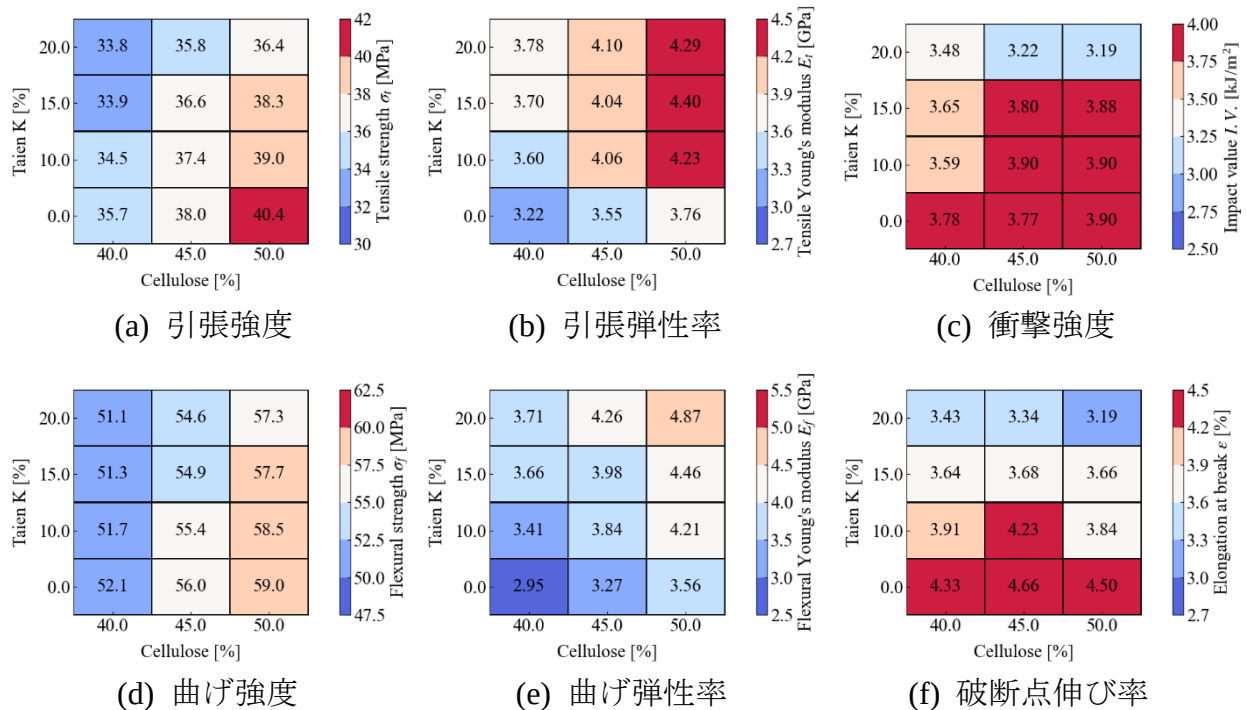


図 2-2-2-12 CeL および難燃剤添加率が機械的特性に及ぼす影響

引張特性

(室温試験)

CF 添加 PP の室温における引張強度、ヤング率、破断ひずみなどの機械的特性は、CF の種類、CF の添加量、難燃剤の添加量に依存して変化することがわかる。

難燃剤を添加していない CF 添加 PP の機械的性質に及ぼす CF 添加量の影響を図 2-2-2-13 に示す。WF 及び CeL の両方において CF 添加によって全ての機械的特性がベース PP よりも改善していることがわかる。CF の種類によらず引張強度とヤング率と破断ひずみは CF 添加量が増すにつれて増加する傾向が認められる。一方、CF 種類の違いによる影響に着目すると、両者の差は大きくないが、厳密に比較を行うと引張強度とヤング率では WF の方が高くなり、変形能を示す破断ひずみは CeL の方が高くなることがわかる。

難燃剤を 10%~20% 添加した CF40% 添加 PP の機械的特性に及ぼす難燃剤量の影響を図 2-2-2-14 に示す。そして CF 添加量を 45%、50% に増加させた配合に対する同様なグラフをそれぞれ図 2-2-2-15 と図 2-2-2-16 に示す。

室温における機械的性質に及ぼす難燃剤量の影響に注目すると、引張強度は難燃剤添加量が増すにつれてほぼ同じか漸増する一方、ヤング率は CF の種類によらず難燃剤量が増すにつれて増加する傾向が認められる。すなわち、CF 量が同じ場合、難燃剤量が 20% の時、ヤング率が最大になる。破断ひずみは CF の種類によらず難燃剤量が増すにつれて減少する傾向があり、難燃剤量が 20% の時、破断ひずみが最小になる。

難燃剤を添加した CF 添加 PP では、難燃剤を無添加の場合と同様に、CF 添加量が増すにつれて引張強度とヤング率は増加する傾向がある。この傾向はフィラーの種類によらず認められる。しかし、破断ひずみへの影響は複雑になる。難燃剤が 10%、15% の CF 添加 PP では、CF 添加量が 45% でおおむね最大になる傾向が見られる。しかし、難燃剤が 20% の CF 添加 PP では、CF 添加量が増すにつれて破断ひずみは低下し、破断ひずみは CF 添加量が 40% で最大になる傾向が認められる。

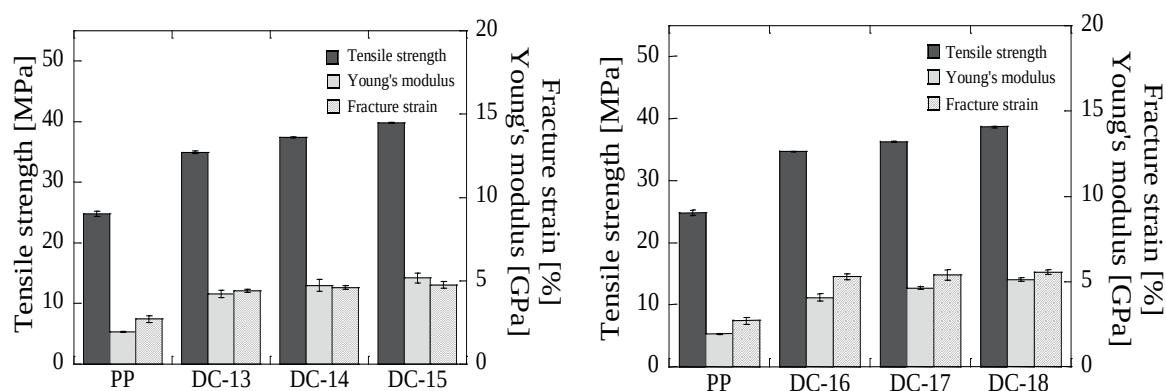


図 2-2-2-13 室温における難燃剤無添加の CF 添加 PP の引張特性[(左)WF、(右)CeL]

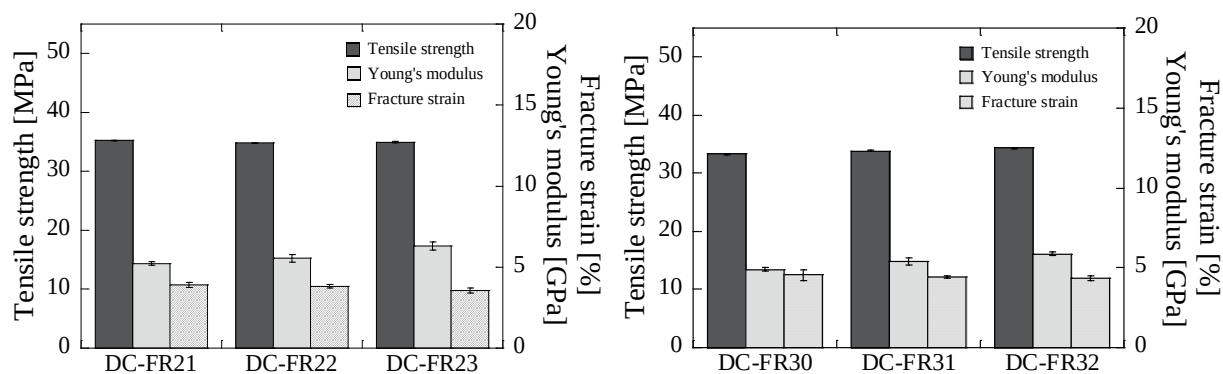


図 2-2-2-14 室温における CF40 %添加 PP の引張特性[(左)WF、(右)CeL]

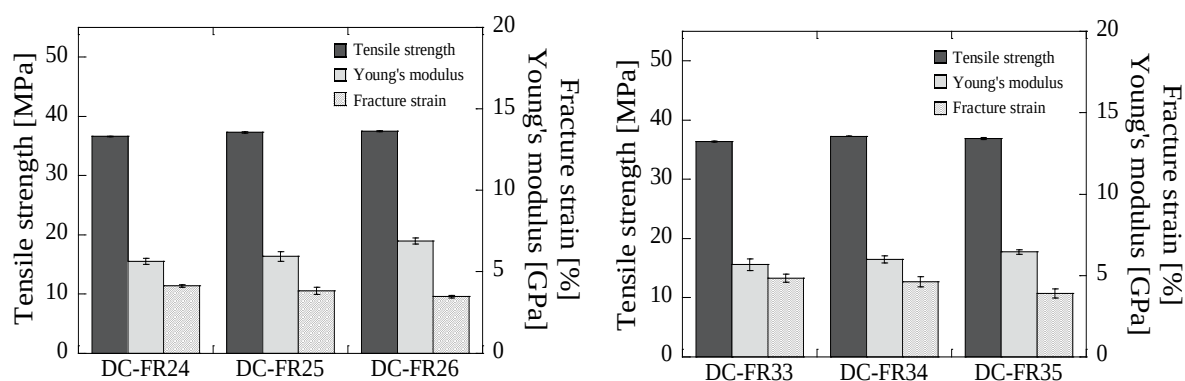


図 2-2-2-15 室温における CF45 %添加 PP の引張特性[(左)WF、(右)CeL]

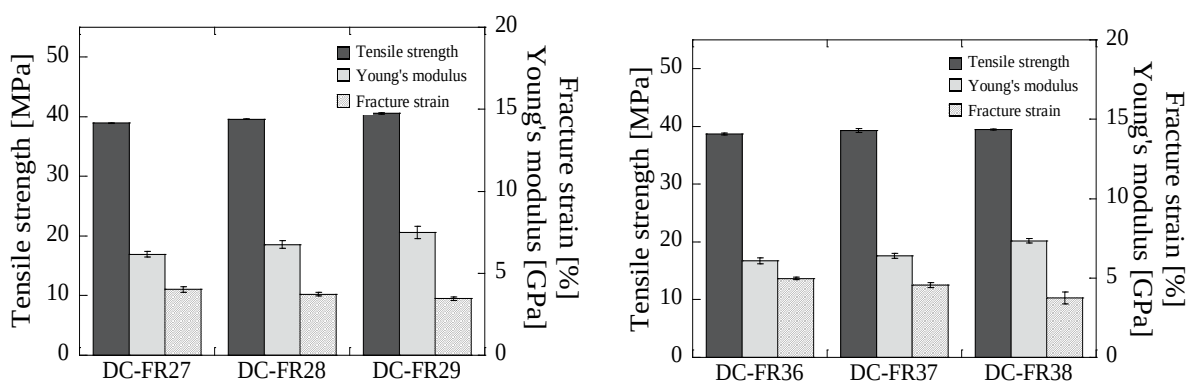


図 2-2-2-16 室温における CF50 %添加 PP の引張特性[(左)WF、(右)CeL]

(高温試験)

室温の場合と同様に、CF 添加 PP の機械的特性は先述したベース PP よりも高強度になり、高温でも補強効果が発現することを示している。また、CF の種類によらず、高温 (80 °C) におけるそれぞれの特性は室温の試験結果と比較して、引張強度とヤング率は低下し、破断ひずみは増大することもわかる。

難燃剤を無添加の CF 添加 PP の機械的性質に及ぼす CF 添加量の影響を図 2-2-2-17 に示す。WF 及び CeL のどちらにおいても 80 °C における引張強度とヤング率は CF 添加量が増すにつれて増加する傾向が認められる。すなわち CF 添加量が 50% の場合で強度と弾性率が最大となる。一方、破断ひずみは逆に CF 添加量が増すにつれて低下する。CF 添加量が 50% の場合で、破断ひずみが最低になるが、室温における破断ひずみ値よりも大きくなり、変形能に優れることがわかる。また室温の場合と同様に、WF と CeL を比較した場合、強度と弾性率は WF の方が高くなり、破断ひずみは CeL の方が高くなる。

難燃剤を 10%~20% 添加した CF 添加 PP (CF: 40%) の機械的特性に及ぼす難燃剤量の影響を図 2-2-2-18 に示す。CF 添加量を 45%、50% に増加させた CF 添加 PP に対する同様なグラフをそれぞれ図 2-2-2-19 と図 2-2-2-20 に示す。

80 °C における機械的性質に及ぼす難燃剤量の影響に注目すると、CF の種類によらず引張強度とヤング率は難燃剤添加量が増すにつれて漸増する。しかし破断ひずみは難燃剤添加量が増すにつれて減少する傾向が認められる。すなわち、難燃剤添加量を増加させると CF 添加 PP の強度特性は向上し、変形能は逆に低下することがわかる。

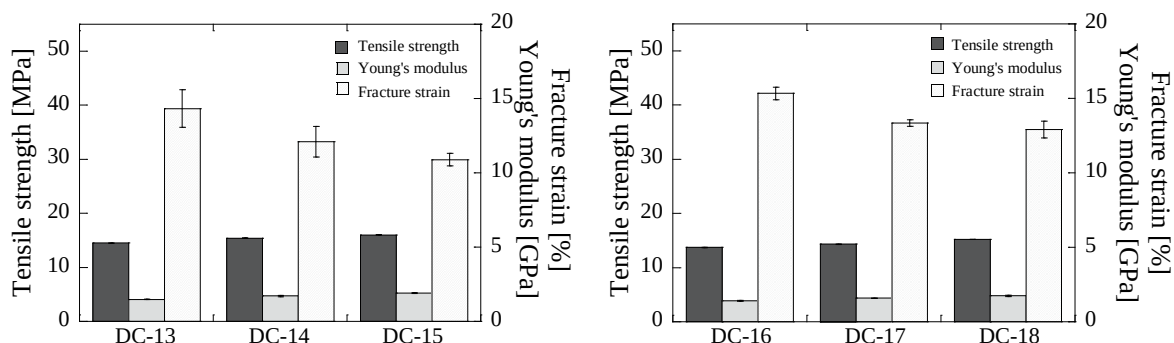


図 2-2-2-17 80 °C における難燃剤無添加の CF 添加 PP の引張特性[(左)WF、(右)CeL]

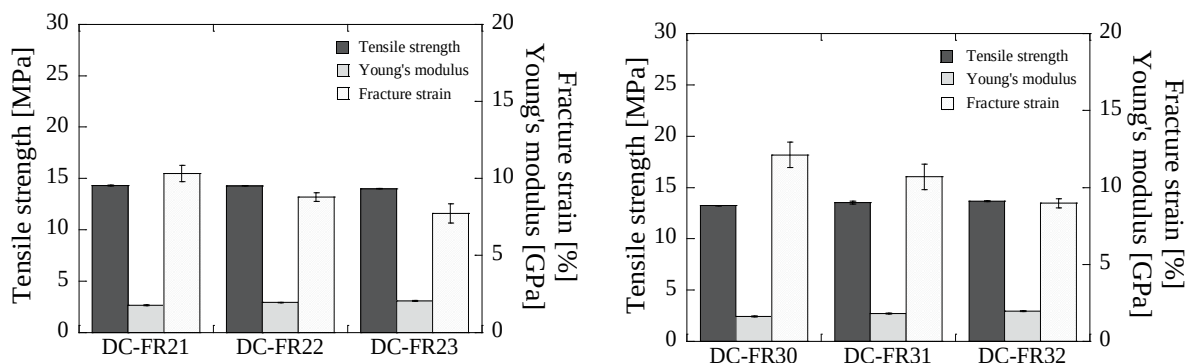


図 2-2-2-18 80 °C における CF40 % 添加 PP の引張特性[(左)WF、(右)CeL]

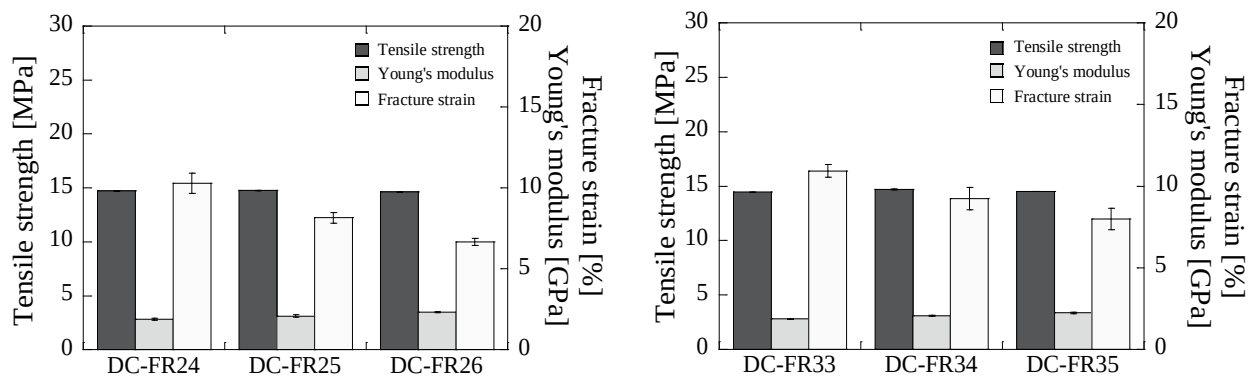


図 2-2-2-19 80 °C における CF45 %添加 PP の引張特性[(左)WF、(右)CeL]

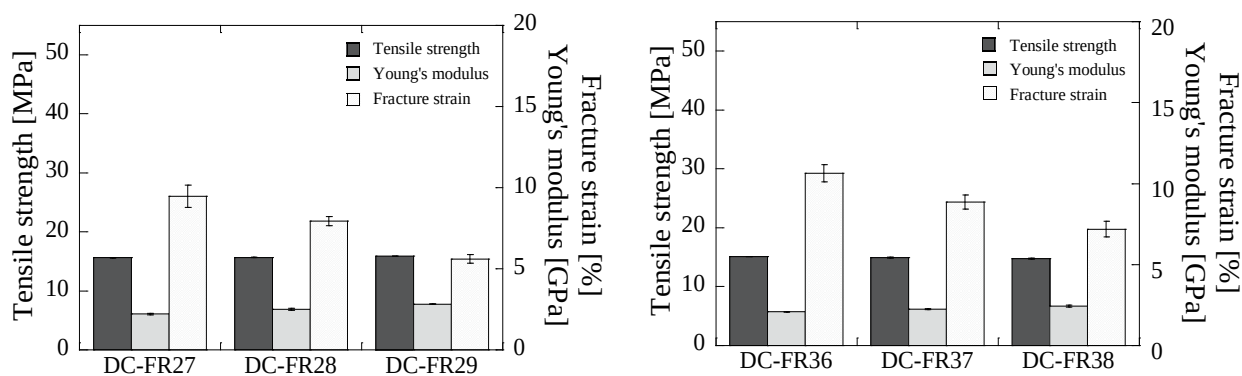


図 2-2-2-20 80 °C における CF50 %添加 PP の引張特性[(左)WF、(右)CeL]

高温下での引張クリープ特性

(ベース PP の引張クリープ特性)

木粉 (WF)、セルロース (CeL) および、難燃剤の添加がクリープ特性に及ぼす影響を把握する上で、PP のみのクリープ特性を把握することは重要である。図 2-2-2-21 に引張強さに対して応力レベルを 60%~80% で比較したクリープ曲線を示す。試験を行った応力レベルではクリープ限度は見られず破断に至った。応力の増加に伴い、初期ひずみ、破断ひずみ、及びクリープ変形率 (時間に対するひずみの増加率) も増加し、クリープ寿命は 7.0 h から 0.9 h へ大きく減少することが分かった。高い応力下では PP は破断前に大きく伸び、低い応力下では、PP は定常クリープ域の領域が広く、大きな変形を示さずに破断することが分かった。

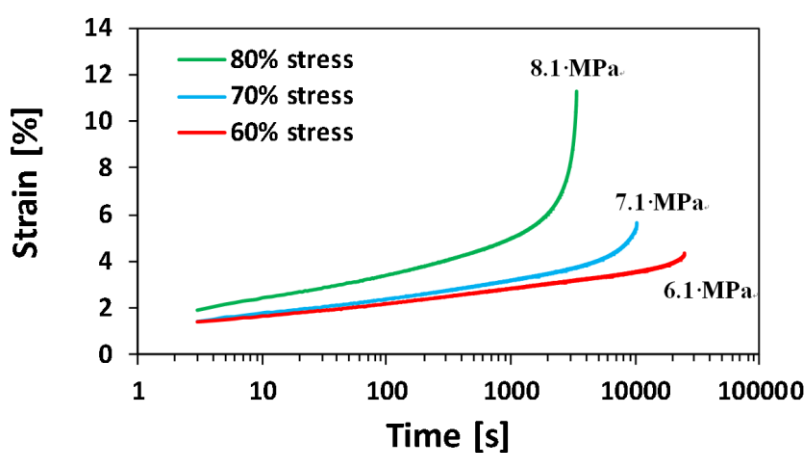


図 2-2-2-21 80 °C における PP のクリープ曲線

(CF 添加 PP の引張クリープ特性)

CF 添加 PP のクリープ曲線を図 2-2-2-22 に示す。WF についてクリープ曲線を見ると、負荷させた応力値が PP と比べて大きく増加しているにもかかわらず、WF の添加により初期ひずみは大きく減少し、クリープ変形率も減少していることが分かった。これは、WF により PP の変形が拘束されていることを示唆しており、CF による補強効果が十分に得られている結果だと考えられる。一方で、3 次クリープ域の変形挙動を見ると、PP と比較して低い応力レベル下においても WF では大きく変形した後に破断することが分かった。

さらに、CeL のクリープ曲線を見ると、WF と同様に PP と比較して初期ひずみとクリープ率は減少しており、CF の補強効果が得られているものと考えられる。また、CF の種類で比較すると、CeL では、低い応力を負荷しているにもかかわらず、破断ひずみが大きくなる傾向が示された。興味深いことに、CeL では添加量の増加に伴い、クリープ変形率は増加傾向を示し、3 次クリープ域に入るまでの時間が僅かに短くなることが分かった。これは、WF と大きく異なる傾向であり、CeL 添加量の増加に伴いクリープ変形しやすいことから、PP と CeL 間の相互作用が不十分であることが考えられる。

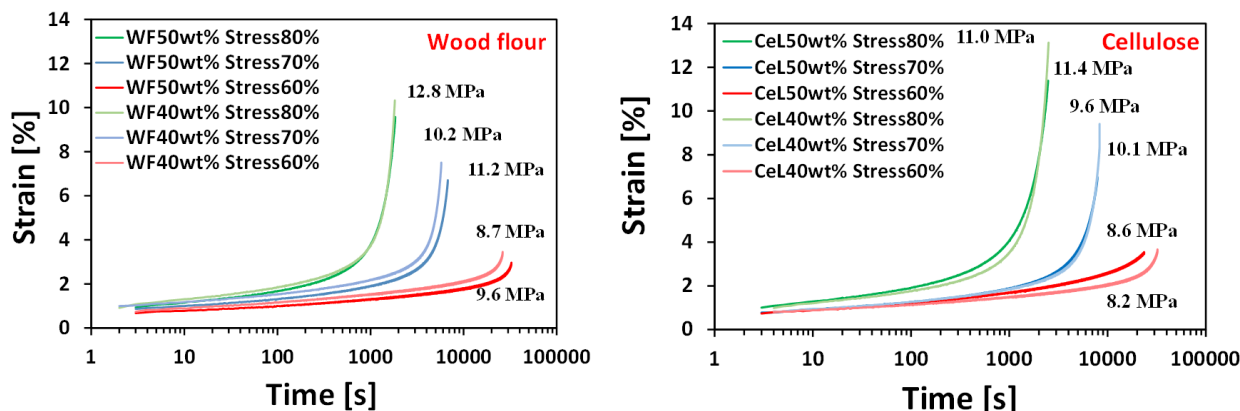


図 2-2-2-22 CF 添加 PP のクリープ曲線[(左)WF、(右)CeL]

これらのクリープ曲線は異なる応力下で得られた結果であるため、クリープ寿命の比較・評価は困難である。そこで、クリープ試験における応力値とクリープ寿命の関係について、図 2-2-2-23 に示す。WF 及び CeL の添加率の増加に伴いクリープ寿命は大幅に増加していることが分かった。また、CF 間にてクリープ寿命に大きな差は見られず、傾きもほぼ同じであることが分かった。よって、高温下におけるクリープにおいて、CF の添加は PP のクリープ変形率の低下に効果があり、さらには破断までの寿命時間を増加させることが可能であることが分かった。

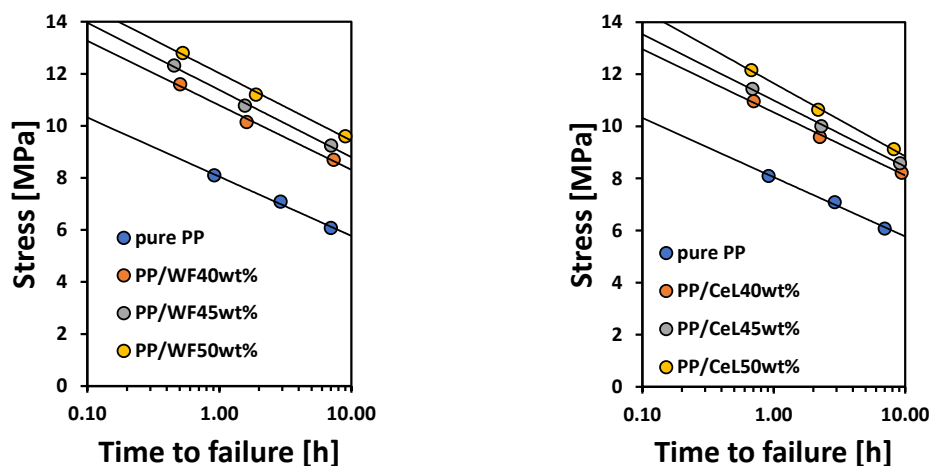


図 2-2-2-23 クリープ寿命曲線[(左)WF、(右)CeL]

(難燃性 CF 添加 PP の引張クリープ特性)

木粉 (WF) 及びセルロース (CeL) を 50%まで添加することでクリープ寿命が増加することが示された。そこで、ここでは代表的にフィラーを 50%添加した系にて、難燃剤の添加率を変化させた場合のクリープ曲線を図 2-2-2-24 に示す。WF 添加系では、ほぼ同じ応力を負荷させているにも関わらず、難燃剤添加率の増加に伴い、初期ひずみが減少する傾向を示した。しかしながら、定常クリープ域の範囲は狭まり、3 次クリープ域へ遷移する時間は減少し、破断ひずみも減少したことから、難燃剤の過剰添加はクリープ寿命を減少

させることが分かった。この傾向はどの応力レベルにおいても同様の傾向が認められた。同様に、CeL 添加系 PP においても、難燃剤の添加率の増加に伴い、クリープ寿命は減少する傾向が得られた。

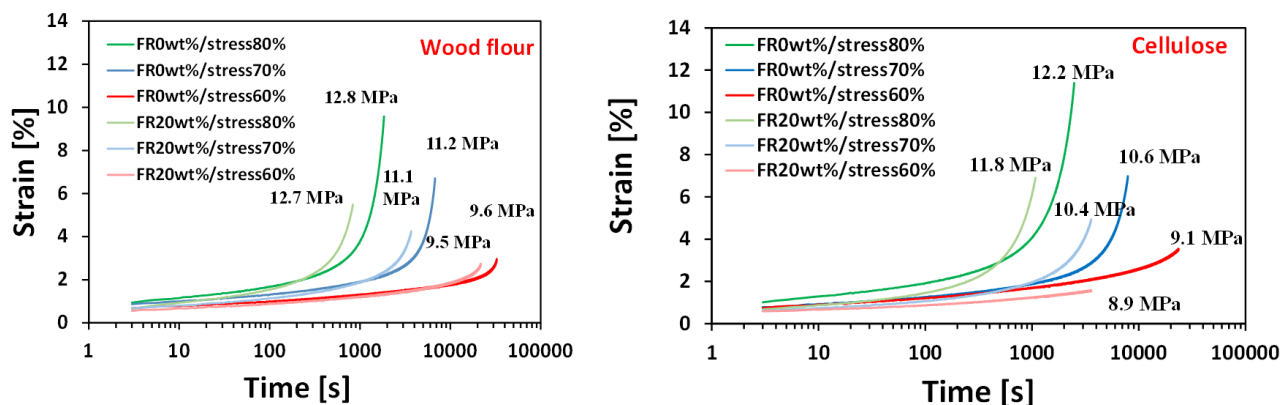


図 2-2-2-24 難燃剤添加量を変化させたときの CF50%添加 PP のクリープ曲線
[(左)WF、(右)CeL]

さらに、CF 添加量別の難燃剤添加量とクリープ寿命の関係について図 2-2-2-25 及び図 2-2-2-26 に示す。CF の種類に関わらず、難燃剤添加量の増加に伴い、クリープ寿命は僅かに減少する傾向を示した。以上の結果から、難燃剤の添加は定常クリープ域の領域を減少させ、破断ひずみの減少及びクリープ寿命を減少させることが分かった。そのため、クリープ特性の観点からも、難燃性の付与において難燃剤の添加量を抑えながら CF 添加量を増やすことが望ましいと言える。

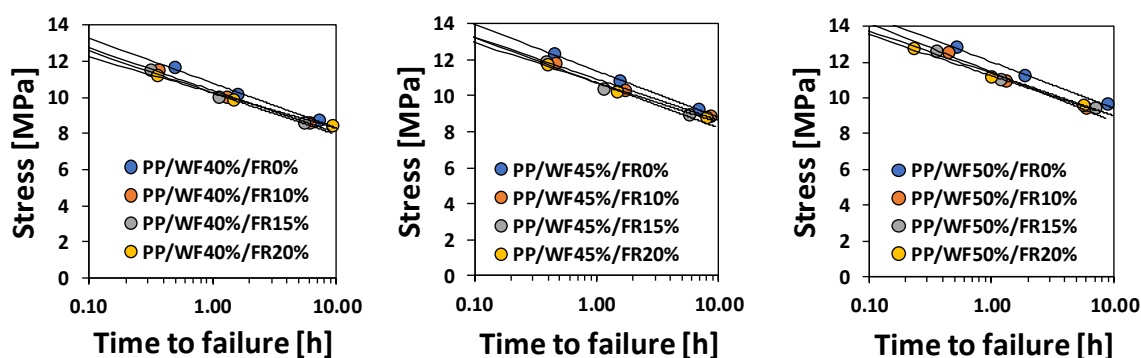


図 2-2-2-25 WF 添加量別の難燃剤添加量とクリープ寿命の関係
[(左)WF 40%、(中)WF 45%、(右)WF 50%]

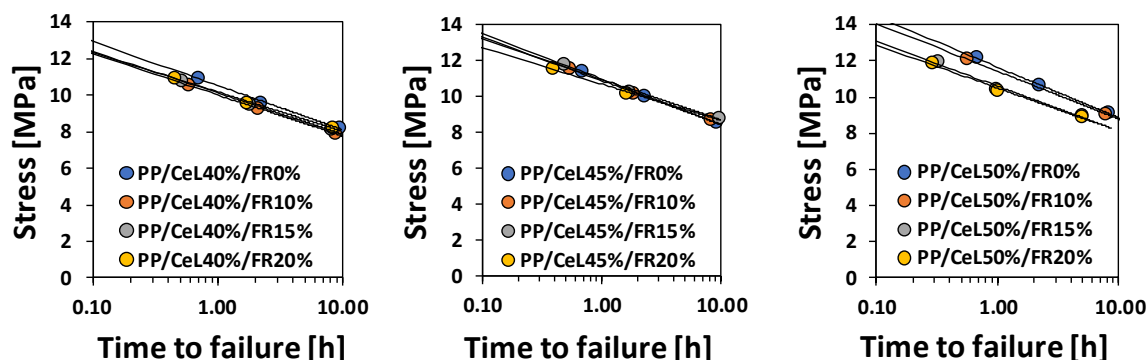


図 2-2-2-26 CeL 添加量別の難燃剤添加量とクリープ寿命の関係
 [(左) CeL 40%、(中) CeL 45%、(右) CeL 50%]

2.2.2.3.2. トライボロジー特性

樹脂摺動部材は耐熱性、経済性、自己潤滑性と言った利点から、OA 機器の滑り軸受、歯車、分離爪、紙送りローラなどに用いられている。また、熱可塑性樹脂を使用することで成形品を粉砕して再利用が可能であることから、廃棄物処理問題や焼却処理時の CO₂ の排出問題といった環境問題の改善に繋がると考えられる。そこで、本項では熱可塑性樹脂である難燃性 CF 添加 PP における摺動部材への適用可能性を検討するためトライボロジー特性の調査を行った。表 2-2-1-1 と表 2-2-1-2 に示す配合のうち、CF 添加量が 40% 及び 50%、難燃剤を 10% 添加した配合 (DC-FR21、27、30、36) を用いて、CF 種及び配合量の違いによる本特性への影響を調査した。

摩擦摩耗試験開始後 1000 ~ 3000 s での CF 添加の各試料の摩擦係数の平均値を図 2-2-2-27(左)に示す。摩擦係数の平均値は CF 添加量が 50% と 40% の場合を比較すると、どちらも約 0.02 とわずかながらも小さい値であった。各試料の摩耗量を図 2-2-2-27(右)に示す。CF 添加量が 50% では 40% の場合と比較して摩耗量は大きくなっており、データのばらつきも大きくなっている。これは、CF 添加量が多くなることで摩擦摩耗試験時の摩耗形態として、表面が削り取られるようなアブレシブ摩耗に加えて材料が表面ではがれるような疲労摩耗の影響が大きいからであると考えられる。続いて、EDS 分析の結果を図 2-2-2-28 に示す。CF の凝集部分がみられる。このような凝集部分に応力が集中し、亀裂が発生、進展することで疲労摩耗が発生したのではないかと考えられる。また、ビッカース硬さ試験の結果を図 2-2-2-29 に示す。CF 添加量の多い配合の方が硬さは大きい値となった。このことから、CF を添加することで摩擦摩耗試験時に材料が変形しにくくなり、ボールとの接触面積が小さくなることで、試料内部においての応力が大きくなり、疲労摩耗の増大につながったと考えられる。

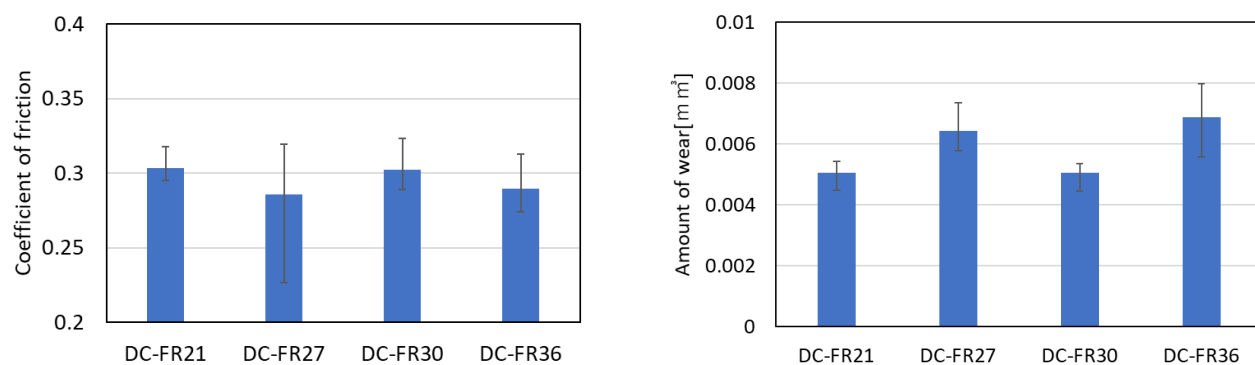


図 2-2-2-27 CF 添加 PP の摩擦係数の平均値 (1000 ~ 3000 s、左) と摩耗量 (右)

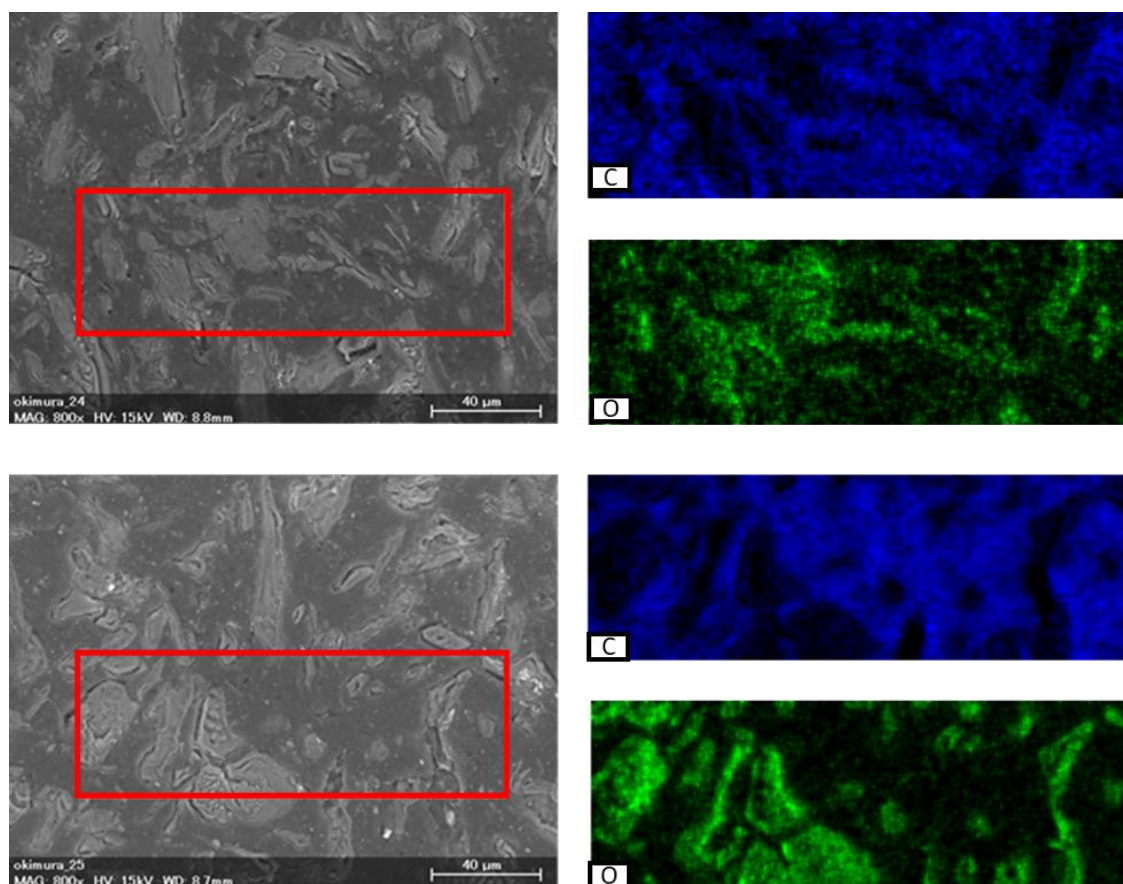


図 2-2-2-28 CF 添加 PP (50%) の EDS 分析[(上) WF、(下) CeL]

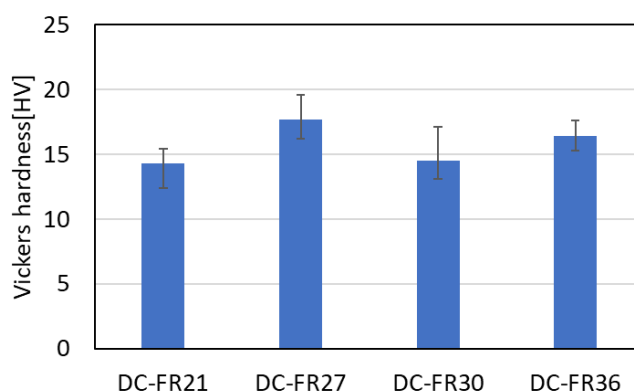


図 2-2-2-29 CF 添加 PP のビッカース硬さ

次に、CF の粒径がトライボロジー特性に及ぼす影響を調べるため、異なる粒子径の CF を用いた CF 添加 PP を作製した（表 2-2-2-3）。DC-FR3、4 で使用された WF の平均粒子径は 165 μm 、DC-FR7、8 で使用された CeL の平均粒径は 73 μm である。

表 2-2-2-3 粒子径の異なる CF を用いた CF 添加 PP の配合

	WF [%]	CeL [%]	PP [%]	MaPP [%]	APP [%]
DC-FR3	40.0	-	48.4	1.6	10.0
DC-FR4	50.0	-	38.0	2.0	10.0
DC-FR7	-	40.0	48.4	1.6	10.0
DC-FR8	-	50.0	38.0	2.0	10.0

DC-FR3、4、7、8 において摩擦摩耗試験開始後 1000~3000 s での摩擦係数の平均値を図 2-2-2-30（左）に示し、各試料の摩耗量を図 2-2-2-30（右）に示す。CF 添加量が増加したことによる摩擦係数の平均値は差がみられなかった。摩耗量に関しては図 2-2-2-27 と同様に CF 添加量の増加に伴い、増加した。図 2-2-2-27 と図 2-2-2-30 を比較すると、WF 及び CeL とともに平均粒径が小さくなることによる摩耗量の影響はみられなかった。しかし、WF、CeL とともに平均粒径が大きくなることで摩擦係数の平均値が約 0.02 とわずかながらも小さい値であった。しかし、摩擦係数の差が小さいので、この有意性については検討の必要があると考えている。

CF の平均粒径と得られた平均摩擦係数の値をプロットした図を図 2-2-2-31 (左)に示す。CF の粒子径が大きいほど摩擦係数は小さい傾向があった。CF の粒子径の大きさに依存して、摩耗した CF 粒子が自己潤滑作用として働いたと考えられる。また、CF の平均粒子径と摩耗量の関係を図 2-2-2-31 (右)に示す。平均粒径と摩耗量に相関関係はみられず、今後検討していく必要がある。

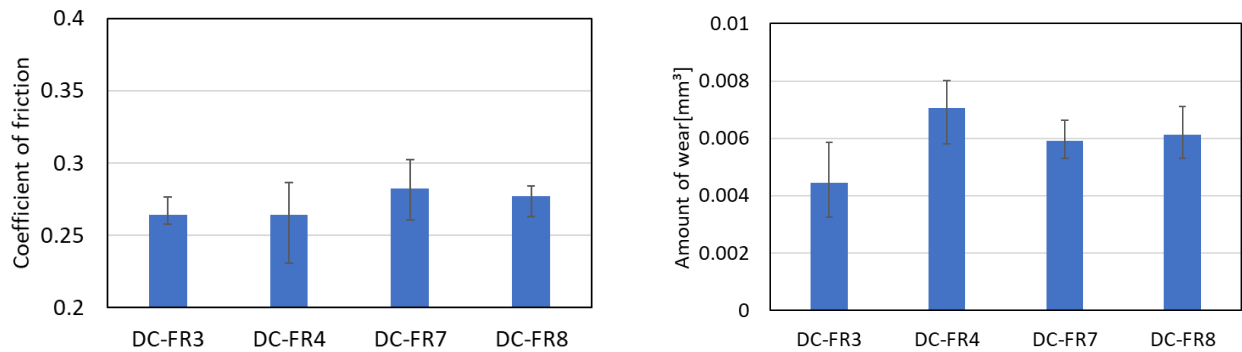


図 2-2-2-30 異なる CF 粒子径での摩擦係数の平均値(1000 ~ 3000 s、左)と摩耗量 (右)

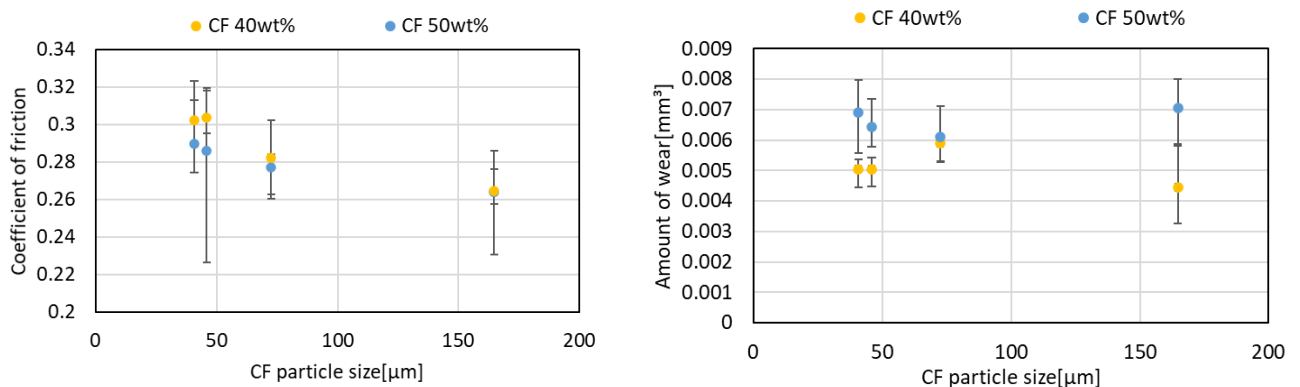


図 2-2-2-31 CF の平均粒子径と摩擦特性の関係 [(左)摩擦係数の平均値、(右)摩耗量]

摩擦摩耗試験の結果、CF 添加量が 50%と多い配合の方が摩耗量は大きい値となった。これは CF を添加することで、摩擦摩耗試験時の摩耗形態がアブレイブ摩耗に加えて疲労摩耗の影響が大きくなるからであると考えられる。また、今回の実験で得られた 1000~3000 s における摩擦係数の平均値は CF の平均粒子径の大きい試料ほど小さいという傾向があった。CF の粒子径の大きさに依存して、摩耗した CF 粒子が自己潤滑作用として働いたと考えられる。このことから、添加する CF として最適な材料を使用することで、難燃性材料の低摩擦化を実現することが出来ると考えられる。

2.2.2.3.3. 機械加工特性

機械加工（切削加工）は代表的な加工方法の一つであり、高い汎用性を有する。このため機械加工は、CF 添加 PP の 2 次加工として用いることで成形できる形状を大幅に広げることができ、CF 添加 PP の普及にあたり重要な役割を担うと考える。本節ではこの機械加工の特性を、実切削時に生じた切削抵抗、切削温度及び加工面粗さから調査した。

CF 添加 PP の機械加工特性

切削実験によって得られた各配合における CF 添加 PP の機械加工特性を図 2-2-2-32、図 2-2-2-33 に示す。機械加工特性は、CF 種にかかわらず同様の傾向を示していることがわかる。また WF、CeL、TAIEN K（APP）のいずれの配合量を上げても、切削抵抗および切削

熱が線形的に上昇していることが見て取れる。このことから、木粉、セルロース及び難燃剤の配合率をそれぞれ W 、 C 、 F [%]とおくと、切削抵抗 P [N]は次式で表せると考える。

$$P = aW + bC + cF + d \quad (1)$$

ただし、式(1)は素材の各配合率と切削抵抗が線形関係にあることを表す式であり、各係数 a 、 b 、 c 、 d は互いの相対関係が重要であることに注意されたい。また式(1)は切削熱 T [°C]についても同様に成り立つと考える。式(1)を基にした重回帰分析によって、図 2-2-2-32 及び図 2-2-2-33 に示す機械加工特性を統計的に解析した結果を表 2-2-2-4 にまとめる。複合材はその成形過程から、ばらつきのある測定結果が得られやすいことが知られているが、表 2-2-2-4 の p 値から、各素材の配合率と機械加工特性は十分な線形関係が見られることがわかる。また、 t 値から切削抵抗・切削熱は難燃剤の配合量に最も強く影響されることもわかった。ここで、ベース PP、MaPP の割合 M [%]と各添加剤の配合率の関係についても考える。この割合 M も線形的に切削抵抗・切削熱に影響を与えるとすると、切削抵抗 P [N] は次式で表せる。

$$P = \alpha W + \beta C + \gamma F + \mu M \quad (2)$$

式(2)は各素材の配合率をそれぞれ高めると切削抵抗がどの程度上昇するかを表す式である。また、式(2)は切削熱 T [°C]についても同様に成り立つと考える。ただし、母材の割合 M は添加剤の配合率 W 、 C 、 F によって決定されるので式(2)は次式となる。

$$P = \alpha W + \beta C + \gamma F + \mu(100 - W - C - F) \quad (3)$$

式(3)をさらに変形し、次式を得る。

$$P = (\alpha - \mu)W + (\beta - \mu)C + (\gamma - \mu)F + 100\mu \quad (4)$$

式(1)と式(4)の係数比較により、既に算出した式(1)の係数 a 、 b 、 c 、 d から式(2)の係数 α 、 β 、 γ 、 μ を求められることがわかる。係数比較によって求めた係数 α 、 β 、 γ 、 μ を表 2-2-2-5 にまとめる。APP、CeL、WF、母材の順で配合率を高くするほど、切削抵抗・切削熱は上昇することがわかった。ここで W 、 C 、 F 、 M は各素材の配合率を示すため、ある素材の配合率を増加させると、他の素材の配合率は必然的に減少することに注意されたい。すなわち表 2-2-2-5 の結果は、切削抵抗・切削熱は難燃剤を配合するほど上昇し、母材を配合するほど減少すると言い換えることができる。また、WF よりも CeL を添加した方が、切削抵抗・切削熱が高くなることもわかった。以上の結果を確かめるために、母材の割合 M を横軸にとり、図 2-2-2-32 及び図 2-2-2-33 に示す機械加工特性を比較した結果を図 2-2-2-34 に示す。母材の割合を高くするほど、各測定値が線形的に減少していることがわかる。また、WF よりも CeL を配合したときの方が全体を通して各測定値が高くなっていることも確かめられる。

表 2-2-2-4 切削データを重回帰式であらわした結果[(左)切削抵抗、(右)切削熱]

	Coefficient value	t-ratio	p-value
a	0.22	2.2	0.042
b	0.29	2.9	8.7×10^{-3}
c	0.61	11	5.0×10^{-10}
d	7.6	1.7	0.11

	Coefficient value	t-ratio	p-value
a	0.56	2.4	0.028
b	0.70	3.0	7.8×10^{-3}
c	1.4	11	1.1×10^{-9}
d	33.0	3.1	6.1×10^{-3}

表 2-2-2-5 切削データと各素材の配合率の関係[(左)切削抵抗、(右)切削熱]

α	0.29
β	0.36
γ	0.68
μ	0.076

α	0.89
β	1.03
γ	1.72
μ	0.33

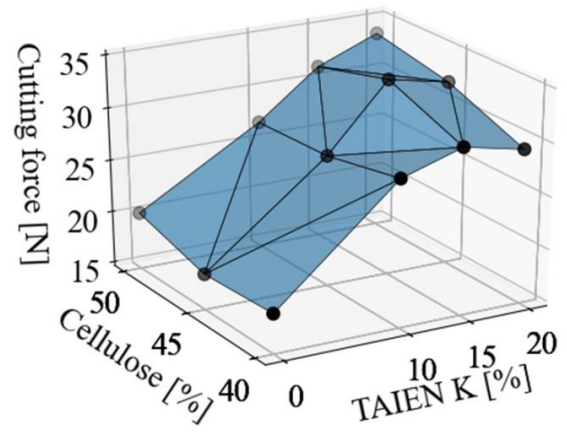
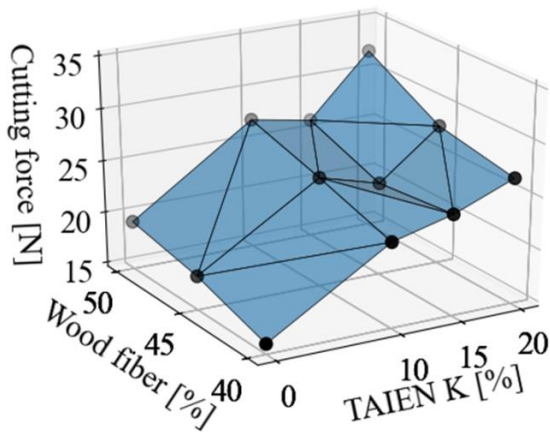


図 2-2-2-32 各配合率で成形された CF 添加 PP の切削抵抗[(左)WF、(右)CeL]

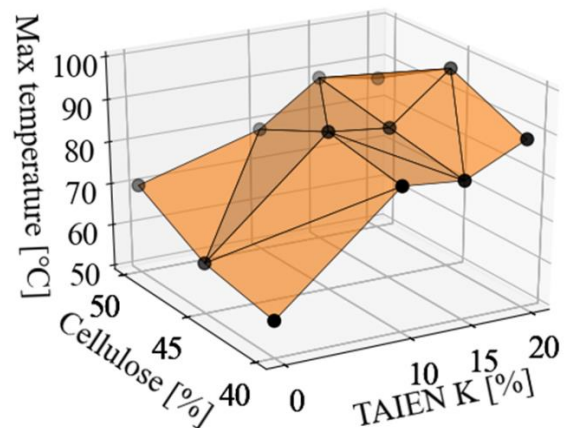
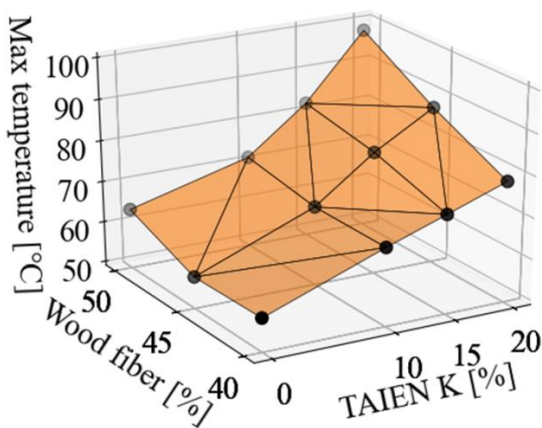


図 2-2-2-33 各配合率で成形された CF 添加 PP の切削熱[(左)WF、(右)CeL]

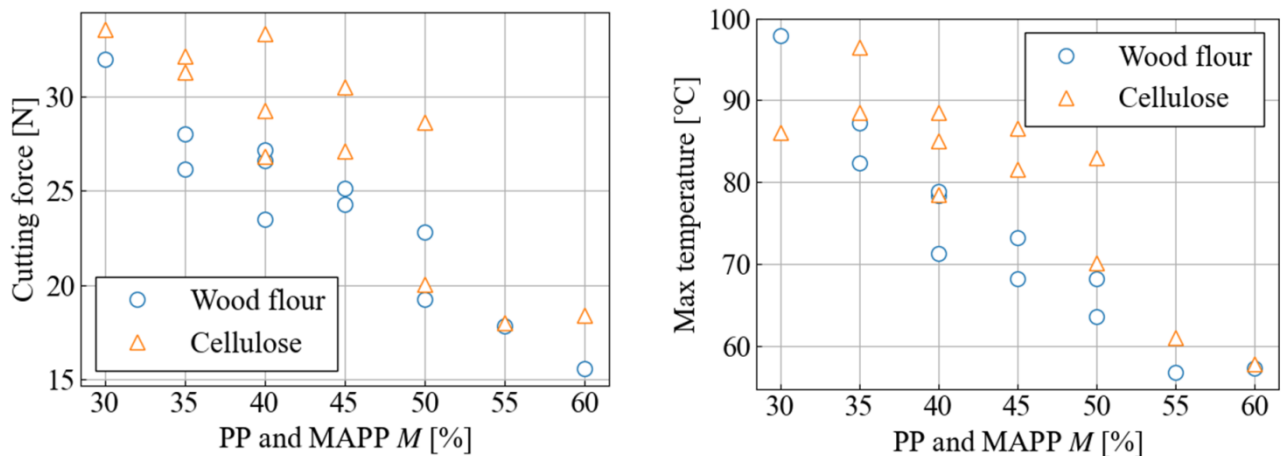


図 2-2-2-34 PP/MaPP の配合率と機械加工特性の関係[(左)切削抵抗、(右)切削熱]

CF 添加 PP の加工面粗さ評価

切削実験によって得られた CF 添加 PP の加工面を、算術平均粗さ R_a で評価した結果を図 2-2-2-35 に示す。加工面粗さには切削抵抗・切削熱のような、各素材の配合率との線形関係が見られないことがわかる。なお、算術平均粗さ R_a は各素材の配合率が最大、最小、中央の 5 点の材料を評価した際に上記のような傾向が見られたため、他の配合率の評価は省略した。一方で WF よりも CeL の方が、全体を通して算術平均粗さ R_a が大きくなっていることがわかる。実際に WF、CeL をそれぞれ配合した場合の加工面粗さを有意水準 0.05% の平均値検定によって検定したところ、両者の平均には有意な差があることがわかった。以上の結果から、加工面粗さには各素材の配合率との線形関係が見られなかったが、WF よりも CeL を配合した方が、加工面粗さが大きくなることがわかった。

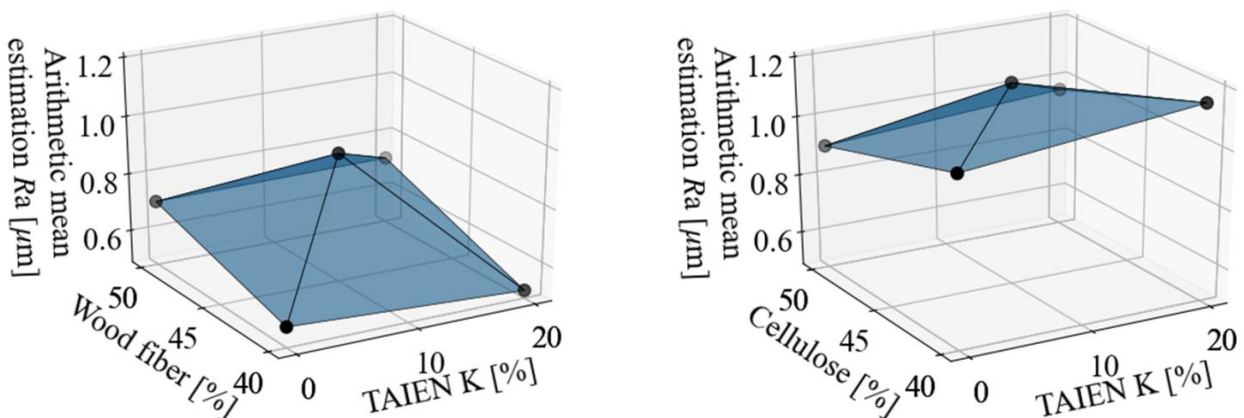


図 2-2-2-35 各配合率で成形された CF 添加 PP の算術平均粗さ[(左)WF、(右)CeL]

以上より、得られた結果を以下にまとめる。

- EM アルゴリズムによって、動力計の測定値の分布を解析することで、統計的に妥当な切削抵抗が求められることがわかった。
- CF 添加 PP の切削抵抗および切削熱はいずれも各素材の配合率と強い線形関係にあり、加えて難燃剤の配合率に大きく影響されることがわかった。また、WF よりも CeL を

配合した方が、切削抵抗および切削熱が僅かに高くなることがわかった。

- 加工面粗さには各素材の配合率との線形関係が見られなかったが、WF よりも CeL の方が、加工面粗さが大きくなることが統計的にわかった。

2.2.3. まとめ

本難燃化技術の課題は、少ない難燃剤の添加で如何に燃焼時に早く CF との相互作用により強固な炭化層を形成できるかである。そのため、難燃剤の添加量を低減した配合で V-0 を確保するための最適な条件を検討した結果、CF40 %以上、難燃剤 APP は 20%添加する必要があることが分かった。また、試作された難燃性 CF 添加 PP の機械的な諸特性評価を実施し、難燃剤の添加影響について明らかにすることができた。

一方、「2.4.3.2 複合機用部材における用途適正検証」にて詳細を後述するが、V-0 を確保した難燃化 CF 添加 PP の配合処方にて実製品の成型試作をした結果、試験片サイズでは確認できなかった成型品の外観不良が確認されたことから、引き続き、成型品の外観と難燃性の両方を確保できる配合処方の検討が必要である。

2.3. 耐衝撃性能の改善

[概要]

昨年度の結果より、CF 添加 PP の基本的な機械特性の傾向として、PP 製品と比較すると曲げ強度や弾性率は向上する一方で、フィラー添加特有の耐衝撃性の低下が確認された。既存 PP においても、耐衝撃性を求められる用途もあることから CF 添加 PP の市場導入には、耐衝撃性の付与技術を確立することは重要である。そこで、本年度は CF 添加 PP の耐衝撃性を改善する基本処方の確立を目指した。

その結果、「昨年度の水熱処理 CF 添加 PP の 2 倍以上」という目標値を達成する処方を確立した。また、表面硬度の低い α オレフィンコポリマーを添加することで、ノッチなしシャルピー衝撃強度において No Break となる処方も見出した。この技術確立によって、耐衝撃性が求められる用途への展開も期待できる。以下に得られた結果の詳細を示す。

2.3.1. 耐衝撃配合の検証

2.3.1.1. 概要

今年度は昨年度に実証した水熱処理 CF 添加 PP の 2 倍以上に向上させる処方を確立することを目標とし、CF 添加 PP に耐衝撃性を付与する条件を検討した。

2.3.1.2. 試験条件

CF 添加 PP への耐衝撃性付与として、原材料の最適化を検討した。そこで、「主要となる PP、CF 及び耐衝撃性改善用の添加剤についてのスクリーニング」、「最適な材料を組み合わせた上での最適配合の検証」について実施した。添加剤としては、SEBS（水添スチレン系熱可塑性エラストマー）等の添加剤を選択した。それぞれの配合条件について、表 2-3-1-1 ~ 2-3-1-4 に示す。本配合に基づき、「2.1.3.2 試験方法」と同様の機器条件にてコンパウンドを作製した。得られたコンパウンドを射出成型機で短冊試験片とダンベル試験片に加工した。耐衝撃性の評価はシャルピー衝撃試験（JIS K7111）にてノッチあり及びなしの両条件について実施した。

表 2-3-1-1 ベース PP の影響検証

サンプル名	原料 PP 種類	CF 添加量 [%]	PP 添加量 [%]	MaPP 添加量 [%]
PP-1	MFR = 3	40	58.4	1.6
PP-2	MFR = 30	40	58.4	1.6
PP-3	MFR = 100	40	58.4	1.6

表 2-3-1-2 木粉粒子径の影響検証 (PP: MFR = 100)

サンプル名	原料 CF 平均粒子径[μm]	CF 添加量 [%]	PP 添加量 [%]	MaPP 添加量 [%]
CF-1	46	40	58.4	1.6
CF-2	113	40	58.4	1.6
CF-3	165	40	58.4	1.6

表 2-3-1-3 耐衝撃添加剤のスクリーニング配合 (PP: MFR = 100)

サンプル名	衝撃改善剤	CF 添加量 [%]	PP 添加量 [%]	MaPP 添加量 [%]	添加剤 添加量 [%]
LLDPE	LLDPE	40	48.4	1.6	10
VLDPE	VLDPE	40	48.4	1.6	10
SEBS1	SEBS	40	48.4	1.6	10
SEBS2		40	48.4	1.6	10
α-Olefin1	α オレフィン コポリマー	40	48.4	1.6	10
α-Olefin2		40	48.4	1.6	10
α-Olefin3		40	48.4	1.6	10
α-Olefin4		40	48.4	1.6	10

※α-olefin: 表面硬度(低い 1 → 高い 4)

表 2-3-1-4 最適添加剤での添加量検証 (PP: MFR = 100)

サンプル名	CF [%]	PP [%]	MaPP [%]	α-olefin1 [%]
C20-0	20.0	79.2	0.8	-
C30-0	30.0	68.8	1.2	-
C40-0	40.0	58.4	1.6	-
C50-0	50.0	48.0	2.0	-
C20-10	20.0	69.2	0.8	10.0
C30-10	30.0	58.8	1.2	10.0
C40-10	40.0	48.4	1.6	10.0
C50-10	50.0	38.0	2.0	10.0
C20-15	20.0	64.2	0.8	15.0
C30-15	30.0	53.8	1.2	15.0
C40-15	40.0	43.4	1.6	15.0
C50-15	50.0	33.0	2.0	15.0
C20-20	20.0	59.2	0.8	20.0
C30-20	30.0	48.8	1.2	20.0
C40-20	40.0	38.4	1.6	20.0
C50-20	50.0	28.0	2.0	20.0

2.3.1.3. 試験結果

原材料のスクリーニング

ここでは原材料のスクリーニングによって、主要原料の最適な組合せを調査した。まずベース PP による耐衝撃性への影響について結果を図 2-3-1-1 に示す。ノッチあり、なしの両条件において、ベース PP の MFR 値が低いほど耐衝撃性が向上する結果が得られた。一般的に PP は MFR 値が低い程、分子量が大きい傾向にあるためと考えられる。しかしながら、ベース PP の MFR 値が低くなるにつれて、CF 添加 PP としての流動性も低下するため、成形が困難となってしまう（図 2-3-1-2）。CF 添加量が 40%においても、MFR = 3 の PP を使用すると流動性が本事業で目標としている MFR 3.0 g/10min 以下となることから、CF 添加 PP の流動性を確保できる程度の流動性のある PP を選択することが重要である。

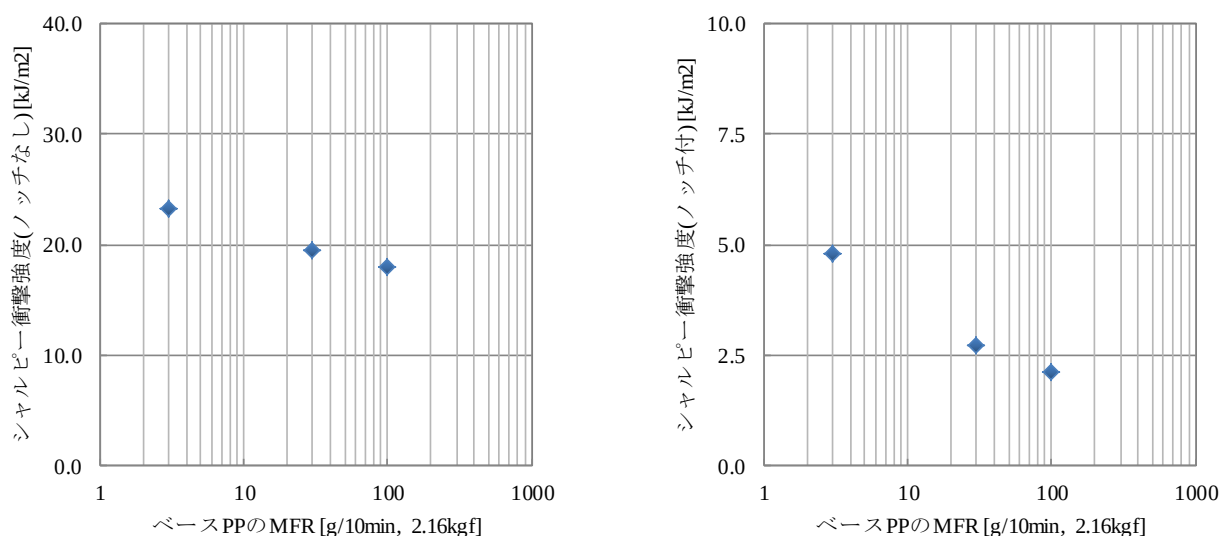


図 2-3-1-1 PP 選定と CF 添加 PP の耐衝撃性の関係

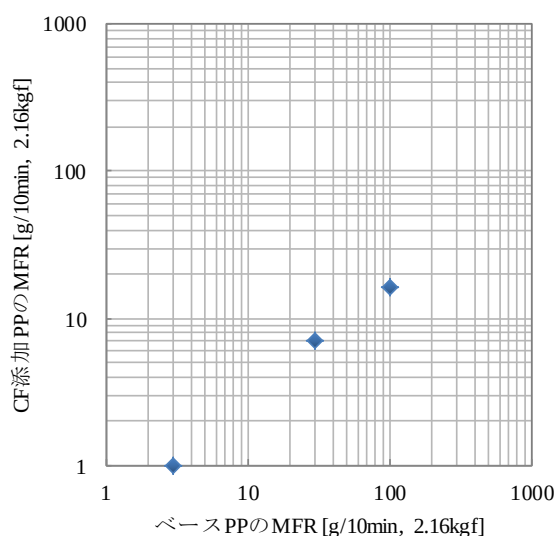


図 2-3-1-2 PP 種別による CF 添加 PP の MFR

続いて、CF の性状と耐衝撃性の関係について調査した。CF は粒子径によって耐衝撃性に影響を与えることから、粒子径を検証した。CF の平均粒子径と耐衝撃性の関係について図 2-3-1-3 に示す。粒子径が小さくなるほどノッチなし衝撃強度が向上することが確認できた。これにより、耐衝撃性向上を目指す上で、粒子径の小さい CF を選択することが有効であると言える。

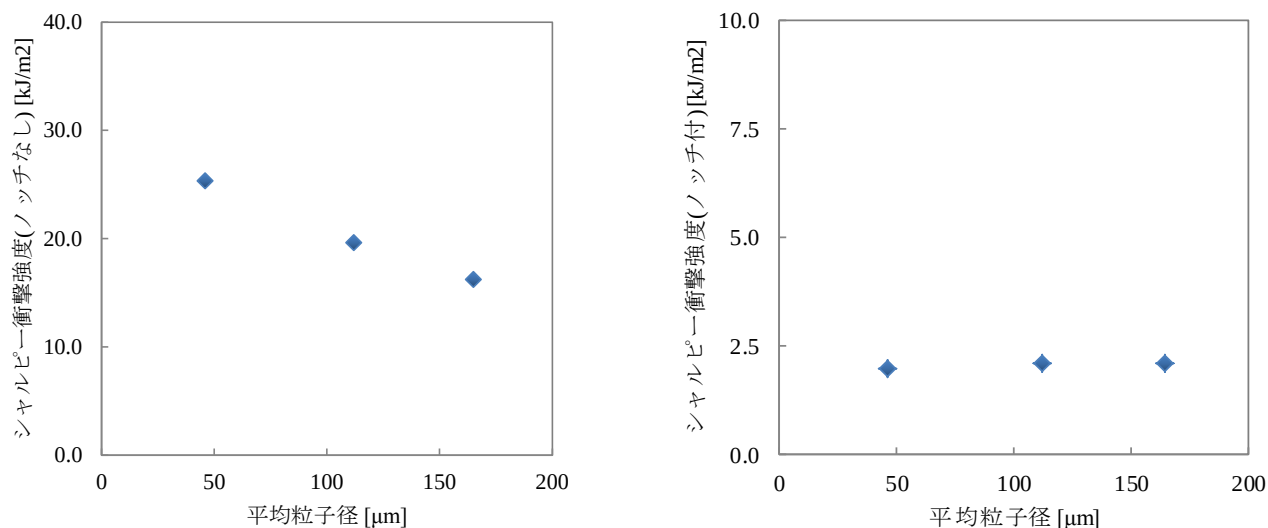


図 2-3-1-3 CF 粒子径と耐衝撃性の関係

以上の結果より、PP と CF の選択によって目標とする衝撃強度を達成する可能性が示唆されたが、同時に流動性を確保するためにはベース PP の流動性が高いものを選択する必要がある。衝撃強度の目標値を確実に達成するために、耐衝撃性を改善する添加剤を評価した。CF 添加量を 40%、添加剤 10% としたときの耐衝撃性改善効果について、図 2-3-1-4 に示す。PE 系、SEBS 系及び α -olefin 系について比較したところ、 α -olefin 系コポリマーを使用することで耐衝撃性を向上させるという結果が得られた。また、 α -olefin の中でも表面硬度の低いものが耐衝撃性の改善に有効であることが確認できた。

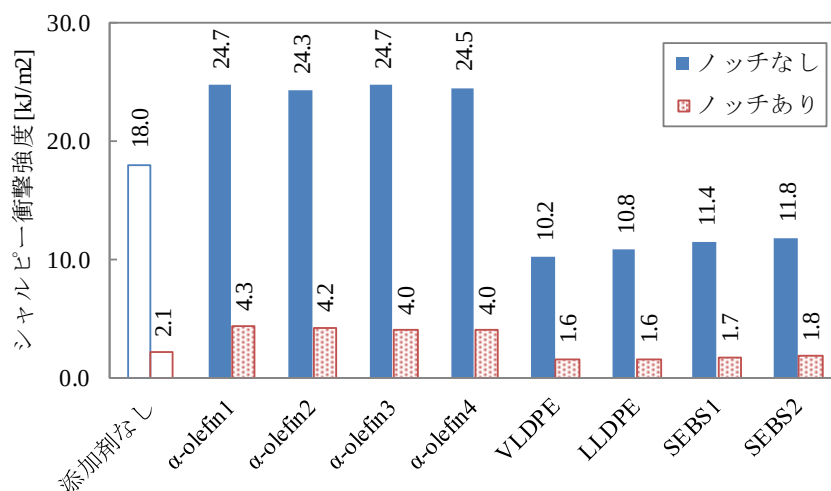


図 2-3-1-4 添加剤種別ごとの CF 添加 PP の衝撃強度

以上の結果より、耐衝撃性を付与する処方検討として、それぞれの最適材料について選択することができた。下記に最適な材料の選択方法についてまとめた。

- PP : MFR 値が小さいほど、耐衝撃性が高くなる。
- CF : 小さい粒子径ほど、耐衝撃性が高くなる。
- 添加剤 : 表面硬度の低い α -olefin が最も効果が高い。

最適材料の組合せにおける配合検証

前項にて選択した耐衝撃性能に適した材料を組み合わせることで、CF 添加 PP の衝撃強度を改善する配合を検討した。ここでは、ベース PP は MFR = 100 g/10min、CF は平均粒子径が 46 μm 、及び添加剤は最も表面硬度の低い α -olefin1 を選択し、CF 添加量と α -olefin 1 添加剤量でみた衝撃強度の関係について、ノッチなし及びノッチありの試験結果をそれぞれ表 2-3-1-5 及び 2-3-1-6 に示す。どちらの強度においても、CF 添加量は衝撃強度への影響は小さいことがわかる。また、 α -olefin 1 は添加量が多くなるにつれて、衝撃強度が向上することが確認できた。ノッチなしの場合、 α -olefin 1 添加量が 15%以上では CF 添加量が 40%と 50%において破損せず、20%の添加剤量ではすべての CF 添加量においても破損しないことがわかった。

これにより、CF と PP の適切な選択によって、目標値である昨年度の水熱処理 CF 添加 PP の耐衝撃性を 2 倍以上とする配合を確立した。更に α -olefin 1 の添加によってノッチなし衝撃強度における破損しない配合条件を確立することができた。これは耐衝撃性能が求められる用途への可能性を高めることに繋がる。

表 2-3-1-5 添加剤量と衝撃強度（ノッチなし）の関係 [単位: kJ/m²]

		CF 添加量 [%]			
		20	30	40	50
水熱処理 CF 添加 PP (水熱処理条件は「170 °C×20 分」)		13.3	11.3	12.8	11.2
α -olefin 1 添加量 [%]	0	27.1	27.7	25.7	22.6
	10	41.1	39.5	42.2	41.8
	15	49.6	49.4	No Break	No Break
	20	No Break	No Break	No Break	No Break

表 2-3-1-6 添加剤量と衝撃強度（ノッチあり）の関係 [単位: kJ/m²]

		CF 添加量 [%]			
		20	30	40	50
水熱処理 CF 添加 PP (水熱処理条件は「170 °C×20 分」)		0.7	1.0	1.4	0.9
α -olefin 1 添加量 [%]	0	1.8	1.9	2.0	2.1
	10	3.1	3.3	4.1	4.8
	15	4.7	6.3	6.6	6.6
	20	8.7	9.5	8.7	8.1

2.3.2. 耐衝撃配合と各種成形体性能の関連性検証

2.3.2.1. 概要

前項では耐衝撃性を向上させるための条件を確立した。ここでは耐衝撃配合とその機械的特性について調査した。本項では、CF 添加量と添加剤量による性能への関連性について評価することとし、耐衝撃性評価と同様に表 2-3-1-4 に示す配合にて作製した短冊試験片とダンベル試験片を用いて、各種特性について評価した。

2.3.2.2. 試験結果

耐衝撃配合と各種成形体特性の関係について、図 2-3-2-1 に示す。ここでは前項で耐衝撃性改善に最も効果のあった表面硬度の低い α -olefin1 を添加した時の CF 添加 PP の物性変化について調査した。評価項目は、曲げ強度、引張強度、曲げ弾性率及び MFR とした。 α -olefin1 添加量と各種物性の関係を図 2-3-2-1 に示す。本結果より、 α -olefin の増量は検証したすべての物性において低下することが確認された。

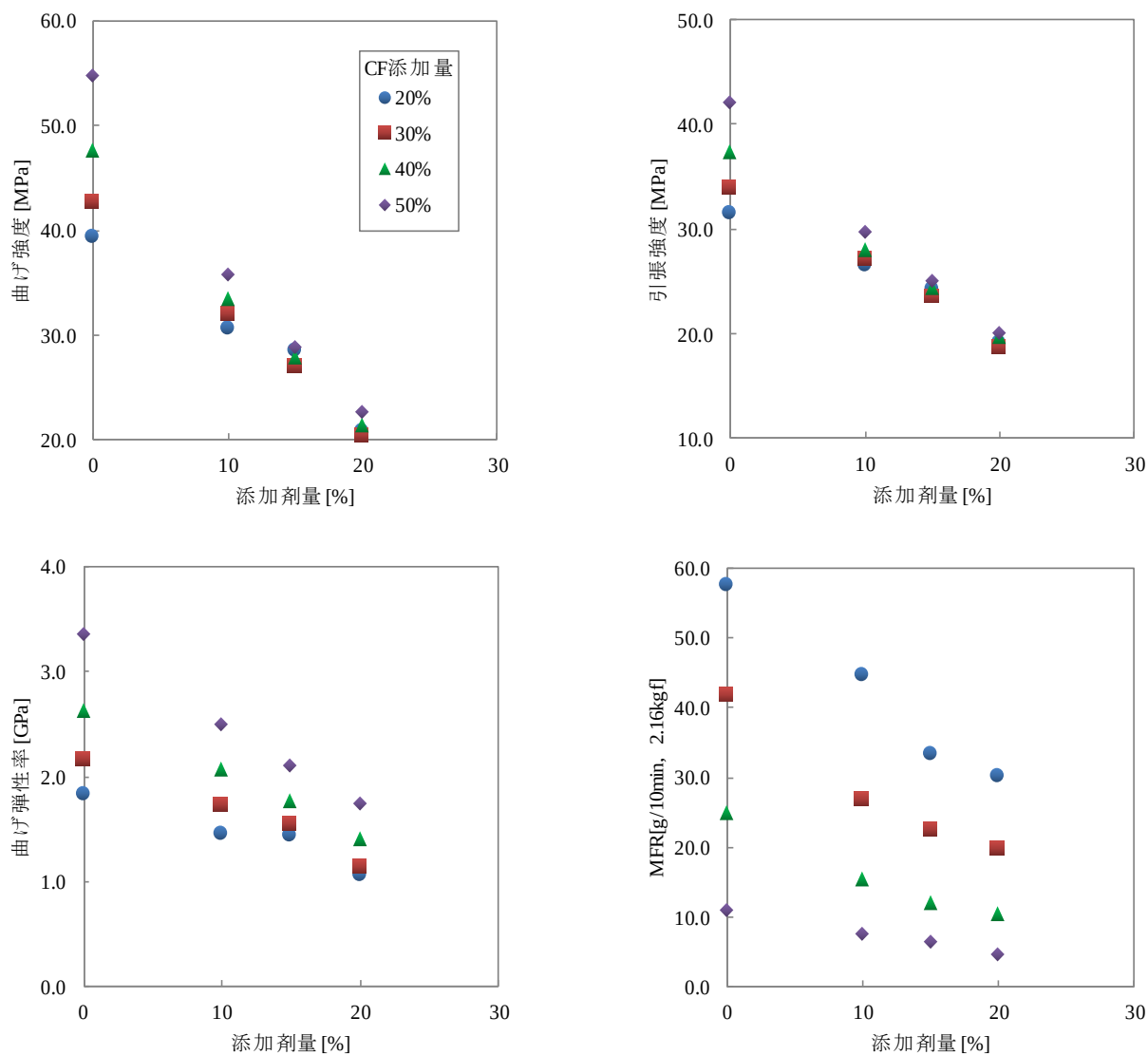


図 2-3-2-1 α -olefin1 による CF 添加 PP の各種特性への影響

上記の結果は、添加剤とベース PP のポリマーの特性による基礎物性による影響であると考えられる。 α -olefin1 は耐衝撃性が高いが、剛性は低い。また、ベース PP の MFR が 100 g/10min に対して、20 g/10min であるため、流動性も低い。よって、CF 添加量を固定した場合、PP の一部を α -olefin に置き換えているため、剛性と流動性の低下は α -olefin1 の基礎物性に由来する傾向と言える。

2.3.3. まとめ

本項では、CF 添加 PP の耐衝撃性を改善するための配合条件を検証した。その結果として、改善目標値であった「昨年度の水熱処理 CF 添加 PP の 2 倍以上」という目標を達成するための処方を確立した。また、耐衝撃性を改善するための添加剤として、最適な添加剤は表面硬度の低い α オレフィンコポリマーであることも解明し、これにより CF 添加 PP の耐衝撃性はノッチなしの場合で最大で No Break にまで到達した。これにより耐衝撃性が求められる用途に対しても CF 添加 PP 利用の可能性が示唆された。本章にて得られた結果を以下にまとめる。

- 耐衝撃性の目標値：
 - 昨年度の水熱処理 CF 添加 PP の 2 倍以上の衝撃強度を持つ CF 添加 PP の配合条件を確立した。
- 材料の選択方法：
 - PP：MFR が低いもの
 - CF：粒子径の小さいもの
 - 添加剤：表面硬度の低い α オレフィンコポリマー
- 上記のコポリマー20%添加により、CF 添加 PP はノッチなし衝撃強度では No Break に到達するほどにまで向上した。

2.4. CF 性状/配合と適応用途のマッピング

[概要]

CF は、サイズや形状、構成成分が様々で、これらが CF 添加 PP の製品性能に影響を及ぼすことから、製品化への開発負荷は大きい。これが CF 添加 PP の普及を妨げる原因の一つである。誰もが CF をプラスチック用途へ迅速に展開できるような環境の構築は、CF の活用による化石資源由来プラスチックの使用量削減に繋がると考える。

本項では、「2.1 成型流動性を確保する CF の開発」で開発した流動性を付与した CF を用いた機械的特性の評価、同 CF を用いた CF 添加 PP の耐久性評価、CF 添加 PP の機械的特性のマッピングを実施し、CF の性状と CF 添加 PP の機械的特性の関係を調査した。その結果、CF 性状やサイズと各種成形体特性の関係性を評価し、データベース構築に向けたデータの蓄積を実施した。これは、新規に CF の使用を検討するユーザーにとって目標物性から CF の種類、添加量を選択することを容易にし、産業全体での CF 添加 PP の普及を加速させることに繋げることが出来ると考える。以下に得られた結果の詳細を示す。

2.4.1. 機械的特性への影響評価

2.4.1.1. 水熱処理 CF の機械的特性評価

「2.1.3.CF 添加 PP の流動性の検証」にて、流動性を検証した水熱処理 CF 添加 PP について、機械的特性を評価した。表 2-1-3-1(左)の配合に基づき、babyplast6/10 にて短冊試験片及びダンベル試験片に加工した。作製された試験片を用いて、曲げ強度、引張強度及び衝撃強度を評価した。

「2.1.1.水熱処理条件の検証」にて、水熱処理による CF の改質は構成成分だけではなく、粉砕後の粒子径状を変化させる傾向にあった。そこで、水熱処理によって変化した CF 性状と CF 添加 PP の機械的特性の関係について調査した。

図 2-4-1-1 では平均粒子径と各機械的特性の関係について示す。水熱処理による平均粒子径の変化は小さかったため、ここでは粉砕径を変えた CF についても交えて評価することとした。その結果、曲げ弾性率は粒子径の違いに伴う差は見られなかった。一方で、曲げ強度、引張強度及びノッチなし衝撃強度においては粒子径が小さくなるほど高い傾向が伺えた。

続いて、嵩比重と各機械的特性の関係について図 2-4-1-2 に示す。水熱処理による CF の嵩比重の増加に伴い、全ての機械的特性は低下する傾向が見られた。更に、図 2-4-1-3 に示すセルロース／ヘミセルロース比率との関係も同様に、この比率が高くなるほど全ての機械的特性は低下する傾向が伺える。嵩比重とセルロース／ヘミセルロース比率はどちらも水熱処理時の熱履歴に応じて、高くなる傾向にあったことから、水熱処理による流動性向上と機械的特性はトレードオフの傾向にあると言える（図 2-4-1-4）。

平均粒子径と機械的強度の関係

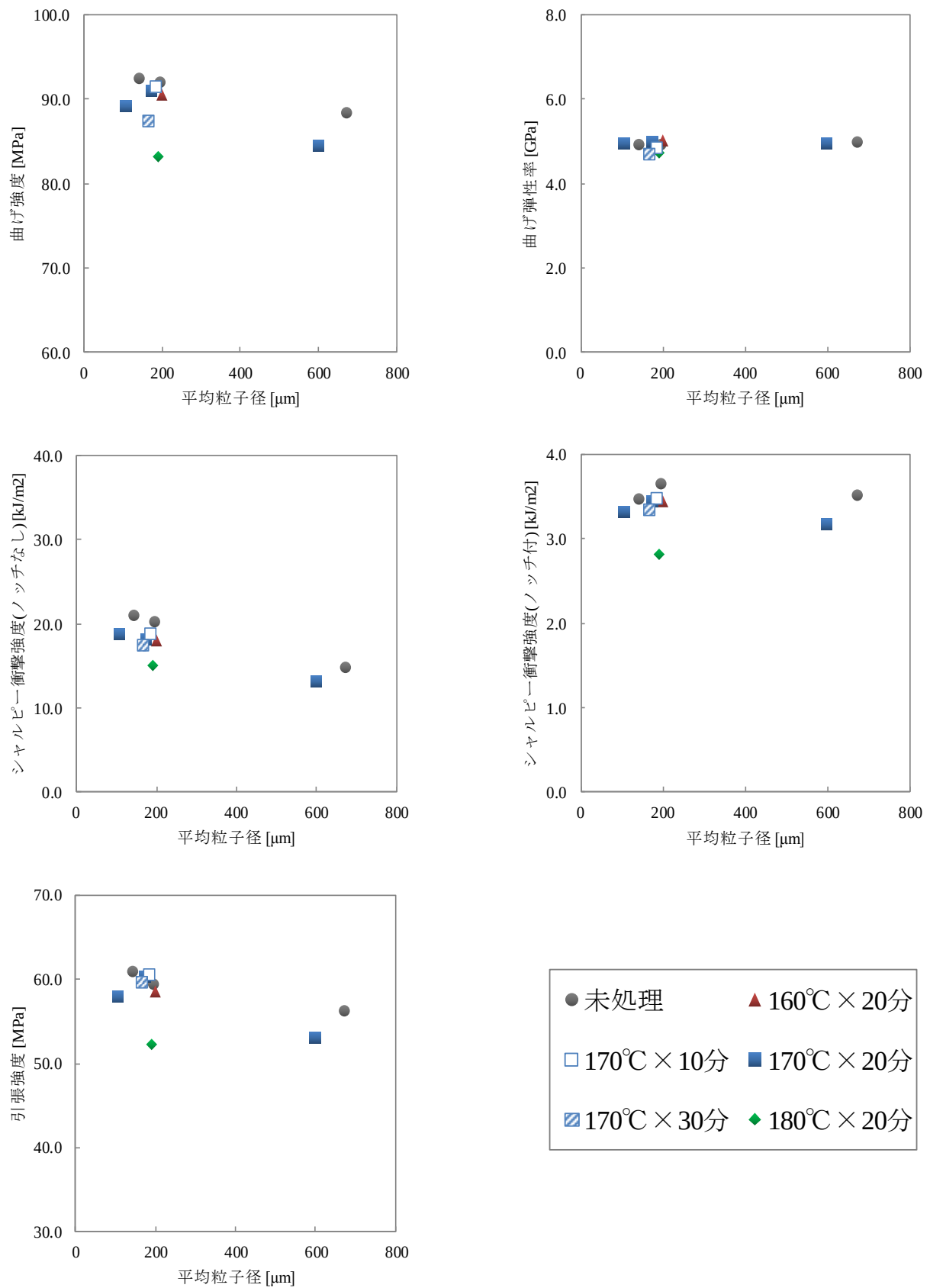


図 2-4-1-1 水熱処理 CF の平均粒子径と各機械的特性の関係

嵩比重と機械的強度の関係

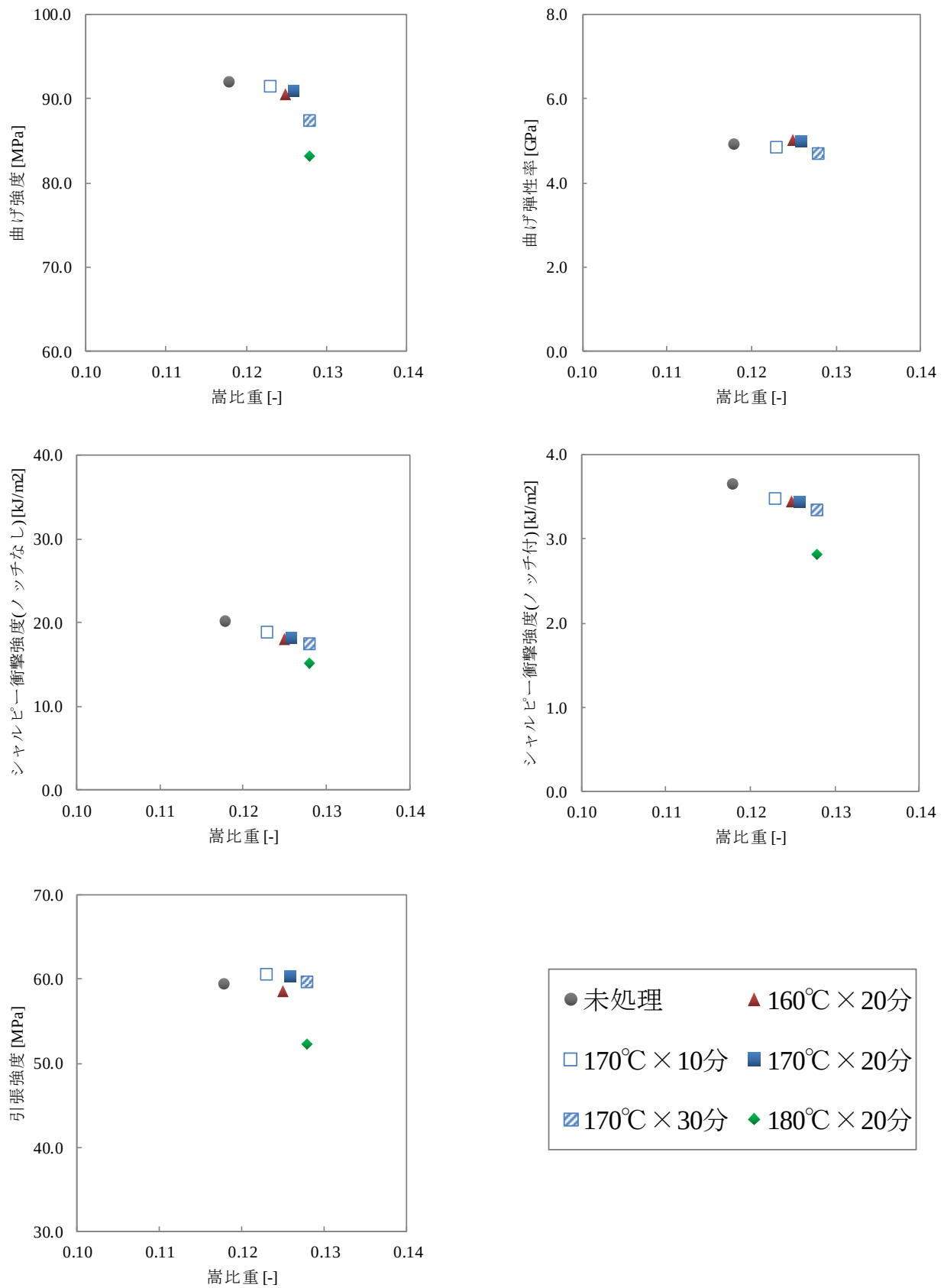


図 2-4-1-2 水熱処理 CF の嵩比重と各機械的特性の関係

CF 構成成分と機械的強度の関係

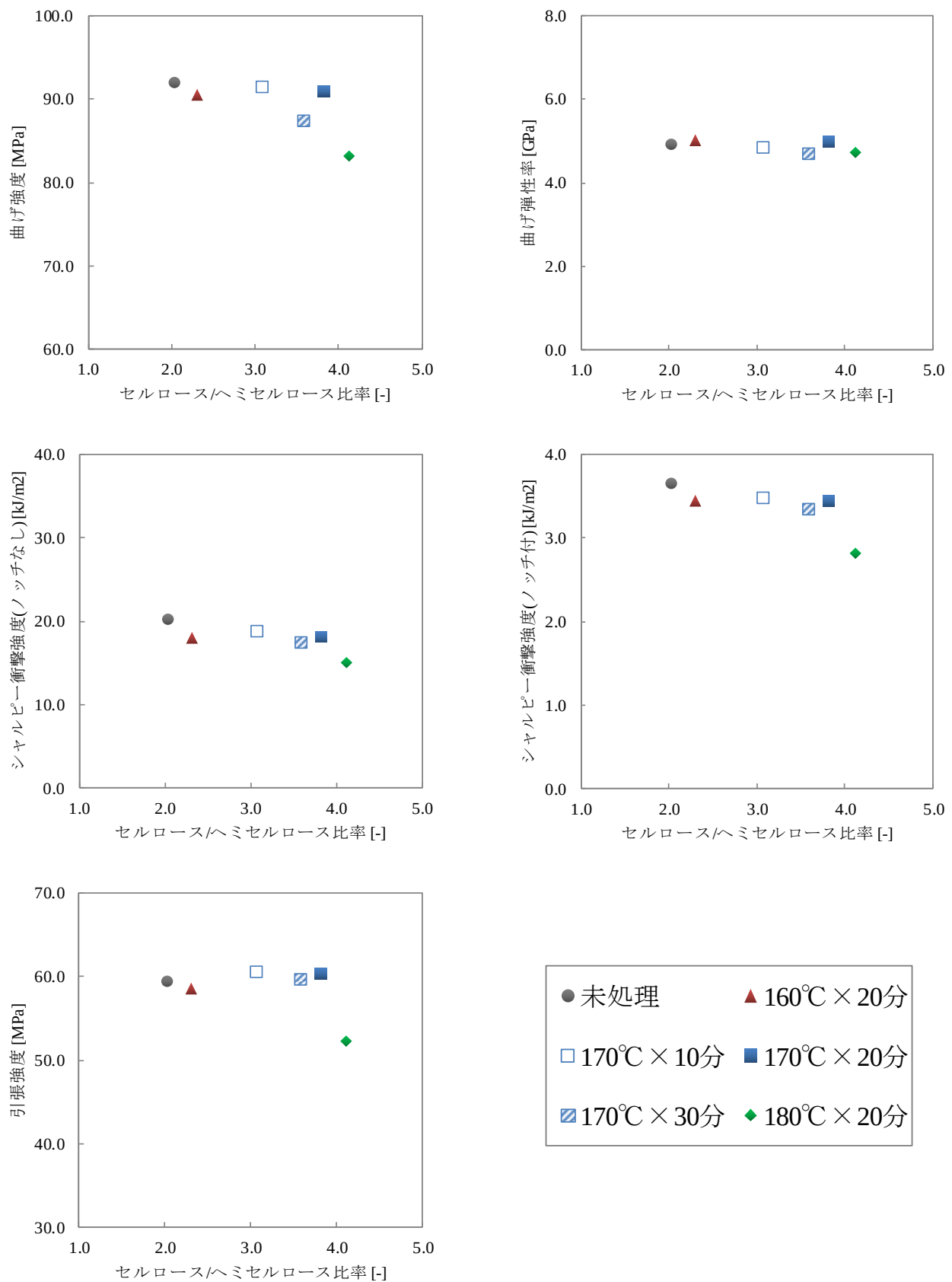


図 2-4-1-3 水熱処理 CF の構成成分と各機械的特性の関係

流動性と機械的強度の関係

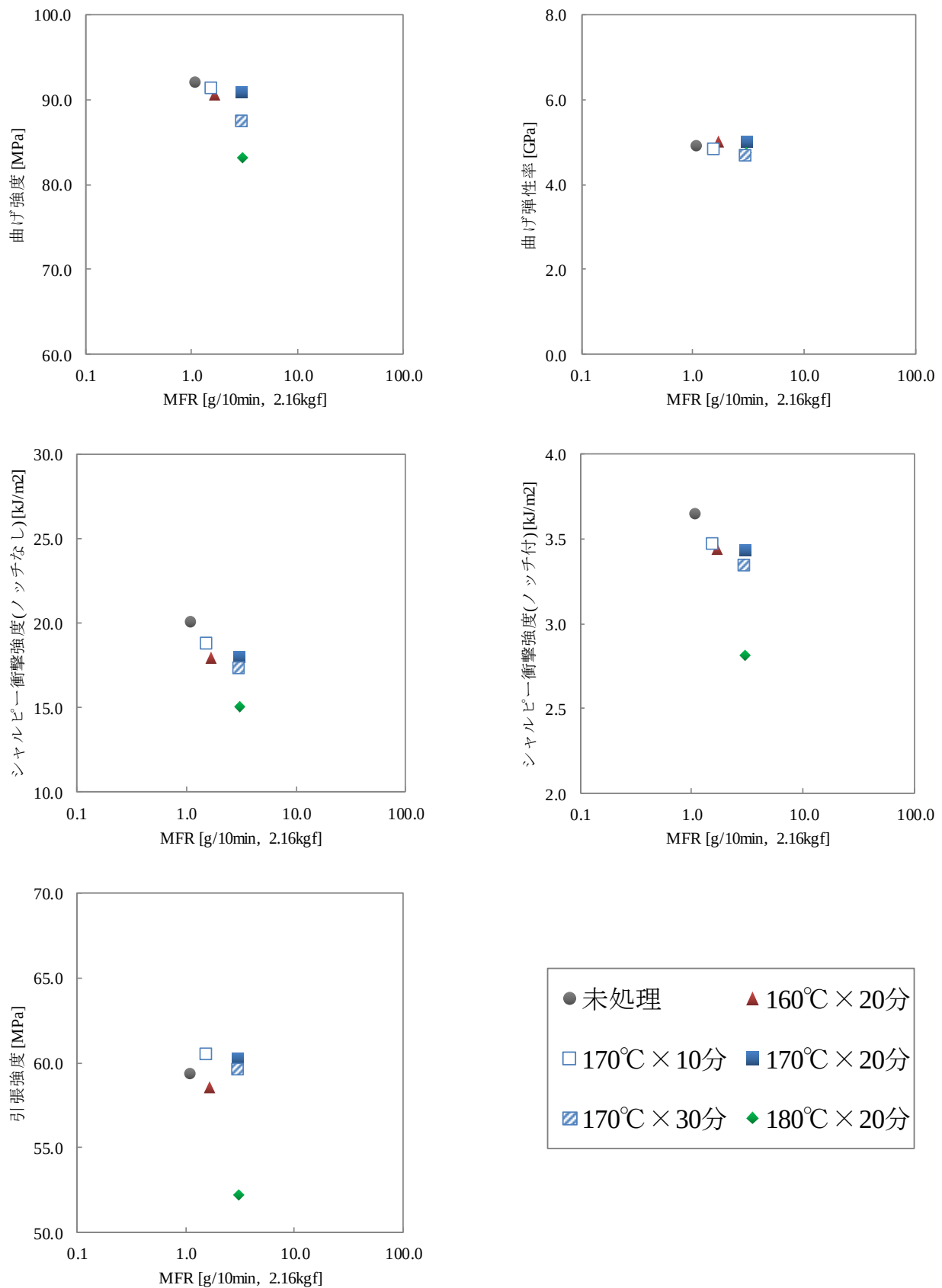


図 2-4-1-4 水熱処理 CF の流動性と各機械的特性の関係

2.4.1.2. 圧縮処理 CF の機械的特性評価

本項では、「2.1.3.CF 添加 PP の流動性の検証」にて、流動性を検証した圧縮処理 CF を使用した場合の機械的特性を評価した。表 2-1-3-1(右)の配合に基づき、水熱処理 CF と同様に、各種機械的特性を評価した。

水熱処理では、CF の構成成分の変化を主たる目的として、化学的性質の変化に伴う各種流動性の改善と各種特性への影響について評価した。一方で、圧縮処理は嵩比重の増加による流動性改善を目的としており、この処理によって嵩比重以外の物理的な性状変化も確認した。そこで、本項では圧縮処理に伴う CF 性状の変化による各種機械的特性への影響を評価した。

まず、平均粒子径と各種機械的特性の関係について図 2-4-1-5 に示す。平均粒子径との関係より、解繊工程において制御している粒子径よりも圧縮処理工程の影響が大きいと判断できる。圧縮工程別で比較すると、シャルピー衝撃強度（ノッチ付）を除く各種強度において、平均粒子径が小さい程、高くなる傾向にあった。

図 2-4-1-6 では、嵩比重と各種機械的特性の関係について示す。圧縮処理にて嵩比重を高くするほど、CF 添加 PP の機械的特性は低下することが確認された。嵩比重の増加は流動性の改善に直結しており、流動性と各種機械的特性には負の相関があった(図 2-4-1-7)。

以上の結果より、圧縮処理によって嵩比重を高くすると、全ての機械的特性は低下するが、PP 単体（曲げ強度 38.8 MPa、曲げ弾性率 1.49 GPa、引張強度 26.5 MPa）に対する衝撃強度以外の補強効果は得られており、圧縮の程度を調整することによって、流動性と補強効果のバランスを取った CF の選択は可能であると考ええる。また、耐衝撃性については「2.3. 耐衝撃性能の改善」で得られた技術の水平展開が可能と考える。

平均粒子径と機械的強度の関係

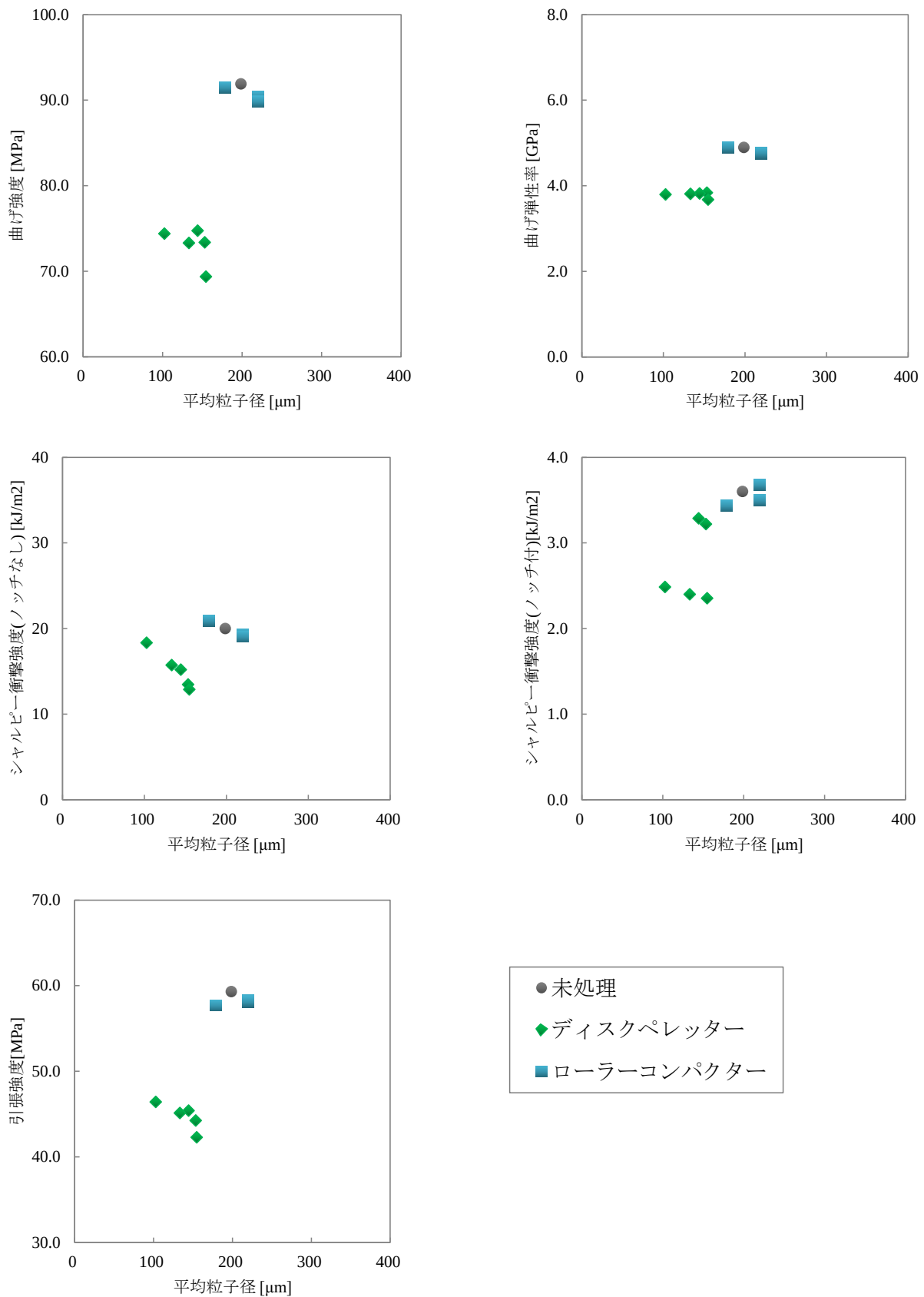


図 2-4-1-5 圧縮処理 CF の平均粒子径と各機械的特性の関係

嵩比重と機械的強度の関係

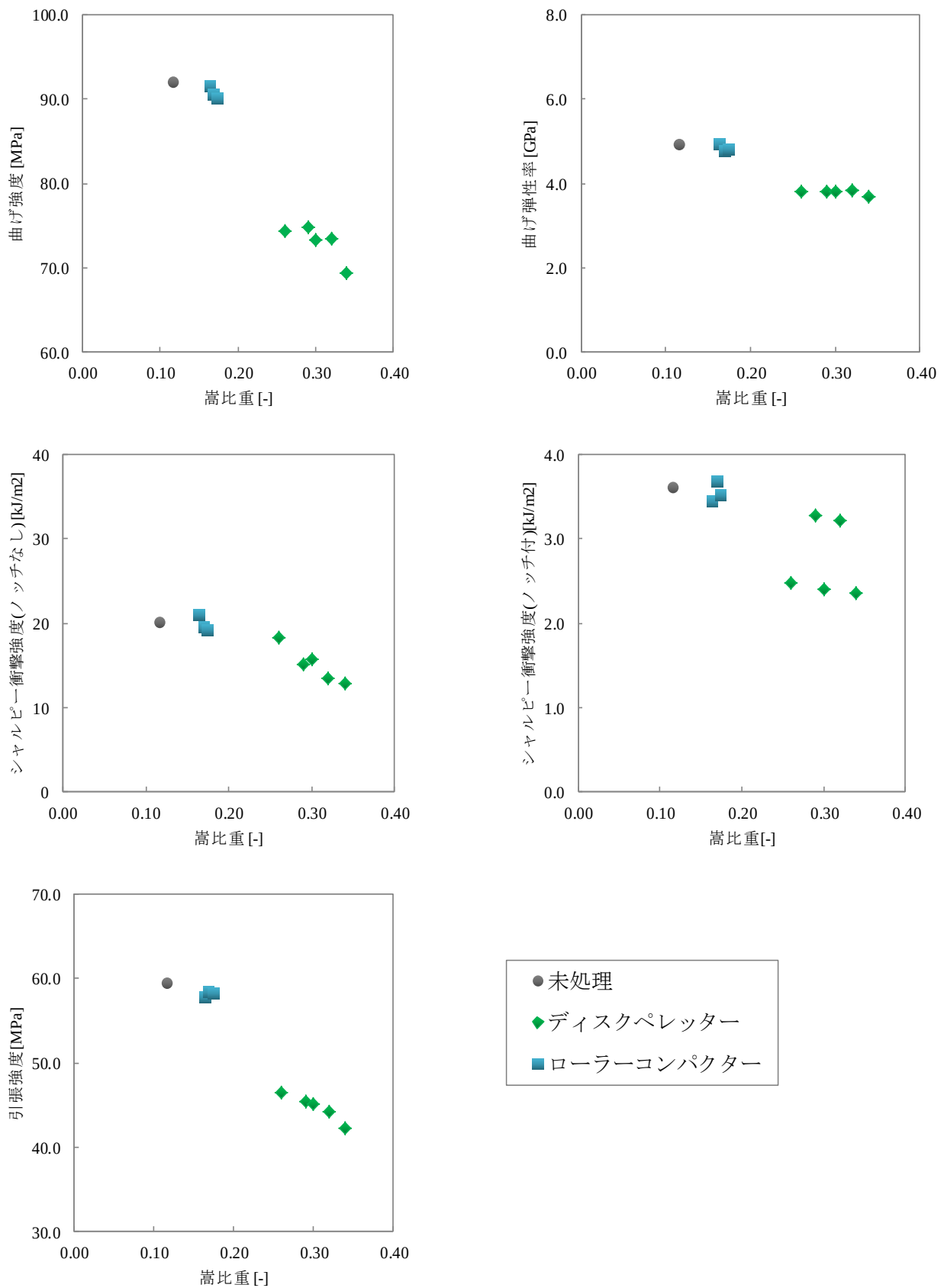


図 2-4-1-6 圧縮処理 CF の嵩比重と各機械的特性の関係

流動性と機械的強度の関係

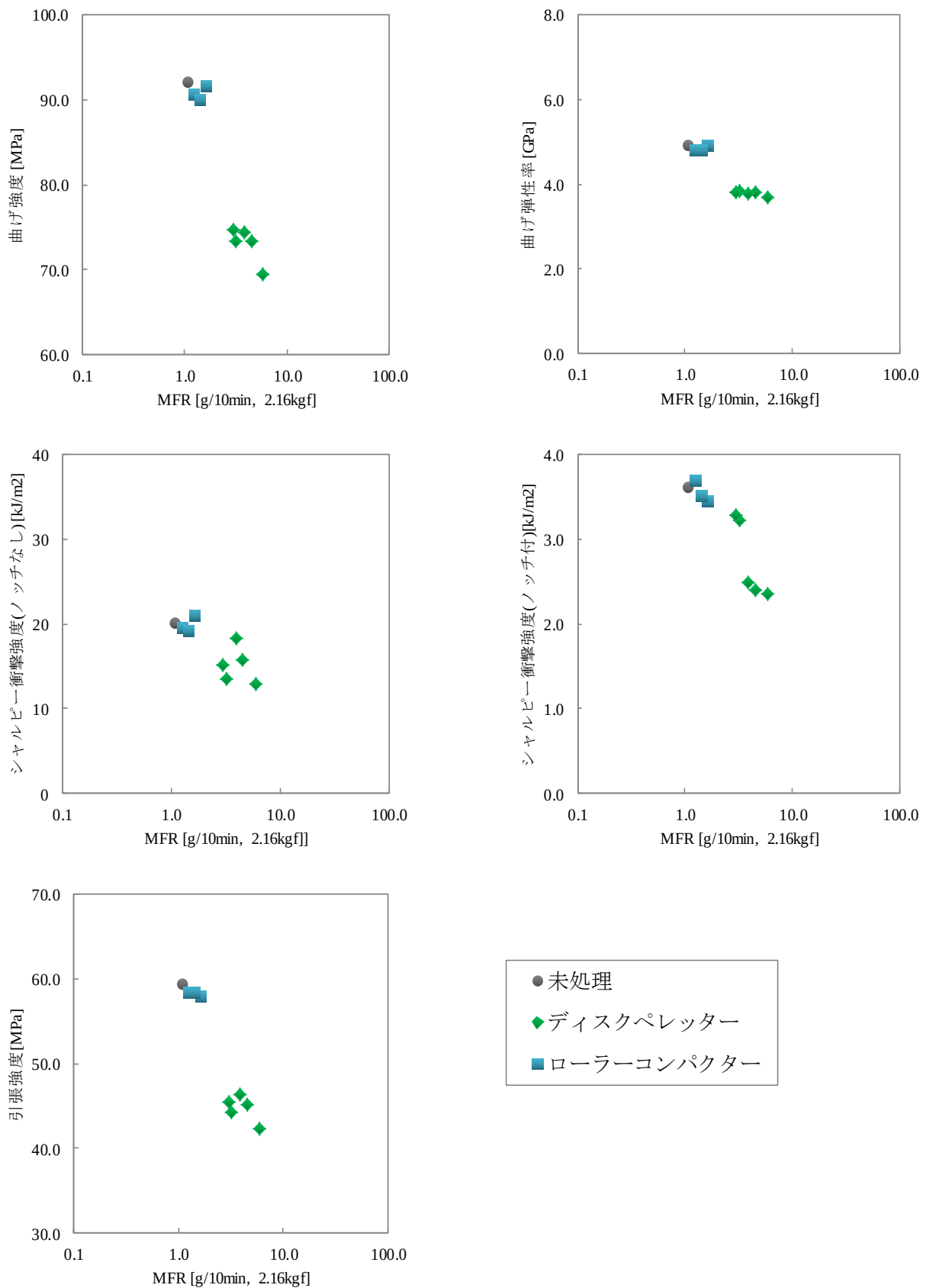


図 2-4-1-7 圧縮処理 CF の流動性と各機械的特性の関係

2.4.1.3. 各種 CF の特性と CF 添加 PP の機械的特性の関連評価（マッピング）

以上の結果を踏まえ、本項ではこれまでのデータを統合し、各種 CF の性状と複合後の CF 添加 PP の成形体特性についての関係性を調査した。今年度は流動性の高い PP（MFR = 100 g/10min）について検証し、データ解析を目的としたデータベースの構築に向けてデータの蓄積を実施した。使用した CF は、水熱処理 CF（HT）、圧縮処理 CF（CP）、市販木粉（WF）及び市販セルロース（CeF）として、木粉についてはスギやスプルスなどの異なる樹種も選択することで、複合的なデータを取得した。

添加量におけるマッピング

CF 添加量と各種機械的特性の関係について解明した。図 2-4-1-8 では流動性との関係、また、図 2-4-1-9 では各種機械的特性との関係について観察された傾向について以下に示す。流動性については CF 添加量増加に伴い、低下する傾向にあった。そして、CF 添加量が多くなるにつれて CF 種類の違いによる MFR 値の振れ幅は小さくなることがわかる。これにより、流動性はマトリクス樹脂とフィラーの配合割合に依存すると言える。

また、機械的特性においては、シャルピー衝撃強度（ノッチなし）を除いて CF 添加量増加に伴い、強度及び弾性率は向上する傾向が確認された。そして、各 CF 濃度において、それぞれの特性は一定の範囲内に収束している。この傾向から、ユーザーが CF 添加 PP を用いた製品開発をする場合、まず適切な CF 添加量を検討することによって、目標特性に大きく近づけることが可能となり、開発工数を減らすことが可能と考えられる。

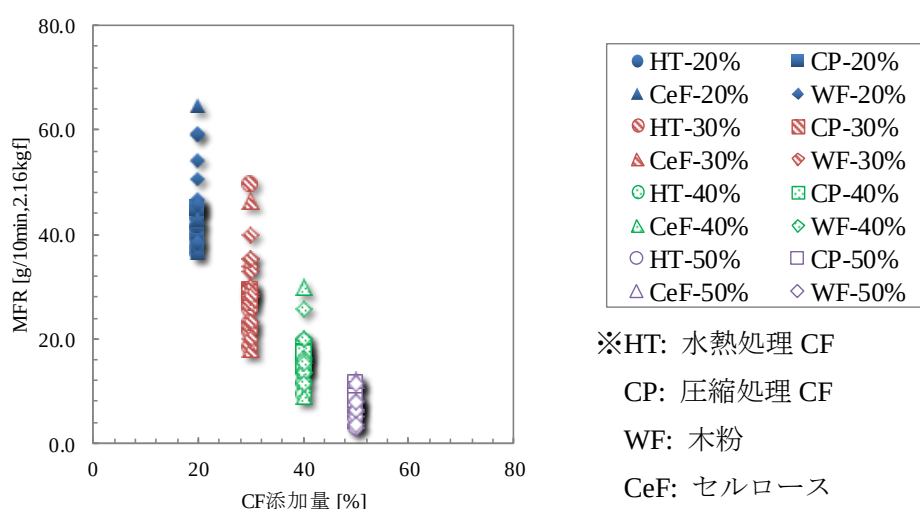


図 2-4-1-8 各種 CF 添加量と流動性の関係

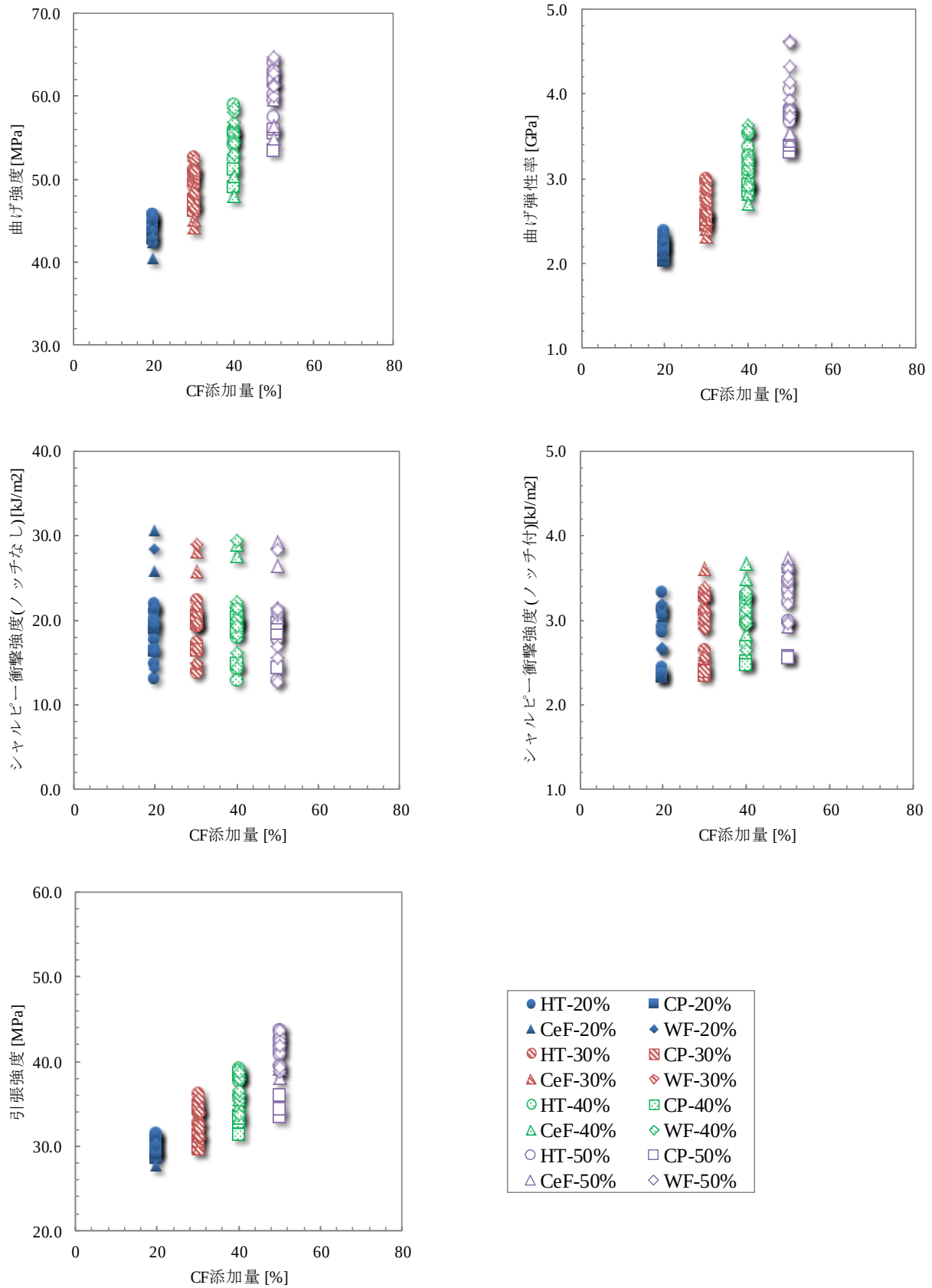


図 2-4-1-9 各種 CF 添加量と各機械的特性の関係

平均粒子径におけるマッピング

CF の粒子径が及ぼす各種機械的特性について、その関係性について評価した。流動性との関係は図 2-4-1-10 に、その他機械的特性との関係は図 2-4-1-11 に示す。全体的な傾向として、(1)平均粒子径が小さい CF ほど流動性及びシャルピー衝撃強度（ノッチなし）は向上する傾向にあり、(2)曲げ強度、曲げ弾性率及び引張強度については粒子径が大きい程高い値をとる傾向にある。添加量による影響と比較すると、平均粒子径による影響力は小さいことが確認された。

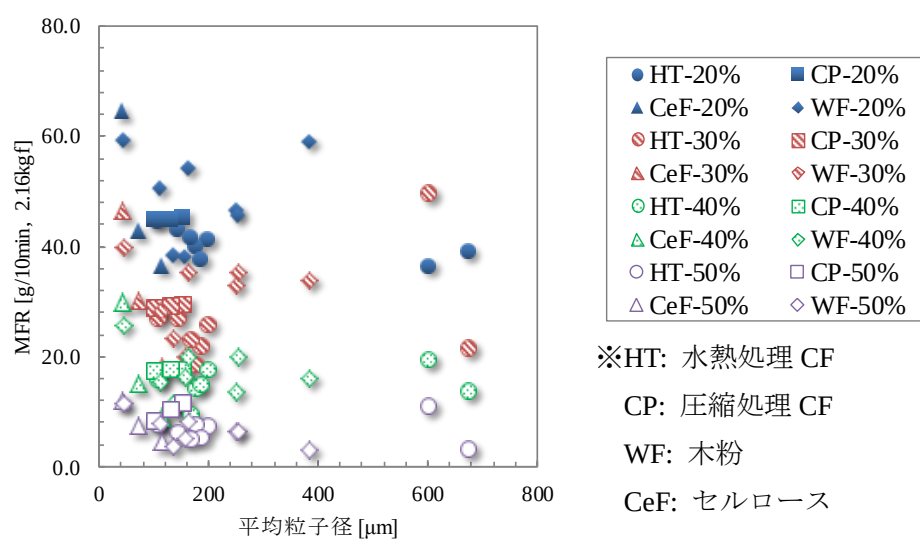


図 2-4-1-10 各種 CF の平均粒子径と流動性の関係

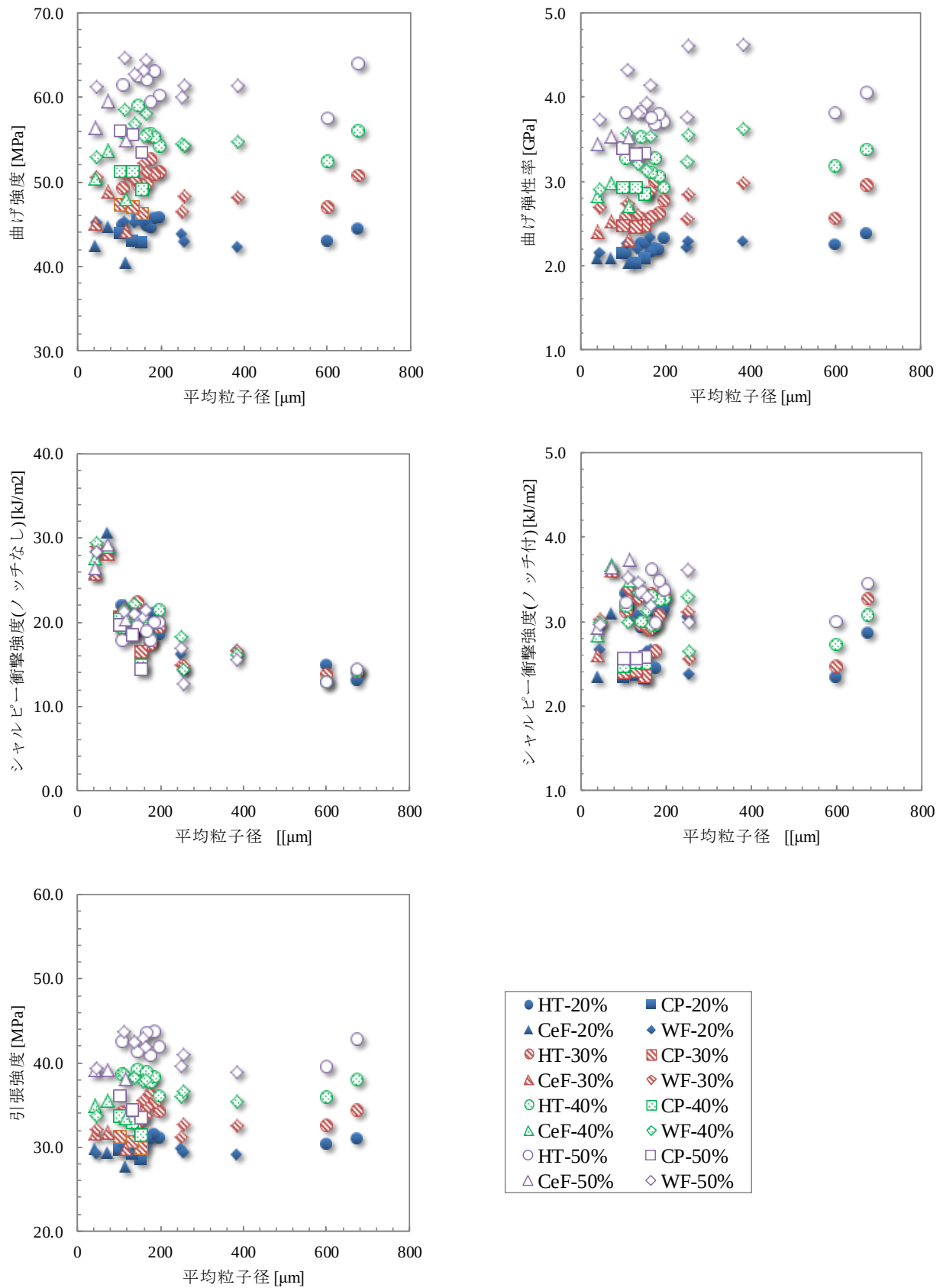


図 2-4-1-11 各種 CF の平均粒子径と各機械的特性の関係

嵩比重におけるマッピング

本項では嵩比重と各種特性の関係性についてまとめた。図 2-4-1-12 には流動性、また、図 2-4-1-13 には機械的特性との関係を示す。全体的な傾向として、嵩比重が高くなるにつれて、流動性は高くなるが、機械的特性は全て低下する傾向にあった。流動性における圧縮 CF の結果は他の CF と比べると、CF 添加量が小さくなるほどその相関関係は小さくなっている。これは CF 添加量が少ない場合、マトリクス樹脂による流動性への影響が大きくなることから、嵩比重の変化以上に PP の流動性の影響力が大きいためであると考えられる。そのため、CF 添加量が 50% と多い場合には、嵩比重と流動性は相関性が高くなっていることがわかる。

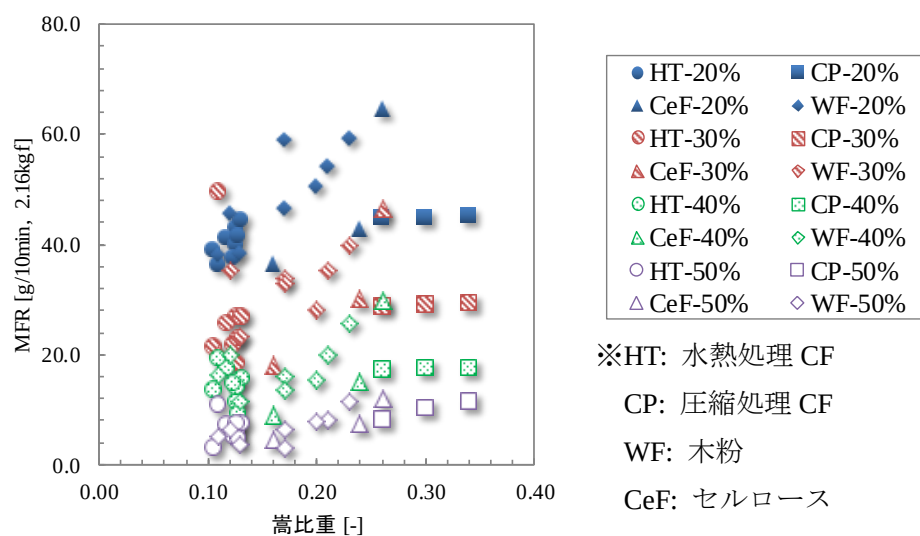


図 2-4-1-12 各種 CF の嵩比重と流動性の関係

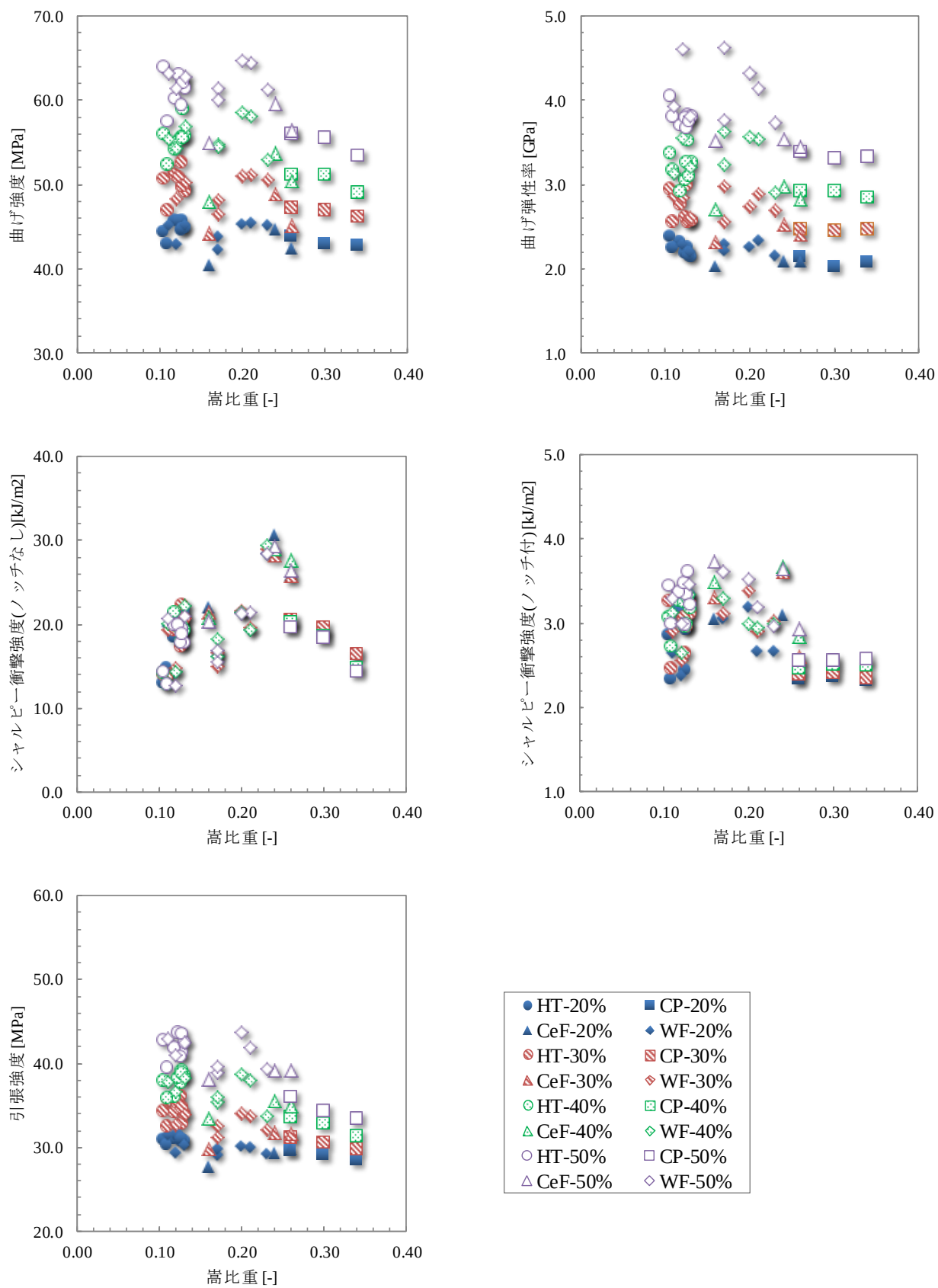


図 2-4-1-13 各種 CF の嵩比重と各機械的特性の関係

セルロース／ヘミセルロース比率におけるマッピング

水熱処理 CF の開発において、熱履歴に伴い CF 構成成分は大きく変わり、その結果流動性が向上するという結果が得られた。CF 構成成分のうち、特に変化の大きいセルロースとヘミセルロースに着目し、「セルロース／ヘミセルロース比率」に着目すると水熱処理 CF と各種特性の関係について検証可能であることが先述の結果で分かっている。そこで本項では、この比率と各種特性の関係性について CF 種類を増やして傾向を評価した。

その結果を図 2-4-1-14 と図 2-4-1-15 に示す。水熱処理 CF のみでの傾向と同様に、セルロース／ヘミセルロース比率が高くなるにつれて、流動性、曲げ強度、曲げ弾性率は低下する傾向が見られた。一方でシャルピー衝撃強度と引張強度についてはこの比率との関係性は小さいことが確認された。これにより、セルロース／ヘミセルロース比率は、水熱処理の進行度を調べる手段として優れており、そして CF の種類を拡大しても CF 構成成分は機械的特性を評価する上で重要な因子になることが示唆された。精度向上のためにも引き続きデータを蓄積する必要があると言える。

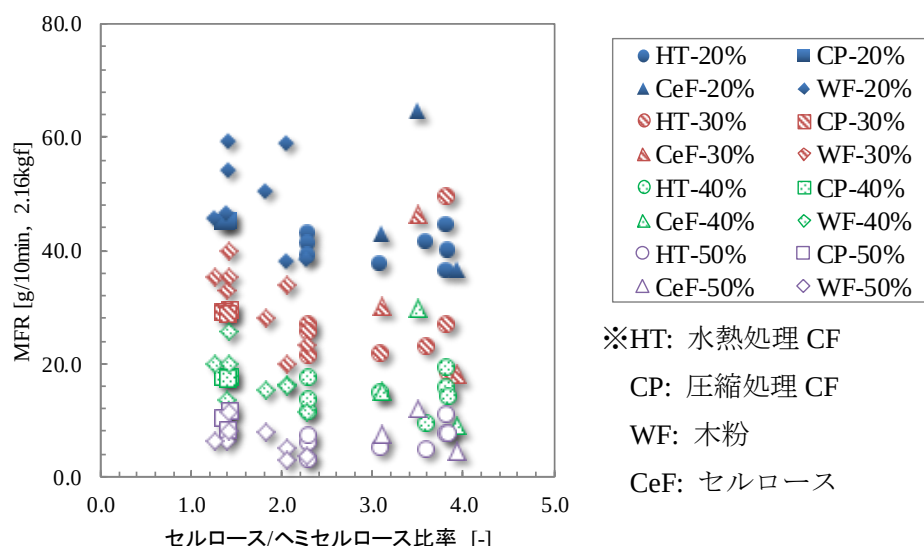


図 2-4-1-14 各種 CF の構成成分と流動性の関係

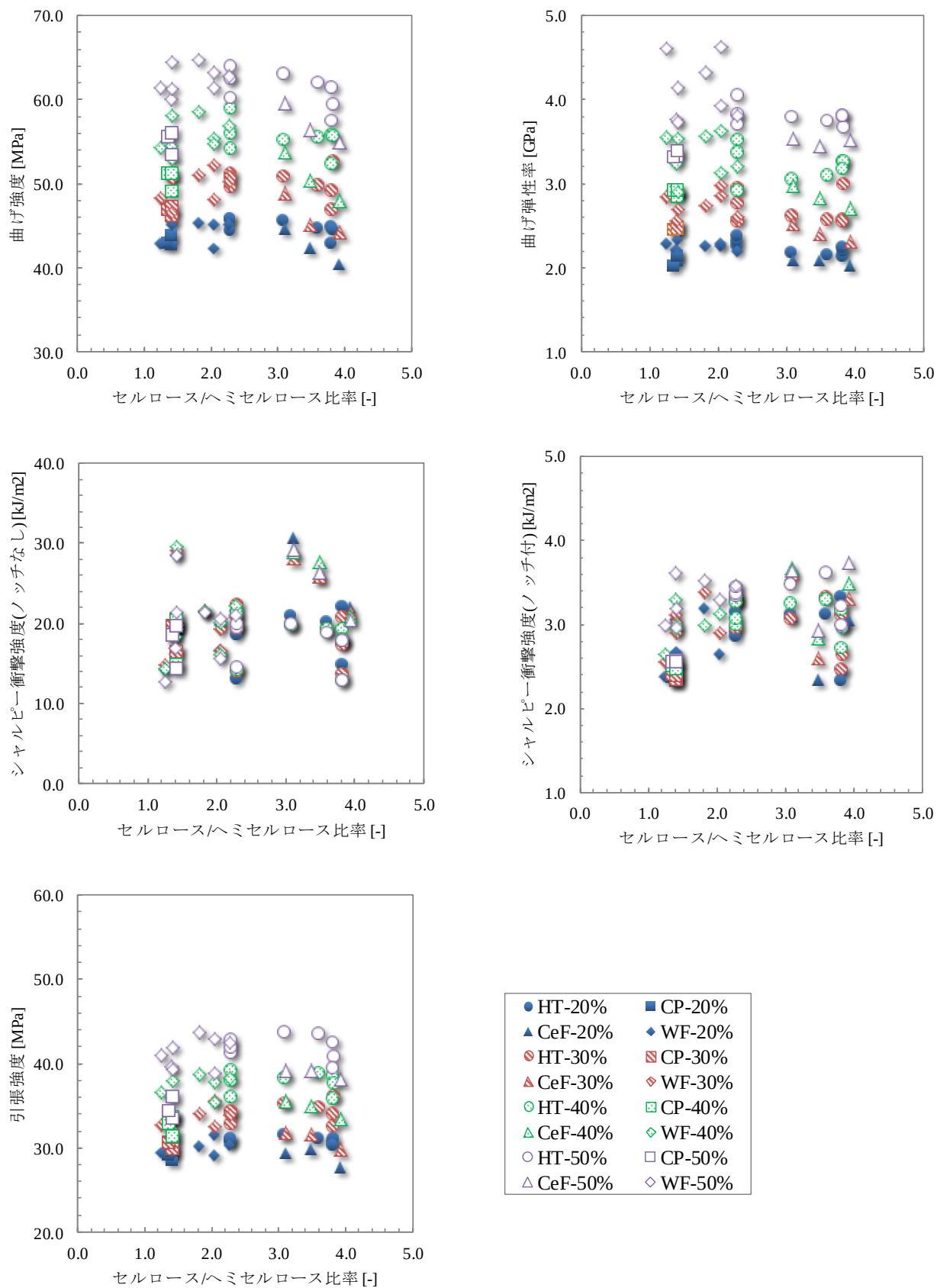


図 2-4-1-15 各種 CF の構成成分と各機械的特性の関係

2.4.2. 耐久特性への影響評価

2.4.2.1. 耐水性評価

CF 添加 PP における耐水性特性について圧縮処理による影響について評価を実施した。圧縮処理 CF の利点は、成型時の流動性向上であるが、意図的に木粉を凝集（圧縮）後に開繊処理を施している為、部分的に CF 粒子が凝集したまま残ることで、耐水特性に影響を及ぼす懸念がある。このことから圧縮処理 CF を用いた CF 添加 PP について、吸水に関する耐久特性影響評価を実施した。

2.4.2.1.1. 耐水性試験方法

耐水性能試験としては、60℃ 温水浸漬による促進試験で評価した。供試体は射出成型した試験片（幅 10 mm × 長さ 80 mm × 厚み 4 mm）を 60℃ に設定した乾燥機で 6 時間乾燥させた。乾燥後、デシケーター内で 1 時間ほど放冷し、電子天秤で秤量した。その後、蓋付きステンレス製容器に 60℃ の温水を入れ、秤量した試験片を浸漬し、60℃ 恒温槽に入れた。恒温槽投入から 2 日（48 時間）後に試験片を取り出し、室温のイオン交換水に 10 分間浸漬した後、試験片表面の水分を軽く拭き秤量した。秤量後は再度 60℃ 恒温槽へ投入した。同様に 4 日（96 時間）後、7 日（168 時間）後にも秤量を行った。7 日後の秤量をした後は室温のイオン交換水に浸漬し、24 時間経過後、試験片を取り出した軽く水気をぬぐってから強度試験を行った。また、吸水率は時間ごとに秤量した試験片の重量から、重量の増加分を%で示した。

2.4.2.1.2. サンプル条件

サンプルはブランクとして「表 2-1-1-2 水熱処理チップの粉碎条件」に示した未処理-φ0.50 を用い、圧縮処理 CF として「表 2-1-1-3 圧縮処理検証条件」に示した φ4-100、φ4-200、φ4-300 を用いた。CF の添加量は 50%とした。

2.4.2.1.3. 吸水試験結果

吸水率測定結果を図 2-4-2-1、吸水前後の曲げ強度測定結果を図 2-4-2-2 に示す。

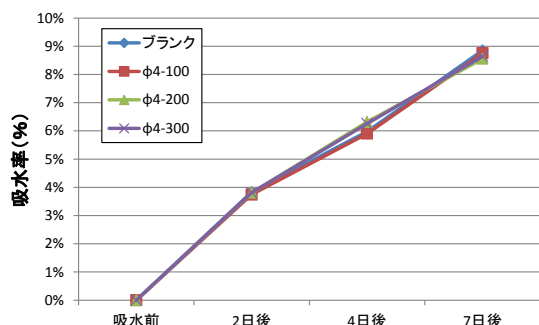


図 2-4-2-1 吸水率測定結果

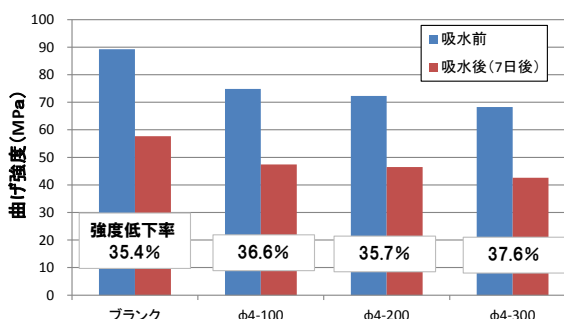


図 2-4-2-2 吸水前後の曲げ強度測定結果

吸水率については、圧縮処理の有無及び開繊度合いの違いによる大きな差は見られなかった。また吸水前後の強度比較の結果は、圧縮処理の有無による初期強度の差の影響はみられるものの強度低下率としては差の少ない結果となっており、本事業で実施した圧縮処理方法が耐水性能を大きく低下させる要因では無いものとする。

2.4.2.1.4. 吸水後の CF 界面観察結果

吸水後の CF 界面の状況を確認するために、CF 添加 PP 成形体の表面付近における CF と樹脂の界面観察を透過電子顕微鏡 (TEM) にて実施した。未処理木粉 (ブランク) と圧縮処理木粉 ($\phi 4-100$) を使用した CF 添加率 50%射出成形体の観察画像を図 2-4-2-3 に示す。四酸化ルテニウム染色により、PP の海 (濃い灰色) に CF の島 (薄い灰色) が分散する海島構造となっており、CF 界面には非晶層 (黒色) が観測された。

5000 倍で全体像を観察すると、ブランク木粉 (未処理木粉) と圧縮処理木粉 ($\phi 4-100$) 共に、CF の端部から樹脂層にクラックが発生している。また、クラックが延び CF 同士がクラックで繋がる様子が伺えた。このクラックが CF 同士をチャネリングすることで更に吸水の増加を促したと考えられる。また、このクラックの程度が強度低下につながった要因と推定される。クラックの状況に大きな差は見られなかった。

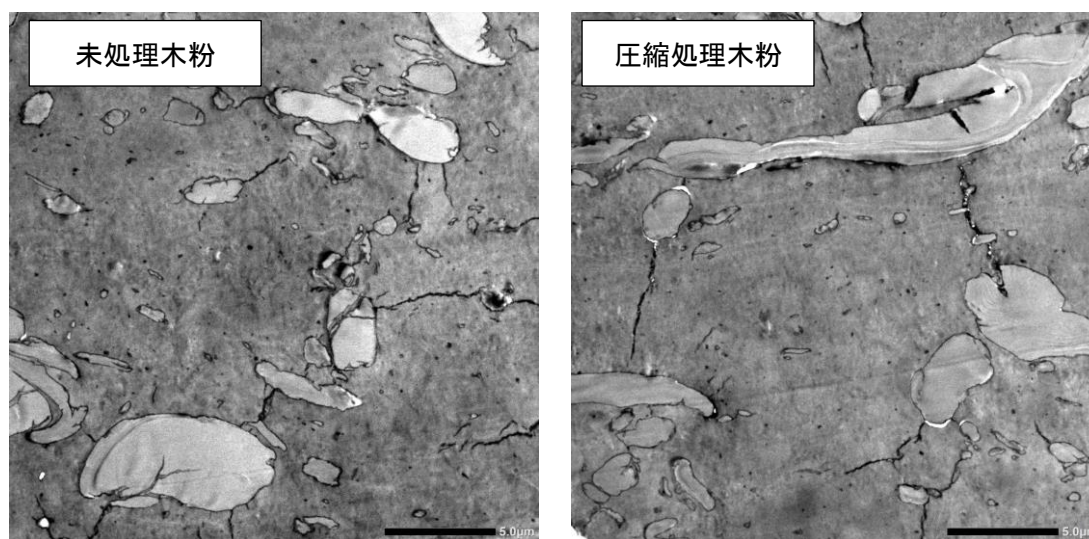


図 2-4-2-3 未処理木粉 (ブランク) と圧縮処理木粉 ($\phi 4-100$) を使用した CF 添加 PP の吸水試験後の観測結果 ($\times 5000$) [CF 濃度 50%]

2.4.2.1.5. 圧縮処理 CF 添加 PP の断面のフィラー分散性観察結果

圧縮処理 CF の添加率 50%のサンプルについて、断面を蛍光顕微鏡にて観察を行った。CF 添加 PP の蛍光像の一例を図 2-4-2-4 に示す。蛍光の強弱に差はあるものの、切断面を蛍光試薬に 10 分間浸すだけの簡便な操作により、CF が分散している様子を確認できた。

得られた蛍光像を、蛍光顕微鏡のソフト BZ-X Analyzer のハイブリッドセルカウント機能の輝度抽出によって二値化した。蛍光像の蛍光の輝度 (明るさ: 255 段階) のしきい値を

指定することで、しきい値以上の輝度をもつ蛍光を抽出した。しきい値は全ての系で 5-15 の範囲内で設定した、しきい値の決定基準は、供試試料中の木粉含有率が 50%であることを勘案して、蛍光部の面積が矩形の蛍光像全体の面積のおよそ 50%となるようにした。そうして得られた二値化像について、BZ-X Analyzer ソフトで、蛍光粒子の個数と平均面積を算出した。

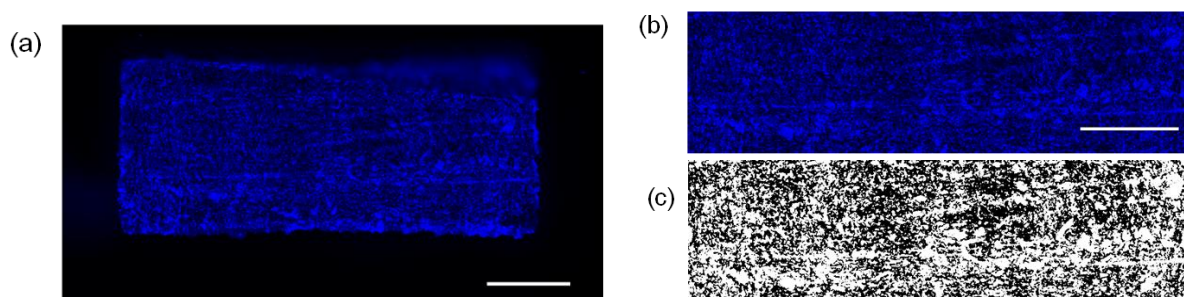


図 2-4-2-4 圧縮処理木粉「φ4-100」：CF 添加率 50%射出成形体の切断面の蛍光像

※Calcofluor White で染色して得られた典型的な蛍光像。DAPI フィルターを使用。スケールバーは 10 mm を示す：(a) 切断面の全体像，(b) 縁の部分を除いて切り出した矩形画像，および(c) (b)の二値化像。

図 2-4-2-4 として示したような二値化像を蛍光顕微鏡付属のソフト BZ-X Analyzer で蛍光を示す粒子の画像解析を行った結果を表 2-4-2-1 にまとめた。評価した項目は、画像 1 枚当たりを観られた蛍光粒子の個数とその平均面積である。表 2-4-2-1 より、ブランク木粉と比較して、圧縮木粉の開繊度 100 μm →200 μm →300 μm の順に粒子の個数が減少し、逆に平均面積は増大したことが読み取れる。これは、解繊度の違うそれぞれの二値化像を相互比較した直感的な認識と合致した。

表 2-4-2-1 圧縮処理 CF 添加 PP 切断面の蛍光像の画像解析データ

添加した木粉	1 画像あたりにカウント された粒子の平均の個数	蛍光粒子の平均面積 / μm^2
ブランク	3434	1051
φ4-100	2327	1388
φ4-200	1385	2128
φ4-300	1136	2350

一方、粒子の個数と平均面積の絶対値には、議論の余地があると考える。図 2-4-2-5 には、各木粉試料をフィラーとした複合体断面の蛍光粒子面積のヒストグラムの両対数プロットを示す。縦軸には、級間隔を 200 μm^2 とした場合の度数をとっている。ただし、代表値 100 μm^2 の度数を 100 として規格化した値をプロットしてある。この図から、蛍光粒子の面積が非常に小さい級で最も度数が多く、面積が大きくなるにつれて急激に減少していく様子が読み取れる。すなわち、表 2-4-2-1 にまとめたデータは、非常に小さく見積もられた蛍光

粒子の影響を大きく受けた平均値となっていることに留意が必要である。ただし、表 2-4-2-1 に示した圧縮条件での蛍光粒子の大小関係は、図 2-4-2-5 から読み取ることができることから、蛍光粒子の個数と大きさを反映した指標として、フィラー間の相互比較には使えるものと判断した。すなわち、蛍光粒子の平均面積の大小関係が各フィラーの凝集の程度を反映していると考ええる。

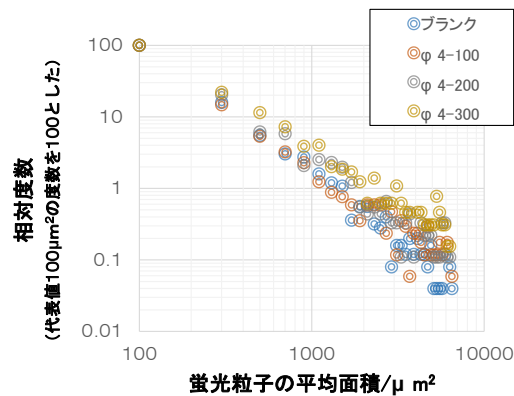


図 2-4-2-5 蛍光粒子面積のヒストグラムの両対数プロット

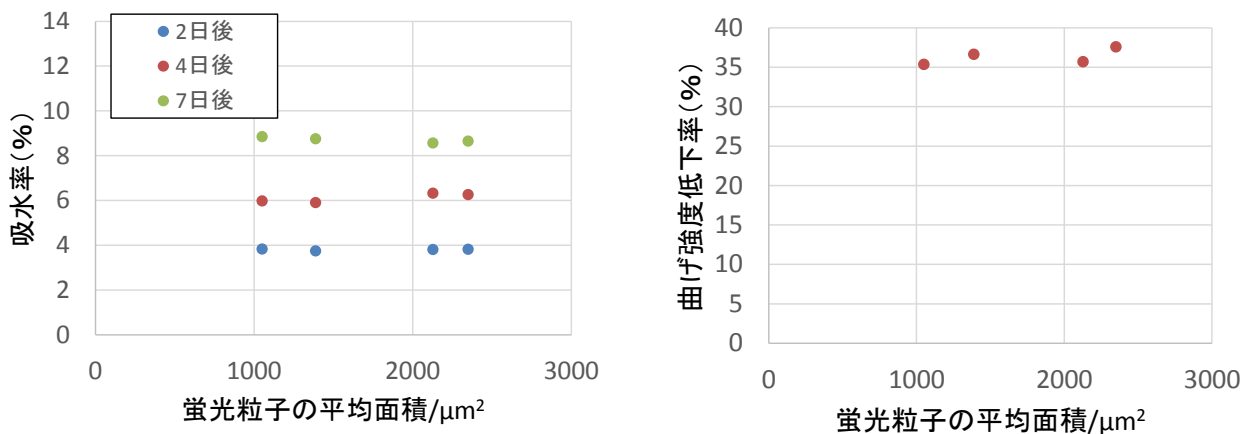


図 2-4-2-6 蛍光粒子の平均面積に対する吸水率と曲げ強度低下率の変化

図 2-4-2-6 に、蛍光粒子の平均面積に対して、それぞれ成形体の吸水率、曲げ強度低下率をプロットした。いずれのプロットにおいても、蛍光粒子の平均面積に対して値が大きく変化することはなかった。したがって、「2.4.2.1.3.吸水試験結果」と同様に、解繊の度合いが射出成形体の吸水（耐久）性や吸水後の力学物性に及ぼす影響は少ないものと結論付けられる。

一方、画像データと物性値の相関については、図 2-4-2-7 に示した MFR との間に直線的な相関がみられた。相対的に粒子サイズが大きくなった圧縮木粉では、連続相である PP マトリックスの連続性が増大し、結果的に PP のもつ流動性の高さが複合体になっても反映されやすくなるものと考えられる。

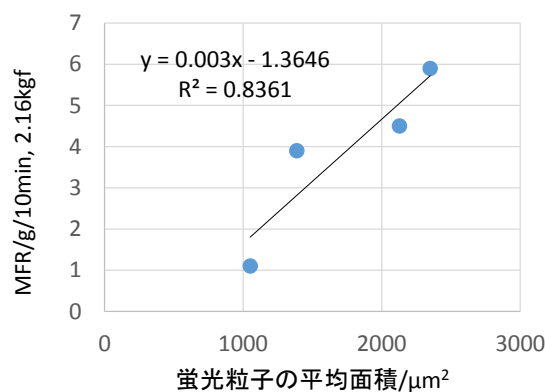


図 2-4-2-7 蛍光粒子の平均面積に対する MFR の変化

2.4.2.1.6. まとめ

異なる圧縮処理木粉が含まれる CF 添加 PP について、圧縮処理の影響について耐水性評価を実施した。吸水率及び曲げ強度低下率については圧縮処理の影響は見られなかった。また、フィラーを蛍光標識して、蛍光顕微鏡像からフィラーの分散性評価を行った。画像解析データは、フィラーの凝集の程度を示す蛍光粒子の面積により評価した。切断面内での粒子面積は、射出成形体の吸水（耐久）性や吸水後の力学物性に及ぼす影響は少ないことも確認された。一方、圧縮の程度が強い木粉は切断面内において総じて粒子面積が大きく、PP マトリックスの連続性が増大する様子が観察された。そのことが、圧縮木粉を含む CF 添加 PP の流動性の向上につながったものと解釈することができる。

2.4.2.2. 耐熱性評価

2.4.2.2.1. 目的

CF 添加 PP について熱負荷を受けた場合の材料の老化の進展について、熱負荷温度の影響、CF の水熱処理、圧縮処理による影響、CF の材種による影響、並びに耐熱老化抑制効果の確認として酸化防止剤の効果について調査を実施した。

2.4.2.2.2. 実験方法

供試材

試験に供したサンプルは、CF 添加率 50%の CF 添加 PP を用いた、CF については処理方法の影響確認の為、未処理ヒノキ、水熱処理ヒノキ、圧縮処理ヒノキの 3 種類、樹種による影響確認の為スギ、スプルース、セルロースの 3 種類を用いた。また、未処理ヒノキ、水熱処理ヒノキ、圧縮処理ヒノキのサンプルには酸化防止剤としてヒンダードフェノール系酸化防止剤を 0.1 あるいは 0.2%およびホスファイト系酸化防止を 0.2 あるいは 0.4%それぞれ添加したものと、いずれの酸化防止剤も添加しないコントロール材を準備した。ここで、材料に添加した CF の種類を表 2-4-2-2 に示す。

表 2-4-2-2 耐熱老化性試験に用いた CF の種類

CF の種類	嵩比重 (g/mL)	粒度 平均径 (μm)
未処理木粉(ヒノキ)	0.12	199
水熱処理木粉(ヒノキ)	0.13	177
圧縮処理木粉(ヒノキ)	0.30	133
スギ	0.13	137
スプルース	0.21	165
セルロース	0.26	41

実験方法

熱風乾燥機を用いて表 2-4-2-3 に示す 90~150 °C、100~500 時間、3×3 の 9 水準からなる所定の熱負荷をそれぞれ与えた。その後、引張試験を実施して、耐熱老化性を評価した。

表 2-4-2-3 熱負荷条件

負荷温度	負荷時間		
90 °C	100 時間	300 時間	500 時間
120 °C			
150 °C			

2.4.2.2.3. 実験結果

各種木粉（樹種）別の耐熱老化性

図 2-4-2-8 から図 2-4-2-9 に木粉種別、負荷温度、負荷時間毎に調査した引張強度測定結果を示す。

木粉の種類によって、強度低下の傾向に若干の差がみられるものの、120℃以下と 150℃の熱負荷では強度劣化の程度に大きな差がみられた。150℃においては 100 時間の時点で他の温度に比べ強度低下が発生しており、300 時間～500 時間において大きく強度低下する傾向となっている。この結果より長期熱負荷のかかる部品での使用についての温度環境としては 120℃以下の必要があると考えられる。

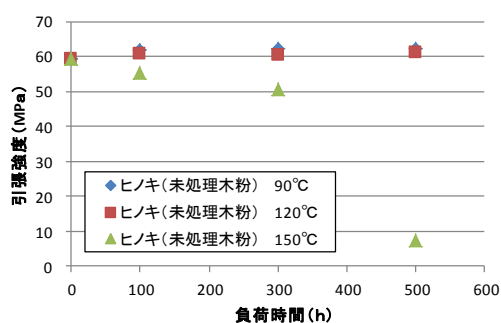


図 2-4-2-8 ヒノキ CF 添加 PP 耐熱老化

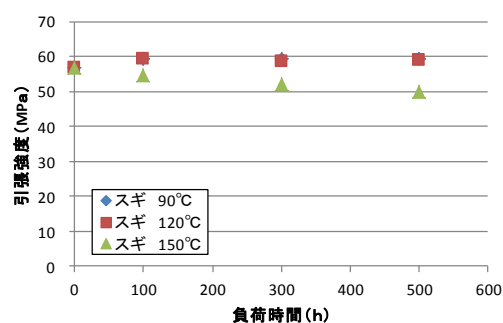


図 2-4-2-9 スギ CF 添加 PP 耐熱老化

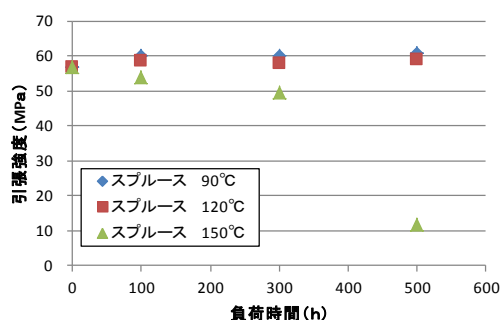


図 2-4-2-10 スプルース CF 添加 PP 耐熱老化

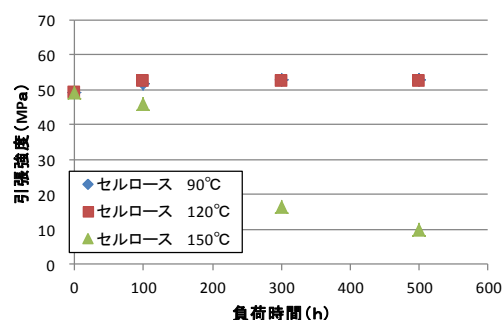


図 2-4-2-11 セルロース CF 添加 PP 耐熱老化

木粉処理方法別の耐熱老化性

本事業で成型流動性確保として検討している木粉処理について熱負荷に対する劣化特性について、上述の処理を施していない未処理木粉（図 2-4-2-8）に加えて、水熱処理木粉（図 2-4-2-12）、圧縮処理木粉（図 2-4-2-13）を以下に示した。これらの結果からは木粉の処理方法によって際立った差異が見られていない。このことから木粉の流動化処理が耐熱老化特性に悪影響を及ぼしていないと考えられる。

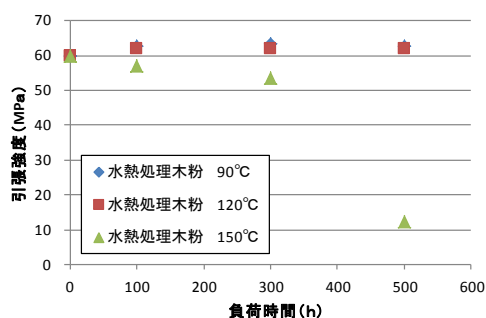


図 2-4-2-12 水熱処理 CF 添加 PP 耐熱老化

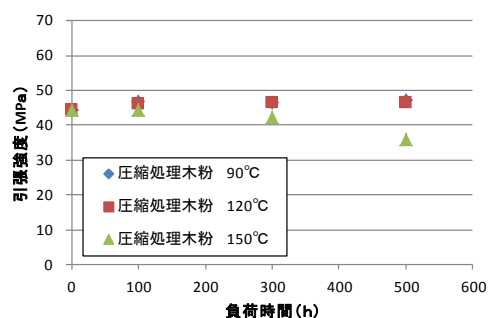


図 2-4-2-13 圧縮処理 CF 添加 PP 耐熱老化

酸化防止剤の効果

それぞれの処理方法のサンプルに酸化防止剤としてヒンダードフェノール系酸化防止剤 0.1%およびホスファイト系酸化防止 0.2 % (グラフ凡例にて 0.1 - 0.2 と表記) あるいはヒンダードフェノール系酸化防止剤を 0.2 %およびホスファイト系酸化防止を 0.4 % (グラフ凡例にて 0.2 - 0.4 と表記) を、それぞれに添加した。酸化防止材の耐熱老化に対する効果について調査した結果を図 2-4-2-14~図 2-4-2-16 に示す。酸化防止剤が無添加のケースと酸化防止剤を添加したケースの 150°C における耐熱老化性を比較すると、酸化防止材の添加によって、劣化の進展が軽減される結果が得られた。添加量を増量したことによる改善効果は見られていない。また酸化防止材の添加効果 (劣化軽減効果) はあるものの、大きな強度低下がみられていないが、強度低下の傾向はあり、許容される耐熱劣化軽減レベルであるかどうかは耐熱温度 150°C を必要とする製品においては十分な確認が必要と考える。

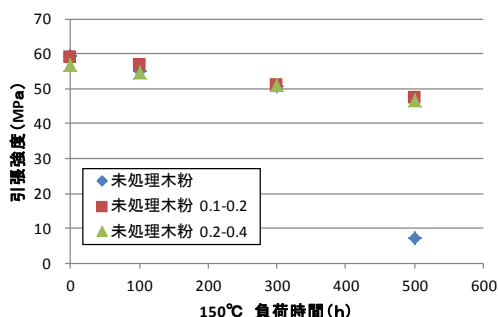


図 2-4-2-14 未処理 CF 添加 PP 耐熱老化

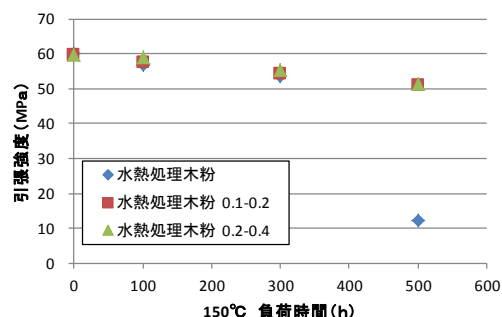


図 2-4-2-15 水熱処理 CF 添加 PP 耐熱老化

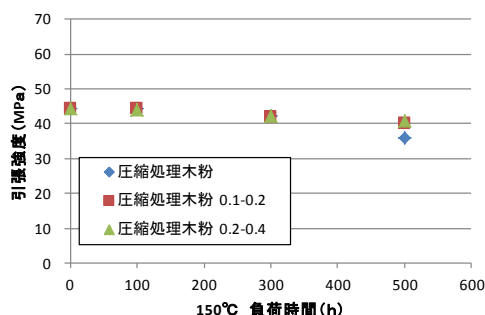


図 2-4-2-16 圧縮処理 CF 添加 PP 耐熱老化

2.4.3. 製品用途検証

2.4.3.1. 輸送包装部材における用途適正検証（昭和プロダクツ）

2.4.3.1.1. 目的

これまで CF とその PP 複合材に関して種々のデータベース構築を進めてきた。その最終的な目的は、プラスチック市場での CF 利用を促進することにある。そこで、CF 添加 PP の用途適応を検証することによって、現状のプラスチック用途への CF 添加 PP の使用可能性について検証することとした。本項では、輸送包装部材であるサイドプロテクターへの用途適正について検証した。



図 2-4-3-1 サイドプロテクターの製品イメージ

2.4.3.1.2. 従来材料との機械特性比較結果

「2.3.耐衝撃性能の改善」で得られた機械特性をもとに従来材料（PP）との特性比較を行った。ここでは従来材料 2 種類と代表値として CF 添加量 40%と 50%における耐衝撃処方（ α -olefin 1 添加）との比較を行った結果を表 2-4-3-1 に示す。強度・弾性率においては CF の補強効果により、 α -olefin 1 の添加量によっては、従来材料同等以上の性能を有している。また、耐衝撃性についてもサイドプロテクターに使用している従来材料の種類によっては同等程度の性能を得ることができている。次項にてこれらの材料を用い製品強度比較を行った。

表 2-4-3-1 従来材料との機械特性比較

		従来材料		α -olefin 1 : 0%		α -olefin 1 : 10%		α -olefin 1 : 15%		α -olefin 1 : 20%	
		PP_A	PP_B	CF40%	CF50%	CF40%	CF50%	CF40%	CF50%	CF40%	CF50%
曲げ強度	MPa	28.1	37.9	47.6	54.8	33.5	35.7	27.8	28.8	21.3	22.6
曲げ弾性率	GPa	1.00	1.99	2.63	3.35	2.07	2.50	1.77	2.09	1.41	1.74
引張強度	MPa	25.7	32.5	37.3	42.0	28.0	29.7	24.3	24.9	19.6	20.0
シャルピー衝撃強度（ノッチなし）	kJ/m ²	NB	NB	25.7	22.6	42.2	41.8	NB	NB	NB	NB
シャルピー衝撃強度（ノッチ付き）	kJ/m ²	11.2	6.5	2.0	2.1	4.1	4.8	6.6	6.6	8.7	8.1

2.4.3.1.3. 製品評価方法

サイドプロテクターはフィルムロールの輸送や保管時に振動や落下等の衝撃から保護する役割を担っているため、耐衝撃性が求められる。そこで、「2.3 耐衝撃性能の改善」で検証した耐衝撃性配合をもとに用途検証試験を実施した。配合については表 2-3-1-4 に加えて、比較対象（ブランク）として PP（表 2-4-3-1 の PP_A）を用意した。それぞれの配合に基づき、部材を試作し、本部材の評価試験として、「圧縮試験」「プラグ強度試験」「落下試験」を実施した。

2.4.3.1.4. 製品評価結果

圧縮試験

サイドプロテクターを立てた状態で、上部より圧縮させ、その耐荷重と割れ具合について評価した（図 2-4-3-2）。まず耐衝撃性改善効果の見られた α -olefin1 を添加しない場合、CF 添加量に伴い、圧縮強度が増加することが確認された。また、ブランクと比較して、CF 添加 PP は圧縮強度が高いことがわかる。そこで、 α -olefin1 を添加すると、CF 添加量に伴う強度上昇率は低下し、15%まで添加した場合、CF 添加量が 20%と 50%において圧縮強度に差が見られなくなった。また、 α -olefin1 を 20%添加した場合、圧縮強度がブランク以下となってしまうことがわかる、よって、圧縮強度の観点から、 α -olefin1 の添加量は 15%以下にすることが推奨される。

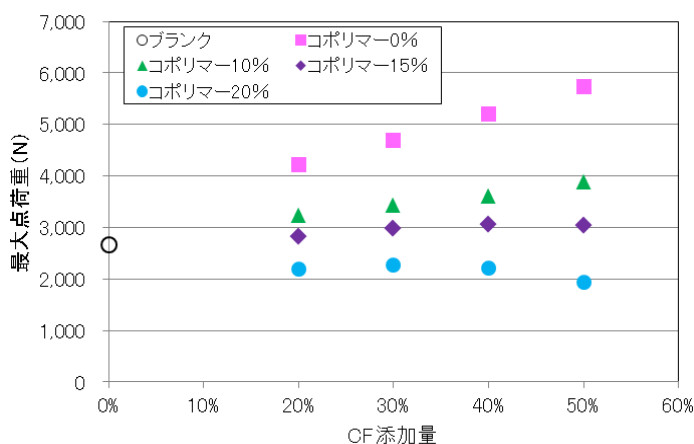


図 2-4-3-2 α -olefin1 添加に伴う圧縮強度の変化（左）と試験の様子（右）

プラグ強度試験

圧縮試験では、部材全体の強度を評価したが、サイドプロテクターをロールにセットした際、最も荷重がかかる部位はプラグの根元部分である。そこで本試験では、サイドプロテクターのプラグ部分に圧力をかけて、最も強度が必要な部位について重点的に強度評価を実施した。

その結果を図 2-4-3-3 に示す。ブランク PP と比較した場合、CF 添加 PP はプラグ部における強度は低下した。これはプラグ根元部分において、クラックが発生しているためであ

る。しかしながら、コポリマーの配合によって耐衝撃性は改善されていることから、プラグ強度の影響確認を含めて、次項では落下試験を実施することとした。

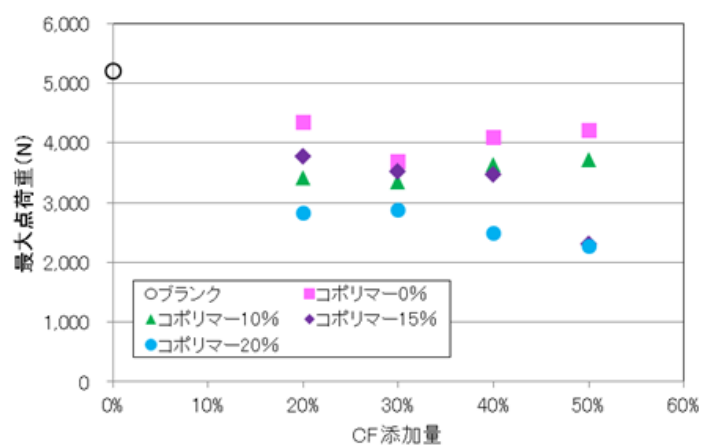


図 2-4-3-3 プラグ強度試験結果



図 2-4-3-4 プラグ強度試験の様子（左）とプラグ根元のクラック（右）

落下試験

各種 CF 添加 PP 配合で作製したサイドプロテクターをテスト用ロール（約 12 kg）に取り付け、梱包した。梱包品を落下試験にて落下させ、プロテクターの状態を確認した。落下の高さは 30 cm からスタートし、10 cm ずつ高くしていき、80 cm まで実施した。試験時の温度は、20~25 °C とした。



ロール重量	約 12 kg
段ボールの仕様	W フルート
両サイドの空隙処理	W フルートの板段ボールを挿入

図 2-4-3-5 梱包の様子と仕様



図 2-4-3-6 落下試験の様子

落下後に開梱し、サイドプロテクターの状態を目視にて評価した。評価の基準は表 2-4-3-2 に示す 6 段階に設定した。

表 2-4-3-2 落下試験後の基準

1	白化なし	成形品は試験前と同じ状態
2	白化あり	成形品に白化がみられる
3	クラック小	成形品の一部にクラック（ひび）がある
4	クラック大	成形品に大きなクラックがある
5	角部変形	成形品の角部分が変形又は割れ
6	破壊変形	成形品が大きく変形又は破損

<基準 2~6 の参考例>

	<u>2 白化あり</u> 落下時の衝撃によって、角部やリブに白化が見られる。		<u>5 角部変形</u> 角部の変形又は割れがみられる。
	<u>3 クラック小</u> 角部が衝撃により白化し、ヒビ割れが一部見られる。		<u>6 破壊変形</u> 大きく変形又は破損
	<u>4 クラック大</u> クラックが数か所でみられる。 (角部も含む)		

※あくまでも目安であり、そのサンプル状態を見て判断した。

各種配合にて作製したサイドプロテクターの評価結果の一覧を表 2-4-3-3 に示す。まず α -olefin 1 を添加しない場合、CF 添加量を増やすことによって落下後の状態は改善される傾向が確認された。しかしながら、ブランク PP と比べ、CF 添加 PP の破損状態は良くないと言える。そこで、耐衝撃性を強化するために α -olefin 1 を添加した場合、 α -olefin 1 添加量が多くなるにつれて、改善されていくことが確認された。落下試験において、CF40%以上かつ α -olefin 1 の 15%以上配合において、ブランク PP に近い状態まで到達することがわかった。この配合はノッチなしシャルピー衝撃試験において No Break であり、耐衝撃性の観点から、上記配合によって本用途に適応する可能性が示唆された。今回は、常温環境下での試験を実施しているが、寒冷地を想定した低温での落下試験や輸送試験等を含め、実

用化に向けた更なる検証を実施していくこととする。

表 2-4-3-3 落下試験後のサイドプロテクターの状態（一覧）

落下高さ		30 cm	40 cm	50 cm	60 cm	70 cm	80 cm
ブランク (PP)		1	1	1	2	2	3
α -olefin1 0%	CF20%	3	4	4	6		
	CF30%	1	2	4	6		
	CF40%	1	4	5	6		
	CF50%	1	4	6			
α -olefin1 10%	CF20%	2	3	4	4	4	6
	CF30%	1	1	2	3	4	6
	CF40%	1	1	2	5	5	6
	CF50%	1	1	2	3	5	6
α -olefin1 15%	CF20%	2	2	3	3	4	5
	CF30%	2	3	3	3	5	5
	CF40%	1	2	2	4	4	5
	CF50%	1	1	2	2	2	4
α -olefin1 20%	CF20%	2	2	3	3	4	4
	CF30%	2	2	2	3	4	4
	CF40%	1	1	2	2	4	5
	CF50%	1	1	1	2	2	5

2.4.3.2. 複合機用部材における用途適正検証（コニカミノルタ）

2.4.3.2.1. 目的

複合機の内装は多様な樹脂を用いた数多くの部品から成り立ち、CF 添加 PP を用いることで化石資源由来樹脂を代替できる可能性があるが、難燃性と成形性の両立が重要である。そこで本年度は CF 添加 PP での材料代替の可能性について、「2.2.難燃性を有する複合化技術の開発」で確立した難燃性 CF 添加 PP 配合をもとに、従来材料との機械特性比較や成形加工性の観点で検討した。成形加工として「ダクト」「ガイド」「トナーカートリッジ」の3種類の部品について評価した。



図 2-4-3-7 複合機の例

ダクト

複合機内部の熱を外部に排出するための部材である。大きな開口部が特徴的であり、“反り”などの成形加工性の課題を評価するために選定した。

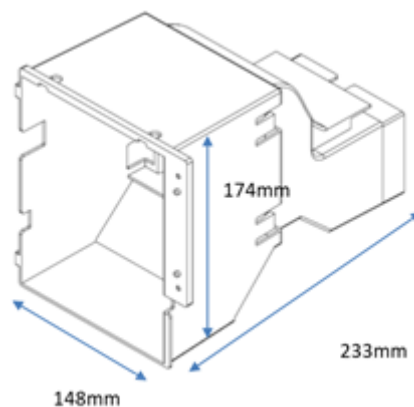


図 2-4-3-8 ダクトのイメージ図

ガイド

複合機内部にあるファンの通気口とユーザーがファンに接触することを防ぐための部材として複合機に設置されている。網目形状のルーバー部を有していることが特徴で、ウェルドラインなどの成型加工性の課題を評価するために選定した。

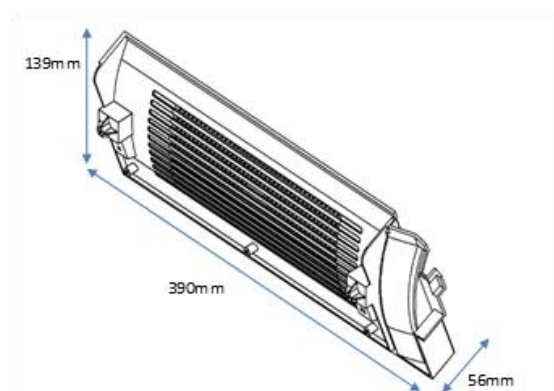


図 2-4-3-9 ガイドのイメージ図

トナーカートリッジ

トナーカートリッジを複合機用部材における用途適正検証の部品として選定した。トナーを搭載しているカートリッジからトナーが供給されることで、複合機では印刷をすることができる。トナーカートリッジは消耗品である為、複合機 1 台に対して複数個使用される。トナーカートリッジの CO2 排出量を削減することが出来れば、部品 1 個当たりでは効果は小さいかもしれないが、消耗品である為に複数個の使用が見込まれることにより CO2 排出量の削減効果を期待することが出来ると考えている。トナーカートリッジは複数個の部品から構成されている。今回はその中から本体と蓋の 2 部品を選定した。

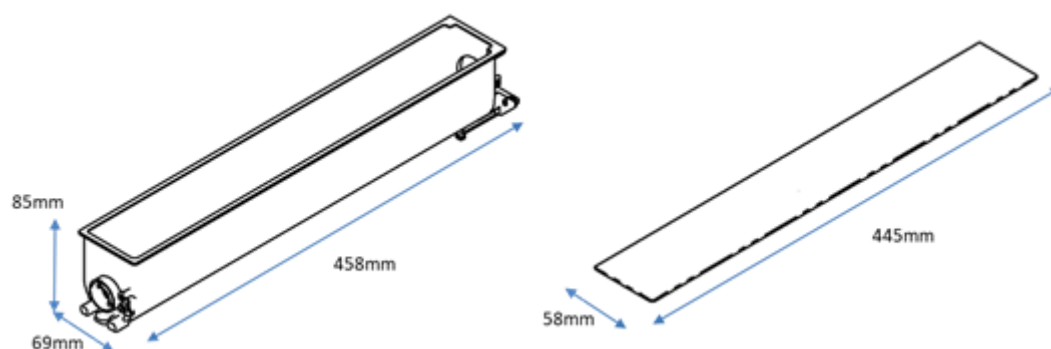


図 2-4-3-10 トナーカートリッジのイメージ図（左：本体、右：蓋）

2.4.3.2.2. 従来材料との機械特性比較結果

「2.2.難燃性を有する複合化技術の開発」で得られた機械特性をもとに従来材料（HIPS）との特性比較を行った結果を表 2-4-3-4 に示す。強度・弾性率においては CF の補強効果により、従来材料同等以上の性能を有しているが、一方、耐衝撃性については従来材料に劣る結果となった。耐衝撃性については、今後の実製品での製品検証結果をもとに必要な応じて、「2.3.耐衝撃性能の改善」で得られた技術を水平展開する。

表 2-4-3-4 従来材料との機械特性比較

		従来材料	APP10%			APP15%			APP20%		
		HIPS	CF40%	CF45%	CF50%	CF40%	CF45%	CF50%	CF40%	CF45%	CF50%
曲げ強度	MPa	51.8	55.4	58.8	60.7	55.7	57.9	60.0	55.2	57.0	59.9
曲げ弾性率	GPa	2.33	3.67	4.13	4.50	4.08	4.52	4.94	4.43	4.87	5.40
シャルピー衝撃強度（ノッチなし）	kJ/m ²	50.8	23.5	23.1	23.5	20.2	19.6	19.9	18.3	18.3	17.2
シャルピー衝撃強度（ノッチ付き）	kJ/m ²	10.8	3.4	3.4	3.6	2.9	3.4	3.2	3.0	3.0	2.8
UL94規格	1.6mm	HB	HB	HB	HB	HB	HB	HB	V-0	V-0	V-0
	3.2mm	HB	HB	HB	HB	V-0	V-0	V-0	V-0	V-0	V-0

2.4.3.2.3. 成形加工の検証方法

複合機向けの樹脂製内装部品の成形加工性の検討は、コニカミノルタメカトロニクス株式会社（瑞穂事業所）で実施した。射出成形機（型式: SE385EV-A、住友重機械工業社製、図 2-4-3-11）を用いて、樹脂製内装部品を作製した。原材料である CF 添加 PP は射出成形を行う前に 100 °C で 5 時間以上乾燥させた。



図 2-4-3-11 使用した射出成形機

2.4.3.2.4. 成形加工の検証結果

ダクト

検証に用いた難燃性 CF 添加 PP の成形条件などを表 2-4-3-5 に示す。どちらの CF 添加 PP を使用した場合においても、成形することができた。配合条件と成形性の傾向については、CF 添加量が多い方が射出圧力は高く、成形時の消費電力も高い結果となった。これは CF 添加量が多い程流動性が低いことに起因すると考えられる。

表 2-4-3-5 ダクトの成形条件

		シリンダー 温度 (最大)	金型温度	射出圧力	保圧	消費電力
Lot no.	CF 添加量[%]	[℃]	[℃]	[MPa]	[MPa]	[kWh]
DC-FR26	45	190	50	107	60	0.273
DC-FR29	50	190	50	118	60	0.285

続いて図 2-4-3-12 には、試作品の外観を示す。成形条件の調整によって、材料がショートすることなくダクトを成形することができた。しかしながら、CF 添加量が 45%以上の配合において、流動痕と反りが確認された。フィラー総量が多いことに起因すると考えられる。また、成形品の肉厚が 2.0 mm と薄いこともあり、流動性に対しては厳しい条件であると言える。

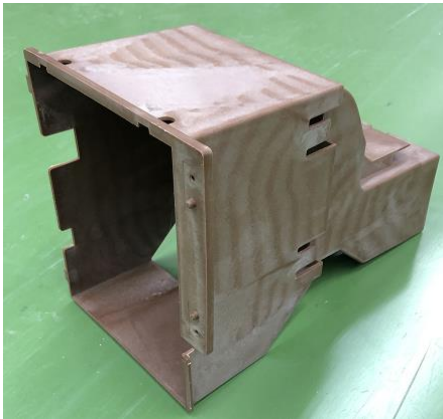
材料	成型試作品の写真	
DC-FR-26 CF 45% APP 20%		
DC-FR-29 CF 50% APP 20%		

図 2-4-3-12 ダクト試作品の外観

また、反りは開口部の 4 辺が内側に倒れるように確認されたが、CF 添加量が多くなると抑制されていた。よって、反りは PP が結晶性樹脂であるために生じた現象と考えられ、CF 添加量が多いほど PP 含有量を減らせるためであると推察する。

表 2-4-3-6 開口部の反り量

Lot no.	CF 添加量 [%]	反り量 [mm]
DC-FR26	45	2.58
DC-FR29	50	2.45

ガイド

ガイドについても原材料はダクトと同じ CF 添加量がそれぞれ 45%及び 50%のものを使用した。ガイド成形時の成形条件を表 2-4-3-7 に示す。ダクトと同様に、CF 添加量が多い程流動性が低下するため、射出圧力が高く、消費電力も増加した。

表 2-4-3-7 ガイドの成形条件

		シリンダー 温度 (最大)	金型温度	射出圧力	保圧	消費電力
Lot no.	CF 添加量[%]	[℃]	[℃]	[MPa]	[MPa]	[kWh]
DC-FR26	45	185	50	117	50	0.265
DC-FR29	50	185	50	149	50	0.280

続いて、試作品の外観を図 2-4-3-13 に示す。ダクトと同様に成形条件の調整によって、材料がショートすることなくダクトを成形することができた。しかしながら、CF 添加量が 45%以上の配合において、流動痕とウェルドラインが確認された。流動痕は添加量が 45%以上の場合に発生しており、20%の場合には現れなかった。よって、ガイド成形においても同様に流動痕の解消が求められる。しかしながら、ガイドの肉厚は 2.5 mm であることから、先述のダクトと比較すると流動痕の程度は抑制されていた。よって、流動性が低い CF 添加 PP を用いる場合、肉厚が厚い部材の方が成形外観は良い傾向になることが示唆された。

また、ウェルドラインはルーバー部に発生することを想定していたが、ルーバー部以外の箇所にも現れた。更に黒く変色していることから焼けが発生している可能性も示唆された。

材料	成型試作品の写真
DC-FR-26 CF 45% APP 20%	
DC-FR29 CF 50% APP 20%	

図 2-4-3-13 ガイド試作品の外観

トナーカートリッジ

トナーカートリッジは1台に複数個使用される消耗品で、先述の2部品と比べて肉厚が薄いことから成形加工は難しいことが予想される。そこでCF添加量が45%の配合をダクト及びガイドとの比較用とし、実用性の観点からCF添加量が35%、40%の配合について成形性評価を実施した。先述までの検討では、CF添加量が多い方が射出圧力は高く、消費電力も高い傾向にあったが、トナーカートリッジについては同様の傾向にはなかった。CF添加量が少ないケースにおいて引き続き調査を進めていく。

表 2-4-3-8 トナーカートリッジ本体の成形条件

		シリンダー 温度 (最大)	金型温度	射出圧力	保圧	消費電力
Lot no.	CF 添加量[%]	[℃]	[℃]	[MPa]	[MPa]	[kWh]
DC-FR23	40	190	50	134	70	0.235
DC-FR26	45	190	50	130	70	0.225

表 2-4-3-9 トナーカートリッジ蓋の成形条件

		シリンダー 温度 (最大)	金型温度	射出圧力	保圧	消費電力
Lot no.	CF 添加量[%]	[℃]	[℃]	[MPa]	[MPa]	[kWh]
DC-FR42	35	190	50	94	90	0.168
DC-FR23	40	190	50	101	90	0.173
DC-FR26	45	190	50	100	90	0.165

続いて、試作品の外観について図 2-4-3-14 に示す。本部品においても成形条件の検討により、材料がショートすることなく、本体と蓋についてどちらも成形することができた。ダクトと同様にCF添加量45%の配合において反り、ウェルドライン及び流動痕が確認された。反りは本体の開口部の4辺が内側に倒れるように現れた。こちらもダクトと同様に、CF添加量が多くなるほど抑制される傾向にある。ウェルドラインはゲート部からの中間点に現れた。また、流動痕についてはガイドと同様にCF添加量45%の配合において特に確認されたが、35%品では改善されていた。本部品は本体及び蓋共に肉厚が2.0 mmと先述の部品と比べて薄い、CF添加量等の配合によって改善できることが示唆された。

材料	成型試作品の写真	
DC-FR-42 CF 35% APP 20%	No Data	
DC-FR26 CF 45% APP 20%		
DC-FR29 CF 50% APP 20%		

図 2-4-3-14 トナーカートリッジ試作品の外観

表 2-4-3-10 トナーカートリッジ本体開口部の反り量

Lot no.	CF 添加量 [%]	反り量 [mm]
DC-FR23	40	3.54
DC-FR26	45	2.87

以上 3 種類の部品試作によって CF 添加 PP の成形加工性を評価した。本年度は本事業で配合確立した難燃性 CF 添加 PP を用いて、成形加工性について評価した。その結果として、CF 添加量が多くなるほど、流動痕やウェルドラインといった成形品の外観不良が確認された。一方で、反りはベースが結晶性樹脂である PP であっても CF 添加によって抑制される傾向があった。難燃性 CF 添加 PP は CF だけではなく難燃剤も添加しており、総フィラー量が多いことから、圧縮処理 CF 等を用いた流動性の改善などの手法を水平展開することによって、解決できる可能性が示唆された。また、部品ごとに要求される流動性や難燃性は異なるため、本結果をベースに難燃性と流動性が最適な配合の選択によって、CF 添加 PP の採用は促進され则认为る。

表 2-4-3-11 フィラー添加量と成形加工性の傾向

	フィラー添加量	
	少ない	多い
流動痕	良	悪
ウェルドライン	良	悪
反り	悪	良



2.4.4. まとめ

本項では、原料となる CF の性状とそれを用いた CF 添加 PP の各種特性の関係性を解明することを目指した。そのため、(1)「2.1 成型流動性を確保する CF の開発」で作製した流動性改質木粉において、水熱処理及び圧縮処理における特性への影響調査、(2)様々な CF 種を含めた CF 性状と各種機械的特性等の関係性をマッピングすることによるその影響評価、(3)CF 性状による CF 添加 PP の耐久性評価、(4)製品用途検証、と最終的な CF 添加 PP の市場導入を見据えた各段階について詳細検証した。その結果 CF 性状及びその添加量の組み合わせによる CF 添加 PP の各種特性についての関係が明らかとなった。また、CF 種類を拡大したデータマッピングによって、一般的な CF の傾向に拡大された。これにより、このデータベースの作成は CF の開発者（山側産業）だけではなく、CF の使用者（プラスチック産業）においても開発工数を減らすことができ、CF 添加 PP の普及に貢献する重要なアイテムになることが期待される。

また、CF 添加 PP の用途展開の先駆けとして、輸送用包装部材と複合機用部材についてその適性を評価した。前項で開発した高流動化技術に加え、難燃化技術や耐衝撃性改善の技術を総合的に使用した CF 添加 PP の配合によってその適用が近づいてきたと言える。引き続き、用途検証を続けていくことによって、本年度見つかった課題を解決し、CF 添加 PP の市場導入を促進させる。本項にて得られた結果を以下に示す。

- CF 性状／配合による機械的特性の影響評価：
 - 水熱処理 CF：水熱処理時の熱履歴に伴う変化の大きい「嵩比重」及び「セルローズ／ヘミセルローズ比率」において機械的特性との関係性が解明された。
 - 圧縮処理 CF：嵩比重の増加に伴い、各種機械的特性は低下した。
 - CF の改質による流動性向上と機械特性はトレードオフの関係であった。
- 耐久特性への影響：
 - 吸水特性：吸水率及び吸水後の曲げ強度低下率について圧縮処理の有無による影響は見られなかった。
 - 耐熱老化性：圧縮処理、水熱処理の有無に関わらず、150℃の負荷温度にて大きな強度低下が見られた。このことから、長期熱負荷がかかる温度環境としては 120℃以下の必要があると考えられる。一方、酸化防止剤の添加により強度低下の度合いを軽減できる傾向を得ることができた。
- 製品用途検証：
 - 輸送包装部材：課題であった耐衝撃性は前項で開発した耐衝撃性改善技術の水平展開により解決できる可能性が示唆された。寒冷地等での使用を想定した条件での検証等を継続する。
 - 複合機用部材：難燃性配合によるフィラー量の増加に伴い、反りは PP 製品に対して良好に作用するが、流動痕などの流動性に影響される成形外観についての解決を継続して目指す。

2.5. バイオマス原料の品質評価

[概要]

CF を中心にバイオマス原料と呼ばれる原料は脱炭素社会の実現に向けた次世代の材料として注目を浴びている。しかしながら、CF の性質がそれを充填物とする CF 添加 PP の物性にどのような影響を与えるかは十分に理解されていない。よって、CF の生産において明確な品質管理方法が確立されていないことから、安定した品質が求められるプラスチック産業において十分に利用が進んでいない現状がある。加えて、CF の品質評価として構成成分や結晶化度を測定するためには、複雑で時間を要する化学実験や特殊な測定装置が必要であり、山側産業の資源では対応できない。昨年度の報告では、CF の化学的特性から近赤外線分光法を用いることで、化学的特性の簡易的な品質管理法を提案した。

一方、物理的特性については、前項までの結果より、水熱処理や圧縮処理によって CF の性状変化が確認され、それに伴う CF 添加 PP の各種特性についての影響も確認された。そこで、水熱処理及び圧縮処理等によって改質した CF の物理的性状について調査し、その物理的性状に基づく CF の簡易的な評価方法について明らかにすることを目指した。

その結果、水熱処理 CF 及び圧縮処理 CF のどちらにおいても「嵩比重」によって CF の簡易評価が可能であることが示唆された。一方、CF の構成成分（化学的特性）の違いがある多品種の CF にまで拡大させると、嵩比重等の物理的特性のみでの簡易的な評価は困難であり、CF の化学的特性と物理的特性をあわせた簡易評価手法の確立が今後の課題と考える。

2.5.1. CF の物理的特性因子評価

2.5.1.1. 目的

CF 製造における品質管理方法確立のために、CF の物理的性状を明らかにすることが重要である。そこで、CF 性状と各種物理的特性の関係について評価した。具体的には、水熱処理 CF や圧縮処理 CF を用いて、より簡易的に測定が可能な物理的特性として比表面積と沈降速度について評価した。

2.5.1.2. 試験方法

比表面積

比表面積測定は、窒素ガス分子のサンプル表面への吸着量（吸着等温線）から算出（サンプル表面に一層で吸着した窒素ガス分子の数に窒素ガス分子 1 個が持つ断面積を乗じて求める）する BET 法により行った。あらかじめ 40 °C で真空乾燥した CF サンプル 200 mg を専用のガラス管に入れ、測定前処理として 105 °C で真空乾燥し、サンプル中から完全に水分を除去した。その後、測定装置にガラス管を設置し、液体窒素で冷却しながら窒素吸着量を測定した。測定後、吸着等温線を図 2-5-1-1 のようにデータの近似を行い、窒素分子の大きさを考慮に入れた式を用い、サンプルの比表面積を算出した。

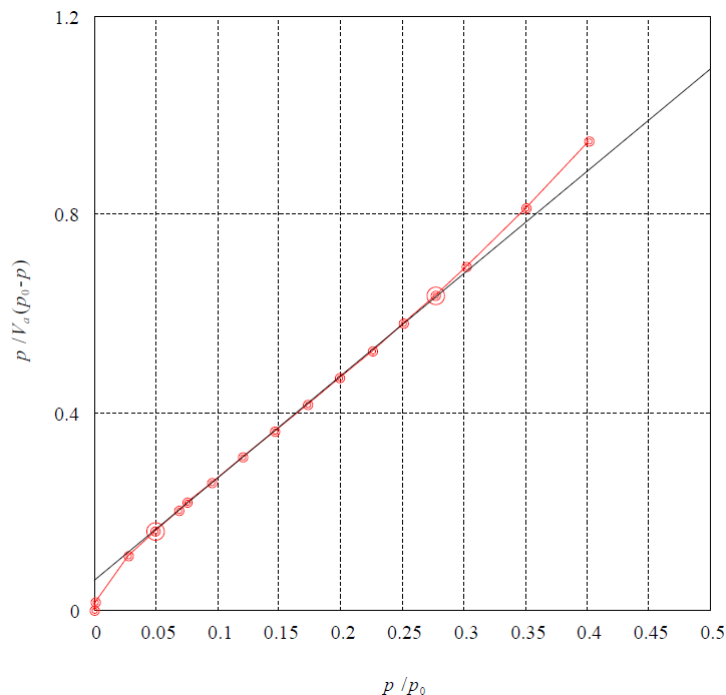


図 2-5-1-1 市販木粉（ヒノキ）の吸着等温線

沈降速度

CF の沈降速度は、液中分散安定性評価装置（Formulation 社、Turbiscan MA2000）を用いて評価した。本装置は、サンプルを入れたサンプル管の側面を、上下に可動する光源（近赤外光： $\lambda = 850 \text{ nm}$ ）と検出器を備えたスキャン部分で連続的に解析する装置である。サンプル管の上下方向の各部分での透過光・後方散乱光を連続的に測定することで、分散物の沈降による光透過率の変化情報を得ることができる。

測定初期は、均一な分散物（CF）により、サンプル管全体の光透過率は低い。沈降が起こるとサンプル管上部の CF 濃度は低下し、それに伴い、光透過率は向上する。この変化を経時的に測定することで、CF の沈降特性を解析することができる。

図 2-5-1-2 に示した評価結果のグラフは、参考として市販木粉（ヒノキ）の沈降挙動である。グラフの横軸は CF 分散液の入ったサンプル管の底面からの距離（高さ）を示し、縦軸は光透過率を示す。色の異なる複数の波形パターンは測定開始から一定時間毎のサンプル管全体の光透過率を示している。図では、1 分間隔で 30 分間測定した結果で、時間経過とともに液面付近（横軸 42 mm 付近）の光透過率が増加し、CF が徐々に沈降していく過程を表している。

沈降速度測定は、1%濃度に調整した CF 分散液を 2 分間隔で 20 分間、その後は 15 分間隔で 5 時間まで測定した。測定に用いた試験管の長さは 42 mm であり、光透過率は 42 mm の高さにわたって継時的に測定しているが、解析のために測定開始 30 分後の試験管中部約 10 mm 幅の箇所の光透過率の平均値を沈降速度として取得した。沈降が進むと測定箇所の CF 濃度が低下するために光透過率は増加する。そのため、光透過率が高いほど、沈降速度も速いと言える。

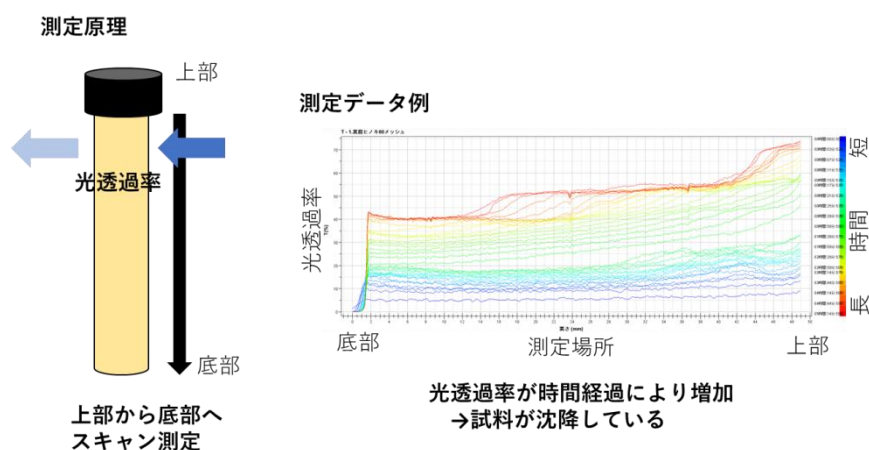


図 2-5-1-2 沈降速度測定方法

2.5.1.3. 試験結果

水熱処理による CF の物理的性状変化

本項では、水熱処理により改質した CF の物理的特性について評価した。図 2-5-1-3 には、水熱処理条件による CF の比表面積及び沈降速度への影響を示す。水熱処理時の熱履歴が大きくなるにつれて、比表面積は小さくなる傾向にあった。

また、沈降速度は 170 °C では遅くなっているものの、全体としては熱履歴増加に伴い、速くなる傾向にあった。これにより、水熱処理によって CF 成分が分解されると粉碎後の形状も変化するために、CF 自身のこうした物理的特性についても変化が出ることが確認された。

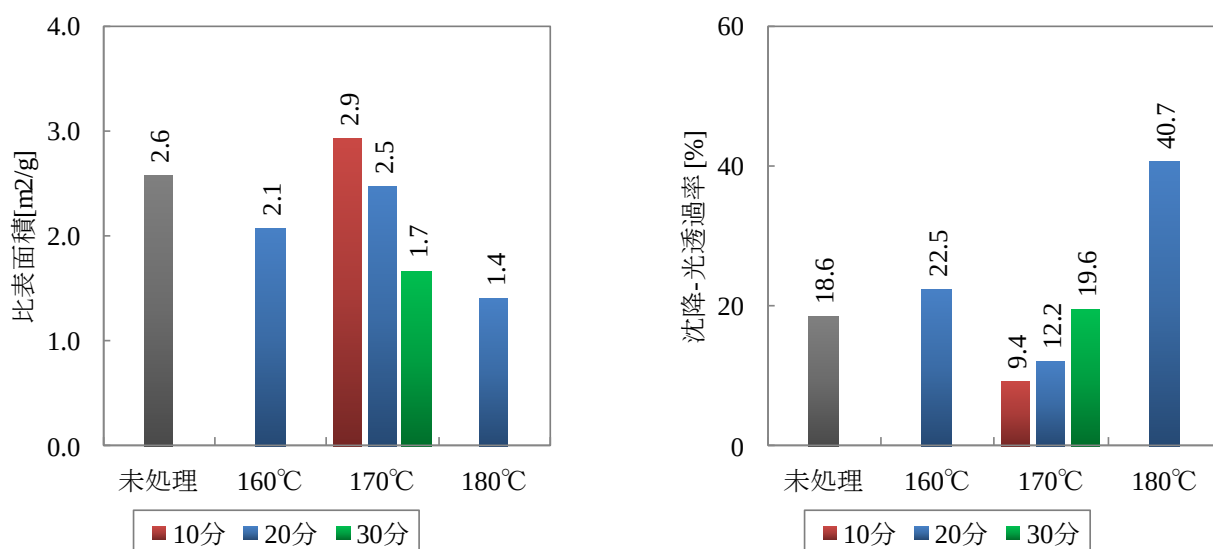


図 2-5-1-3 水熱処理による CF の物理的性状への影響
[(左)比表面積、(右)沈降-光透過率]

圧縮処理による CF の物理的性状変化

圧縮処理では、CF の形状を直接変化させる処理のため、水熱処理と比べて物理的特性の変化は大きくなることを期待する。ここでは圧縮処理 CF の処理条件の違いによる比表面積及び沈降速度の結果を示す（図 2-5-1-4）。

圧縮処理によって、比表面積は全ての条件で低下することが確認された。これは、圧縮処理によって、CF 表面の微細構造が潰されたことや微粉末が大きな粒子の表面に圧密されることによるものと考えられる。ローラーコンパクター法で処理した場合は、条件の違いによる差は確認されなかった。一方で、ディスクペレッター法で処理した場合は解繊時の目標粒径が大きい 300 μm の場合大きく低下していることがわかる。よって、圧縮処理条件が同じ場合では、その後の解繊条件によって比表面積は制御できることが示唆された。

また、沈降速度については、ディスクペレッター法での解繊サイズが大きい 300 μm の場合を除き、低下することが確認された。これは、嵩比重と粒子径による影響が大きいと考えられ、嵩比重が高く、粒子が大きい CF では沈降速度は速くなる。一方で、粒子径が小さい場合、沈降速度は低下している。よって、CF の水中での沈降速度の決定には CF 形状が複合的に作用していることが示唆された。

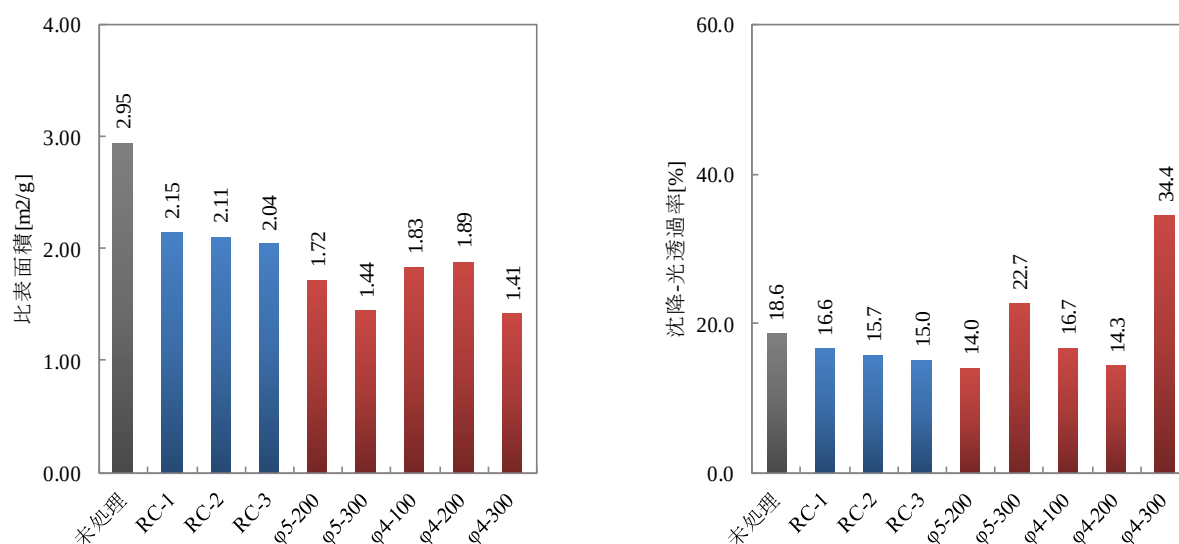


図 2-5-1-4 圧縮処理による CF の物理的性状への影響
[(左)比表面積、(右)沈降-光透過率]

2.5.2. 各種特性との相関性検証

2.5.2.1. 概要

前述の結果より、水熱処理及び圧縮処理によって CF の性状は変化し、それが CF 添加 PP の機械的特性に影響を及ぼすことが確認された。水熱処理の場合は、特にセルロース／ヘミセルロース比率による各種特性との関連性が解明された。また、圧縮処理の場合は、CF の嵩比重と CF 添加 PP の各種特性の関係が明らかとなった。CF の品質管理項目を決定していく上で、簡易的な評価方法の提案は CF 生産者にとって、非常に重要である。また、簡易な測定方法で複合化した際の性質が評価できれば、CF 添加 PP を製品展開していく場

合の開発工数削減等による市場導入の加速が期待される。そこで、本項では、これまでに得られた CF の性状と CF 添加 PP の特性から、測定が容易な CF の品質管理項目の提案を目的とした。そのために、まずは前項で解明された CF の物理的性状と CF 添加 PP の各種特性との関係を調査し、それぞれの CF の特性因子をもとに、測定の簡易な評価項目を導き出すこととした。

2.5.2.2. 水熱処理 CF の特性因子評価結果

ここでは水熱処理に伴う CF 性状の変化と CF 添加 PP の各種特性との関係性について検証した。比表面積及び沈降速度の結果と各種特性の関係について、下記に詳細を示す。

比表面積

図 2-5-2-1 及び図 2-5-2-2 には、水熱処理によって変化した CF の比表面積と CF 添加 PP の各種特性との関係について示す。比表面積が大きくなると、流動性は低下していることが確認された。「2.1.1 水熱処理条件の検証」の結果では水熱処理を施すことによって粒子径は小さく、また微粉末の生成も確認されており、これらは比表面積が増加する方向に働くはずである。しかしながら、図 2-5-1-3 より水熱処理によって比表面積は低下傾向にあることから、CF 表面の細孔などが損失し、抵抗の少ない表面構造に変化していることが考えられる。

また、機械的特性についても、比表面積増加に伴い、曲げ弾性率を除くすべての機械強度において向上する結果となった（図 2-5-2-2）。比表面積が大きいことで CF のフィラーとしての補強効果が高くなったことに起因すると考えられる。そして、水熱処理後の比表面積と水熱処理 CF の性状と CF 添加 PP の各種特性についてそれぞれ相関傾向にある。よって、水熱処理 CF の簡易評価方法として比表面積の測定は有効である可能性が示唆された。

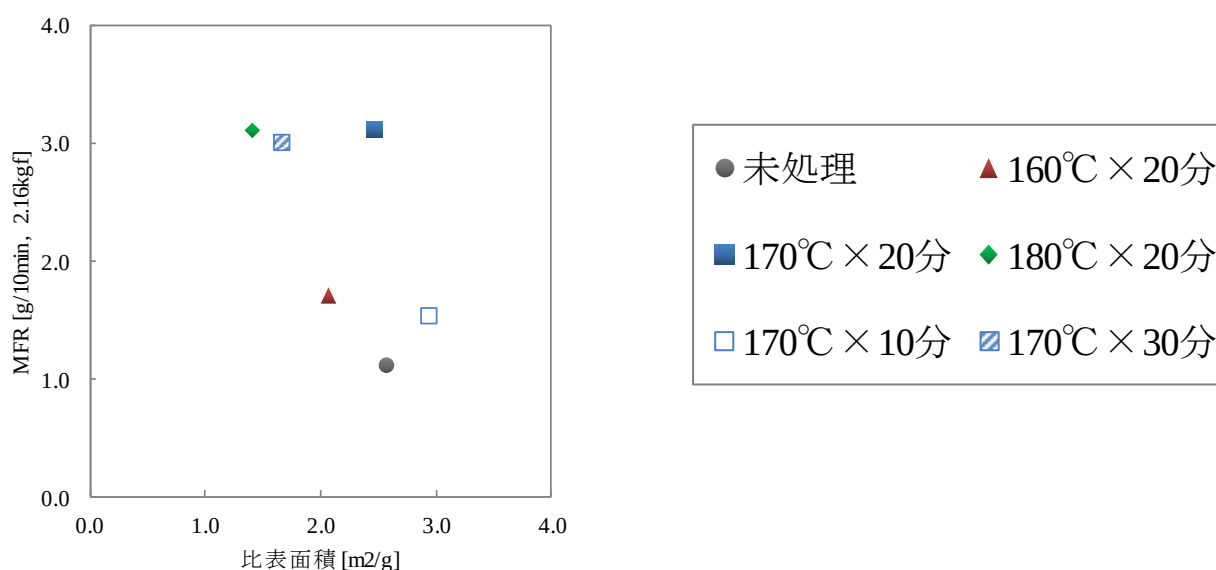


図 2-5-2-1 水熱処理 CF の比表面積と流動性の関係

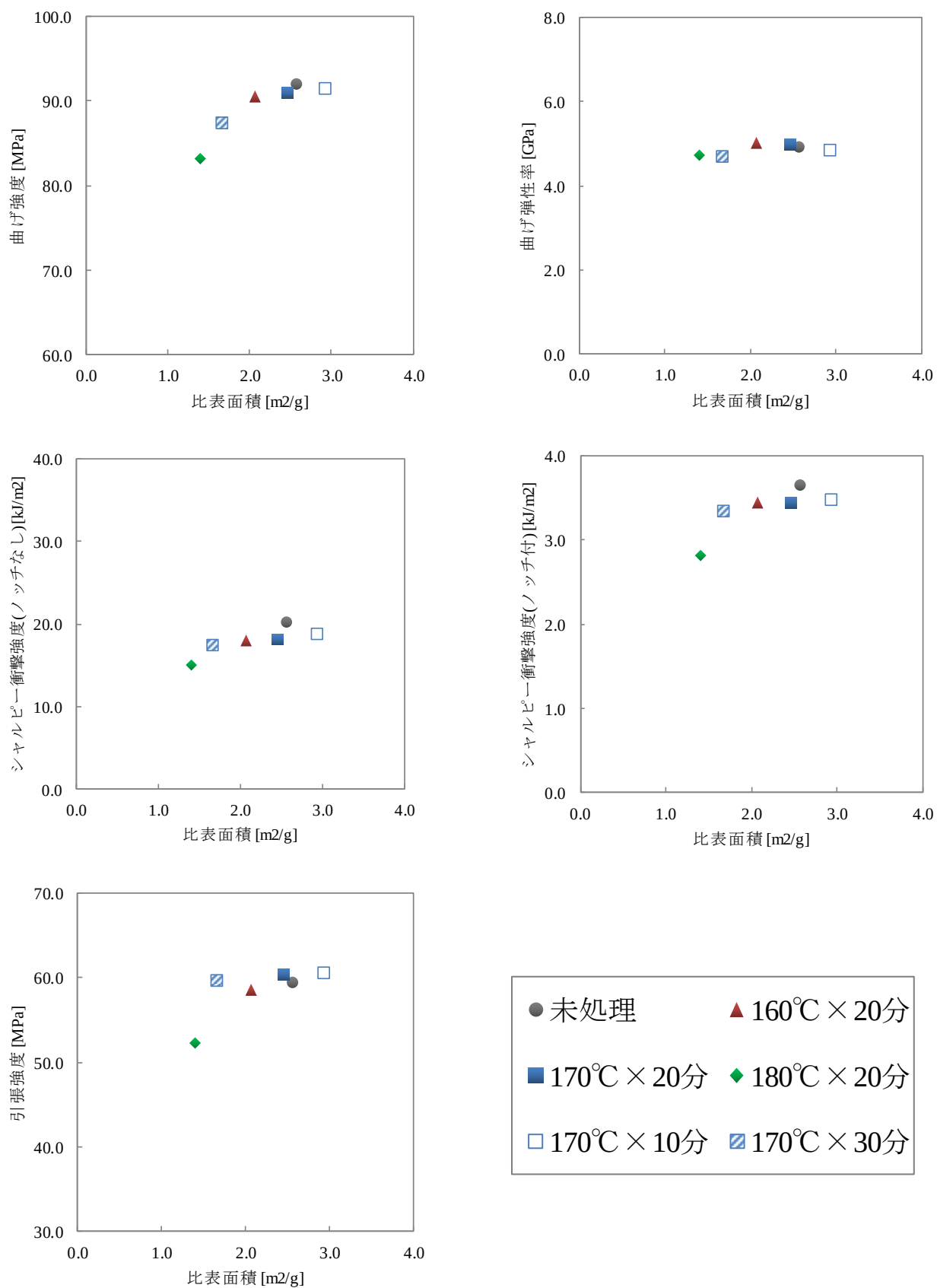


図 2-5-2-2 水熱処理 CF の比表面積と各機械的特性の関係

沈降速度

続いて、沈降速度と CF 添加 PP の各種特性の関係について図 2-5-2-3 と図 2-5-2-4 に示す。CF の沈降速度が速くなると、流動性については増加傾向にあるものの、データ数が少ないため判定は難しい。一方で、各種機械的特性については沈降速度の上昇に伴い、低下することが確認された。よって、比表面積と同様に、沈降速度の測定は水熱処理 CF の簡易評価方法として適用できる可能性が示唆された。

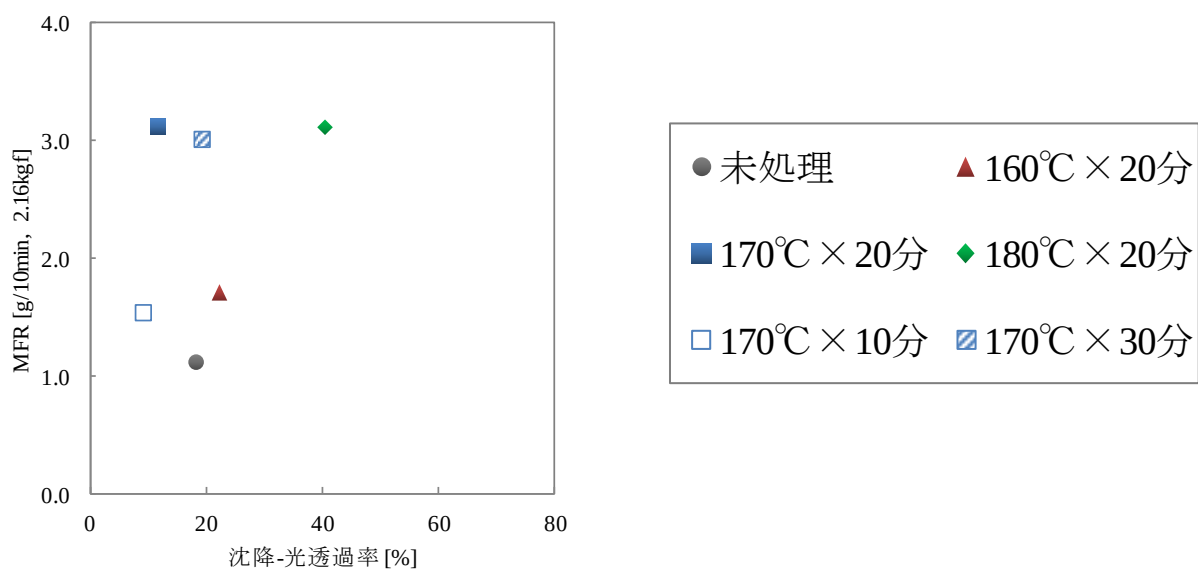


図 2-5-2-3 水熱処理 CF の沈降速度と流動性の関係

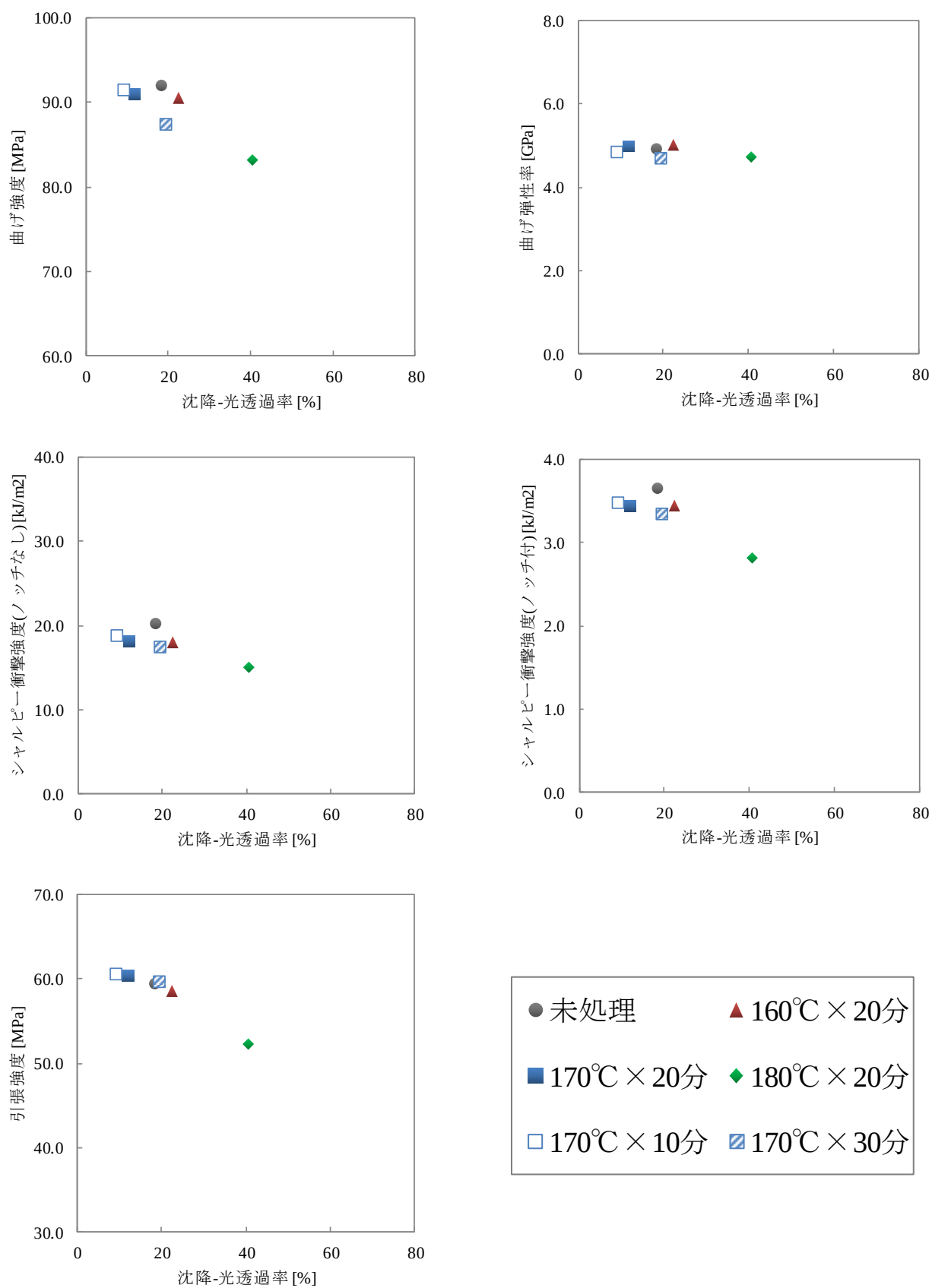


図 2-5-2-4 水熱処理 CF の沈降速度と各機械的特性の関係

2.5.2.3. 圧縮処理 CF の特性因子評価結果

続いて、圧縮処理により改質した CF 性状の変化と CF 添加 PP の各種特性との関係性について検証した。比表面積及び沈降速度の結果と各種特性の関係について、下記に詳細を示す。

比表面積

圧縮処理に伴う CF の比表面積の変化と流動性について図 2-5-2-5 に示す。圧縮処理により、CF 比表面積は総じて低下することが確認できていた（図 2-5-1-4 左）。また、ディスクペレッターの方がローラーコンパクターよりも CF の比表面積を小さくすることができており、流動性改善効果も大きかった。これらの手法による結果をまとめると、圧縮処理に伴う比表面積と流動性の変化は相関傾向にあると言える。また、図 2-5-2-6 に記載する機械的特性との関係も同様に、比表面積増加に伴い、各特性は上昇するという関係を得ることができた。よって、圧縮処理 CF の評価方法として比表面積の測定は有効であることが示唆された。

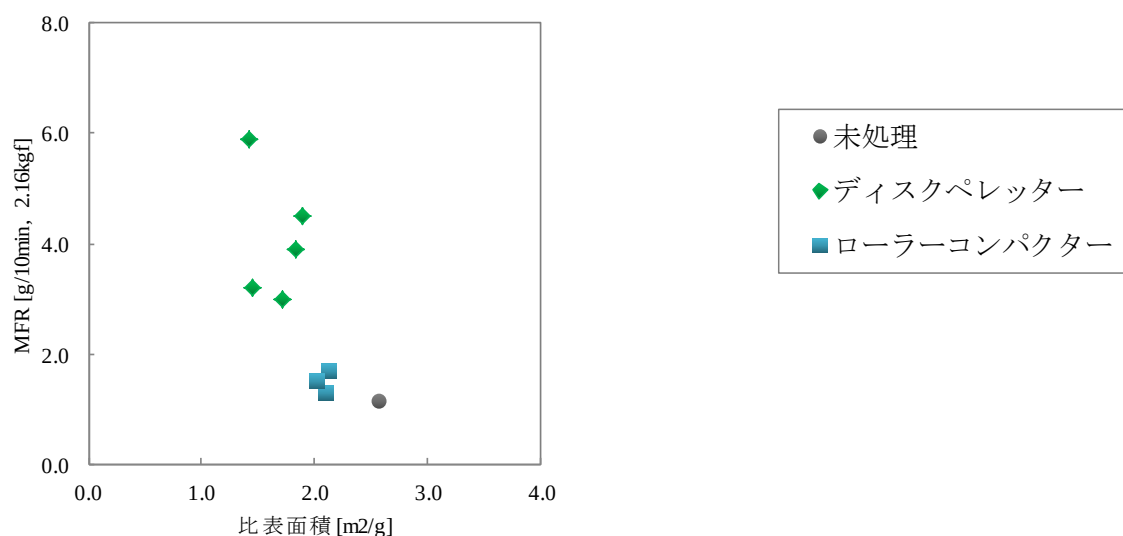


図 2-5-2-5 圧縮処理 CF の比表面積と流動性の関係

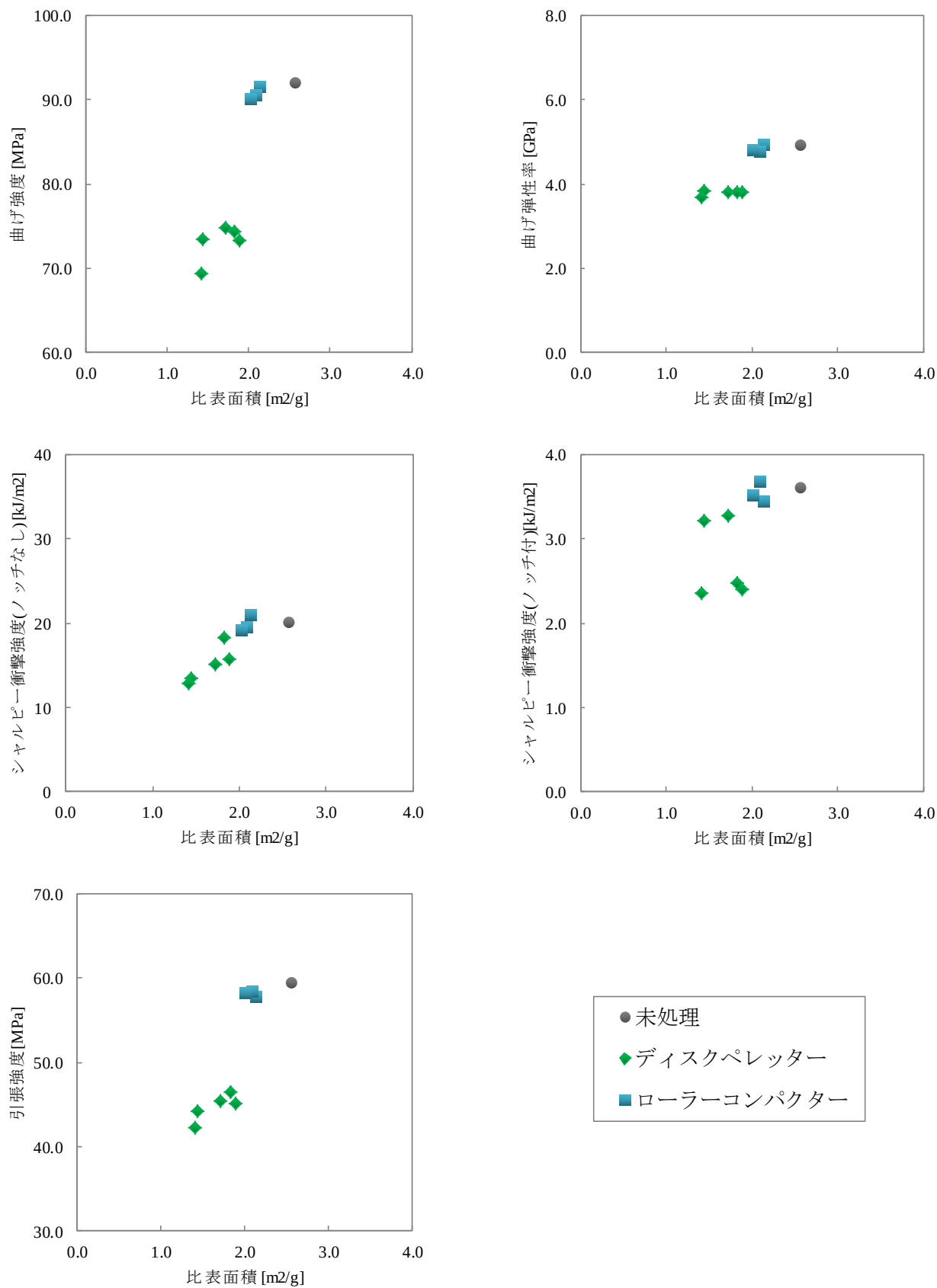


図 2-5-2-6 圧縮処理 CF の比表面積と各機械的特性の関係

沈降速度

続いて、沈降速度と各種特性の関係について図 2-5-2-7 及び図 2-5-2-8 に示す。沈降速度においては、比表面積で確認されたような各種特性との関係は見られず、手法による影響が大きいことがわかる。ローラーコンパクターでの処理の場合では、沈降速度の差が小さいため、傾向を得ることは難しい。一方で、ディスクペレッターで処理した場合は、沈降速度の増加に伴い、流動性は高くなる、また、機械的特性は低下するという傾向にあった。よって、CF の性状が大きく変化する条件によっては、沈降速度も圧縮処理 CF の評価に使える可能性があるが、更なる検証が必要であると言える。

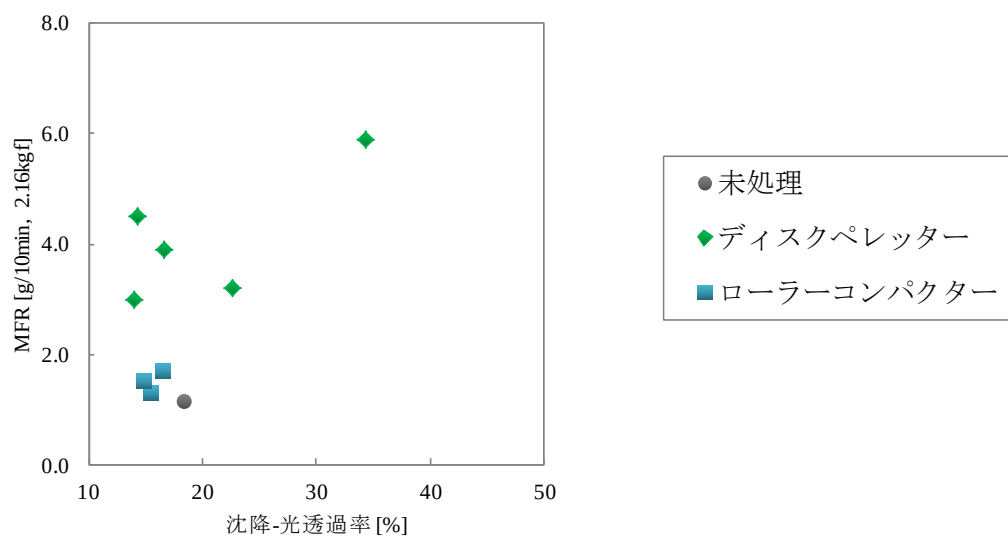


図 2-5-2-7 圧縮処理 CF の沈降速度と流動性の関係

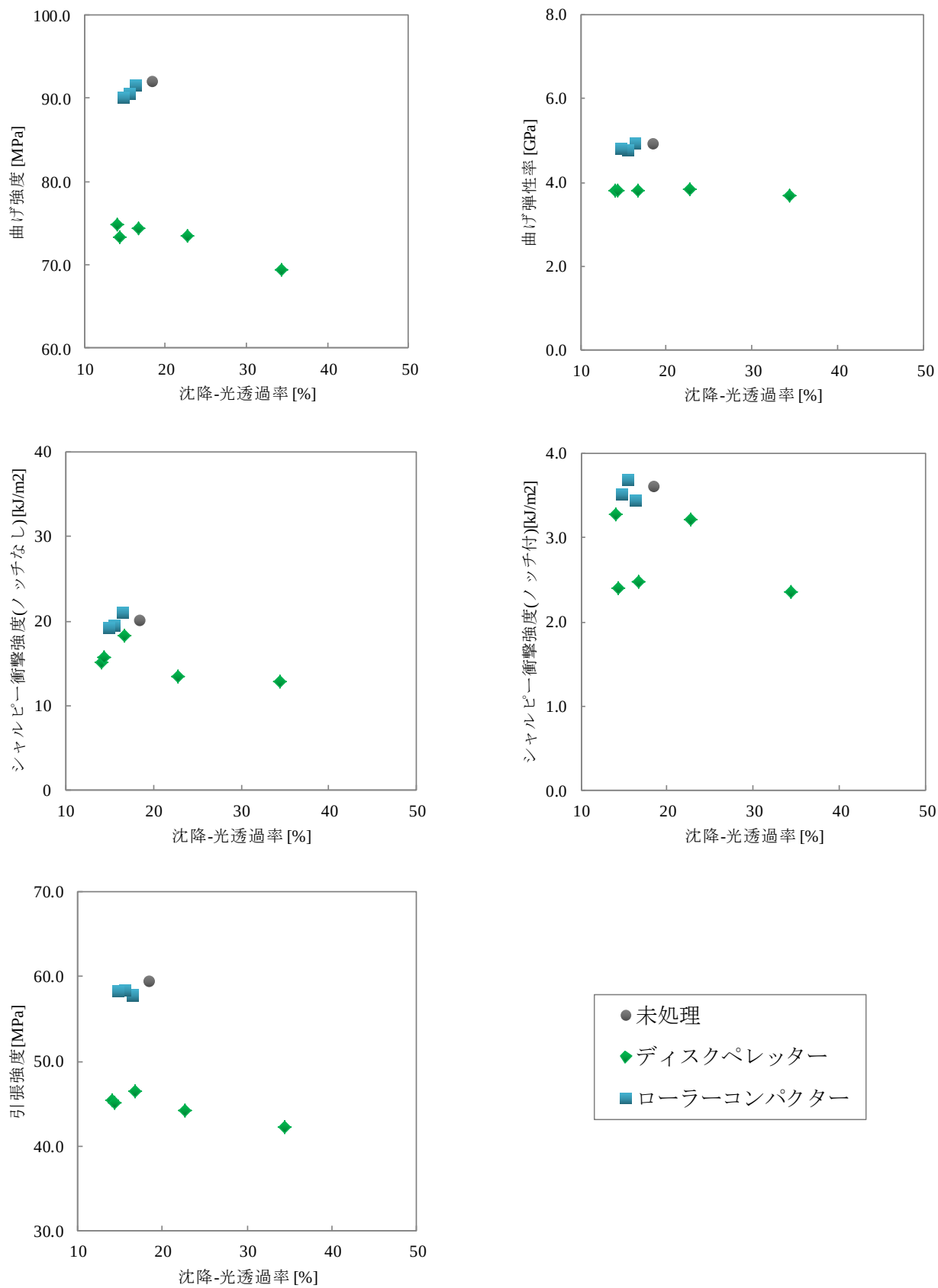


図 2-5-2-8 圧縮処理 CF の沈降速度と各機械的特性の関係

2.5.2.4. 代替評価方法の検証

水熱処理 CF の簡易評価方法の検証

本項では、これまでの結果から CF の簡易評価手法の確立を目指す。水熱処理においては、セルロース／ヘミセルロース比率によって、水熱処理の進行度と各種特性についての関係性が明らかになっているが、構成成分の分析は工程の多い化学分析が必要であるため、より簡易的な評価項目を提案することは重要である。そこで、水熱処理によって変化した CF の性状とセルロース／ヘミセルロース比率の関係性を調べることで代替できる手法について検討した。図 2-5-2-9 では、水熱処理 CF のセルロース／ヘミセルロース比率と各 CF 特性の関係について示す。比表面積や沈降速度を用いてセルロース／ヘミセルロース比率を代替評価することは現時点では難しいと考える。しかしながら、圧縮処理の評価でも評価項目として使用できる嵩比重は水熱処理においても CF の管理評価項目として使用できる可能性が示唆された。嵩比重は特別な装置がなくとも測定できるため、簡易評価方法としては適している。

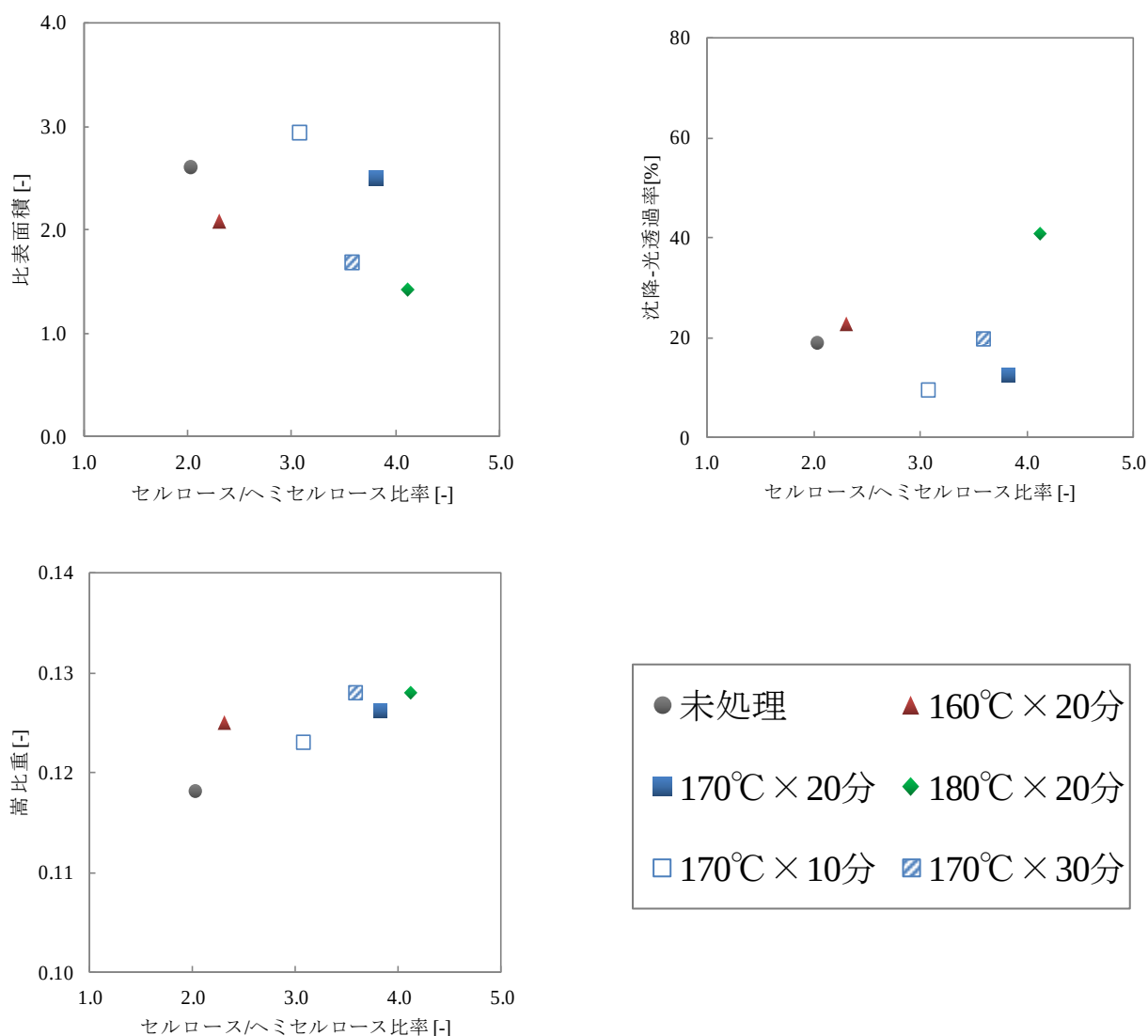


図 2-5-2-9 水熱処理 CF における成分比率と各 CF 特性の関係

圧縮処理 CF の簡易評価方法の検証

続いて、圧縮処理 CF の管理評価手法の確立を目指す。圧縮処理 CF は嵩比重によって各種特性との関係が明らかになっており、測定の簡易な嵩比重は管理評価における代表手法として考えられる。ここでは評価項目を拡大し、多角的な CF 評価による品質管理精度の向上を試みた。図 2-5-2-10 には、圧縮処理 CF の嵩比重と各 CF 特性の関係について示す。

この結果から、嵩比重と比表面積には負の相関傾向が確認され、圧縮処理における嵩比重の代替評価法として比表面積の測定が有効であることが示唆された。一方で、沈降速度は粒子サイズの影響も大きいことが嵩比重の大きい 2 点から読み取れる。しかしながら解繊サイズを同等とした場合、沈降速度においても嵩比重との間には負の相関関係にあるため、条件付きであるものの、沈降速度での嵩比重を管理できる可能性が示唆された。

以上の結果より、圧縮処理における簡易的な評価方法は、嵩比重であるが、比表面積や沈降速度も利用可能であることが確認できた。

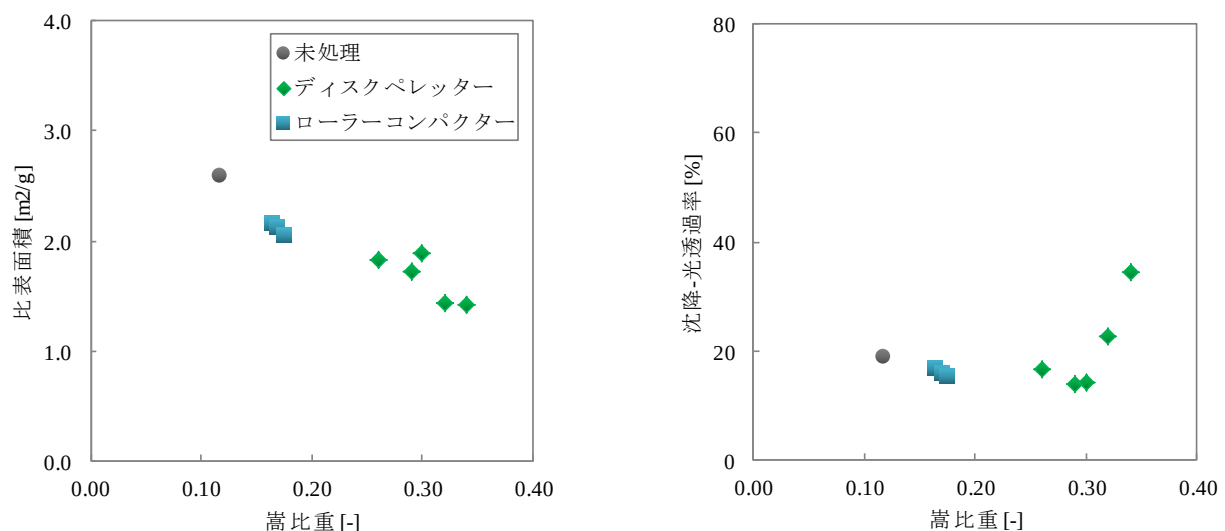


図 2-5-2-10 圧縮処理 CF における嵩比重と各 CF 特性の関係

様々な CF 種類における簡易評価方法の検証

ここまで、水熱処理と圧縮処理に伴う CF 性状変化とその管理方法について提案してきた。両手法において、嵩比重を管理評価項目とすることで CF 性状と CF 添加 PP の各種特性の管理が可能であることが確認された。そこで、CF の化学的特性（構成成分）の違う種類にまで拡大し、嵩比重とその他性状の関係を調査した。図 2-5-2-11 には、CF 種類を増やしたときの嵩比重とセルロース／ヘミセルロース比率、比表面積及び沈降速度の関係について示す。セルロース／ヘミセルロース比率では特に圧縮処理による変化が小さいことや CF の種類に依存するため、嵩比重との関係を体系化することは難しいと言える。

また比表面積については、CF の種類ごとに調べると、負の相関関係の傾向が見られるものの、全てをまとめるとその相関を評価することはできない。これは CF 種ごとに粉砕方法が異なるため、粒子径が統一されていないことに起因すると考えられる。沈降速度も同様に嵩比重との相関関係を得ることはできなかった。

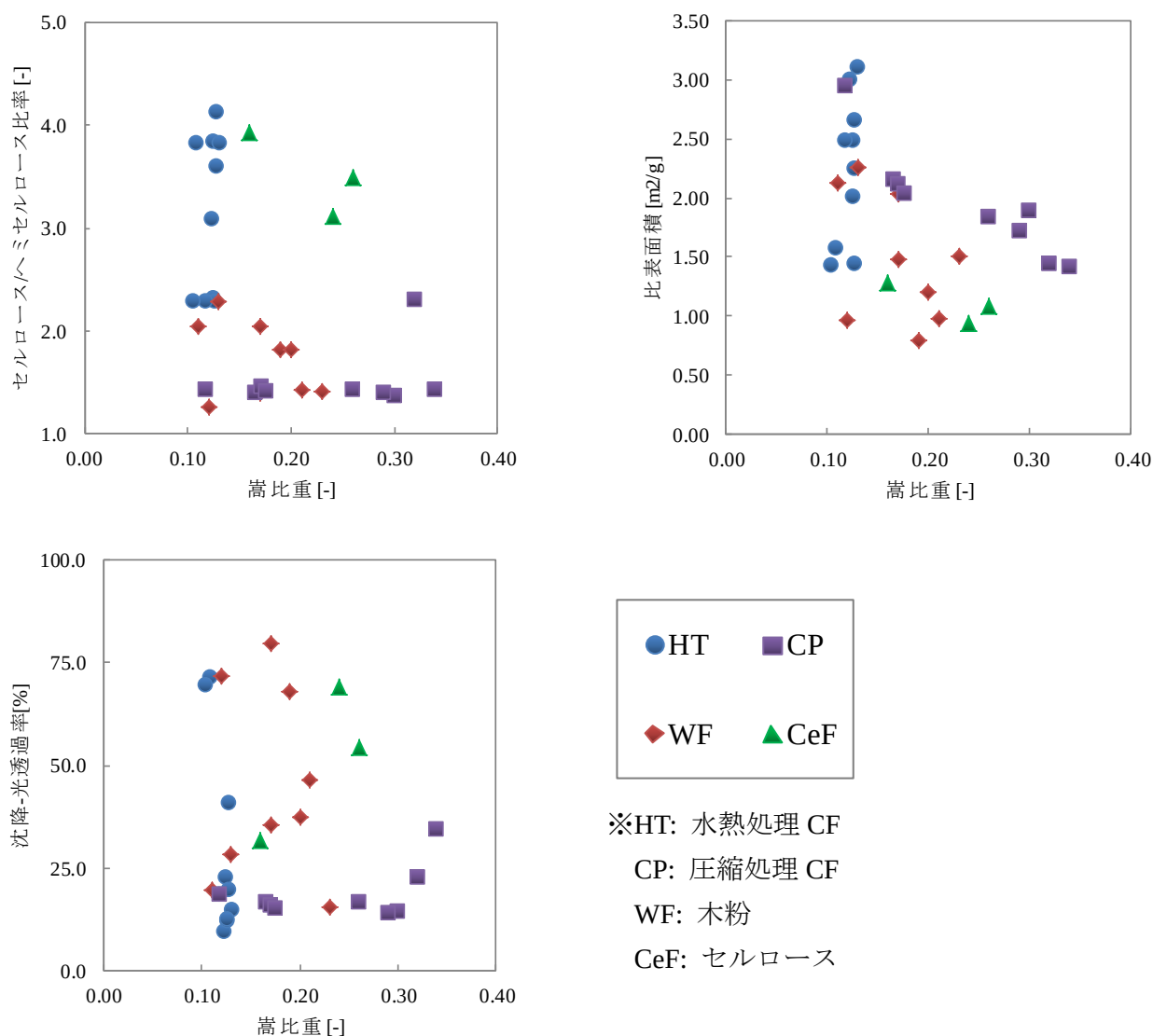


図 2-5-2-11 各種 CF の嵩比重と各種特性との関係

以上の結果より、CF 性状が複合的に影響していることから、こうした管理項目を多品種の CF に広げるためには CF の構成成分（科学的特性）と合わせた

2.5.3. まとめ

本項では、CF の物理的性状の簡易評価方法の確立を目指した。そのために、(1)水熱処理 CF 及び圧縮処理 CF における CF の物理的特性評価、(2)CF の物理的特性とその CF 添加 PP の各種特性評価、(3)CF の簡易評価手法の確立、の手順で評価を実施した。その結果より、水熱処理 CF 及び圧縮処理 CF のどちらにおいても「嵩比重」によって CF の評価が可能であることが示唆された。また、比表面積についても適用できる可能性が確認された。一方、CF の構成成分の違いを含めた、多品種の CF にまで拡大させると、嵩比重等の物理的特性のみでの簡易的な評価は困難であり、CF の化学的特性と物理的特性をあわせた簡易評価手法の確立が今後の課題と考える。

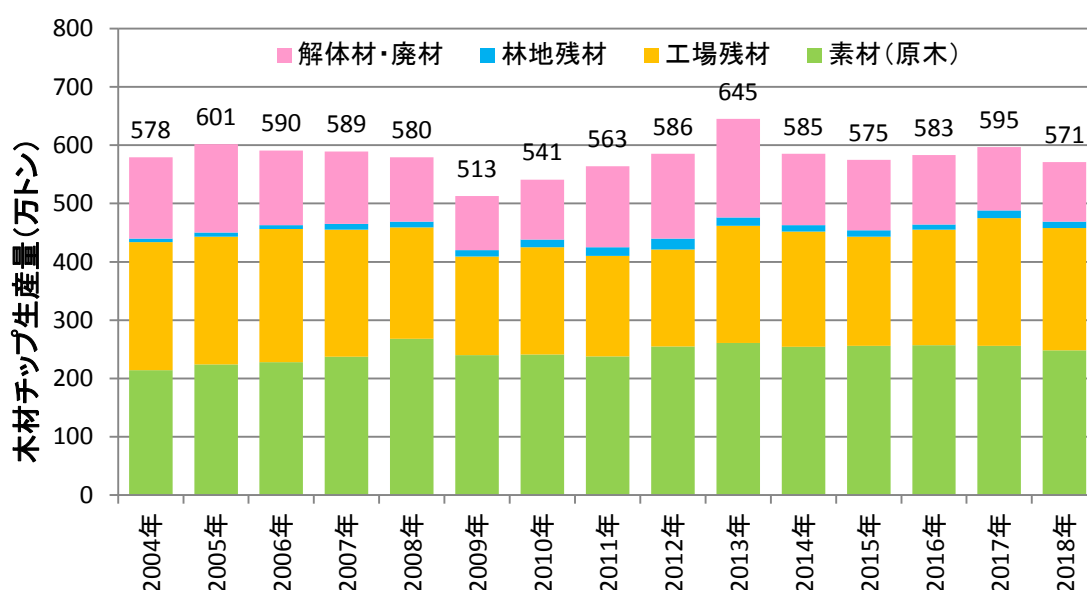
2.6. CF 価格 100 円/kg 以下を確保する製造条件の検討

[概要]

バイオマス原材料の調達可能量と CF 製造条件（生産規模、稼働率、設備費用、原材料価格）について調査を行い、CF 価格 100 円/kg 以下を確保する製造条件の検討を行った。

2.6.1. バイオマス原材料の調達可能量の調査

CF 原材料となりうる、木材チップの市場規模、製材廃材及び林地残材の利用状況について調査を実施した。林野庁「令和元年度 森林・林業白書（令和 2 年 6 月 16 日公表）」により情報を得ることができた。木材チップの市場規模を図 2-6-2-1 に示す。



注：燃料用チップ除く。

資料：農林水産省「木材需給報告書」

図 2-6-2-1 木材チップ生産量の推移

林野庁「令和元年度 森林・林業白書（令和 2 年 6 月 16 日公表）、資料Ⅲ-45」より抜粋

図 2-6-2-1 の情報から、原料となる木材チップの国内生産規模は 2018 年度の生産量は 571 万トン（乾燥重量で約 228 万トン程度）となっているが、2013 年度は 645 万トン（乾燥重量で 258 万トン）となっている。2018 年度と 2013 年度の生産量の差は乾燥重量で約 30 万トンである。

次に、木材チップの原材料となる「製材工場等残材」「間伐材・林地残材等」の発生量（乾燥重量）とその利用率を図 2-6-2-2 に示す。

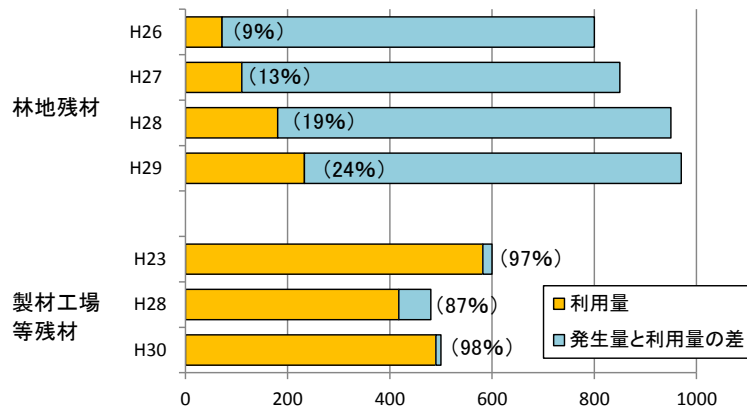


図 2-6-2-2 木質バイオマスの発生量と利用量の状況（推計）

林野庁「令和元年度 森林・林業白書（令和 2 年 6 月 16 日公表）、資料Ⅲ-29」より抜粋

図 2-6-2-2 の情報から、製材工場等の残材としての未利用材料が平成 30 年時点で約 10 万トンと推測される。林地残材では平成 29 年の段階で未利用材料が約 730 万トンと推測される。また、林野庁では 2025 年には林地残材発生量は 1,040 万トンの見込みとし、有効利用率を 30%と計画しているが、70%は未利用材となる為、平成 29 年と同様に約 730 万トンの未利用材料があると言える。

上記の結果から、本事業の見込値である木材の利用量は約 22 万トンとしており、CF 添加 PP に用いる原材料として十分な調達可能量があると想定できる。

2.6.2. CF 製造条件の検討

CF 添加 PP に用いる CF 製造について製造条件の調査を実施した。出発原料は木材チップとし、圧縮処理木粉製造に係る CF 製造コスト（原材料価格、設備投資金額）について試算を行った結果を表 2-6-2-1 に示す。

表 2-6-2-1 圧縮処理 CF 製造コスト試算結果

項目		単価	金額（千円/月）	備考
変動費	原材料（木材チップ）	14.5 円/kg	15 千円	国産針葉樹チップ市場価格（絶乾重量）
	電力	16.5 円/kg	825 千円	1.031 kWh /kg × 16円 / kWh
	副資材	5.0 円/kg	250 千円	フレコン等梱包資材
	計	36.0 円/kg	1,089 千円	
固定費	人件費	24.0 円/kg	1,200 千円	400千円/月 × 3人
	減価償却費	13.5 円/kg	677 千円	8年償却：均等割、設備投資金額65百万円
	保全費用	1.4 円/kg	68 千円	償却費の10%
	管理費その他	3.8 円/kg	188 千円	人件費の10% + 償却費の10%
	計	42.7 円/kg	2,133 千円	
製造原価		78.6 円/kg	3,222 千円	

木材チップの価格は市況価格（国産針葉樹チップ）を用い、電力料については今年度得られた結果を元に算出した。生産体制は3交代として労務費を算出、設備投資についてはトクラスの投資実績等を元に算出した結果、CF製造能力を100 kg/h（50 t/月）とした場合、木材チップの粉体化設備40百万円、圧縮・開繊処理装置25百万円と推定した。減価償却費の試算にあたっては法定耐用年数を8年とし、均等割りにて算出した。

コスト試算を行った結果、圧縮処理CFの製造コストは78.6円/kgとなる試算結果を得ることができた。本事業にて目標とするCF価格を100円/kgとした場合、損益分岐点生産量は33.3 t/月となることから、稼働率が67%以上となる需要量を確保すれば目標を達成する見込みを得ることができた。

本試算は量産を想定できるミニマムサイズの設定構成をもとに試算をおこなっており、スケールアップにともない、CFの製造コストは更に低減が可能であると考ええる。

2.7. LCA の検証・評価

[概要]

CF 添加 PP の製造にかかわる各工程の消費電力測定を実施し、ライフサイクルでの CO2 排出量の算出と、ポリプロピレン樹脂に対する削減効果の算出を実施した。また得られた結果をもとに事業性評価を行った。

2.7.1. 評価方法

2.7.1.1. 評価プロセス

「水熱処理された CF を利用する CF 添加 PP 製品製造プロセス<評価対象製品 1>」

「圧縮処理された CF を利用する CF 添加 PP 製品製造プロセス<評価対象製品 2>」

「PP を利用した PP 製品製造プロセス<ベースライン>」

2.7.1.2. 評価範囲と評価条件

1) セルロースファイラーを利用した CF 添加 PP 製品製造プロセス

評価範囲を図 2-7-2-1 に示す。

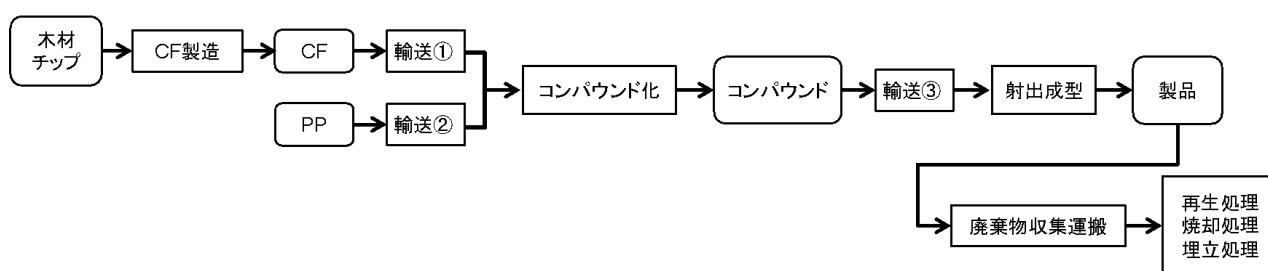


図 2-7-2-1 評価対象製品フロー

原料として木材チップの製造、およびポリプロピレン (PP) の製造から、木粉 (CF) の製造、ポリプロピレン (PP) とのコンパウンド化、射出成型による製品化、および製品の使用後に産業廃棄物として処理される工程までを評価範囲とした。

CF 製造に関しては、水熱処理による製造、および圧縮処理による製造についてそれぞれ評価した。

PP とのコンパウンド化における CF の添加割合は、CF20%、CF30%、CF40%、CF50% の 4 パターンとした。各工程において、ロスおよび副製品はないものとした。

2) PP 単独による PP 製品製造プロセス

評価範囲を図 2-7-2-2 に示す。

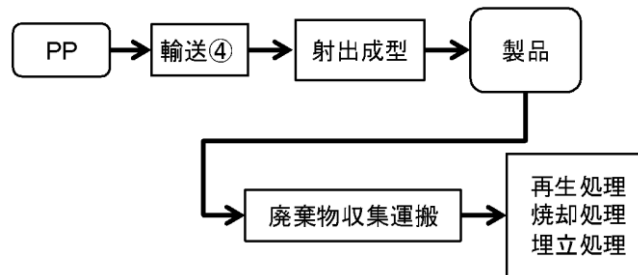


図 2-7-2-2 ベースライン

PP 原料の製造から、PP を射出成型により製品化する工程、および使用後に産業廃棄物として処理される工程までをベースラインの評価範囲とした。

対象とした工程において、ロスおよび副製品はないものとした。

機能単位は、射出成型製品 1 kg あたりを基本とした。バックグラウンドデータには、IDEAv2.3（産業技術総合研究所、産業環境管理協会）を使用し、地球温暖化係数として IPCC2013、GWP100 年係数を用いて、各種温暖化ガスの影響を CO₂ 換算した GHG 排出量により評価した。なお、本報告書では、算出した GHG 排出量を「CO₂ 排出量」と記述する。

使用したバックグラウンドデータは以下の通りである。

- ・木材チップ
- ・ポリプロピレン
- ・トラック輸送サービス,10 トン車, 積載率_75%
- ・トラック輸送サービス,10 トン車, 積載率_100%
- ・電力, 日本平均, 2017 年度
- ・液化石油ガス (LPG)
- ・産業廃棄物収集運搬サービス
- ・フラフ・ベール状の使用済みその他プラスチック製品
- ・焼却処理サービス, 産業廃棄物, 廃プラスチック
- ・焼却処理サービス, 産業廃棄物, 紙くず、木くず
- ・埋立処理サービス, 産業廃棄物
- ・木材チップの体積・重量換算には、絶乾重量 0.1 t/m³ を用いた。
- ・輸送①～④の輸送距離は、国交省のトラック輸送状況の実態調査結果(全体版)から、大型車の平均実車距離を抽出した。
- ・輸送①：C F 輸送（積載重量 8,000 kg、10t トラック輸送、272 km）
- ・輸送②～④：ポリプロピレン、C F 添加ポリプロピレンコンパウンド（積載重量 10,000 kg、10t トラック輸送、272 km）
- ・コンパウンド化工程の消費電力量には、TEX65αII での CF50%添加 PP における

コンパウンドテスト 200 kg/h 時の結果を用いた。

- ・射出成型工程の CO₂ 排出量原単位は、(一社)プラスチック循環利用協会の調査報告書「LCA を考える～「ライフサイクルアセスメント」考え方と分析事例～」から引用した。
- ・プラスチック廃棄物の処理割合については、(一社)プラスチック循環利用協会の調査報告「プラスチックのマテリアルフロー (2017 年)」を参照した。

2.7.2. 評価結果

2.7.2.1. 水熱処理により作製した CF を用いた CF 添加 PP 製品製造プロセス

水熱処理により作製した CF を用いて製造した CF 添加 PP の 1kg あたりの CO₂ 排出量を評価した。粉碎工程については処理無しの粉碎プロセスの量産スケールテストの消費電力を、コンパウンド化プロセスについては、CF50%添加 PP の量産スケールテストの消費電力を利用した。

評価に用いたインベントリを表 2-7-3-1～表 2-7-3-4 に、同様の条件で評価した PP 単独製品のインベントリを表 2-7-3-5 に、評価により算出した CO₂ 排出量を図 2-7-3-1 に示した。

水熱処理 CF を添加した PP による射出成型品は、PP 単独の射出成型品と比較して、CO₂ 排出量が減少することが示された。水熱処理 CF 添加 PP 射出成型品の CO₂ 削減効果は、PP 単独の 5.26 kg-CO₂e/kg-PP から、CF の添加量が 20%から 30%、40%、50%と増加するにつれて大きくなり、CF50%添加 PP では、3.98 kg-CO₂e/kg-CF-PP と、約 24%の削減となった。

工程ごとに見ると、原料由来の CO₂ 排出量は、PP 単独の 2.06 kg-CO₂e に対して、CF50%添加 PP コンパウンドは 1.56 kg-CO₂e と約 24%減、また、廃棄リサイクル処理工程の CO₂ 排出量は、PP 単独の 1.87 kg-CO₂e に対して、CF50%PP コンパウンドは 1.10 kg-CO₂e と約 41%減となった。なお、コンパウンド化工程、および射出成型工程は、すべて同一のデータを使用したため、CF 添加による影響を正確には確認できていない。

表 2-7-3-1 CF 添加 PP 製造プロセスの CO2 排出量（水熱処理, CF20%）

【水熱処理 CF20%PP】	投入量		GHG 排出量 (kg-CO2e)
木材チップ	1.000	kg	0.126
水熱処理（電力）	0.086	kWh	0.051
水熱処理（LP ガス）	0.252	kg	0.211
粉碎工程	0.712	kWh	0.424
CF 製造	1.000	kg	0.813
CF	0.200	kg	0.163
輸送①	0.054	tkm	0.008
PP	0.800	kg	1.649
輸送②	0.218	tkm	0.024
コンパウンド化工程	0.149	kWh	0.089
コンパウンド製造	1.000	kg	1.932
コンパウンド	1.000	kg	1.932
輸送③	0.272	tkm	0.030
射出成型工程	1.000	kg	1.302
射出製品製造	1.000	kg	3.264
廃棄物収集運搬	1.000	kg	0.162
再生処理	0.280	kg	0.025
焼却処理（プラ）	0.528	kg	1.347
焼却処理（CF）	0.132	kg	0.027
埋立処理	0.060	kg	0.000
廃棄リサイクル処理	1.000	kg	1.561

表 2-7-3-2 CF 添加 PP 製造プロセスの CO2 排出量（水熱処理, CF30%）

【水熱処理 CF30%PP】	投入量		GHG 排出量 (kg-CO2e)
木材チップ	1.000	kg	0.126
水熱処理（電力）	0.086	kWh	0.051
水熱処理（LP ガス）	0.252	kg	0.211
粉碎工程	0.712	kWh	0.424
CF 製造	1.000	kg	0.813
CF	0.300	kg	0.244
輸送①	0.082	tkm	0.011
PP	0.700	kg	1.443
輸送②	0.190	tkm	0.021
コンパウンド化工程	0.149	kWh	0.089
コンパウンド製造	1.000	kg	1.808
コンパウンド	1.000	kg	1.808
輸送③	0.272	tkm	0.030
射出成型工程	1.000	kg	1.302
射出製品製造	1.000	kg	3.140
廃棄物収集運搬	1.000	kg	0.162
再生処理	0.280	kg	0.025
焼却処理（プラ）	0.462	kg	1.178
焼却処理（CF）	0.198	kg	0.040
埋立処理	0.060	kg	0.000
廃棄リサイクル処理	1.000	kg	1.406

表 2-7-3-3 CF 添加 PP 製造プロセスの CO2 排出量（水熱処理, CF40%）

【水熱処理 CF40%PP】	投入量		GHG 排出量 (kg-CO2e)
木材チップ	1.000	kg	0.126
水熱処理（電力）	0.086	kWh	0.051
水熱処理（LP ガス）	0.252	kg	0.211
粉碎工程	0.712	kWh	0.424
CF 製造	1.000	kg	0.813
CF	0.400	kg	0.325
輸送①	0.109	tkm	0.015
PP	0.600	kg	1.237
輸送②	0.163	tkm	0.018
コンパウンド化工程	0.149	kWh	0.089
コンパウンド製造	1.000	kg	1.684
コンパウンド	1.000	kg	1.684
輸送③	0.272	tkm	0.030
射出成型工程	1.000	kg	1.302
射出製品製造	1.000	kg	3.016
廃棄物収集運搬	1.000	kg	0.162
再生処理	0.280	kg	0.025
焼却処理（プラ）	0.396	kg	1.010
焼却処理（CF）	0.264	kg	0.054
埋立処理	0.060	kg	0.000
廃棄リサイクル処理	1.000	kg	1.251

表 2-7-3-4 CF 添加 PP 製造プロセスの CO2 排出量（水熱処理, CF50%）

【水熱処理 CF50%PP】	投入量		GHG 排出量 (kg-CO2e)
木材チップ	1.000	kg	0.126
水熱処理（電力）	0.086	kWh	0.051
水熱処理（LP ガス）	0.252	kg	0.211
粉碎工程	0.712	kWh	0.424
CF 製造	1.000	kg	0.813
CF	0.500	kg	0.406
輸送①	0.136	tkm	0.019
PP	0.500	kg	1.031
輸送②	0.136	tkm	0.015
コンパウンド化工程	0.149	kWh	0.089
コンパウンド製造	1.000	kg	1.560
コンパウンド	1.000	kg	1.560
輸送③	0.272	tkm	0.030
射出成型工程	1.000	kg	1.302
射出製品製造	1.000	kg	2.892
廃棄物収集運搬	1.000	kg	0.162
再生処理	0.280	kg	0.025
焼却処理（プラ）	0.330	kg	0.842
焼却処理（CF）	0.330	kg	0.067
埋立処理	0.060	kg	0.000
廃棄リサイクル処理	1.000	kg	1.096

表 2-7-3-5 PP 製造プロセスの CO2 排出量

【PP 単体】	投入量		GHG 排出量 (kg-CO2e)
PP	1.000	kg	2.062
輸送④	0.272	tkm	0.030
射出成型工程	1.000	kg	1.302
射出製品製造	1.000	kg	3.394
廃棄物収集運搬	1.000	kg	0.162
再生処理	0.280	kg	0.025
焼却処理（プラ）	0.660	kg	1.683
焼却処理（CF）	0.000	kg	0.000
埋立処理	0.060	kg	0.000
廃棄リサイクル処理	1.000	kg	1.871

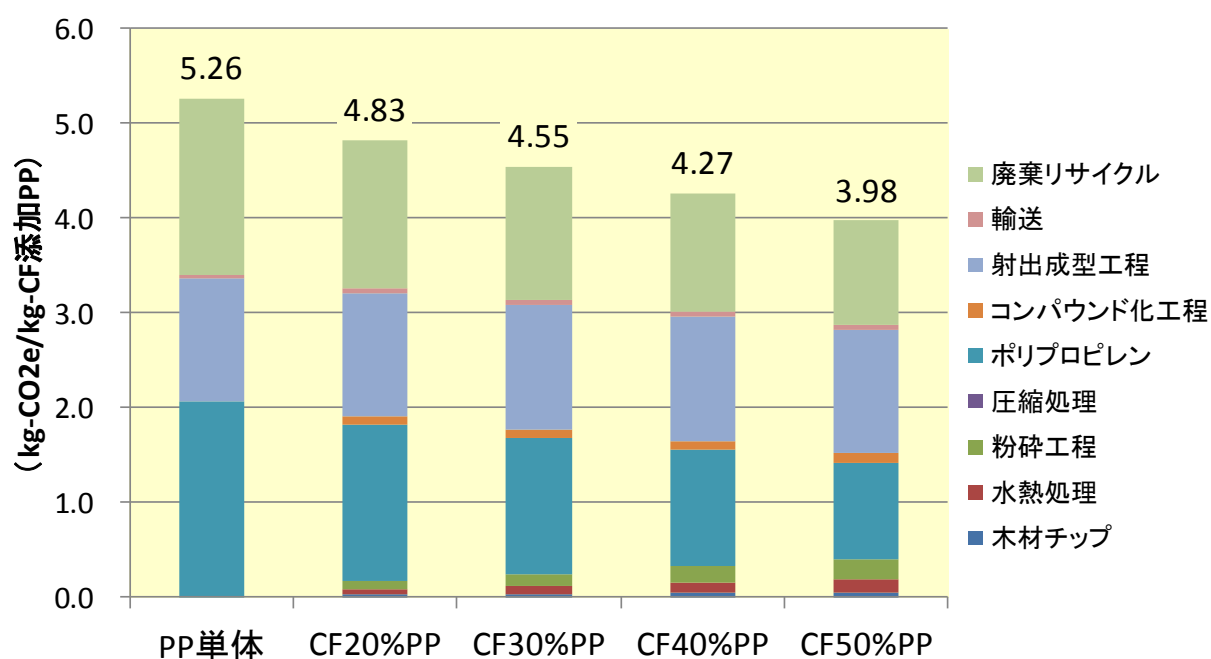


図 2-7-3-1 水熱処理 CF 添加 PP 射出成型品製造における CO2 排出量評価結果

2.7.2.2. 圧縮処理された CF を利用する CF 添加 PP 製品製造プロセス

圧縮処理により作製した CF を用いて製造した CF 添加 PP の 1kg あたりの CO₂ 排出量を評価した。粉砕工程については処理無しの粉砕プロセスの量産スケールテストの消費電力を利用した。コンパウンド化工程については、水熱処理 CF と同じデータを使用した。

評価に用いたインベントリを表 2-7-3-6~表 2-7-3-9 に、評価により算出した CO₂ 排出量を図 2-7-3-2 に示した。圧縮処理の CF を添加した PP による射出成型品は、PP 単独の射出成型品と比較して、CO₂ 排出量が減少することが示された。圧縮処理 CF 添加 PP 射出成型品の CO₂ 削減効果は、PP 単独の 5.26 kg-CO₂e/kg-PP から、CF の添加量が 20%から 30%、40%、50%と増加するにつれて大きくなり、CF50%添加 PP では、3.95 kg-CO₂e/kg-CF-PP と、約 25%の削減となった。工程ごとに見ると、原料由来の CO₂ 排出量は、PP 単独の 2.06 kg-CO₂e に対して、CF50%添加 PP コンパウンドは 1.52 kg-CO₂e と約 26%減、また、廃棄リサイクル処理工程の CO₂ 排出量は、PP 単独の 1.87 kg-CO₂e に対して、CF50%添加 PP コンパウンドは 1.10 kg-CO₂e と約 41%減となった。なお、コンパウンド化工程、射出成形工程は、すべて同一のデータを使用したため、CF 添加による影響を正確には確認できていない。

表 2-7-3-6 CF 添加 PP 製造プロセスの CO₂ 排出量（圧縮処理, CF20%）

【圧縮処理 CF20%PP】	投入量		GHG 排出量 (kg-CO ₂ e)
木材チップ	1.000	kg	0.126
粉砕工程	0.712	kWh	0.424
圧縮処理	0.204	kWh	0.121
開繊処理	0.115	kWh	0.069
CF 製造	1.000	kg	0.740
CF	0.200	kg	0.148
輸送①	0.054	tkm	0.008
PP	0.800	kg	1.649
輸送②	0.218	tkm	0.024
コンパウンド化工程	0.149	kWh	0.089
コンパウンド製造	1.000	kg	1.918
コンパウンド	1.000	kg	1.918
輸送③	0.272	tkm	0.030
射出成型工程	1.000	kg	1.302
射出製品製造	1.000	kg	3.250
廃棄物収集運搬	1.000	kg	0.162
再生処理	0.280	kg	0.025
焼却処理（プラ）	0.528	kg	1.347
焼却処理（CF）	0.132	kg	0.027
埋立処理	0.060	kg	0.000
廃棄リサイクル処理	1.000	kg	1.561

表 2-7-3-7 CF 添加 PP 製造プロセスの CO2 排出量 (圧縮処理, CF30%)

【圧縮処理 CF30%PP】	投入量		GHG 排出量 (kg-CO2e)
木材チップ	1.000	kg	0.126
粉砕工程	0.712	kWh	0.424
圧縮処理	0.204	kWh	0.121
開繊処理	0.115	kWh	0.069
CF 製造	1.000	kg	0.740
CF	0.300	kg	0.222
輸送①	0.082	tkm	0.011
PP	0.700	kg	1.443
輸送②	0.190	tkm	0.021
コンパウンド化工程	0.149	kWh	0.089
コンパウンド製造	1.000	kg	1.786
コンパウンド	1.000	kg	1.786
輸送③	0.272	tkm	0.030
射出成型工程	1.000	kg	1.302
射出製品製造	1.000	kg	3.118
廃棄物収集運搬	1.000	kg	0.162
再生処理	0.280	kg	0.025
焼却処理 (プラ)	0.462	kg	1.178
焼却処理 (CF)	0.198	kg	0.040
埋立処理	0.060	kg	0.000
廃棄リサイクル処理	1.000	kg	1.406

表 2-7-3-8 CF 添加 PP 製造プロセスの CO2 排出量 (圧縮処理, CF40%)

【圧縮処理 CF40%PP】	投入量		GHG 排出量 (kg-CO2e)
木材チップ	1.000	kg	0.126
粉砕工程	0.712	kWh	0.424
圧縮処理	0.204	kWh	0.121
開繊処理	0.115	kWh	0.069
CF 製造	1.000	kg	0.740
CF	0.400	kg	0.296
輸送①	0.109	tkm	0.015
PP	0.600	kg	1.237
輸送②	0.163	tkm	0.018
コンパウンド化工程	0.149	kWh	0.089
コンパウンド製造	1.000	kg	1.655
コンパウンド	1.000	kg	1.655
輸送③	0.272	tkm	0.030
射出成型工程	1.000	kg	1.302
射出製品製造	1.000	kg	2.987
廃棄物収集運搬	1.000	kg	0.162
再生処理	0.280	kg	0.025
焼却処理 (プラ)	0.396	kg	1.010
焼却処理 (CF)	0.264	kg	0.054
埋立処理	0.060	kg	0.000
廃棄リサイクル処理	1.000	kg	1.251

表 2-7-3-9 CF 添加 PP 製造プロセスの CO2 排出量 (圧縮処理, CF50%)

【圧縮処理 CF50%PP】	投入量		GHG 排出量 (kg-CO2e)
木材チップ	1.000	kg	0.126
粉碎工程	0.712	kWh	0.424
圧縮処理	0.204	kWh	0.121
開繊処理	0.115	kWh	0.069
CF 製造	1.000	kg	0.740
CF	0.500	kg	0.370
輸送①	0.136	tkm	0.019
PP	0.500	kg	1.031
輸送②	0.136	tkm	0.015
コンパウンド化工程	0.149	kWh	0.089
コンパウンド製造	1.000	kg	1.524
コンパウンド	1.000	kg	1.524
輸送③	0.272	tkm	0.030
射出成型工程	1.000	kg	1.302
射出製品製造	1.000	kg	2.855
廃棄物収集運搬	1.000	kg	0.162
再生処理	0.280	kg	0.025
焼却処理 (プラ)	0.330	kg	0.842
焼却処理 (CF)	0.330	kg	0.067
埋立処理	0.060	kg	0.000
廃棄リサイクル処理	1.000	kg	1.096

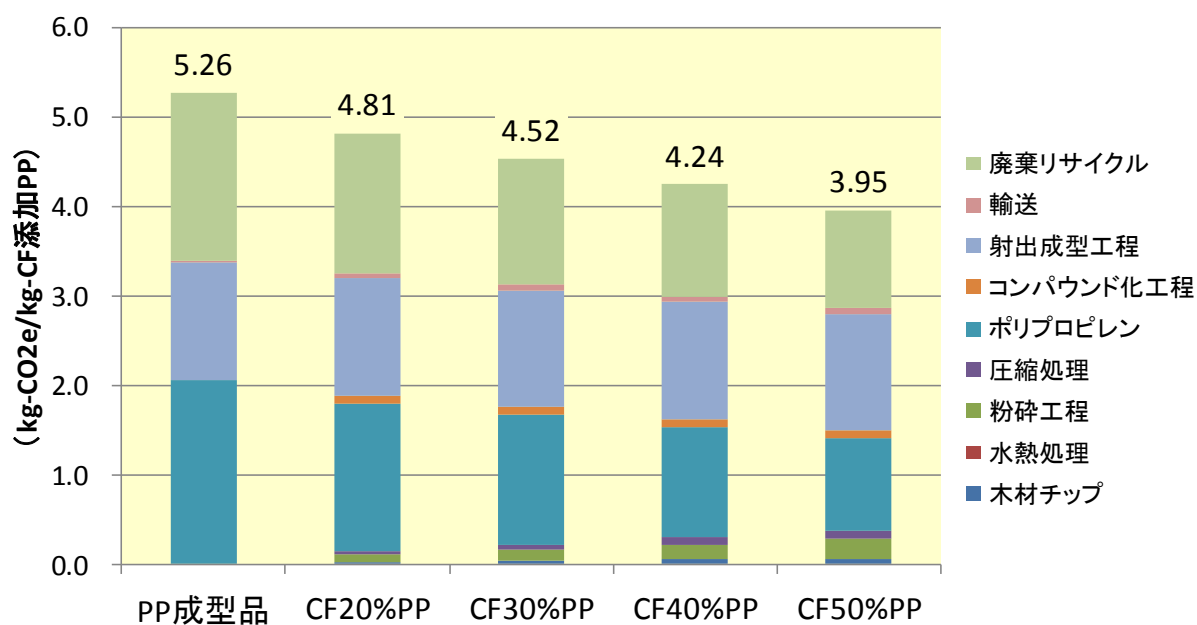


図 2-7-3-2 圧縮処理 CF 添加 PP 射出成型品製造における CO2 排出量評価結果

2.7.2.3. CF 製造方法（水熱処理／圧縮処理）の比較、および比重、強度の影響評価

水熱処理により作製した CF を用いた CF 添加 PP 射出成型製品と、圧縮処理により作製した CF を用いた CF 添加 PP 射出成型製品の CO₂ 排出量を、CF 添加量ごとに比較評価した。また、各 CF 添加 PP 製品について、比重や強度のファクターを考慮した比較評価を行った。

表 2-7-3-10 に、重量あたりの評価結果をまとめた。いずれも CF 添加量の増加により、CO₂ 排出量削減効果は向上しているが、圧縮処理の加工エネルギーが水熱処理の加工エネルギーよりも少ない結果となっているため、圧縮処理 CF の添加 PP 製品の方がより低い CO₂ 排出量を示した。

表 2-7-3-11 に、各 CF 添加 PP 製品の比重を示した。比重は、CF の添加量に応じて小さくなった。水熱処理 CF 添加 PP 製品と圧縮処理 CF 添加 PP 製品との比較では、CF20%、30%では水熱処理の方が小さく、40%、50%では逆の傾向が見られた。この比重値を元に、容積あたりの CO₂ 排出量を算出した結果を表 2-7-3-12 に示した。CF 添加により比重が大きくなるため、容積あたりで見ると CF 導入による CO₂ 削減効果は小さくなったが、いずれも削減量はプラスであり、一定の削減効果は確認されることがわかった。

表 2-7-3-13 には、各 CF 添加 PP 製品の曲げ強度の測定値をまとめた。曲げ強度は、CF 添加量に応じて向上することが示されたが、圧縮処理 CF 添加 PP 製品は水熱処理 CF 添加 PP 製品より若干低い強度を示す結果となった。この結果を元に、強度で補正した容積あたりの CO₂ 排出量を算出した結果を、表 2-7-3-15 にまとめた。強度を考慮した容積あたり（1 製品あたり）で評価すると、PP 単体の 4.73 kg-CO₂e/1 製品-PP から、CF の添加量が 20%から 30%、40%、50%と増加するにつれて CO₂ 排出量は削減され、水熱処理 CF50% 添加 PP 製品では 3.47 kg-CO₂e/1 製品 CF 添加 PP、圧縮処理 CF50%添加 PP 製品では 3.67 kg-CO₂e/1 製品 CF-PP と、それぞれ約 27%、および 23%の削減効果が見られることが示された。

表 2-7-3-10 水熱処理 CF 添加 PP と圧縮処理 CF 添加 PP との比較（重量あたり）

単位：kg-CO₂e /m³-CF-PP

	PP 単体	CF20%PP	CF30%PP	CF40%PP	CF50%PP
水熱処理	5.26	4.83	4.55	4.27	3.98
圧縮処理	5.26	4.81	4.52	4.24	3.95

表 2-7-3-11 水熱処理 CF 添加 PP と圧縮処理 CF 添加 PP との比較（比重）

単位：kg/m³-CF-PP

	PP 単体	CF20%PP	CF30%PP	CF40%PP	CF50%PP
水熱処理	0.898	0.976	1.025	1.045	1.068
圧縮処理	0.898	0.974	1.019	1.060	1.092

表 2-7-3-12 水熱処理 CF 添加 PP と圧縮処理 CF 添加 PP との比較（容積あたり）

単位：kg-CO₂e /m³-CF-PP

	PP 単体	CF20%PP	CF30%PP	CF40%PP	CF50%PP
水熱処理	4.73	4.71	4.66	4.46	4.25
圧縮処理	4.73	4.69	4.61	4.49	4.32

表 2-7-3-13 水熱処理 CF 添加 PP と圧縮処理 CF 添加 PP との比較（曲げ強度）

単位：MPa

	PP 単体	CF20%PP	CF30%PP	CF40%PP	CF50%PP
水熱処理	39.8	44.5	52.7	55.7	59.5
圧縮処理	39.8	43.8	47.2	51.2	56.0

表 2-7-3-14 水熱処理 CF 添加 PP と圧縮処理 CF 添加 PP との比較（厚み比率／PP）

	PP 単体	CF20%PP	CF30%PP	CF40%PP	CF50%PP
水熱処理	1.00	0.95	0.87	0.85	0.82
圧縮処理	1.00	0.95	0.92	0.88	0.84

表 2-7-3-15 水熱処理 CF 添加 PP と圧縮処理 CF 添加 PP との比較

（容積あたり・曲げ強度補正）

単位：kg-CO₂e /m³-CF-PP

	PP 単体	CF20%PP	CF30%PP	CF40%PP	CF50%PP
水熱処理	4.73	4.45	4.05	3.77	3.47
圧縮処理	4.73	4.47	4.23	3.96	3.64

2.7.2.4. まとめ

木粉（CF）を添加した PP 射出成型製品について、ライフサイクル CO₂ 排出量の削減効果を評価した。CF は、水熱処理により作製したものと、圧縮処理により作製したものとで比較を行った。

いずれにおいても CF 添加により CO₂ 排出量は減少し、CF 添加量が増加するにつれて、CO₂ 排出量削減量も増加する結果が得られた。水熱処理で CF 化された CF の場合、添加量が 50%まで増加すると、1.28 kg-CO₂e/kg、PP 成形品（5.26 kg-CO₂e/kg）の約 24%が削減された。また、圧縮処理で CF 化された木粉では、添加量が 50%になると、1.31 kg-CO₂e/kg、PP 成形品（5.26 kg-CO₂e/kg）の約 25%が削減される結果となった。

各製品の比重は、CF 添加により大きくなるため、容積あたりで見ると CF 導入による CO₂ 削減効果は小さくなったが、いずれも削減量はプラスであり、一定の削減効果は確認されることがわかった。また、曲げ強度が CF 添加量に応じて向上することが示され、強度を考慮して 1 製品あたりで評価すると、水熱処理 CF50%添加 PP 製品では 1.26 kg-CO₂e/1 製品 CF-PP、圧縮処理 CF50%添加 PP 製品では 1.09 kg-CO₂e/1 製品 CF-PP と、それぞれ約 27%、および約 23%の削減効果が見られることが示された。

今後は、CF 添加量毎のコンパウンド化工程、および射出成型工程等の負荷を実測することで、本試算において一定値となっている製造工程の負荷の CF 添加量による影響の評価の実施する。また、モデル製品を用い薄肉化等による CO₂ 削減効果を評価する予定である。

3. 総括

本事業は令和元年度より環境省委託業務 脱炭素社会を支えるプラスチック等資源循環システム構築実証事業委託業務（セルロースファイラーによる化石資源由来プラスチック使用量の削減）として、化石資源由来プラスチックを CF に置き換え使用量を削減する技術の実証を行った。

成型流動性を確保する CF の開発として水熱処理、圧縮処理等を用いて、成型流動性を確保する CF の改質技術の開発に取り組んだ。流動性には、木粉の化学的組成と嵩比重という因子が流動性に寄与していることを解明でき、流動性目標であった MFR 3.0 g/10min 以上となる CF 製造技術を構築することができた。また、圧縮処理の方が水熱処理よりも成型流動性の向上効果が高く、成型流動性を確保する CF の最適な処理方法は圧縮処理であるとの結論を得た。

難燃性を有する複合技術の開発として、ポリリン酸アンモニウム（APP）と CF の相乗効果により、CF 添加量が 40%以上、APP20%以上において難燃性 V-0 を達成し、家電・OA 機器等への利用が期待できる結果が得られた。しかしながら、実製品の成型試作において外観不良が発生しており、今後、外観と難燃性を両立する処方の検討が必要である。

耐衝撃性能の改善について今年度より取り組んだ。CF を添加することで、曲げ強度や弾性率は向上する一方で、フィラー添加特有の耐衝撃性が低下する。既存 PP 製品においても耐衝撃性を求められることは多く、CF 添加 PP においても耐衝撃性改善は必須である。今年度の事業において α オレフィンコポリマーの使用により令和元年度に作製した水熱処理 CF 添加 PP に対して衝撃強度を 2 倍以上にするという目標を達成し、ノッチなし衝撃強度においては No Break を達成する処方を確立した。

CF 性状/配合と適応用途のマッピングとして各種 CF 添加量（20%~50%）の組合せにおける CF 添加 PP の機械特性評価を実施し、製品化検討に利用できるデータベースの一部を構築した。また実製品での成型検証、製品評価等を開始し、社会実装に向けた課題抽出とその対策について検討を行った。

LCA の検証・評価として CF 添加 PP のライフサイクルでの CO₂ 排出量を算出し、切替対象である PP 製品との比較を実施した。CF 製造から廃棄、リサイクルまでの工程における消費電力量を調査し CO₂ 排出量を試算した結果、CF 添加 PP は PP と比べて CO₂ 排出量が少ないことが示された。CF 添加量の増加によって、CO₂ 排出量がさらに削減される傾向となった。流動性改善効果の見られた圧縮処理の条件においては CF 添加量を 50%とすることで、その効果は PP 製品と比べて 1.31kg-CO₂e/kg（25%削減）を削減できる見込みとなった。

これらの取組みにより、「セルロースファイラーによる化石資源由来プラスチック使用量の削減及び CO₂ 排出量削減」に向けた技術基盤の一部を構築することができた。

この印刷物は、グリーン購入法に基づく基本方針における「印刷」に関わる判断の基準に従い、印刷用の紙へのリサイクルに適した材料[A ランク]のみを用いて作成しています。