

平成
28
年度

セルロースナノファイバー製品製造工程の低炭素化対策の立案事業委託業務

成果報告書

平成
29
年3月
パナソニック株式会社

平成 28 年度環境省委託業務

平成 28 年度 セルロースナノファイバー製品製造工程の
低炭素化対策の立案事業委託業務
(セルロースナノファイバー製品製造工程における
CO2排出削減に関する技術開発)
成果報告書

平成 29 年 3 月

パナソニック株式会社 生産技術本部

リサイクル適性の表示:印刷用の紙にリサイクルできます
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」に係る判断の基準にしたがい、
印刷用の紙へのリサイクルに適した材料[Aランク]のみを用いて作製しています。

平成 28 年度セルロースナノファイバー製品製造工程の低炭素化対策の立案事業委託業務
(セルロースナノファイバー製品製造工程における CO2 排出削減に関する技術開発)
成果報告書概要

事業の目的

本事業においては、現状の湿式製法によって作成された製品と同等以上の性能を確保しつつ、CNF 複合樹脂材料の製造から CNF 製品の成形加工に至るまでの製造時の CO2 排出の総量が従来材料より少ない CNF 複合樹脂製品の実現を目的とした。CNF 複合樹脂材料の製造時の検討については(1)CNF 複合樹脂材料の全乾式製法の開発に、CNF 製品の成形加工時の検討については(2)CNF 複合樹脂材料の成形加工法の開発にそれぞれ記述した。

(1) CNF 複合樹脂材料の全乾式製法の開発

全乾式製法における材料、プロセス、設備の各因子が製造時の CO2 排出量および CNF 複合樹脂材料の性能へ及ぼす影響を定量評価するとともに、CO2 排出量の削減および現状製法と同等の性能確保に向けた対策の方向性を見出すため、下記に示す材料面、プロセス面、設備面の取組を実施した。

また本年度の業務の達成度を評価する指標として、下記の (i) および (ii) の目標値および評価方法を設定した。

(i) 目標：全乾式製法による CNF 複合樹脂材料の製造時の CO2 排出量が、従来材料であるマトリクス樹脂 PP の CO2 排出量(1.5kg-CO2/kg-CNF) を下回ること。

評価方法：JIS B8650 に記載のプラスチック加工機械の比エネルギー
(押出機消費電力量を押出質量で除したもの) の実測値に
電力量の CO2 排出換算係数 0.479kg-CO2/kWh を乗じて算出。

(ii) 目標：全乾式製法による CNF 複合樹脂材料の性能が従来材料を上回ること。

引張弾性率：従来材料 (100%PP) 比 1.3 倍以上

引張強度：従来材料 (100%PP) 比 1.03 倍以上

※他社湿式製品のカタログ値から、PP 単体の弾性率 2.09GPa、強度 31.3MPa に対し、現状製法による CNF 複合樹脂材料の性能が CNF 約 15% 添加で弾性率 2.58GPa、強度 31.6MPa と、従来材料 (100%PP) 比はそれぞれ、弾性率が約 1.23 倍、強度が約 1.03 倍であった。このことから今期は最終目標の上記目標を設定した。

評価方法：JIS K 7161 に準じ、引張弾性率および引張強度を算出。

電力計による電力測定から排出 CO2 量を算出。

材料の断面 SEM 観察などにより CNF の分散状態を評価。

■材料面の取組

パルプ種の検討として、針葉樹パルプ、ジュートパルプ、竹パルプ、ケナフパルプの 4 種類を検討し、セルロース繊維の物性（繊維長、アスペクト比、弾性率、強度など）が変化したことによる CNF 複合樹脂の強度、および消費エネルギーへの影響を評価した。

CNF 複合樹脂の引張弾性率、引張強度、シャルピー衝撃試験結果を表(1)-A に示した。

表(1)-A 繊維種による強度特性

	針葉樹	ジュート	竹	ケナフ
引張弾性率 GPa	1.81 (1.8 倍)	1.96 (1.9 倍)	1.87 (1.9 倍)	1.69 (1.7 倍)
引張強度 MPa	30.9 (1.18 倍)	32 (1.23 倍)	30.6 (1.17 倍)	30.1 (1.15 倍)
シャルピー 衝撃強度 kJ/m ²	4.93	4.78	4.83	5.16

表中の括弧内の値は、マトリックス樹脂である PP(ポリプロピレン)の強度に対する比率である。いずれの繊維においても、今期の目標である引張弾性率 1.3 倍以上、引張強度 1.03 倍以上を達成できた。繊維種による傾向としては、繊維長、繊維径ともに大きいジュート繊維の弾性率が最も高く、次に竹、針葉樹、ケナフという強度順であった。シャルピーの衝撃強度についてはケナフが最も高く、針葉樹、竹、ジュートという強度順であった。車載や家電へ適用する場合、弾性率、衝撃強度の両立が必要なため、針葉樹か竹が好ましいと考える。

次に、検討したそれぞれの繊維について、購入したメーカーからヒアリングした価格について、表(1)-B に記載した。

表(1)-B 繊維種単価

	針葉樹	ジュート	竹	ケナフ
繊維単価 (円/kg)	80	500	300	400

針葉樹が最も安く、実用化向きと考える。ジュート、竹、ケナフについてはいずれも 300 円/kg を越えており、直接材料費が高くなるため、実用化に不向きと考える。

次にパルプ形状を検討した。形状としては昨年度検討を実施したチップ状パルプと、パルプが綿状にほぐされた綿状パルプの2種類を試した。

上記2種類のパルプの複合樹脂の強度評価結果を表(1)-Cに示した。いずれもセルロースの添加量は15%で比較評価を実施した。

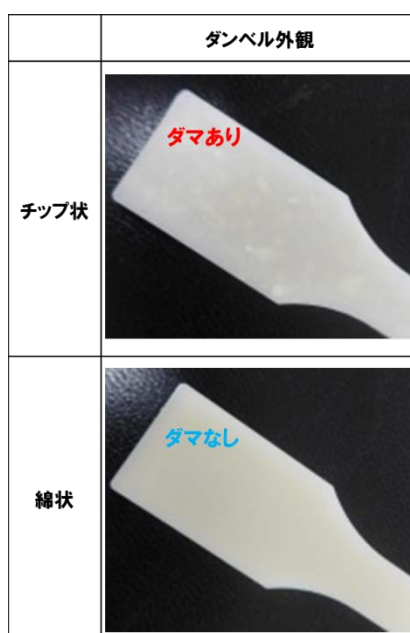
表(1)-C パルプ形状による強度特性

	チップ状(3パス)	綿状(1パス)
引張弾性率 (GPa)	1.81 (1.8倍)	1.68 (1.7倍)
引張強度 (MPa)	30.9 (1.18倍)	31.2 (1.20倍)

表中の括弧内の値は、マトリックス樹脂であるPPの強度に対する比率である。いずれのパルプ繊維形状においても、今期の目標である引張弾性率1.3倍以上、引張強度1.03倍以上を達成できた。綿状パルプの弾性率はやや低いが、引張強度は高い結果となった。

混練機を1回のみ通す1パス同士でペレットを作製し、それぞれダンベル試験片を作製して、外観評価を実施した。チップ状パルプは樹脂中にダマが残ってしまい、外観上NGとなった。1パスでの外観比較結果を表(1)-Dに示した。

表(1)-D パルプ形状の違いによる成形体外観



チップ状パルプは成形体外観にダマが残りやすいことが分かった。

■プロセス面の検討

混練プロセス条件による CNF 複合樹脂の分散状態、および消費エネルギーへの影響を評価し、改善の方向性を見出した。具体的には混練のパス回数、CNF 濃度、生産量を因子としてそれぞれ検討した。


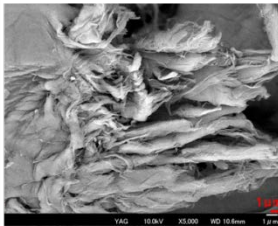
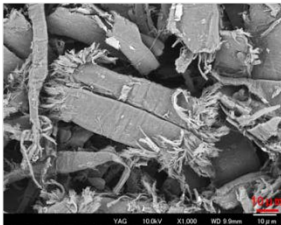
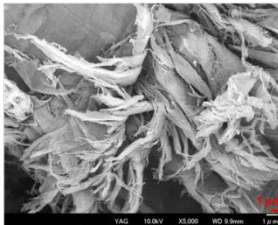
ロール混練機を用いてパス回数の検討を実施した。混練機を通してペレットとして排出されるまでを1パスとし、1パス品、3パス品、7パス品のペレットを作製して、それぞれダンベル成形体を作製した。引張弾性率、引張強度、シャルピー衝撃試験の結果を表(1)-Eに示した。

表(1)-E パス回数による強度特性

	1パス	3パス	7パス
引張弾性率 (GPa)	1.82 (1.8倍)	1.81 (1.8倍)	1.67 (1.7倍)
引張強度 (MPa)	28.6 (1.10倍)	30.9 (1.18倍)	28.5 (1.09倍)
シャルピー 衝撃強度(kJ/m²)	4.7	4.9	4.5

パス回数増により引張弾性率の減少が見られた。パス回数を増やしたサンプルについて樹脂溶出後の SEM 観察を行い、繊維の解繊状態を確認した。結果を表(1)-Fに示した。

表(1)-F パス回数による樹脂溶出後の繊維状態 SEM

	樹脂溶出後の繊維状態SEM	
	1000倍	5000倍
3パス品		
7パス品		

3パス品、7パス品ともに繊維の先端部において1 μ m以下のナノサイズに解繊されていることが確認できた。また7パス品は3パス品に比べて、解繊箇所が多いことが分かった。

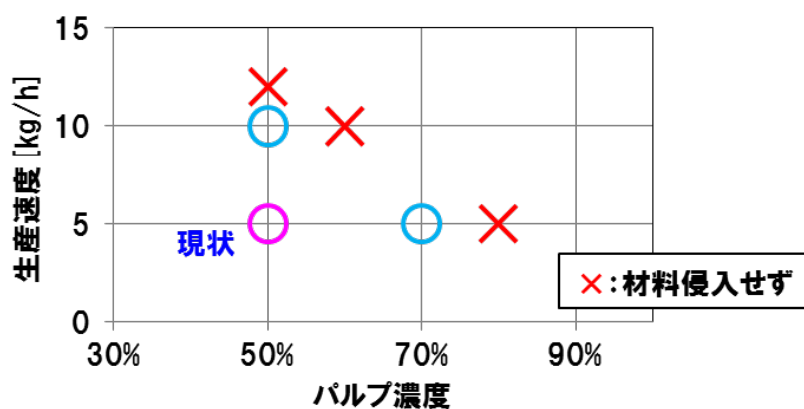
次に、1パス品、3パス品、7パス品の電力（モーター電力、ヒーター電力）、および総電力から算出されるCO2排出量を表(1)-Gに示した。

表(1)-G パス回数による電力量、CO2排出量

	電力 kWh			電力 kw/kg-cnf	CO2 kg/kg-cnf
	モーター	ヒーター	合計		
1パス品	4.6	14.6	19.2	7.7	3.68
3パス品	16.0	39.9	55.9	16.9	8.07
7パス品	38.4	85.3	123.7	33.8	16.2

パス回数増加に伴って、CO2排出量が増えることが上記結果から分かった。パス回数の検討から、パス回数増加により、繊維の解繊性は向上するが、物性面において向上がみられないこと、CO2排出量が増加することから、少ないパス回数での目標物性達成が必要であると考える。

次にCNF濃度、生産量(生産速度)について検討した。昨年できた50%濃度、5kg/hのCNF濃度、および生産量に対して、さらなる高濃度処理、高生産量処理が可能となれば、CNF1kgあたりのCO2排出量は減る可能性がある。そこで、CNF濃度、生産性の限界を見極め、そのときの強度物性、CO2排出量を見極めた。CNF濃度、生産速度の生産可能ウィンドウを図(1)-Aに示した。



図(1)-A パルプ濃度と生産速度の関係

図(1)-A 中の生産可能な領域の3つの水準について、ダンベル成形体を作製し、引張弾性率、引張強度、シャルピー衝撃試験の結果を表(1)-H に示した。

表(1)-H CNF 濃度、生産量による強度特性

	5kg/h		10kg/h
	50% 品 希釈	70% 品 希釈	50% 品 希釈
引張弾性率 (GPa)	1.82 (1.8 倍)	1.79 (1.8 倍)	1.88 (1.9 倍)
引張強度 (MPa)	28.6 (1.10 倍)	28.5 (1.10 倍)	31.2 (1.20 倍)
シャルピー 衝撃強度(kJ/m²)	4.7	4.3	4.8

CNF 濃度違い品、生産量違い品ともに、ほぼ同じ引張弾性率、引張強度、シャルピー衝撃強度結果となり、物性的にはほぼ同等のサンプルができたことにより、今期の目標である引張弾性率 1.3 倍以上、引張強度 1.03 倍以上を達成できた。

次に上記3つのサンプル作製時の電力（モーター電力、ヒーター電力）、および総電力から算出される CO2 排出量を表(1)-I に示した。

表(1)-I CNF 濃度、生産量による電力量、CO2 排出量

		電力 kWh			電力 kw/kgcnf	CO2 kg/kg-cnf
		モーター	ヒーター	合計		
5 kg/h	50% 濃度品	4.6	14.6	19.2	7.7	3.68
	70% 濃度品	4.7	15.2	19.8	5.7	2.72
10 kg/h	50% 濃度品	4.9	17.7	22.6	4.5	2.16

高 CNF 濃度化、および高生産量化により、CNF1kg あたりの電力量、および CO2 排出量を減少させることができた。

■設備面の検討

混練設備条件による CNF 複合樹脂の分散状態、および消費エネルギーへの影響を評価し、改善の方向性を見出した。具体的にはロール混練機のロール径、分散方式を因子としてそれぞれ検討した。

ロール径の検討を実施した。ロール径として φ160 型と φ240 型にて検討を実施し、φ240 については生産量を高めて比較検討した。それぞれダンベル成形体を作製し、引張弾性率、引張強度、シャルピー衝撃試験の結果を表(1)-J に示した。

表(1)-J ロール径による強度特性

	Φ160	Φ240	
	10kg/h	15kg/h	30kg/h
引張弾性率 (GPa)	1.88 (1.9 倍)	1.50 (1.5 倍)	1.50 (1.5 倍)
引張強度 (MPa)	31.2 (1.20 倍)	31.3 (1.20 倍)	29.0 (1.11 倍)
シャルピー 衝撃強度(kJ/m²)	4.8	3.5	4.1

今期の目標である引張弾性率 1.3 倍以上、引張強度 1.03 倍以上を達成できた。大型機のサンプルについては弾性率がこれまでの φ160 の装置品と比較すると減少した。大径化による分散不良が考えられるため、大型機についてもプロセス面の検討を実施していく。

次に上記 3 つのサンプル作製時の電力（モーター電力、ヒーター電力）、および総電力から算出される CO2 排出量を表(1)-K に示した。

表(1)-K ロール径による電力量、CO2 排出量

		電力 kWh			電力 kw/kgcnf	CO2 kg/kg-cnf
		モーター	ヒーター	合計		
φ160	10kg/h	4.9	17.7	22.6	4.5	2.16
φ240	15kg/h	11.0	17.0	28.0	3.7	1.79
	30kg/h	12.5	18.6	31.1	2.1	0.99

大型化により CO2 排出量を低減でき、φ240 の大型機の 30kg/h 条件にて、今期目標の CO2 排出量 1.5kg-CO2/kg-cnf 以下を達成できることが分かった。

分散方式の検討を実施した。軸混練機、ロール混練機の分散方式について、検討を行った。分散方式により、CO2 排出量、物性面への影響を見極めた。それぞれの分散方式でのダンベル成形体を作製し、引張弾性率、引張強度、シャルピー衝撃試験の結果を表(1)-L に示した。

表(1)-L 混練方式による強度特性

	二軸押出機	ロール混練機
	10kg/h	30kg/h
引張弾性率 (GPa)	1.75 (1.7 倍)	1.50 (1.5 倍)
引張強度 (MPa)	28.9 (1.11 倍)	29.0 (1.11 倍)

今期の目標である引張弾性率 1.3 倍以上、引張強度 1.03 倍以上を達成できた。二軸混練機に比べて、ロール混練機の方がやや引張弾性率、引張強度ともに低い値となったが、これは前述したロール混練機大型化の際の分散不良のためであると考察する。

次に上記 2 つの方式でのサンプル作製時の電力（モーター電力、ヒーター電力）、および総電力から算出される CO2 排出量を表(1)-M に示した。

表(1)-M 混練方式による電力量、CO2 排出量

			電力 kWh	電力 kw/kgcnf	CO2 kg/kg-cnf
二軸混練機	30%	10kg/h	7.0	2.3	1.11
ロール混練機	50%	30kg/h	31.1	2.1	0.99

どちらの混練方式においても今期目標の CO2 排出量 1.5kg-CO2/kg-cnf 以下が達成できることを確認した。

(2) CNF 複合樹脂材料の成形加工法の開発

CNF 製品の成形加工時の CO₂ 排出削減を最終目標として、現状 不明瞭な CNF 複合樹脂の成形加工プロセスにおける CO₂ 排出量を定量的に評価するとともに、素材使用量の削減効果を考慮した場合の成形加工時の CO₂ 排出量を従来材と同等以下にできる「CNF 複合樹脂の成形加工法」を開発する。

本年度は成形加工時の CO₂ 排出量を抑制し、従来材と同等の成形性を得られる成形技術を開発する。また、CNF 複合樹脂の機械的特性を考慮した車載部品の軽量化を図るとともに、車載部品の成形課題(外観品位)及び車載信頼性評価課題を解決する。

また、本年度の業務の達成度を評価する指標として、下記の(i)、(ii)の目標を設定した。

(i) 目標：CNF 複合樹脂における CO₂ 排出量を削減すること。

- ・ PP-CNF15%材：従来材 PP 比 1.0 倍
- ・ PP-CNF50%材：従来材 PP 比 1.2 倍

評価方法：成形加工時のエネルギー(電力量[kWh])の実測値に電力量の CO₂ 排出換算係数 0.479kg-CO₂/kWh を乗じて算出する。

(ii) 目標：CNF 複合樹脂にて従来材 PP と同等以上の機械的特性を確保し、且つ、製品重量を 15%軽量化すること。

評価方法：CNF 複合樹脂による成形サンプルを薄肉化することで重量を軽量化後、機械的特性(JIS 規格)及び車載信頼性試験を実施し従来材 PP との比較評価を行なう。

◆CNF 複合樹脂成形時 CO₂ 排出量を削減できる成形工法の開発

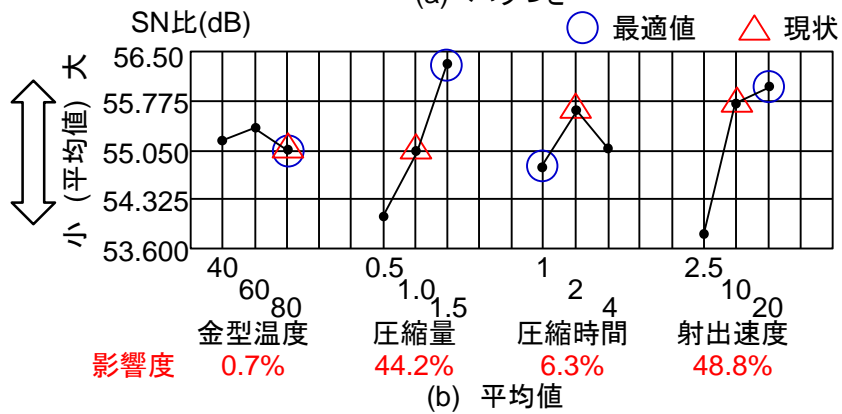
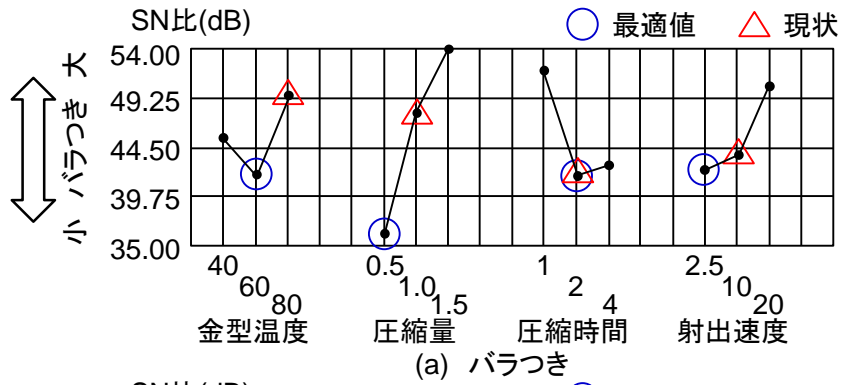
本事業における比較対象の従来材としてポリプロピレン(PP)を選定し、CNF 複合樹脂材との比較を行なった。平成 27 年度の取組における樹脂流動性 CAE 解析結果から、成形時の消費電力及び CO₂ 排出量の増加なく CNF 複合樹脂の成形性を従来材 PP 同等に確保するためには、射出圧縮成形が適しているという結果が得られた。本項では、まず、検討している CNF 複合樹脂、PP-CNF15%材(セルロースナノファイバー15%添加)と PP-CNF50%材(セルロースナノファイバー50%添加)の 2 種類において、スパイラルフロー成形金型における成形工法の違いによる成形性改善効果を検証するとともに、射出圧縮成形工法により 1 成形あたりのサイクルタイム短縮及び消費電力 (CO₂ 排出量へ換算) の測定を行なった。

＜品質安定化設計手法を用いた射出圧縮成形時のパラメータ影響度の比較＞

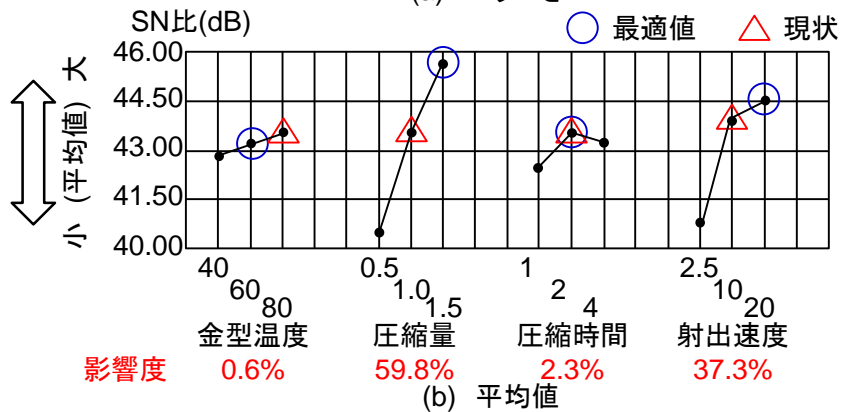
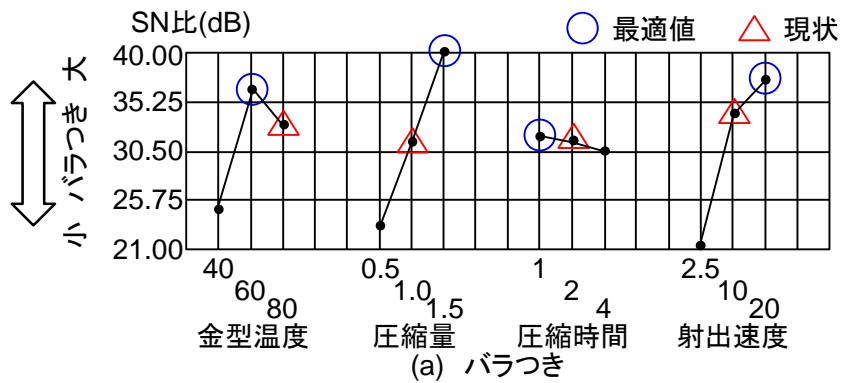
図(2)-A に品質安定化設計手法による PP-CNF15%材及び射出圧縮成形時の成形性(スパイラルフロー形状成形時の流動長で比較)最大化分析結果を図(2)-B に品質安定化設計手法による PP-CNF50%材及び射出圧縮成形時の成形性(スパイラルフロー形状成形時の流動長で比較)の最大化分析結果を示す。但し、平成 27 年度の結果から、CNF 複合樹脂の樹脂温度は 200℃以上で成形品の褐色化が発生するため、本実験では樹脂温度 190℃で成形を行なった。その結果、射出圧縮成形法の成形性最大化において以下の知見を得た。

■PP-CNF15%及びPP-CNF50%の両 CNF 複合樹脂について

1. 射出速度及び圧縮量の影響度が高く流動性最大化の 9 割以上が本制御因子で決定する
2. 射出速度及び圧縮量ともに値が大きい方がより効果は高いが流動性のバラつきが増加する
3. 金型温度及び圧縮時間は最適値が存在するものの影響度は 1 割以下である
4. 流動性最大化のため射出圧縮の動作条件は、圧縮量 1.5mm、圧縮時間 2.0s が好ましい。



図(2)-A 品質安定化設計手法による成形性最大化分析結果(PP-CNF15%材)



図(2)-B 品質安定化設計手法による成形性最大化分析結果(PP-CNF50%材)

<品質安定化設計手法を用いた同成形条件時の流動性比較>

品質安定化設計手法による制御因子の影響度分析結果から CNF 複合樹脂材料において、各パラメータの組合せにより得られる流動長を求めた。表(2)-C に各樹脂材における流動長比較を示す。従来材 PP は射出成形で実験を行なった際の実測データであり、CNF 複合樹脂は射出圧縮成形時の各制御因子の影響度を元に、品質安定化設計手法で算出した計算値である。樹脂温度、金型温度、射出速度をそれぞれ統一して成形した場合の比較を行なった結果、以下の知見を得た。但し、射出圧縮成形における、品質安定化設計手法で用いた計算条件は、前項で最適化した圧縮量 1.5mm、圧縮時間 2.0s とする。

■PP-CNF15%材について

1. 各組合せにおいて、射出圧縮成形を行なった PP-CNF15%材の方が全条件で流動長が従来材 PP より長く射出圧縮成形による流動性の向上効果が確認できた
2. 低速度で成形する場合の射出圧縮成形の効果が大きく、従来材 PP と比較してその効果は 1.26~1.52 倍であった

■PP-CNF50%材について

1. 各組合せにおいて、射出圧縮成形を行なった PP-CNF50%では従来材 PP 同等の流動長は得られず、射出圧縮成形の効果だけでの改善はできなかった

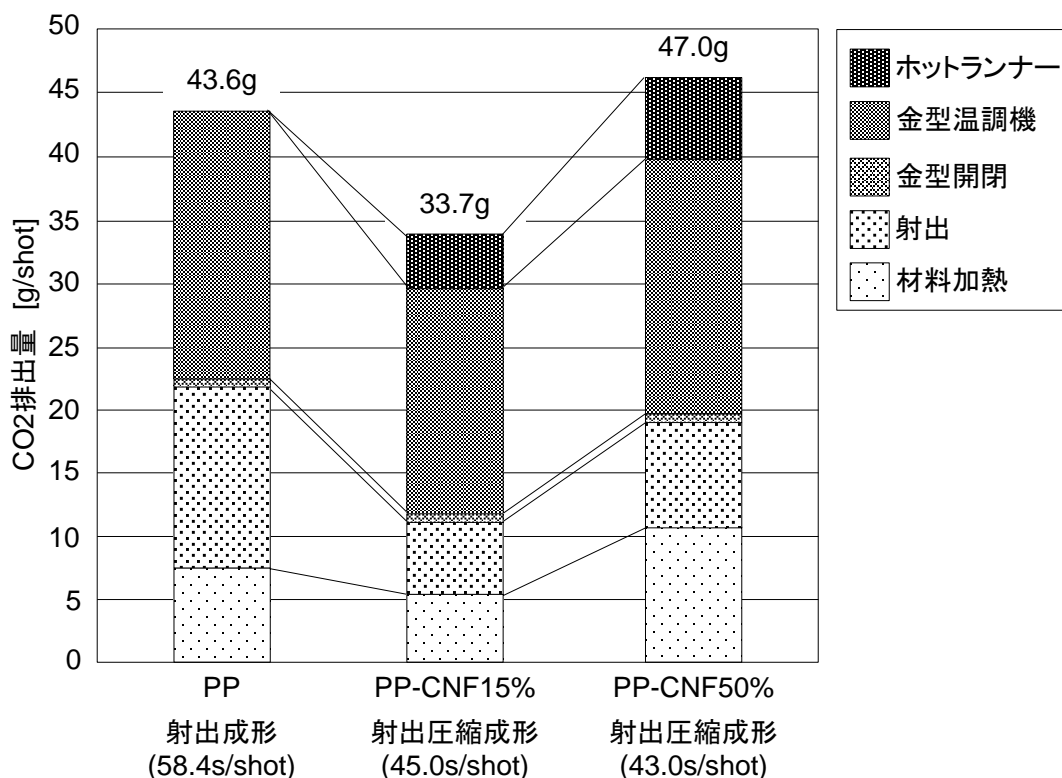
表(2)-C 各樹脂材における流動長比較

パラメータ			流動長[mm]					
樹脂温度 [°C]	金型温度 [°C]	射出速度 [mm/s]	PP	PP-CNF15%		PP-CNF50%		
			射出成形	射出圧縮成形				
			実測値	計算値	比[%]	計算値	比[%]	
190	40	2.5	526	800	152	236	45	
		10	880	1001	113	339	39	
		20	925	1032	111	364	39	
	60	2.5	573	813	142	245	43	
		10	911	1018	111	352	39	
		20	954	1049	110	378	36	
	80	2.5	622	786	126	250	40	
		10	951	983	103	359	38	
		20	999	1014	102	386	39	

＜各成形工法における CO2 排出量の算出＞

図(2)-D に各成形工法における材料別 CO2 排出量を示す。従来材 PP は通常の射出成形、CNF 複合樹脂は射出圧縮成形で成形を行ない、製品 1 つを成形するのに消費する電力に CO2 排出換算係数 0.479kg-CO2/kWh を乗じることで CO2 排出量を算出した。従来材 PP と CNF 複合樹脂の成形工法が異なることによる追加の付帯設備も全て考慮した上で 1 製品成形あたりの CO2 排出量比較を行なった結果、以下の知見を得た。

1. PP-CNF15%材において、CO2 排出量を従来材 PP 比 0.77 倍に削減することができた
2. PP-CNF50%材において、CO2 排出量を従来材 PP 比 1.08 倍まで抑制することができた
3. CO2 排出量の削減には”射出”が最も大きな影響を与えている
4. 射出圧縮成形適用によるサイクルタイム短縮により、短縮された時間に比例して各項目の CO2 排出量が削減されている



図(2)-D 各成形工法における材料別 CO2 排出量

◆CNF 複合樹脂および車載部品の成形課題の解決及び製品の軽量化

本事業における比較対象の従来材としてポリプロピレン(PP)を選定し、CNF 複合樹脂材との比較を行なった。検討部品は車載内装用スカッフプレートとし、従来材 PP で成形したスカッフプレートに対し製品の厚みを薄くし、密度を加味した上で製品重量の 15%軽量化を図った。また、従来材 PP 及び薄肉化された各 CNF 複合樹脂濃度で車載部品の成形し、それぞれの材料及び板厚(製品重量 15%軽量化)での成形課題及び製品外観に対して比較評価を行なった。CNF 複合樹脂は通常の射出成形に加え、前項で流動性の向上と CO2 排出量の削減に効果が得られた射出圧縮成形の 2 種類で評価を行なった。

<製品薄肉化にける成形性の低下と射出圧縮成形の効果確認>

表(2)-E に従来材 PP 比 15%製品軽量化時の各 CNF 複合樹脂における成形工法別充填性評価結果を示す。PP の板厚 2.6mm に対し、PP-CNF15%材は 2.1mm、PP-CNF50%材は 1.8mm でそれぞれ製品重量の 15%軽量化を測った。各成形工法において CNF 複合樹脂材を成形した結果、以下の知見を得た。





■PP-CNF15%材について

1. 成形工法によらず流動末端まで充填させることができ、本形状では成形上の課題はなかった

■PP-CNF50%材について

1. 流路の狭い本形状 (1.8mm) では通常の射出成形での流動末端までの充填は不可能であった
2. 射出圧縮成形を用いることにより流動末端まで樹脂を充填させることが可能となり、流動性の悪い材料においてより射出圧縮成形の効果が高かった

表(2)-E 各成形工法における CNF 複合樹脂材の充填性

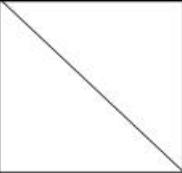
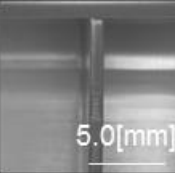
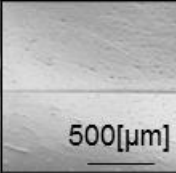


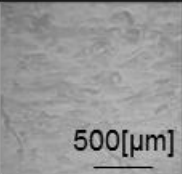
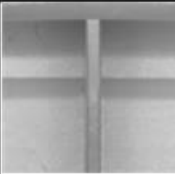




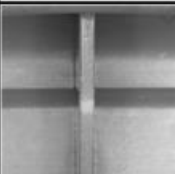



成形法	射出成形		射出圧縮成形	
材料	PP-CNF 15%	PP-CNF 50%	PP-CNF 15%	PP-CNF 50%
製品外観				
充填性	○	×	○	○

<製品薄肉化後の製品外観評価及び残課題の整理>

表(2)-F に各成形工法における材料別製品外観評価結果を示す。平成 27 年度の取組では繊維浮き・リブショート・ウェルドの 3 種類を成形課題として抽出したものの、今年度の取組の中で新たな成形課題としてヒケと充填不測が発生した。この 5 つの成形課題に対して、射出圧縮成形を行なうことで課題の解決を図った結果、以下の知見を得た。

1. ウェルド以外の成形課題に関してはいずれの CNF 複合樹脂材でも解決することができた
2. ウェルドは従来材 PP でも発生していることから CNF 複合樹脂特有の課題ではなく樹脂全般で起こり得る形状上の課題であり、成形条件最適化のみで完全に解決することは困難であると考えられる。ただし、CNF 複合樹脂ではウェルドが薄くなり見えにくくなる傾向があるため流動の方向やゲートの配置を改善することで解決できる可能性がある。

表(2)-F 各成形工法における材料別製品外観評価結果

課題	繊維浮き	リップ ショート	ウェルド	ヒケ	充填不足
PP 射出成形					
課題解決	-	○	×	○	○
PP- CNF15% 射出 圧縮成形					
課題解決	○	○	×	○	○
PP- CNF50% 射出 圧縮成形					
課題解決	○	○	△	○	○
取組 内容	・樹脂温度と 金型温度の 温度差を小 さくするこ とで繊維の沈 み込む時間 を確保	・金型構造 の最適化に よりガス抜 け性を向上	・樹脂温度、 金型温度を 上昇させる も通常の射 出成形では 改善不可	・射出速度 及び圧縮時 間の最適化	・流路と射出 速度補填の ため射出圧 縮成形を適 用

◆CNF 複合樹脂の車載部品性能面での信頼性改善

前項の結果から、従来材 PP に対し製品厚みを薄肉化することで CNF 複合樹脂車載部品の製品重量を 15%軽量化することができた。本項では、この製品重量を 15%軽量化した製品において成形性及び外観品位の関係上、車載部品への適用見込みが高い PP-CNF15%材において車載信頼性試験を実施した。ただし、平成 27 年度の取組の中で母材となっている従来材 PP(BC03B)においても信頼性試験の基準値を達成できないという課題があったため、今年度はまず車載部品に適用するために必要な信頼性基準の再選定を行い、その上で母材の再検討を行なった。上記過程を経て製造された PP-CNF15%材において再選定した車載信頼性試験を行ない車載部品への適用の可能性を検討した。

<CNF 複合樹脂における車載部品信頼性試験>

表(2)-G に車載信頼性試験評価結果を示す。前述したように今年度再選定を行なった新基準の車載信頼性試験において、平成 27 年度から検討を続けている PP グレードの BC03B でも基準を達成したため、本信頼性試験は BC03B を母材とした CNF 複合樹脂によって成形された車載部品(スカッフプレート)で実施した。その結果、以下の知見を得た。

1. 高温高湿放置試験において、PP-CNF15%材でのみ基準を達成できず、高湿或いは高温高湿状態が CNF に影響を与えている可能性が高く、CNF 特有の課題が浮き彫りになった
2. 耐光性試験において、母材の PP(BC03B)では表面クラックが発生していたが PP-CNF15%材では表面クラックは発生していないものの変色が発生した

表(2)-H 車載信頼性試験評価結果

試験項目	試験条件	評価結果	
		PP	PP-CNF15%
高温放置	85°C × 1000h	○	○
低温放置	-40°C × 1000h	○	○
高温高湿放置	温度60°C × 湿度90%RH × 1000h	○	×(褐色化)
熱衝撃	80°C ⇄ -40°C 各30分 × 1000サイクル	○	○
衝撃	規定パルス衝撃試験 980m/s ² (100G)、6msec、3回 × 6方向	○	○
振動	10~500Hz 49m/s ² 8h × 3方向	○	○
耐水性	常温の水中100mmの水深に30min浸水	○	○
耐光性	JIS D 0205 サンシャインカーボンアーク照射 BP83°C、湿度50%、150h	× (クラック)	× (変色)
塵埃	JIS D 0207 温度：20 ± 15°C 湿度45~85%循環5秒、停止15分 ダスト濃度100mg/m ³ × 8h	○	○
耐薬品性	MIL-STD-202G(ブラシがけ法) 飲料水・洗剤	○	○

○:基準達成 ×:基準未達

研究課題名 : The technology development of reduction of carbon dioxide emissions in the manufacturing process of cellulose-nano-fiber composite

研究代表者 : Panasonic Corporation, Production Engineering Division

要旨 :

In this project, the purpose is the following two points ((1) and (2)).

(1) The realization of cellulose-nano-fiber composite the total amount of carbon dioxide emissions during production is less than the conventional material of the composite material, while ensuring the performance of the composite equal to or higher than the conventional material of the composite material.

The purpose of this year is the following two points.

- ◆Reduction of carbon dioxide emissions less than the conventional material polypropylene.
- ◆Increase of modulus of elasticity and strength by more than the conventional cellulose-nano-fiber composite.

(2) The realization of cellulose-nano-fiber composite the total amount of carbon dioxide emissions during molding is less than the conventional material of the composite material.

The purpose of this year is the following two points.

- ◆Reduction of carbon dioxide emissions during injection molding to be equal to or less than conventional material.
 - PP-CNF 15%: Conventional material PP ratio 1.0 times
 - PP-CNF 50%: Conventional material PP ratio 1.2 times
- ◆Reduce the weight of the product by 15% while ensuring mechanical characteristics equal to or higher than those of conventional materials.

In result, it was achieved the following targets;

(1)

- Carbon dioxide emissions during production of composite: 0.99 kg-CO₂/kg-CNF
- The performance of the composite
 - Tensile modulus of elasticity: Conventional material ratio more than 1.5 times
 - Tensile strength: Conventional material ratio more than 1.11 times

(2)

- Carbon dioxide emissions during product molding in PP-CNF15% conventional material ratio: 0.77 times.
- Carbon dioxide emissions during product molding in PP-CNF50% conventional material ratio: 1.08 times.
- Product weight in PP-CNF 15% material Reduced by 15% compared with conventional material
- Product weight in PP-CNF 50% material Reduced by 14.7% compared with conventional material
- Pass on automotive reliability test on automotive parts weight reduced by 15% PP ratio: 8 items

目次

成果報告書概要	1
英文概要	18
目次	20

本文

1. 事業の目的	21
2. 業務の内容	
(1) CNF 複合樹脂材料の全乾式製法の開発	21
①材料面の取組	22
②プロセス面の取組	36
③設備面の取組	52
(2) CNF 複合樹脂材料の成形加工法の開発	60
①CNF 複合樹脂成形時 CO2 排出量を削減できる成形工法の開発	60
②CNF 複合樹脂および車載部品の成形課題の解決及び製品の軽量化	73
③CNF 複合樹脂の車載部品性能面での信頼性改善	86
3. まとめ	
(1) CNF 複合樹脂材料の全乾式製法の開発まとめ	103
(2) CNF 複合樹脂材料の成形加工法の開発まとめ	104

1. 業務の目的

セルロースナノファイバー（以下、CNF）は、木材等を原材料とした低環境負荷の素材でありながら、軽量、高強度、低熱膨張という優れた特性を有していることで、様々な基盤素材への活用が期待されており、特に、素材使用量の大きい自動車部品、家電製品筐体、住宅建材等に対して軽量・高強度な CNF 複合樹脂材料として活用することで、地球温暖化対策への多大なる貢献が期待されている。

しかしながら、現状の CNF 複合樹脂材料の製法は、多大なエネルギーを消費する希薄な水中での湿式処理であり、コスト面の問題だけでなく、製造時の CO₂ 排出量が石油由来の従来材料（100%樹脂）より多いのが課題である。また、CNF 複合樹脂材料は射出成形等の成形加工を経て製品となるが、この成形加工における消費エネルギーおよび CO₂ 排出量に関する評価はほとんどなされていないのが現状である。

本業務は、これらの現状の課題を踏まえて、現状製法によって作成された製品と同等以上の性能を確保しつつ、CNF 複合樹脂材料の製造から CNF 製品の成形加工に至るまでの製造時の CO₂ 排出の総量が従来材料より少ない CNF 複合樹脂製品の実現を目的とする。

2. 業務の内容

(1) CNF 複合樹脂材料の全乾式製法の開発

従来材料（製造時の CO₂ 排出量 1.5kg-CO₂）より製造時の CO₂ 排出の総量が少ない、かつ現状の製法と同等の性能を確保できる CNF 複合樹脂材料の製法の確立を最終目標として、現状製法の CO₂ 排出面のボトルネックである揮発成分を用いない「CNF 複合樹脂材料の全乾式製法」の開発に取り組んだ。

本年度は、全乾式製法における材料、プロセス、設備の各因子が製造時の CO₂ 排出量および CNF 複合樹脂材料の性能へ及ぼす影響を定量評価するとともに、CO₂ 排出量の削減および現状製法と同等の性能確保に向けた対策の方向性を見出すために、以下の①～③について取り組んだ。

また、本年度の業務の達成度を評価する指標として、下記の①～③の取組において、下記の（i）および（ii）の目標値および評価方法を設定した。

（i）目標：全乾式製法による CNF 複合樹脂材料の製造時の CO₂ 排出量が、従来材料であるマトリクス樹脂 PP の CO₂ 排出量(1.5kg-CO₂/kg-CNF) を下回ること。

評価方法：JIS B8650 に記載のプラスチック加工機械の比エネルギー

（押出機消費電力量を押出質量で除したもの）の実測値に

電力量の CO₂ 排出換算係数 0.479kg-CO₂/kWh を乗じて算出。

（ii）目標：全乾式製法による CNF 複合樹脂材料の性能が従来材料を上回ること。

引張弾性率：従来材料（100%PP）比 1.3 倍以上

引張強度：従来材料（100%PP）比 1.03 倍以上

※他社湿式製品のカタログ値から、PP 単体の弾性率 2.09GPa、強度 31.3MPa に対し、現状

製法による CNF 複合樹脂材料の性能が CNF 約 15% 添加で弾性率 2.58GPa、強度 31.6MPa と、従来材料（100%PP）比はそれぞれ、弾性率が約 1.23 倍、強度が約 1.03 倍であった。このことから今期は最終目標の上記目標を設定した。

評価方法：JIS K 7161 に準じ、引張弾性率および引張強度を算出。

電力計による電力測定から排出 CO₂ 量を算出。

材料の断面 SEM 観察などにより CNF の分散状態を評価。

①材料面の取組

◆パルプ種の検討


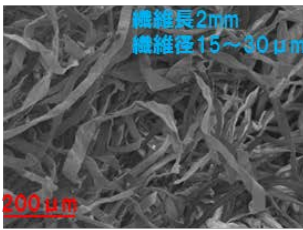
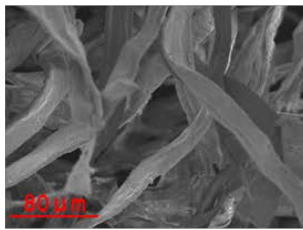

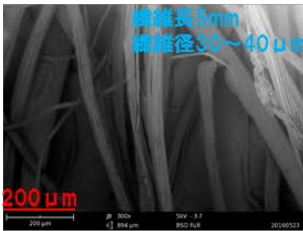
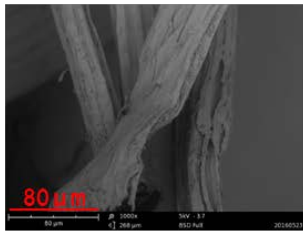

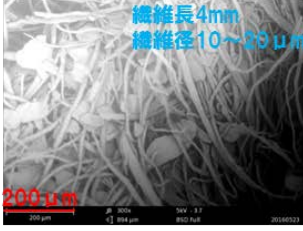
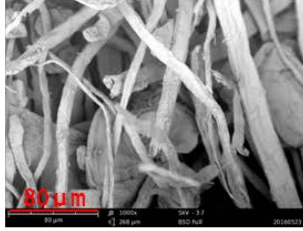

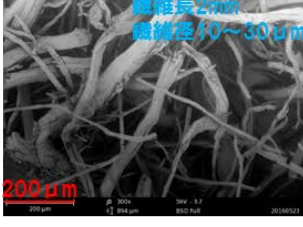

【取組概要】

セルロース材料の出発原料であるパルプの種類を変えるとセルロース繊維の物性（繊維長、アスペクト比、弾性率、強度など）が変わる。そのためポリプロピレン（以下 PP）に混練し、複合樹脂とした際に、複合樹脂の強度が変化する。そこで、パルプ種を変化させ、パルプ種による CNF 複合樹脂の強度を評価し、改善の方向を見出した。

【実験】

パルプの種類として、通常使用している針葉樹パルプに加え、ジュートパルプ、竹パルプ、ケナフパルプの 4 種類を検討した。それぞれの繊維の外観、および、SEM 観察結果を表(1)-1 に示した。SEM 画像から繊維長、繊維径をそれぞれ計測し、値を表中へ記載した。

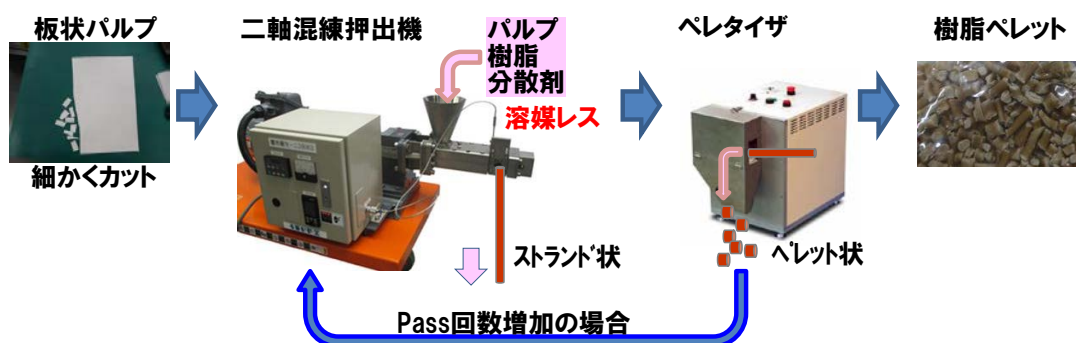
表(1)-1 パルプ外観、および繊維 SEM

	外観	SEM 300倍	SEM1000倍
針葉樹 (ref.)			
ジュート			
竹			
ケナフ			

上記の4種類のパルプを用いて、PP、無水マレイン酸変性PPとの混合を実施した。PPは日本ポリプロ株式会社製ノバテック PP BC03Bを使用した。

混練機は弊社所有の小型連続混練機 株式会社東本鐵工所製 S-1 KRC ニーダ (スクリー一径 $\phi 25\text{mm}$ 、L/D10.2) を使用した。混練プロセス条件については、混練部温度 180°C 、スクリー回転数 16rpm とした。投入口が一箇所のため、上記PP、パルプ、添加剤を同時投入し、混練した。混練後、樹脂サンプルは $\phi 5\text{mm}$ のストランド形状に押出成形し、ペレタイザーにより、ペレット状に加工した。ペレット状に加工した樹脂を再度投入口に投入、混練し、ペレット状へ加工した。この動作を2回繰り返すことにより、混練部を3回通したペレット状複合樹脂サンプルを作製した。樹脂ペレット作製工程を図(1)-1に示した。

<樹脂ペレット作製方法>



図(1)-1 樹脂ペレット作製工程

このようにして作製したペレット状複合樹脂サンプルは射出成形機（JSW 製 J180AD）を用いて、JIS7162 記載の 1 号ダンベル試験片を作製した。引張試験を実施し、歪み-応力曲線から引張弾性率、引張強度を算出した。引張試験機は AND 社製 RTF-1310 を使用し、引張弾性率導出時の引張速度は 1mm/min、引張強度導出時の引張速度は 50mm/min にて試験を実施した。シャルピー衝撃強度については東洋精機製作所製 notching tool A を使用して切り欠き 2mm のノッチを付け、東洋精機製作所製 DIGITAL IMPACT TESTER を使用して 5J の錘を用いて衝撃試験を実施した。

【結果】

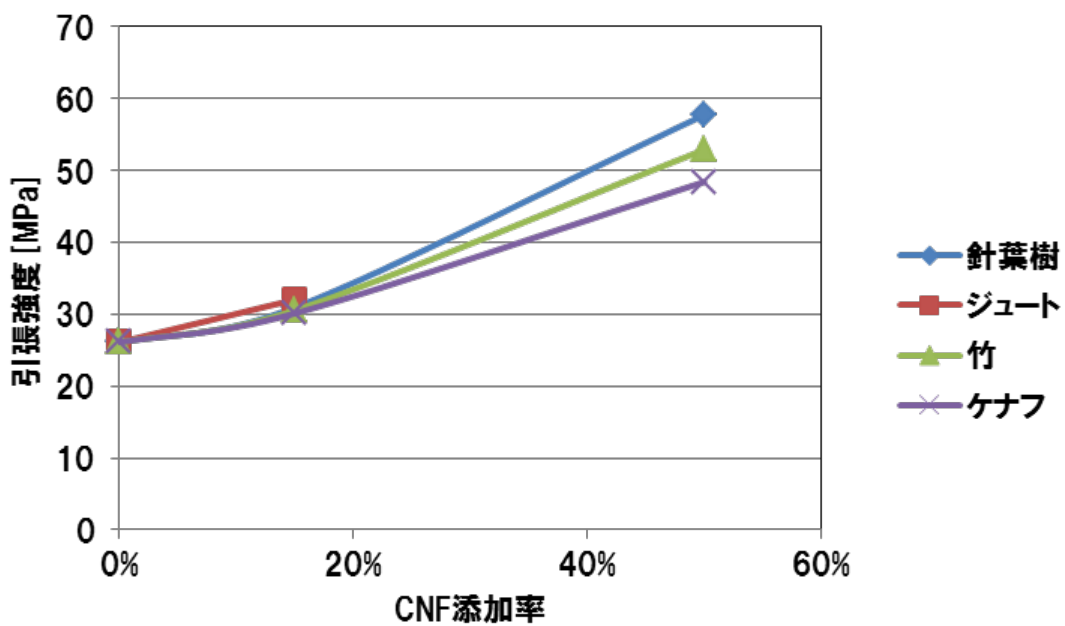
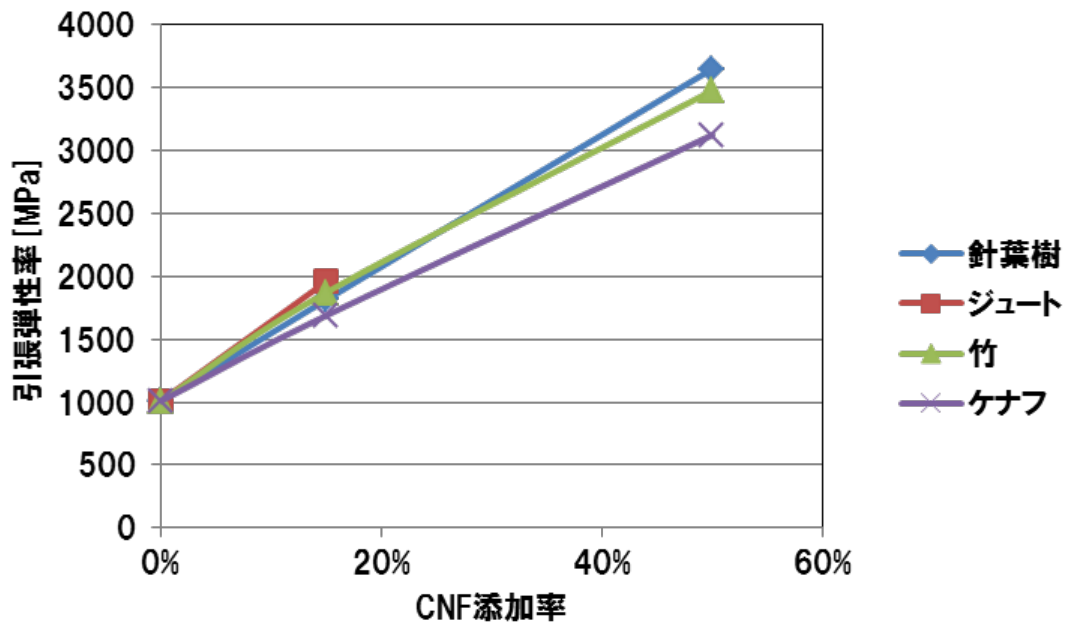
引張弾性率、引張強度、シャルピー衝撃試験の結果を表(1)-2 に示した。全てセルロース添加量 15%での強度結果とした。

表(1)-2 繊維種による強度特性

	針葉樹	ジュート	竹	ケナフ
引張弾性率 GPa	1.81 (1.8 倍)	1.96 (1.9 倍)	1.87 (1.9 倍)	1.69 (1.7 倍)
引張強度 MPa	30.9 (1.18 倍)	32 (1.23 倍)	30.6 (1.17 倍)	30.1 (1.15 倍)
シャルピー 衝撃強度 kJ/m ²	4.93	4.78	4.83	5.16

表中の括弧内の値は、マトリックス樹脂であるPPの強度に対する比率である。いずれの繊維においても、今期の目標である引張弾性率1.3倍以上、引張強度1.03倍以上を達成できた。繊維種による傾向としては、繊維長、繊維径ともに大きいジュート繊維の弾性率が最も高く、次に竹、針葉樹、ケナフという強度順であった。シャルピーの衝撃強度についてはケナフが最も高く、針葉樹、竹、ジュートという強度順であった。車載や家電へ適用する場合、弾性率、衝撃強度の両立が必要なため、針葉樹か竹が好ましいと考える。

次に各繊維種を50%添加した際の引張弾性率、引張強度を算出した。結果を図(1)-2に示した。なお、ジュート繊維に関しては、スクリーへの噛み込みが悪く、濃度を増やした50%添加品は作製できなかった。

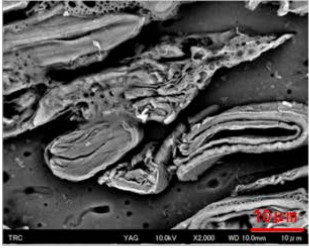
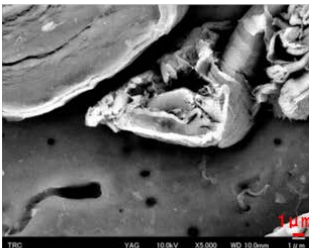
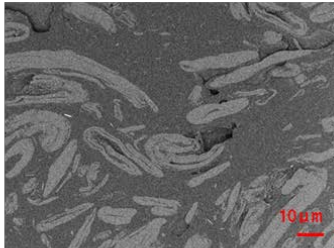
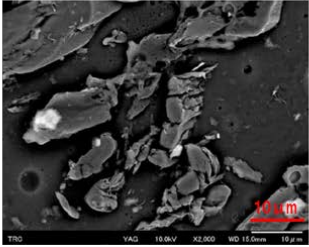
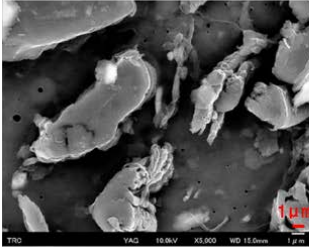
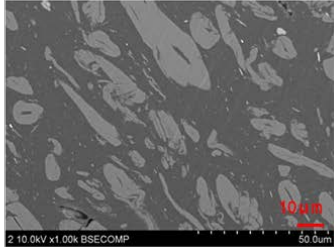
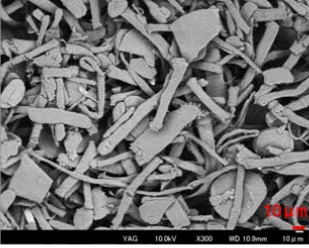

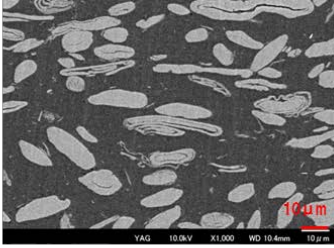
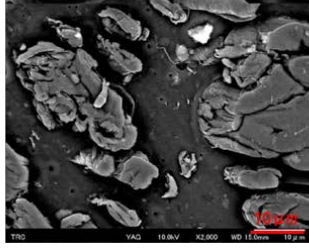

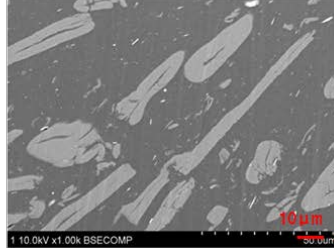


図(1)-2 繊維種による引張弾性率、引張強度

セルロース添加量に比例して、引張弾性率、引張強度ともに増加することが分かった。また 50%添加時において、引張弾性率、引張強度ともに針葉樹が最も高く、次に竹、ケナフの強度順であることが判明した。今後、高濃度添加を検討するに当たり、針葉樹が最も良いと考える。

次に複合樹脂中の繊維の解繊状態、ならびに樹脂との親和性を観察するため、樹脂溶出後の SEM 観察、および複合樹脂の断面 SEM 観察を実施した。結果を表(1)-3 に示した。

表(1)-3 繊維種による樹脂溶出後の SEM、断面 SEM

	樹脂溶出後のSEM		樹脂断面SEM 1000倍
	2000倍	5000倍	
針葉樹			
ジュート			
竹			
ケナフ			

樹脂溶出後の繊維観察結果から針葉樹が最も解繊されており、ジュート、ケナフについては繊維長が短くなっている。竹については、繊維は短くなっていないが、ほぼ解繊されていない結果であった。樹脂との親和性について、断面 SEM 結果から、いずれも樹脂と繊維との間に隙間がみられないことから良好であると考えられる。

今回検討したそれぞれの繊維について、購入したメーカーからヒアリングした価格について、表(1)-4 に記載した。

表(1)-4 繊維種単価

	針葉樹	ジュート	竹	ケナフ
繊維単価 (円/kg)	80	500	300	400

針葉樹が最も安く、実用化向きと考える。ジュート、竹、ケナフについてはいずれも 300 円/kg を越えており、直接材料費が高くなるため、実用化に不向きと考える。この価格差について、利用可能な植物資源の量に比例していると考えられる。利用可能な植物資源の量は木材(針葉樹の出発原料)が約 1750 百万トン、竹が約 30 百万トン、ジュート・ケナフが約 11 百万トンであり、これは需要の数に比例している。これについて、針葉樹パルプはコピー用紙に代表される紙用途として用いられ、最も需要が多いため、価格も安くなっていると推察する。

【結論】

パルプ種の検討として 4 種類の繊維を検討したが、引張弾性率、引張強度等の強度面からはいずれの繊維もほぼ同等の強度であり、やや針葉樹と竹が良い結果であった。しかしコスト面から針葉樹パルプが最も安価であり、針葉樹パルプを使いこなすのが最も良いと考える。今後は、針葉樹パルプを基本として、開発を進めていく。

◆パルプ形状の検討

【取組概要】


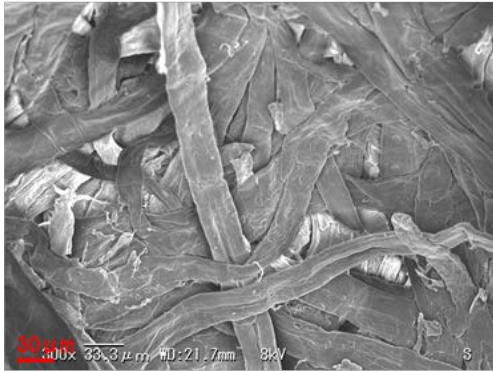
市販されているパルプは、ベール単位で売られており、輸送のしやすさから、シート状となっている。厚みはパルプにより差はあるが、およそ 1~3mm くらいが多い。このパルプを混練機へ投入するにあたり、平成 27 年度セルロースナノファイバー製品製造工程の低炭素化対策の立案事業委託業務の取組では、噛み込みのしやすさから、約 5mm 角に切断したチップ状のパルプを使用した。しかし、チップ状パルプは混練機を 1 回通す 1 パ

スではチップ状パルプの残留物が残る。これにより外観不良や、強度低下が起こる。そこで昨年度は、3パスを基本条件として実施してきたが、排出CO₂量が増えるという課題があった。そこで、出発のパルプ形状を見直し、あらかじめ綿状へ解繊された綿状パルプによる比較評価を実施した。CNF複合樹脂の強度、分散状態への影響を評価し、改善の方向性を見出した。

【実験】

パルプ種として綿状パルプとチップ状パルプの2つを用いてPP樹脂との混練を実施した。マトリックス樹脂は前述した日本ポリプロ株式会社製ノバテックPP BC03Bを使用した。混練条件は前述した二軸押出機条件とした。パルプについてはチップ状パルプ、綿状パルプの2種類を使用した。それぞれの外観、および繊維状態SEM観察結果を表(1)-5に示した。

表(1)-5 パルプ形状による外観とSEM

	チップ状パルプ	綿状パルプ
外観		
SEM 300倍		

SEM観察結果から、チップ状パルプは繊維が押し固められていることが分かった。綿状パルプに関しては押し固められた箇所はなく、独立した繊維状態であることが分かった。

複合樹脂ペレットを作製したのち、前述した1号ダンベル試験片を作製し、強度評価を実施した。

【結果】

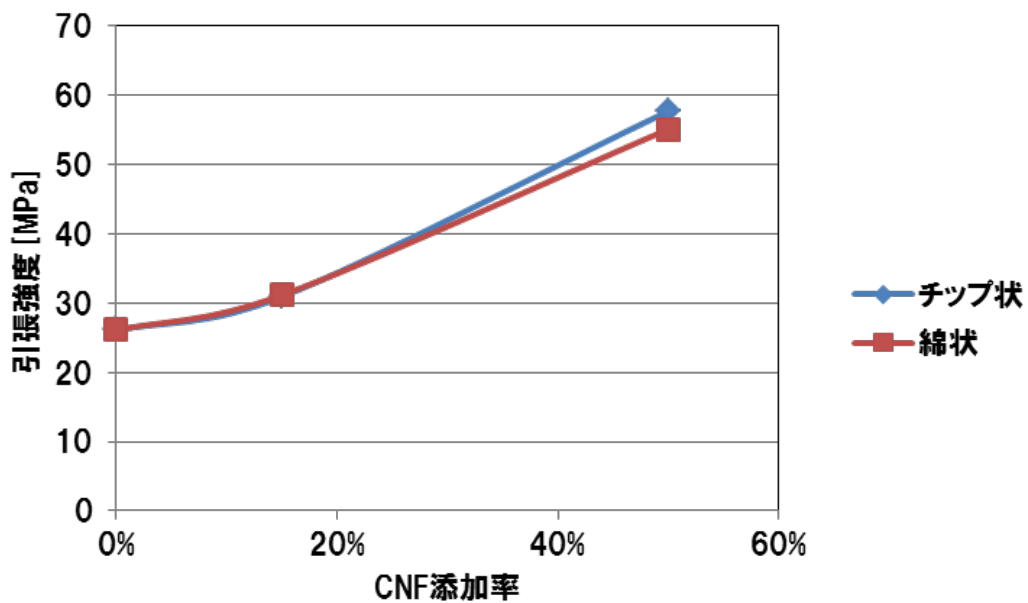
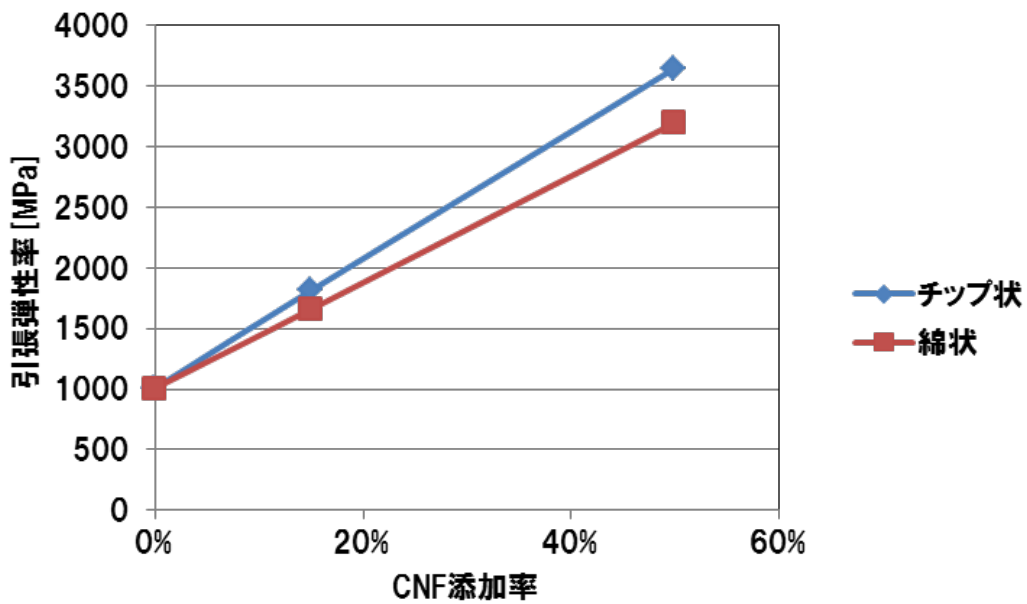
上記2種類のパルプの複合樹脂の強度評価結果を表(1)-6に示した。いずれもセルロースの添加量は15%で比較評価を実施した。

表(1)-6 パルプ形状による強度特性

	チップ状(3パス)	綿状(1パス)
引張弾性率 (GPa)	1.81 (1.8倍)	1.68 (1.7倍)
引張強度 (MPa)	30.9 (1.18倍)	31.2 (1.20倍)

表中の括弧内の値は、マトリックス樹脂であるPPの強度に対する比率である。いずれの繊維形状においても、今期の目標である引張弾性率1.3倍以上、引張強度1.03倍以上を達成できた。綿状パルプの弾性率はやや低いが、引張強度は高い結果となった。

次に各繊維種を50%添加した際の引張弾性率、引張強度を算出した。結果を図(1)-3に示した。





図(1)-3 パルプ形状による引張弾性率、引張強度

50%添加時において引張弾性率、引張強度ともにチップ状の方が高いことが判明した。綿状パルプは綿状へほぐす際に、多少繊維が切れてしまい、これにより弾性率や強度の低減が起きている可能性がある。今後は綿状へほぐしても繊維長の変化しない事前解繊を開発していく。

チップ状パルプは3パスしないと樹脂中にダマが残ってしまい、外観上NGとなってしまう。1パスでの外観比較結果を表(1)-7に示した。

表(1)-7 パルプ形状の違いによる成形体外観

	ダンベル外観
チップ状	
綿状	

外観写真結果からチップ状品はダマが残りやすいことが分かる。これをなくすには3パス以上の混練が必要であるが、後述するパス回数の検討結果から、パス回数を増やすと排出CO2量が増える課題がある。今後は、綿状パルプでの検討を進めていく。

【結論】

パルプ形状の検討において、チップ状パルプ、綿状パルプともに、今期目標を達成できる強度に到達できたが、チップ状パルプは成形体外観にダマが残りやすいことが分かった。今後は綿状パルプでの検討を進め、更なる物性向上を目指す。

◆有機繊維の検討

【取組概要】

前述の通り、実製品への搭載を考えた場合、弾性率と耐衝撃性の両立は必須である。耐衝撃性を向上させるには、エラストマーであるゴムを添加するという手法があるが、ゴムを添加することにより、弾性率が落ちてしまうという課題がある。そこで、弾性率を極力落とさずに、耐衝撃性を向上させる手法として、有機繊維添加の検討を実施した。

【実験】

有機繊維として、東レ株式会社製のPET繊維、ナイロン繊維を使用した。混練機に投入するため、あらかじめ5mm長にカットされたカットファイバーを使用した。カットファイバーの写真を図(1)-4に示した。

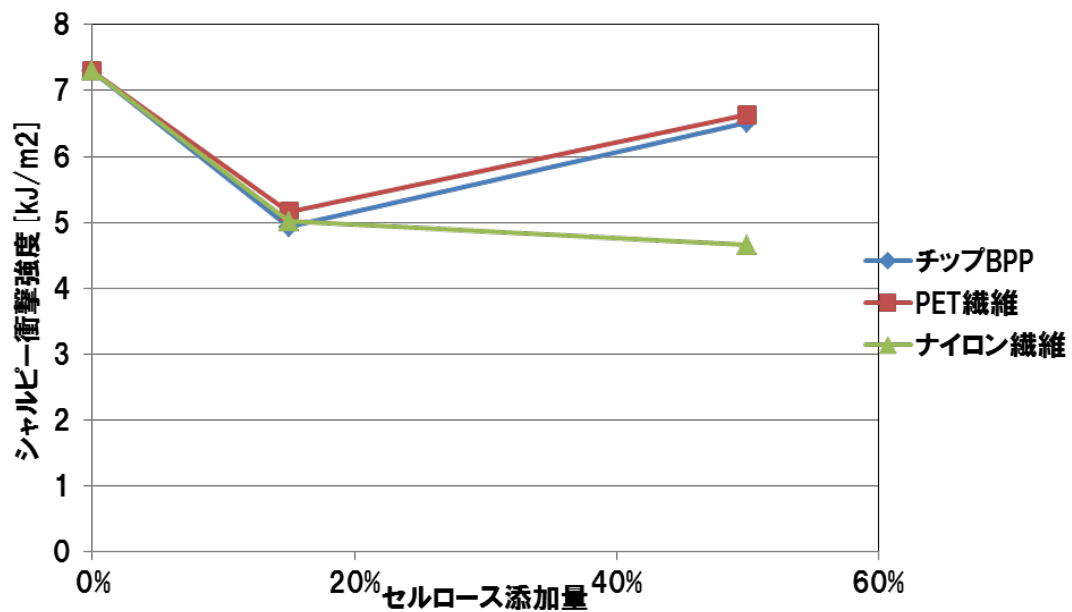
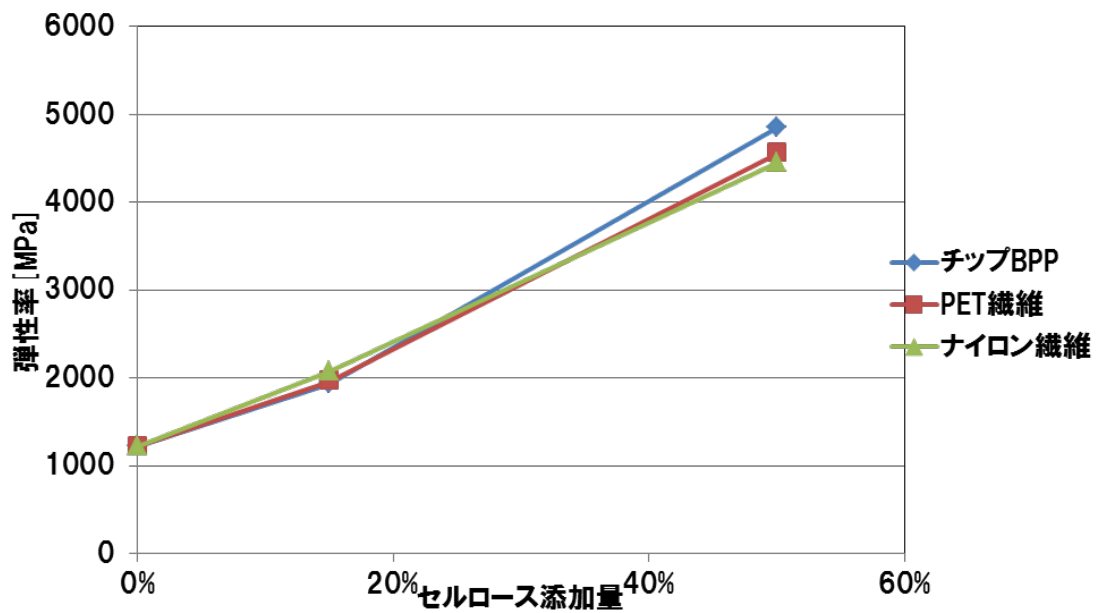


図(1)-4 有機繊維外観

2種類のPET繊維、およびナイロン繊維とPP、パルプ、無水マレイン酸変性PPとの混合を実施した。有機繊維の比率は5%、セルロースの添加量は前記同様15%および50%で評価した。混練条件は前述した二軸押出機条件とした。複合樹脂ペレットを作製したのち、前述した1号ダンベル試験片を作製し、弾性率評価、および耐衝撃評価を実施した。

【結果】

2種類のPET繊維、およびナイロン繊維を添加した際の弾性率結果、およびシャルピー衝撃試験結果を図(1)-5に示した。比較のため、有機繊維を添加していないチップ状パルプ品(図中のチップBPP)もプロットした。



図(1)-5 有機繊維添加による引張弾性率、引張強度

セルロース濃度 15%品において、弾性率、シャルピー衝撃強度ともに有機繊維を添加していないチップ BPP に比べて微増することが分かった。セルロース濃度 50%において、弾性率はチップ BPP が良いが、シャルピー衝撃試験においては PET 繊維品が最も高いということが分かった。これはセルロースの弾性率向上効果が高いため、高濃度領域ではセルロ

ース濃度を高めた方が高弾性率となるためと考える。衝撃強度は有機繊維である PET 繊維により、弾性率をそこまで落とさずに、向上させることができることが分かった。今後、有機繊維添加はコストアップに繋がるため、必要に応じて適用していく。

【結論】

有機繊維の検討により、PET 繊維、ナイロン繊維の添加で弾性率、シャルピー衝撃強度ともに有機繊維を添加していないチップ BPP に比べて微増することが分かった。ただし、有機繊維添加はコストアップとなるため、今後は商品化へ向けた開発の中で、必要に応じて適用していく。

②プロセス面の検討

◆パス回数の検討

【取組概要】

混練プロセス条件を変化させると、材料に作用する力が変化し、分散状態が変わり、それと同時に消費エネルギーも変化する可能性があった。そこで、混練プロセス条件による CNF 複合樹脂の分散状態、および消費エネルギーへの影響を評価し、改善の方向を見出した。具体的には、平成 27 年度セルロースナノファイバー製品製造工程の低炭素化対策の立案事業委託業務の取組でも用いた、ロール型混練機を用いてパス回数の検討を実施した。

【実験】

上述の通り、混練機としてロール混練機を使用した。ロール混練機はゴムの混練等に用いられ、ロール間に材料が侵入する際に圧縮が作用され、同時にロール間にてせん断が作用される仕組みとなっている。出発材料はこれまでの実験と同じく、PP、パルプ、無水マレイン酸とした。混練機を通すパス回数を変化させた際の、引張弾性率、引張強度の物性評価と電力測定、および電力結果から排出 CO2 量算出を実施した。

【結果】

上述のようにして作製した 1 パス品、3 パス品、7 パス品の引張弾性率、引張強度、シャルピー衝撃試験の結果を表(1)-8 に示した。全てセルロース添加量 15%での強度結果とした。

表(1)-8 パス回数による強度特性

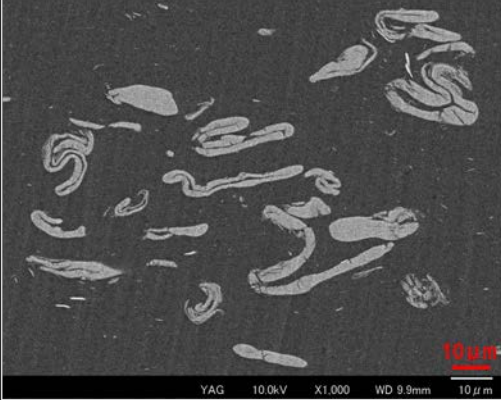


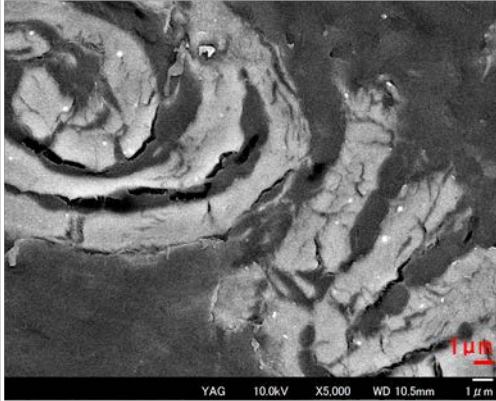
	1 パス	3 パス	7 パス
引張弾性率 (GPa)	1.82 (1.8 倍)	1.81 (1.8 倍)	1.67 (1.7 倍)
引張強度 (MPa)	28.6 (1.10 倍)	30.9 (1.18 倍)	28.5 (1.09 倍)
シャルピー 衝撃強度 (kJ/m ²)	4.7	4.9	4.5

表中の括弧内の値は、マトリックス樹脂である PP の強度に対する比率である。いずれの水準においても、今期の目標である引張弾性率 1.3 倍以上、引張強度 1.03 倍以上を達成できた。

パス回数による物性の傾向としては、パス回数増により引張弾性率の減少が見られる。これは、平成 27 年度セルロースナノファイバー製品製造工程の低炭素化対策の立案事業委託業務の取組でも記載したが、パス回数を増加させると、熱履歴が増えるため、樹脂の劣化が起こるためである。

1 パス品は表(1)-7 に記載のように、パルプの凝集物が残っているため、3 パスと 7 パス品について、断面 SEM 観察、および樹脂溶出後の繊維状態 SEM 観察を行った。それぞれの結果を表(1)-9 と表(1)-10 に示した。

表(1)-9 パス回数による樹脂断面 SEM

	断面SEM	
	1000倍	5000倍
3パス品		
7パス品		

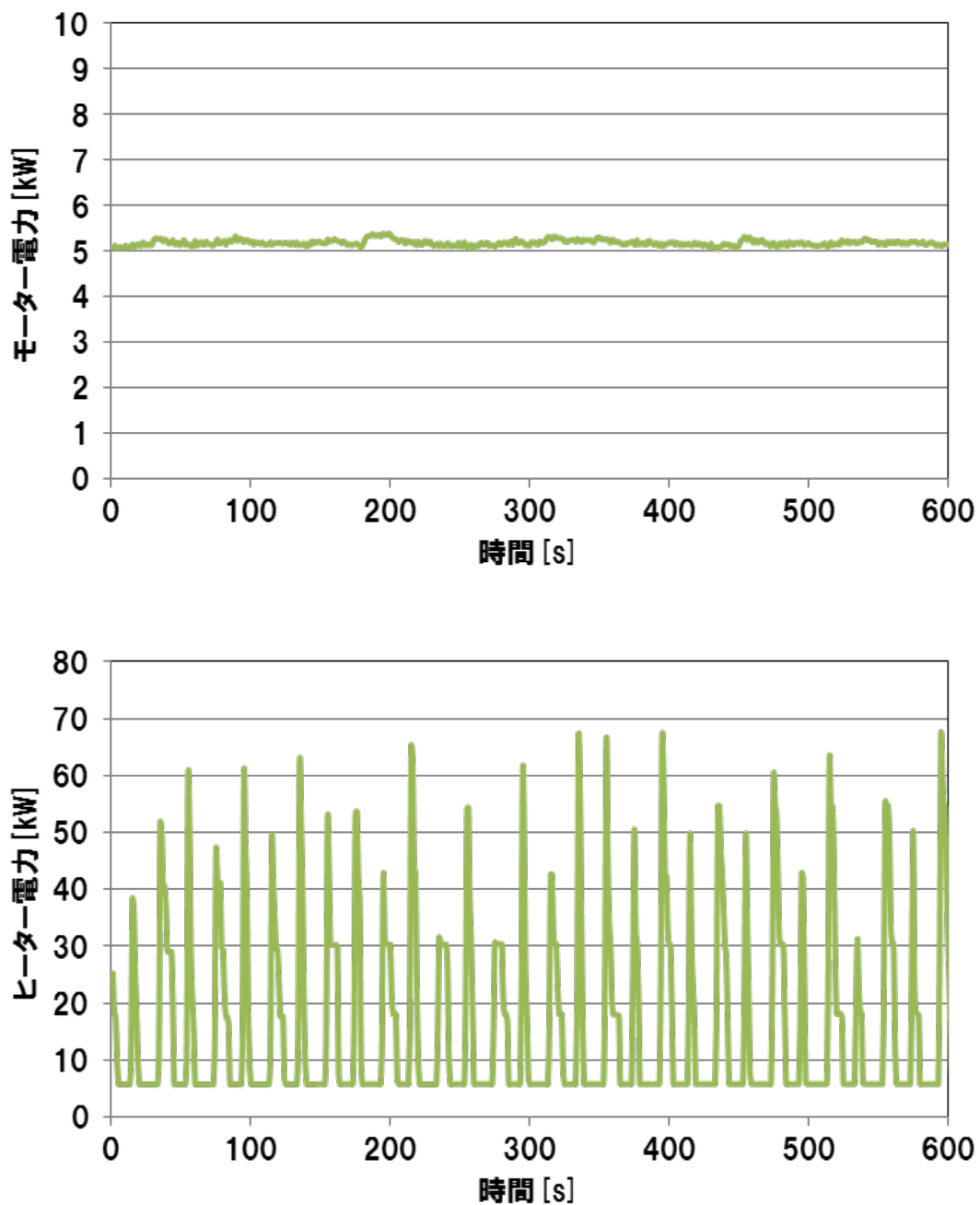
表(1)-10 パス回数による樹脂溶出後の繊維状態 SEM

	樹脂溶出後の繊維状態SEM	
	1000倍	5000倍
3パス品		
7パス品		

断面 SEM 観察結果から、パス回数による差はあまり見られず、どちらも樹脂と繊維が親和している。樹脂溶出により、繊維がどのような状態かが分かるが、3パス品、7パス品ともに繊維の先端部において1 μ m以下のナノサイズに解繊されていることが確認できた。また7パス品は3パス品に比べて、解繊箇所が多いことが分かった。パス回数増により、繊維は解繊方向であるが、弾性率は減少傾向にあり、ナノ化による弾性率向上は確認できない結果となった。

次に、各パス回数での電力について記載する。電力はクランプ電力計により測定した。ロール混練機の電力はロールを回転させるためのモーター電力、およびロールを加熱させ

るためのヒーター電力に分けられる。モーター電力、およびヒーター電力の測定例を図(1)-6に示した。



図(1)-6 モーター電力とヒーター電力の電力波形

混練中、モーター電力はほぼ一定であり、平均で 5.2kWh である。一方、ヒーターはオンオフを繰り返すため、パルス形状の波形となる。樹脂は混練により発熱するため、このような形状となる。上記の場合、平均化により 15.7kWh となる。

1 パス品、3 パス品、7 パス品の電力（モーター電力、ヒーター電力）、および総電力から算出される CO2 排出量を算出した。結果を表(1)-11 に示した。

表(1)-11 パス回数による電力量、CO2 排出量

	電力 kWh			電力 kw/kgcnf	CO2 kg/kg-cnf
	モーター	ヒーター	合計		
1 パス品	4.6	14.6	19.2	7.7	3.68
3 パス品	16.0	39.9	55.9	16.9	8.07
7 パス品	38.4	85.3	123.7	33.8	16.2

パス回数増加に伴って、CO2 排出量が増えることが上記結果から分かる。今回の検討は生産量 5kg/h で実施したが、5kg/h では目標排出 CO2 量である 1.5kg-CO2/kg-cnf を下回ることとはできなかった。

【結論】

パス回数の検討から、パス回数増加により、繊維の解繊性は向上するが、物性面において向上がみられないこと、CO2 排出量が増加することから、少ないパス回数での目標物性達成が必要であると考え。材料面の検討で記載した綿状パルプを活用し、1 パスでの目標物性の達成を目指していく。

◆CNF 濃度の検討

【実験概要】

これまで生産時の最大 CNF 濃度は、平成 27 年度セルロースナノファイバー製品製造工程の低炭素化対策の立案事業委託業務の取組で確認した 50%にて実施してきたが、さらに高濃度処理が可能となれば、CNF1kg あたりの CO2 排出量は減る可能性がある。そこでパルプ濃度の添加限界量を見極め、そのときの CNF 複合樹脂の強度、分散状態、および消費エネルギーへの影響を評価し、改善の方向性を見出した。

【実験】

上記パス回数 of 検討と同様に、混練機としてロール混練機を使用した。パルプ濃度として、50%、70%、80%の3水準で検討を実施した。出発材料はこれまでの実験と同じく、PP、パルプ、無水マレイン酸とした。パルプ濃度を变化させた際の、引張弾性率、引張強度の物性評価と電力測定、および電力結果から排出CO₂量算出を実施した。

【結果】

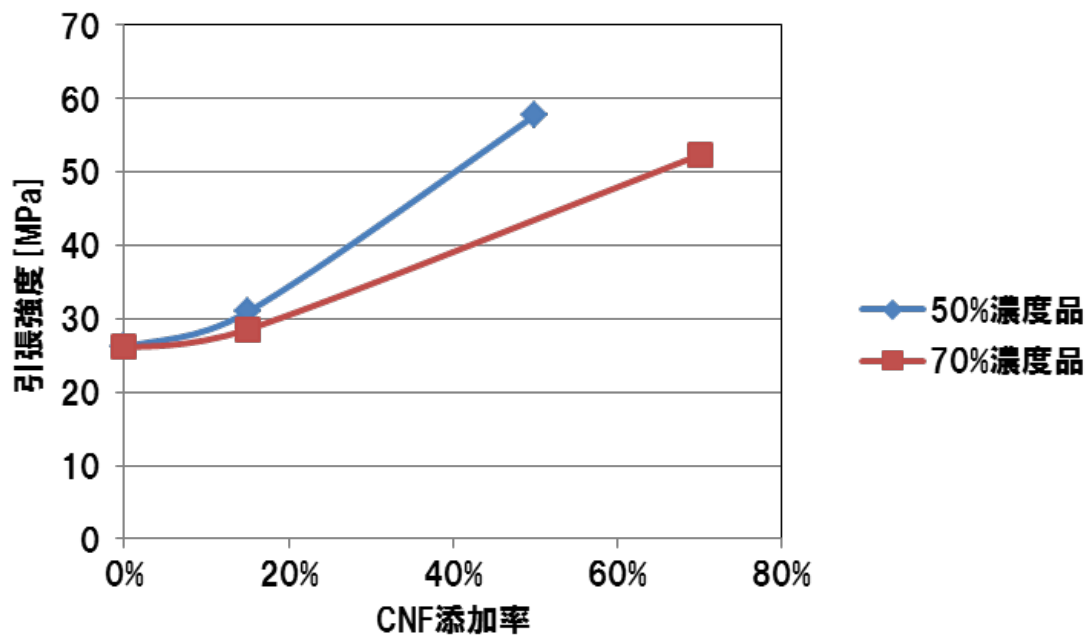
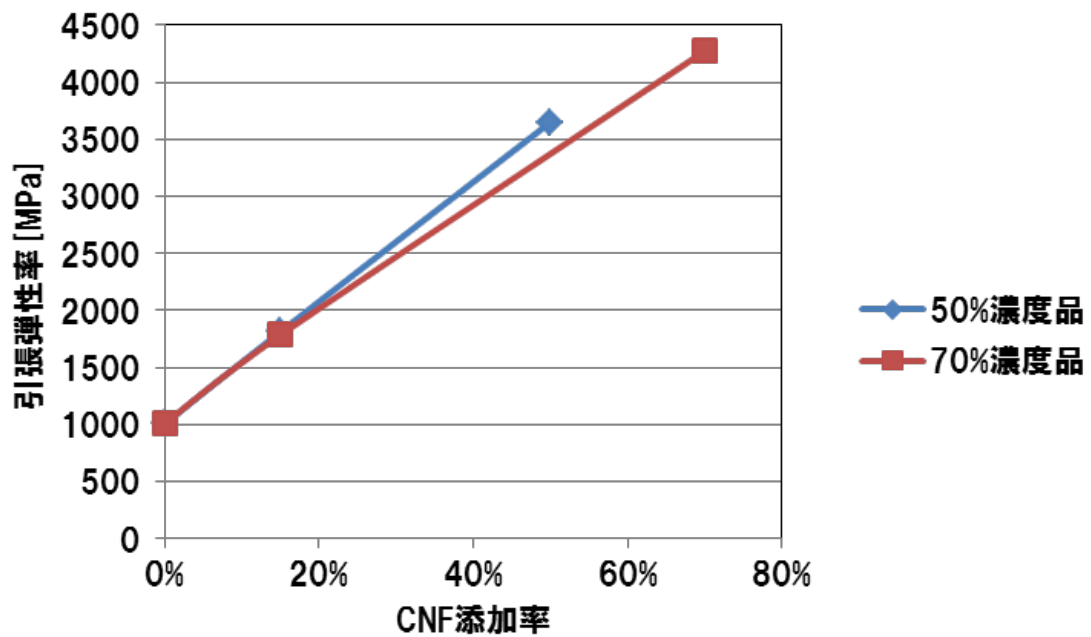
検討した濃度3水準のうち、80%に関しては、ロールへ巻き付かず、粉のようにロールから落ちる現象が見られた。これは繊維に対して、樹脂成分が少なすぎたため、繊維と繊維をつなぎとめることができなかつたためと推察する。50%、70%品についてはペレット作製できたため、射出成形時に15%へ希釈し、強度評価を実施した。結果を表(1)-12に示した。

表(1)-12 CNF濃度による強度特性

	50%品 希釈	70%品 希釈
引張弾性率 (GPa)	1.82 (1.8倍)	1.79 (1.8倍)
引張強度 (MPa)	28.6 (1.10倍)	28.5 (1.10倍)
シャルピー 衝撃強度 (kJ/m ²)	4.7	4.3

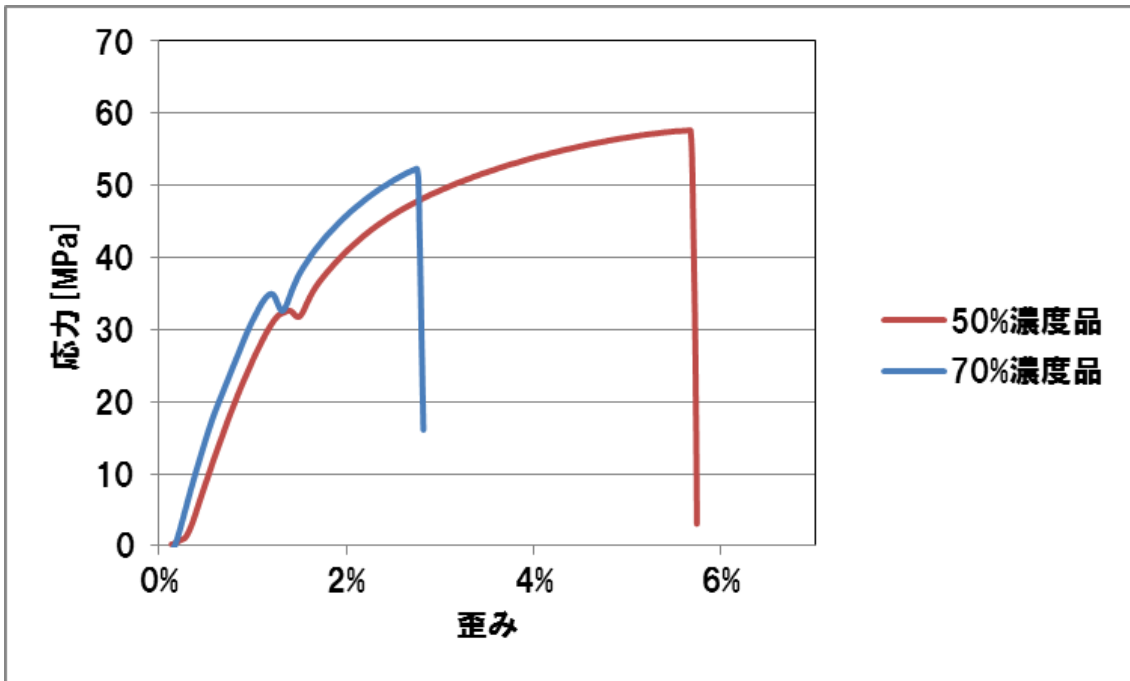
表中の括弧内の値は、マトリックス樹脂であるPPの強度に対する比率である。いずれのCNF濃度においても、今期の目標である引張弾性率1.3倍以上、引張強度1.03倍以上を達成できた。また50%品、70%品ともに、ほぼ同じ引張弾性率、引張強度、シャルピー衝撃強度結果となり、物性的にはほぼ同等のサンプルができた。

50%濃度、70%濃度でも同様にダンベル成形体を作製し、引張弾性率、引張強度を算出した。結果を図(1)-7に示した。



図(1)-7 CNF濃度による引張弾性率、引張強度

引張弾性率については、セルロース濃度に比例して増加していくことが分かった。一方で引張強度については、70%濃度品については50%濃度品よりも低い結果となった。これについて、詳細に考察するため、それぞれの値の導出に用いた歪み-応力曲線結果を図(1)-8に記載した。



図(1)-8 CNF 濃度による応力-歪み曲線

歪み-応力曲線から曲線の傾き(=弾性率)は 70%濃度品の方が高いことが分かる。しかし、70%濃度品に関しては伸びずに破断していることが確認された。樹脂成分が少ないため、歪みが生じた際に、歪みを吸収できずに、伸びることができず、脆性破壊したと推察する。

次に電力(モーター電力、ヒーター電力)、および総電力から算出される CO2 排出量を算出した。結果を表(1)-13 に示した。

表(1)-13 CNF 濃度による電力量、CO2 排出量

	電力 kWh			電力 kw/kg-cnf	CO2 kg/kg-cnf
	モーター	ヒーター	合計		
50% 濃度品	4.6	14.6	19.2	7.7	3.68
70% 濃度品	4.7	15.2	19.8	5.7	2.72

上記電力結果から、高濃度にすることにより、総電力量はほぼ変わらず、CNFの濃度を高めることができるため、結果的にCNF1kgあたりの電力量は減少する。結果として排出CO2量も減少させることができた。

【結論】

CNF濃度の検討からCNF濃度70%のサンプルまで作製可能であり、弾性率は濃度に比例して増加することが分かった。また高濃度品の方が、CNF1kgあたりのCO2排出量が減ることも確認できた。以上の結果から、生産性が確保できれば、CNF濃度は高い方が良いと言える。

◆生産量の検討

【取組概要】

平成27年度セルロースナノファイバー製品製造工程の低炭素化対策の立案事業委託業務の取組で確認したロール混練での最大生産量は5kg/hであった。この生産量を増加させることが可能となれば、CNF1kgあたりのCO2排出量は減る可能性がある。そこで生産量を増加させた際のCNF複合樹脂の強度、分散状態、および消費エネルギーへの影響を評価し、改善の方向性を見出した。

【実験】

上記パス回数の検討と同様に、混練機としてφ160のロール混練機を使用した。生産量として5kg/h、10kg/h、12kg/hの3水準で検討を実施した。出発材料はこれまでの実験と同じく、PP、パルプ、無水マレイン酸とした。パルプ濃度は50%とした。生産量を変化させた際の、引張弾性率、引張強度の物性評価と電力測定、および電力結果から排出CO2量算出を実施した。

【結果】

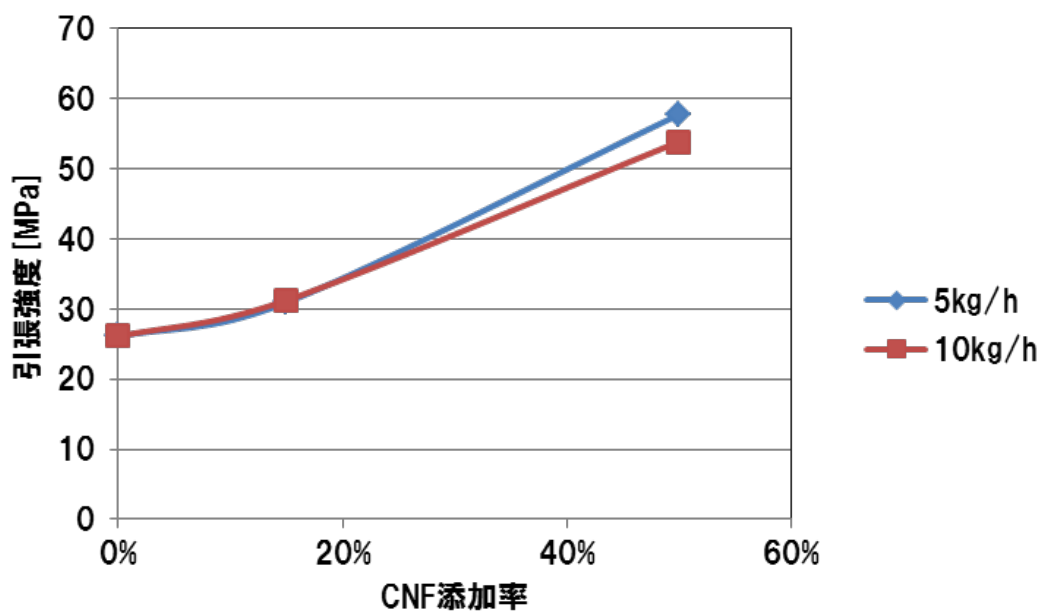
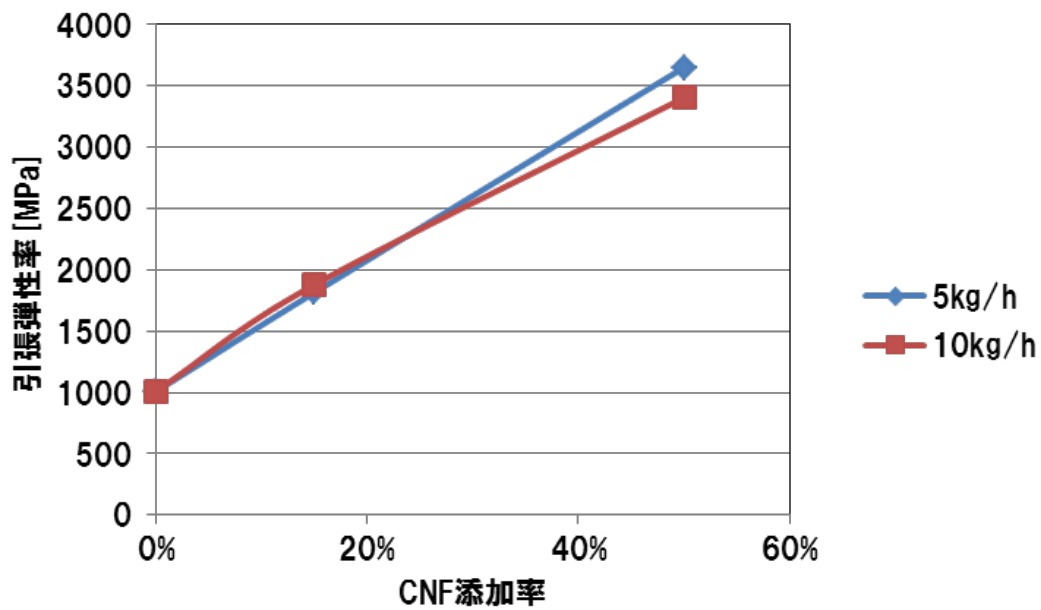
検討した生産量3水準のうち、12kg/hに関しては、投入した材料のうち、一部がロールに巻き付かず、落下する現象がみられた。これはロールへの侵入量に対して、供給量が上回ったため、溢れた材料が落下したためである。これを改善するには後述するロール径を大きくする手法がある。試作できた5kg/h、10kg/hの2水準に関してはペレット作製できたため、射出成形時に15%へ希釈し、強度評価を実施した。結果を表(1)-14に示した。

表(1)-14 生産量による強度特性

	5kg/h	10kg/h
引張弾性率 (GPa)	1.82 (1.8 倍)	1.88 (1.9 倍)
引張強度 (MPa)	28.6 (1.10 倍)	31.2 (1.20 倍)
シャルピー 衝撃強度 (kJ/m ²)	4.7	4.8

表中の括弧内の値は、マトリックス樹脂であるPPの強度に対する比率である。いずれの生産量においても、今期の目標である引張弾性率1.3倍以上、引張強度1.03倍以上を達成できた。また5kg/h、10kg/hともに、ほぼ同じ引張弾性率、引張強度、シャルピー衝撃強度結果となり、物性的にはほぼ同等のサンプルができた。

上記2種類のサンプルについて、50%濃度品でも同様にダンベル成形体を作製し、引張弾性率、引張強度を算出した。結果を図(1)-9に示した。



図(1)-9 生産量による引張弾性率と引張強度

高濃度領域においても生産量による強度差はほぼなく、同等レベルのサンプルが作製できると考える。

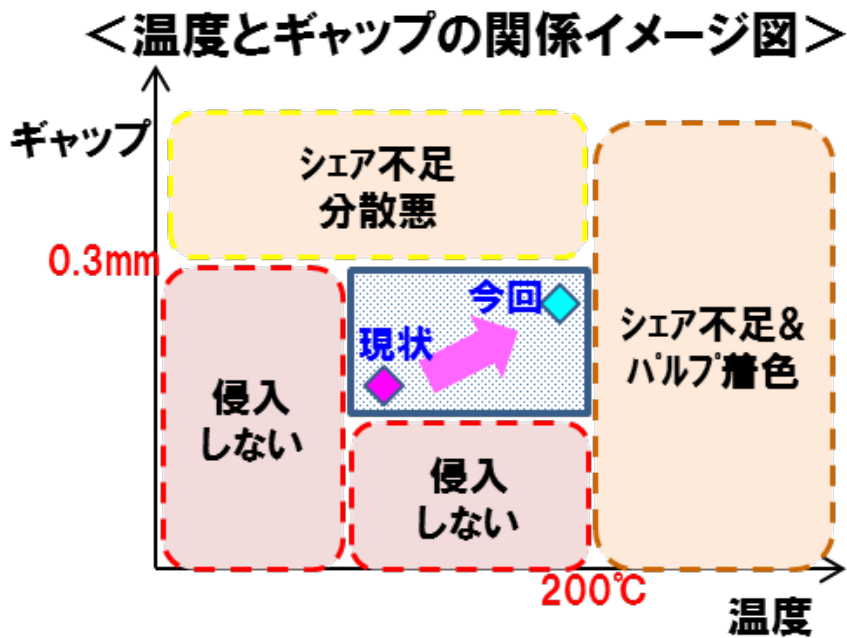
次に生産量を増加させた場合の、電力（モーター電力、ヒーター電力）、および総電力から算出されるCO₂排出量を算出した。結果を表(1)-15に示した。

表(1)-15 生産量による電力量、CO2 排出量

	電力 kWh			電力 kw/kg-cn ^f	CO2 kg/kg-cn ^f
	モーター	ヒーター	合計		
5 kg/h	4.6	14.6	19.2	7.7	3.68
10 kg/h	4.9	17.7	22.6	4.5	2.16

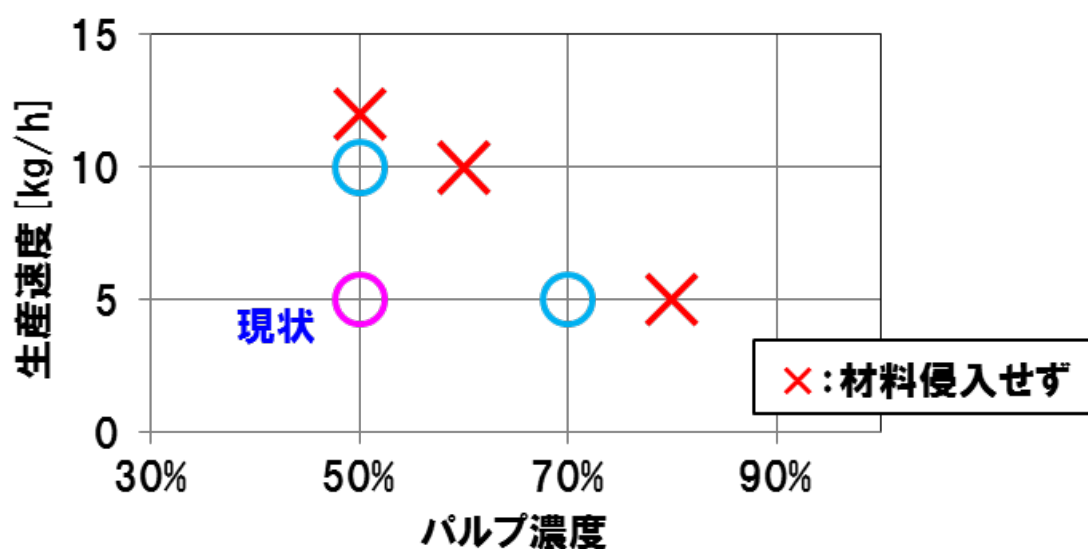
上記、電力結果から、生産量を高めることにより、総電力は増加し、特にヒーター電力が増加する。これは、樹脂供給量が増え、熔融させる必要のある樹脂量が増えるためと推察する。しかし、生産量を2倍にしても電力量は2倍にはならず、結果としてCNFkgあたりの電力量は2.16と大幅に減少させることができる。上記の結果から、排出CO2量の観点から生産量を増やした方が良いと言える。

ロール混練機における温度とギャップの関係イメージ図を図(1)-10に示した。



図(1)-10 ロール混練機における温度とギャップの関係

横軸がロール温度、縦軸がロールギャップである。ロール温度が低いと、樹脂が溶融せずにロール間に侵入しない不良がある。一方で温度が高いと、粘度が下がるため、CNFを解繊するためのシェアが不足する、またパルプが炭化して着色するといった不良がある。そのため適当な温度領域が存在する。同様にロール間ギャップについても、狭いと材料が侵入しないという不良があり、広いとCNFを解繊するためのシェアが不足するといった不良があり、適当なロールギャップ領域が存在する。今回の、CNF濃度の検討、および生産量の検討はこのウィンドウ領域内で実施した。検討の結果を図(1)-11に示した、



図(1)-11 パルプ濃度と生産速度の関係

後述する設備面の取組においては、ロール径の大径化を検討し、上記ウィンドウが広がるかを検討した。

【結論】

生産量の検討からφ160のロール混練機にて10kg/hの生産量を確認することができ、強度もほぼ同等であることが分かった。また生産量が多い条件の方が、CNF1kgあたりのCO2排出量が減ることも確認できた。以上の結果から、生産量は高い方が良いと言える。

◆射出温度条件の検討

【実験概要】

ダンベル成形時の射出温度条件、ならびに金型条件により結晶状態等が変化することにより、引張弾性率や引張強度が変化する可能性がある。そこでダンベル成形時の温度条件による CNF 複合樹脂の強度、分散状態を評価し、改善の方向性を見出した。

【実験】

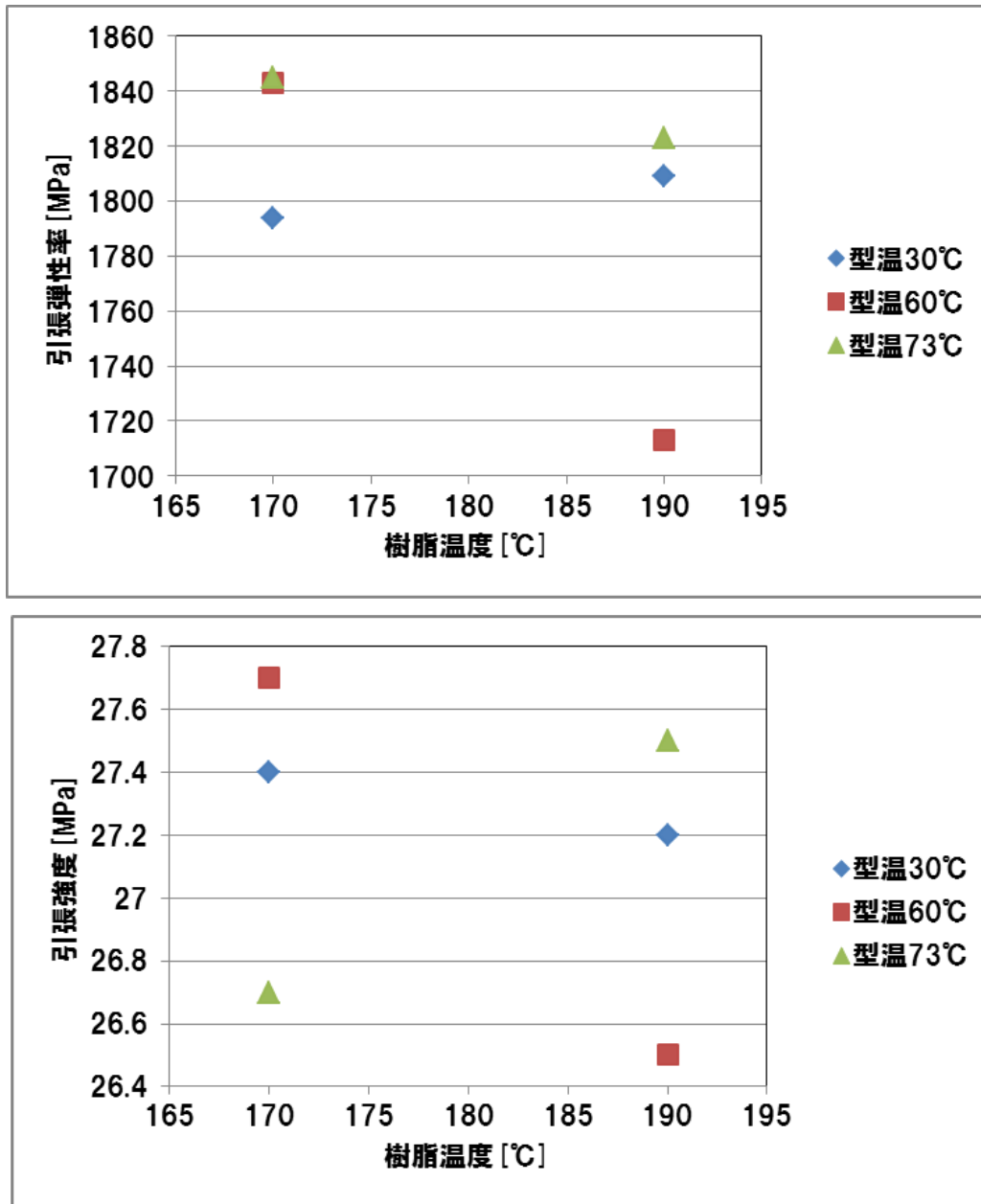
樹脂の熔融温度として 170 度、190 度の 2 水準、金型の温度として 30 度、60 度、73 度の 3 水準で強度の比較評価を実施した。計 6 サンプルを作製した。それぞれ、CNF 濃度は 15% とした。

【結果】

上記 6 サンプルの引張弾性率、および引張強度の結果を表(1)-16、および図(1)-12 に示した。

表(1)-16 射出温度条件による強度特性

	引張強度	引張弾性率
190-73℃	27.5	1823
190-60℃	26.5	1713
190-30℃	27.2	1809
170-73℃	26.7	1845
170-60℃	27.7	1843
170-30℃	27.4	1794



図(1)-12 射出温度条件による引張弾性率、引張強度

【結論】

上記結果より、樹脂温度が低い方が、引張弾性率が高い傾向がみられるが、引張強度についてはほぼ差がない結果となった。今後はもう少し、温度領域を大きく変えて、引張弾性率や引張強度の影響を評価していく。

③設備面の取組

◆ロール径の検討

【取組概要】

平成 27 年度セルロースナノファイバー製品製造工程の低炭素化対策の立案事業委託業務の取組で確認したロール混練での最大ロール径は φ160 であった。装置を大型化し、径を大径化できれば、生産量が増えるため CNF1kg あたりの CO2 排出量は減る可能性がある。上述したとおり、φ160 では生産量の限界が 10kg/h であり、その原因が材料の落下であったが、大径化により生産量を増やしても落下が起きずに生産できるかどうかを見極めた。大型設備として φ240 のロール径でのテストを実施した。

【実験】

混練機としてロール混練機を使用した。φ160 型から φ240 型へ変更するに当たり、径が 1.5 倍になっているため、φ160 型で確認できた MAX 生産量の 10kg/h に 1.5 倍をかけた 15kg/h と、その倍の 30kg/h での検討を実施した。出発材料はこれまでの実験と同じく、PP、パルプ、無水マレイン酸とした。パルプ濃度は 50% とした。生産量を変化させた際の、引張弾性率、引張強度の物性評価と電力測定、および電力結果から排出 CO2 量算出を実施した。

【結果】

大型機にて試作できた 15kg/h、30kg/h の 2 水準に関して、ペレット作製できたため、射出成形時に 15% へ希釈し、強度評価を実施した。結果を表(1)-17 に示した。

表(1)-17 ロール径による強度特性

	Φ160	Φ240	
	10kg/h	15kg/h	30kg/h
引張弾性率 (GPa)	1.88 (1.9 倍)	1.50 (1.5 倍)	1.50 (1.5 倍)
引張強度 (MPa)	31.2 (1.20 倍)	31.3 (1.20 倍)	29.0 (1.11 倍)
シャルピー 衝撃強度 (kJ/m ²)	4.8	3.5	4.1

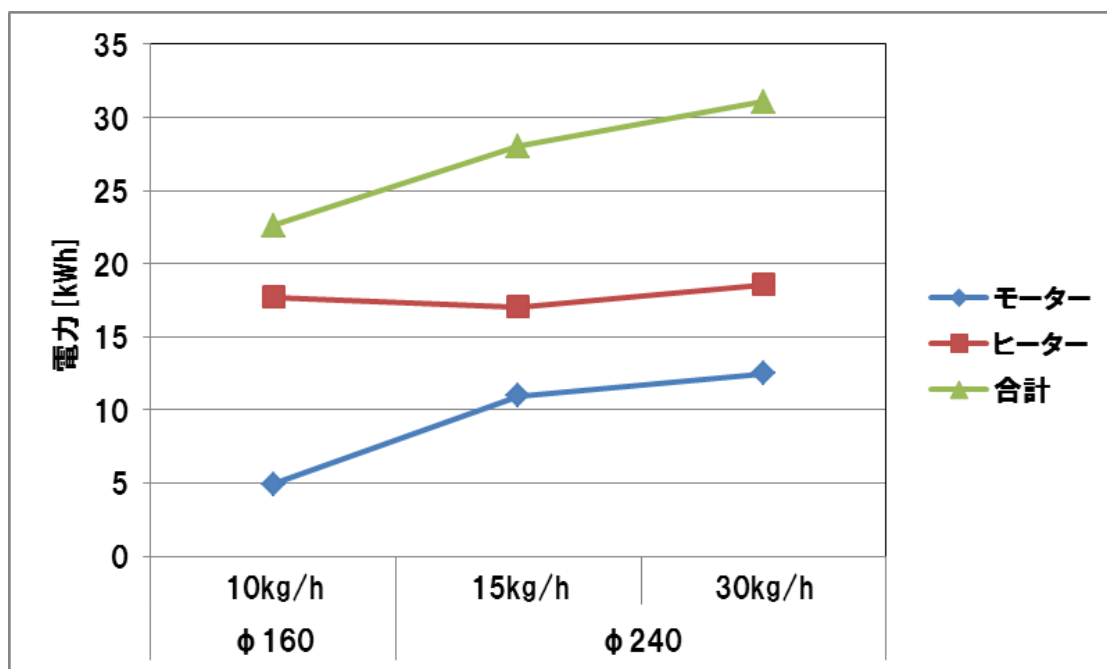
表中の括弧内の値は、マトリックス樹脂であるPPの強度に対する比率である。いずれの水準においても、今期の目標である引張弾性率1.3倍以上、引張強度1.03倍以上を達成できた。大型機のサンプルについては弾性率がこれまでのφ160の装置品と比較すると減少した。これについて、作製したダンベルにおいて、大型機品ではパルプ凝集物が多く見られており、大径化による分散不良が考えられるため、大型機についてもプロセス面の検討を実施し、分散性を向上させることで解決すると推察する。

次に大型機にて、生産量を増加させた場合の、電力（モーター電力、ヒーター電力）、および総電力から算出されるCO₂排出量を算出した。結果を表(1)-18に示した。

表(1)-18 ロール径による電力量、CO2 排出量

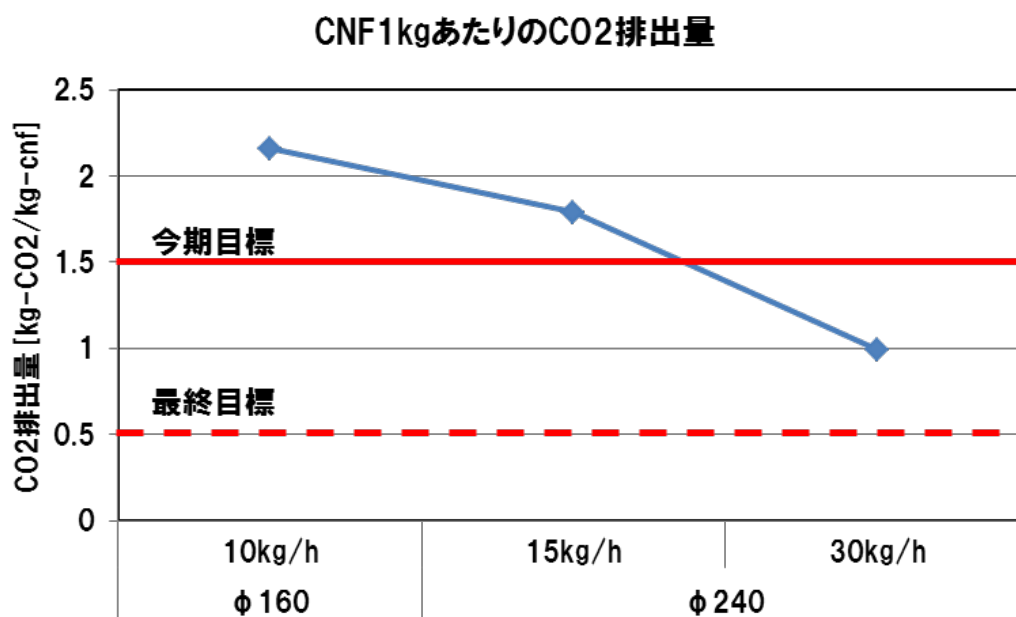
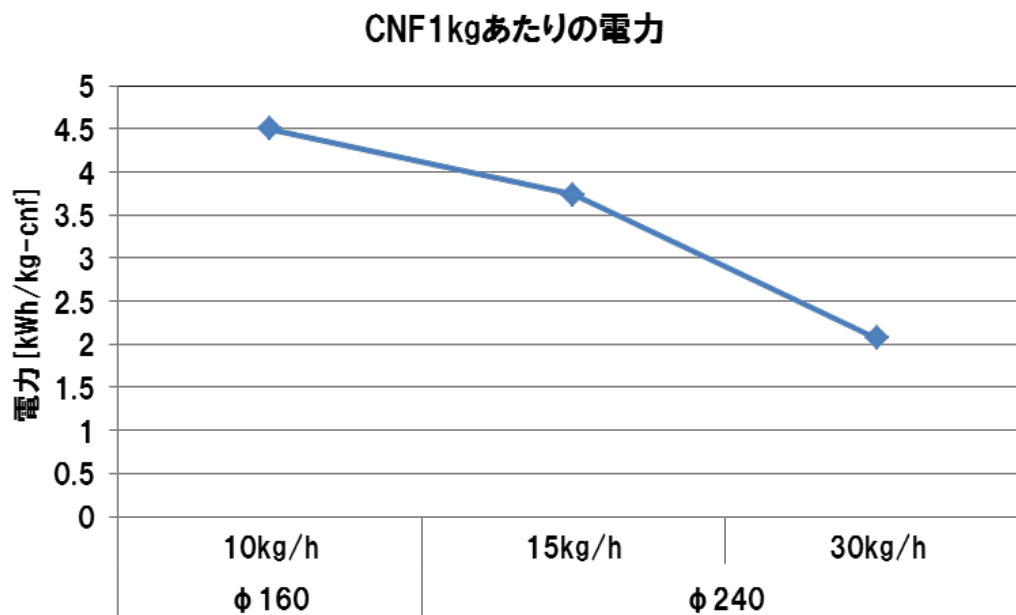
		電力 kWh			電力 kw/kgcnf	CO2 kg/kg-cnf
		モーター	ヒーター	合計		
φ160	10kg/h	4.9	17.7	22.6	4.5	2.16
φ240	15kg/h	11.0	17.0	28.0	3.7	1.79
	30kg/h	12.5	18.6	31.1	2.1	0.99

φ240 の大型機の 30kg/h 条件にて、今期目標の CO2 排出量 1.5kg-CO2/kg-cnf 以下を達成できることが分かった。来期目標である 0.5kg-CO2/kg-cnf を達成するには生産量をどこまで増やせばよいかを見積もるため、上記結果を図(1)-13 にグラフ化した。



図(1)-13 ロール径によるヒーター電力、モーター電力

上記グラフから、装置大型化により、特にモーター電力が増加していることが分かった。大型機の φ240 において、15kg/h から 30kg/h への生産量 UP ではモーターは向上したが、微増であった。次に CNF1kg あたりの電力、および CO2 排出量について図(1)-14 に示した。



図(1)-14 CNF1kgあたりの電力量、CO2 排出量

上記グラフの結果から、生産量向上により CNF1kg あたりの電力、ならびに CO2 排出量が減少することが分かった。30kg/h までの結果では来期目標である 0.5kg-CO2/kg-cnff 以下には到達しなかったが、グラフの概算から、60kg/h 以上の条件でのテストにより達成できる見込みであり、今後検証していく。

【結論】

ロール径の検討から、ロール大径化により少し強度低下が見られたが、CNF1kgあたりの電力、およびCO₂排出量は低減でき、CO₂排出量は今期目標のCO₂排出量 1.5kg-CO₂/kg-cn_f以下を達成できた。

◆分散方式の検討

【取組概要】

平成 27 年度セルロースナノファイバー製品製造工程の低炭素化対策の立案事業委託業務の取組でも紹介したが、今年度も二軸混練機、ロール混練機の分散方式について、検討を行った。分散方式により、CO₂排出量、物性面への影響を見極めた。

【実験】

混練機として、前述したロール混練機と二軸混練機を使用した。二軸混練機のスクリー一径はφ25mmを使用し、装置のL/Dは40とした。二軸混練機について、平成27年度セルロースナノファイバー製品製造工程の低炭素化対策の立案事業委託業務の取組にてパルプ濃度を15%と50%で検討し、50%の方が、排出CO₂量低減に効果があると説明したが、50%品ではペレットを得るためのストランドを引けないという課題があった。パルプ濃度が高いため、樹脂がパルプ間を繋ぐことができず、ストランド状にならずに切れるため、ペレタイズ（ペレット状へ切断すること）ができなかった。今年度はできるだけ濃度を高くし、かつストランドが引ける濃度として30%での検討を実施した。

【結果】

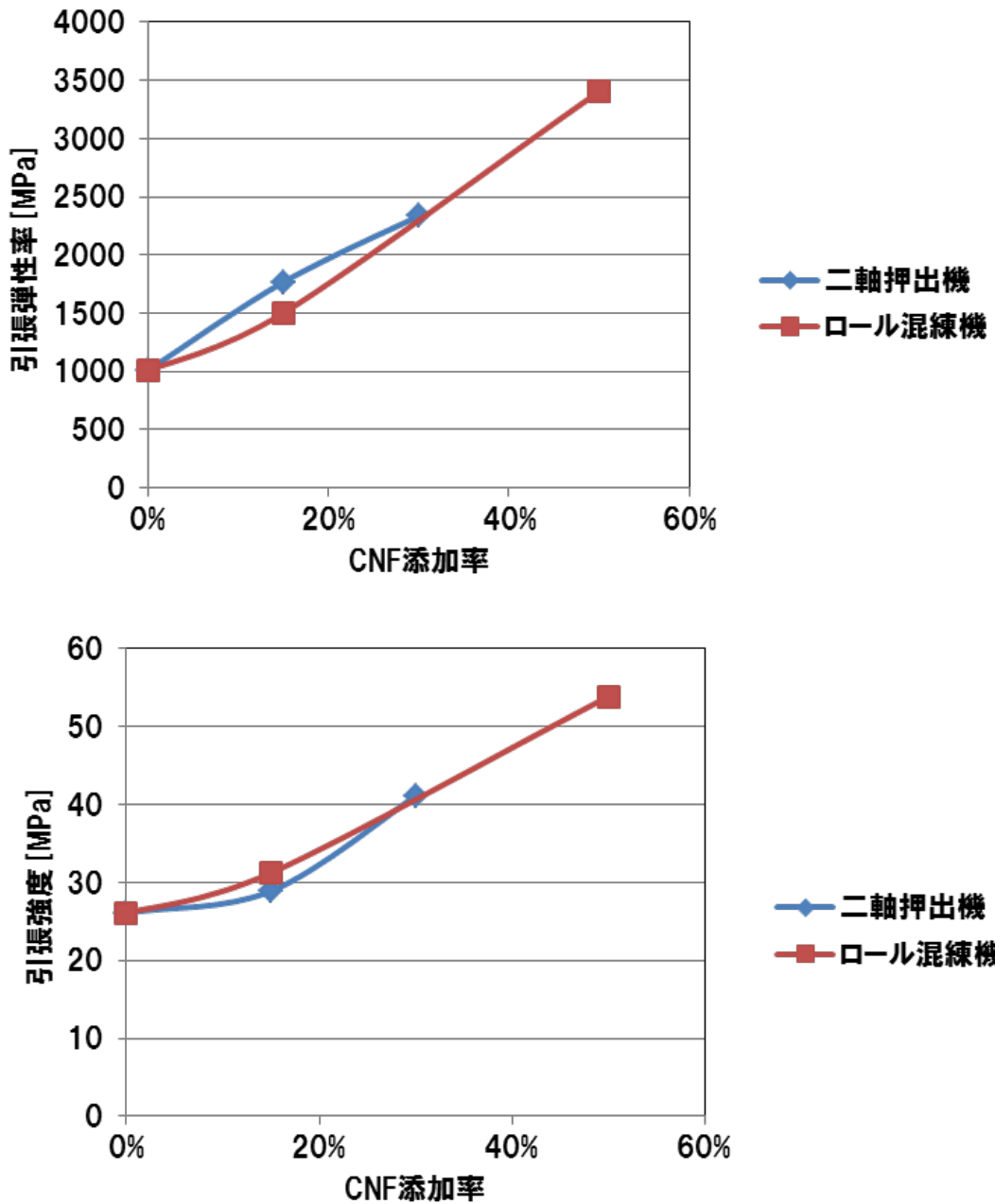
ロール混練機で作製したCNF濃度50%品ペレット、および二軸混練機にて作製したCNF濃度30%品ペレットをそれぞれ、ダンベル射出成形時に15%へ希釈し、強度評価を実施した。結果を表(1)-19に示した。

表(1)-19 混練方式による強度特性

	二軸押出機	ロール混練機
	10kg/h	30kg/h
引張弾性率 (GPa)	1.75 (1.7 倍)	1.50 (1.5 倍)
引張強度 (MPa)	28.9 (1.11 倍)	29.0 (1.11 倍)

表中の括弧内の値は、マトリックス樹脂であるPPの強度に対する比率である。いずれの方式においても、今期の目標である引張弾性率1.3倍以上、引張強度1.03倍以上を達成できた。二軸混練機に比べて、ロール混練機の方がやや引張弾性率、引張強度ともに低い値となったが、これは前述したロール混練機大型化の際の分散不良のためであると考察する。

上記2種類の方式のサンプルについて、ロール混練機については50%濃度品、二軸混練機品については30%濃度品で、それぞれダンベル成形体を作製し、引張弾性率、引張強度を算出した。結果を図(1)-15に示した。



図(1)-15 混練方式による引張弾性率、引張強度

高濃度領域においても、CNF 濃度-弾性率曲線、および CNF 濃度-引張強度曲線は、それぞれ混練方式に関係なく、重なっていることから、二軸混練機でもロール混練機でも同等レベルのサンプルが作製できていると考える。

次に各方式の、電力、および電力から算出される CO2 排出量を算出した。結果を表(1)-20 に示した。

表(1)-20 混練方式による電力量、CO2 排出量

			電力 kWh	電力 kw/kgcnf	CO2 kg/kg-cnf
二軸混練機	30% 濃度	10kg/h	7.0	2.3	1.11
ロール混練機	50% 濃度	30kg/h	31.1	2.1	0.99

上記結果から、二軸混練機、ロール混練機ともに今期目標のCO2排出量 1.5kg-CO2/kg-cnf 以下を達成できることが分かった。CNF1kgあたりの電力、CO2量は二軸混練機、ロール混練機ともにほぼ同じであるが、電力は二軸混練機の方がかなり小さい。平成27年度セルローズナノファイバー製品製造工程の低炭素化対策の立案事業委託業務の取組で検証したとおり、二軸混練機はバレル内で混練するため、内部の熱が逃げない構造となっており、電力が小さいと考える。一方、ロール混練機はロールが剥き出しになっており、熱が逃げる構造となっているため、電力が大きくなる。また二軸混練機のスクリー径はφ25mm に対し、ロール混練機のロール径はφ240mm であるため、モーター負荷も大きい。このため二軸混練機の方が電力を小さくできる。ただロール混練機は、高濃度混練が可能であり、CNF1kgあたりの電力量を低減でき、せん断力も高く、より繊維を解繊できる特徴がある。

【結論】

分散方式の検討から、強度面において二軸混練機でもロール混練機でもほぼ同等レベルのサンプルが作製できていると考える。またCO2排出量についても、二軸混練機、ロール混練機ともに今期目標のCO2排出量 1.5kg-CO2/kg-cnf 以下を達成できることを確認した。来期以降も二軸混練機、ロール混練機ともに並行して開発を進め、優位性を見極めていく。

(2) CNF 複合樹脂材料の成形加工法の開発

CNF 製品の成形加工時の CO2 排出削減を最終目標として、現状 不明瞭な CNF 複合樹脂の成形加工プロセスにおける CO2 排出量を定量的に評価するとともに、素材使用量の削減効果を考慮した場合の成形加工時の CO2 排出量を従来材と同等以下にできる「CNF 複合樹脂の成形加工法」を開発する。

本年度は成形加工時の CO2 排出量を抑制し、従来材と同等の成形性を得られる成形技術を開発する。また、CNF 複合樹脂の機械的特性を考慮した車載部品の軽量化を図るとともに、車載部品の成形課題(外観品位)及び車載信頼性評価課題を解決するため、下記に示す①～③のテーマに取り組んだ。

また、本年度の業務の達成度を評価する指標として、下記の(i)、(ii)の目標を設定した。

(i) 目標：CNF 複合樹脂における CO2 排出量を削減すること。

・ PP-CNF15%：従来材 PP 比 1.0 倍

・ PP-CNF50%：従来材 PP 比 1.2 倍

評価方法：成形加工時のエネルギー(電力量[kWh])の実測値に電力量の CO2 排出換算係数 0.479kg-CO2/kWh を乗じて算出する。

(ii) 目標：CNF 複合樹脂にて従来材 PP と同等以上の機械的特性を確保し、且つ、製品重量を 15%軽量化すること。

評価方法：CNF 複合樹脂による成形サンプルを薄肉化することで重量を軽量化後、機械的特性(JIS 規格)及び車載信頼性試験を実施し従来材 PP との比較評価を行なう。

①CNF 複合樹脂成形時の CO2 排出量を削減できる成形工法の開発

概要

平成 27 年度におけるスパイラルフロー成形金型での流動性比較の結果から、従来材 PP に対し流動性の悪い CNF 複合樹脂材において、ヒートアンドクール成形法(以下、H&C と記載)により流動性の改善を図ったものの、金型内に配置されたヒーターの消費電力が大きく、結果として成形時の CO2 排出量は増加する結果となった。さらに、H&C 成形法を用いても従来材 PP 同等まで流動長を向上させることができなかった。しかしながら、スパイラルフローの厚みを増加させる、或いは、射出速度の増加により著しく流動性が向上する等の知見も得られた。

そこで今年度は、金型に追加でヒーター等の電力増加要因となる設備の配置が不要な射出圧縮成形法に絞って検討を行なうとともに、CO2 排出量の削減を試みた。

品質安定化設計手法を用いた流動長最大化のための因子抽出

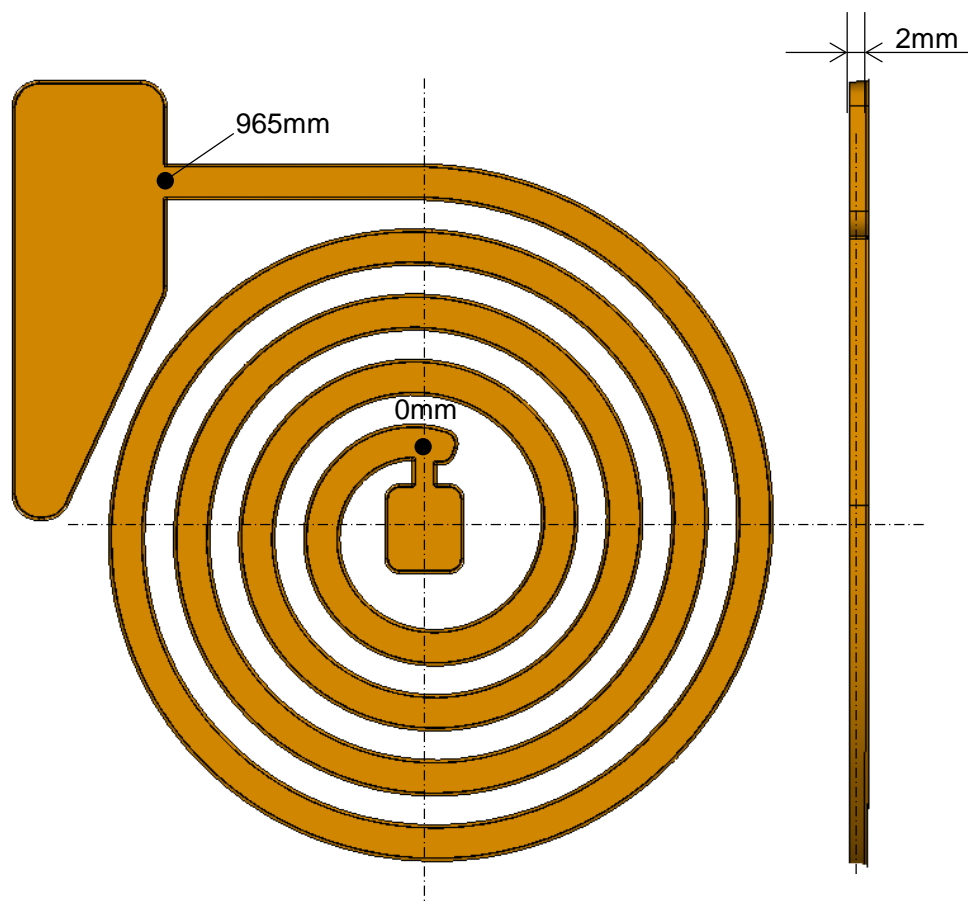
表(2)-1 に流動長を向上できる可能性がある成形工法ベンチマークを示す。上記概要でも述べた通り、平成 27 年度 of 取組では H&C 成形を試みたものの流動性を大きく向上させることはできず、結果として CO2 排出量を増加させる結果となった。この結果から、今年度は消費電力の増加なく流動性を向上できる工法のうち、成形時に金型を僅かに開いた状態で熔融した樹脂を射出し、最終製品形状よりも板厚を増加した状態にすることで樹脂の流路を確保し、樹脂の射出完了とともに金型を閉じきり圧縮によって金型内の樹脂に圧縮力を付与することができる射出圧縮成形法に着目した。

本項では、CNF 複合樹脂における射出圧縮成形時の制御因子のうち、樹脂の流動性に影響を及ぼす制御因子を分析するとともに射出圧縮成形時の成形条件の最適化を行なう。

図(2)-1 に流動性評価用のスパイラルフロー金型形状を示す。平成 27 年度 of 取組で使用した金型に追加改造を行い、スパイラルフロー長さの拡大と射出圧縮成形が可能な構造に変更したことにより、最大フロー長さが 430mm から 965mm に増加し、430mm で打ち止めになっていた従来材 PP のより正確な流動長を測定することができる。また、厚みは軽量化することを考慮し 2.0mm とした。

表(2)-1 流動性向上成形工法ベンチマーク

<p>コア 成形面 キャビティ ランナー 入れ子 ヒーター</p>	<p>①ヒートアンドクール成形</p> <p>CO2排出量：×</p> <p>汎用性：○</p> <p>成形サイクル：○</p> <p>コスト：▲</p>
<p>ヒーター ホットランナー</p>	<p>②ホットランナー成形</p> <p>CO2排出量：▲</p> <p>汎用性：○</p> <p>成形サイクル：○</p> <p>コスト：▲</p>
<p>圧縮 隙間</p>	<p>③射出圧縮成形</p> <p>CO2排出量：○</p> <p>汎用性：▲</p> <p>成形サイクル：◎</p> <p>コスト：○</p>
<p>断熱板</p>	<p>④断熱金型成形</p> <p>CO2排出量：○</p> <p>汎用性：▲</p> <p>成形サイクル：▲</p> <p>コスト：▲</p>



図(2)-1 流動長評価用スパイラルフロー形状(3Dモデル)

上記のスパイラルフロー形状において射出圧縮成形を行なうにあたり、まず初めに品質安定化設計手法による射出圧縮成形時の制御因子の影響度を明確化するとともに、流動長が最大化する成形条件の最適化を行なった。

表(2)-2 に射出圧縮成形法における制御因子及び実験の組合せメニューを示す。平成 27 年度の実験結果から、樹脂温度は繊維の褐色化が起こりにくい 200℃以下で成形するのが好ましく、理想は 180～190℃の間であることが分かっているため、本実験では全ての条件において樹脂温度 190℃で固定して成形した。また、射出圧縮成形では保圧を加える必要がなくなるため、保圧力及び保圧時間は 0MPa・0s とした。冷却時間は全組合せで 25s とし、それぞれの組合せにおける各制御因子の影響度分析を行なった。

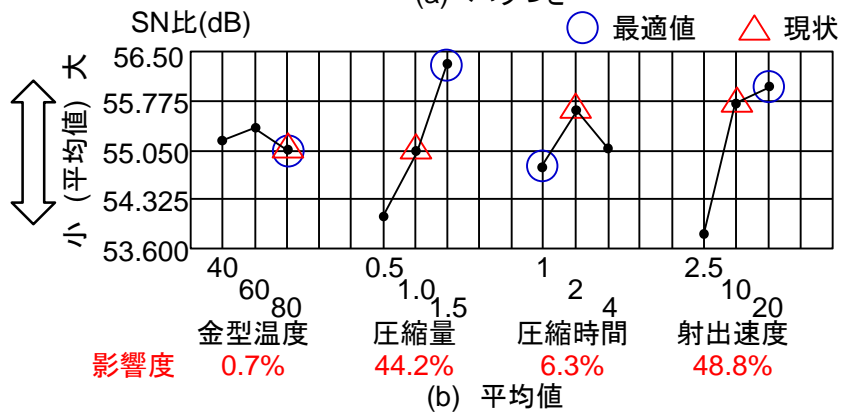
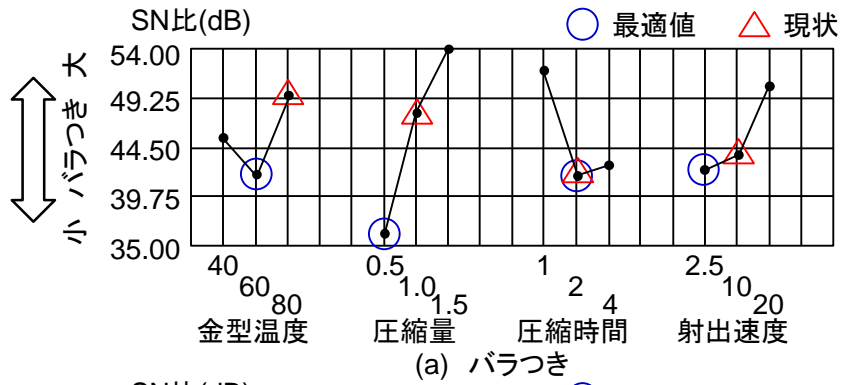
表(2)-2 射出圧縮成形における制御因子と実験組合せメニュー

条件番号	金型温度	圧縮量	圧縮時間	射出速度
1	40℃	0.5mm	1sec	2.5mm/sec
2		1.0mm	2sec	10mm/sec
3		1.5mm	4sec	20mm/sec
4	60℃	0.5mm	2sec	20mm/sec
5		1.0mm	4sec	2.5mm/sec
6		1.5mm	1sec	10mm/sec
7	80℃	0.5mm	4sec	10mm/sec
8		1.0mm	1sec	20mm/sec
9		1.5mm	2sec	2.5mm/sec
現状	80℃	1.0mm	2sec	10mm/sec

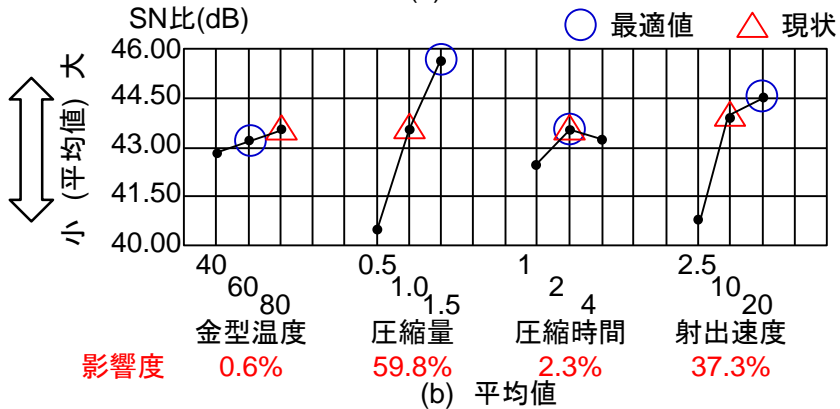
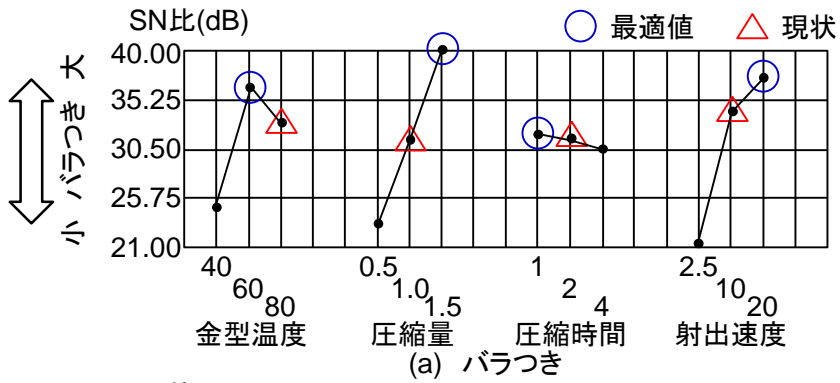
図(2)-2 に PP-CNF15%材、図(2)-3 に PP-CNF50%材における品質安定化設計手法により得られた要因効果図を示す。

PP-CNF15%材において、(b)の平均値(流動長の絶対値)の結果から、射出速度及び圧縮量の順に影響度が高く、射出圧縮成形における流動長を決定する要因の 93%を占めている。平成 27 年度の取組結果から PP-CNF15%材は PP に比べ、射出成形時の流動性が PP 比 0.8～0.9 倍と従来材 PP に比べて大きく低下していないため、射出速度の変化に顕著に反応すると考えられる。しかし、(a)のバラつきの結果から、射出速度と圧縮量の増加ともにバラつきが増加する傾向にあり、成形品形状によっては同一条件で成形した場合でも流動末端まで樹脂が充填しない可能性がある等の問題も考えられるため、形状により射出速度と圧縮量を制御する必要があると考えられる。

PP-CNF50%材において、(b)の平均値(流動長の絶対値)の結果から、こちらも PP-CNF15%材同様射出速度と圧縮量の影響度が高く、射出圧縮成形における流動長を決定する要因の 97%以上を占めている。しかしながら、PP-CNF50%材は PP-CNF15%材に比べ射出速度と圧縮量の関係が逆転しており、約 6 割が圧縮量により流動長が決定する。これは PP-CNF15%材よりも流動性が悪く、射出速度の変化よりもどれだけ流路を設けることができるか、また、そこからどれだけ圧縮力を加えられるかという部分が流動により支配的な影響を与えているからだと考えられる。また、(a)のバラつきの結果から、PP-CNF15%材同様影響度の高い射出速度と圧縮量の増加にともないバラつきが増加する傾向にあり、PP-CNF50%材においても成形品形状によっては同一条件で成形した場合でも流動末端まで樹脂が充填しない可能性がある等の問題も考えられるため、形状により射出速度と圧縮量を制御する必要があると考えられる。



図(2)-2 PP-CNF15%材における射出圧縮成形時の要因効果図



図(2)-3 PP-CNF50%材における射出圧縮成形時の要因効果図

前術した射出圧縮成形時の影響度の分析により、今年度の取組で射出圧縮成形を行なう場合、製品形状及び製品板厚の大小により流動性に問題がある場合には射出速度と圧縮量を主として制御するものとし、その他の制御因子を含め射出圧縮成形時の基準条件を下記に示す。

■射出圧縮成形基準条件(製品サイズ及び板厚により随時調整)

- ・樹脂温度：190℃(200℃以上では褐色化)
- ・金型温度：60℃
- ・射出速度：10～100mm/s
- ・保圧力：0MPa
- ・圧縮量：1.0～1.5mm
- ・圧縮時間：2s (圧縮量により調整が必要)
- ・冷却時間：25～30s

品質安定化設計手法による流動長向上効果の分析

本項では、前項の品質安定化設計手法から得られた結果を元に、制御因子の組合せにより樹脂流動性がどのように変化するかを分析した。表(2)-3 に流動長比較評価成形条件を示す。成形形状は図(2)-2 に示すスパイラルフロー形状厚み 2.0mm とし、従来材 PP は通常の射出成形により成形し、CNF 複合樹脂材はいずれの CNF 濃度でも射出圧縮成形で成形した。樹脂温度は前述した通り 190℃で固定し、金型温度及び射出速度をパラメータとした。また、保圧を加えないことで射出速度と金型温度に対する純粋な樹脂流動性を比較する。上記より、各樹脂材料の流動長がどのように変化するか、また、射出圧縮成形の効果により従来材 PP 同等の流動性が得られるかどうかを検証した。

表(2)-3 流動長比較評価成形条件

材料	PP	PP-CNF15%	PP-CNF50%
成形工法	射出成形	射出圧縮成形	
樹脂温度[℃]	190		
金型温度[℃]	40, 50, 60		
射出速度[mm/s]	2.5, 10, 20		
保圧[MPa]	なし		
保圧時間[s]			
圧縮量[mm]	0	1.5	
圧縮時間[s]	0	2	
冷却時間[s]	25		

表(2)-4 に各樹脂材料における流動長比較結果を示す。従来材 PP は通常の射出成形で成形した場合を、CNF 複合樹脂は前述した射出圧縮成形により最適化された条件で成形した場合の結果を示している。

PP-CNF15%材における各射出圧縮成形条件において、いずれの組合せにおいても従来材 PP 同等以上の流動長を得ることができ、従来材 PP 比 1.02～1.52 倍という結果を得た。また、射出圧縮成形における流動長向上効果は低速でより顕著に発現しており、射出速度 2.5mm/s では 1.26～1.52 倍という結果が得られた。

PP-CNF50%材における各射出圧縮成形条件において、いずれの組合せにおいても従来材 PP 同等の流動長を得ることができなかつた。PP-CNF15%材同様、低速での向上効果が大きいという傾向は現れているものの、樹脂中の 50%が CNF である PP-CNF50%材は粘性が高く射出圧縮成形法を適用することによる向上効果のみでは同等の流動長を得ることが困難であると考えられる。

上記の結果から、CNF 複合樹脂材において、ある一定の CNF 濃度までであれば射出圧縮成形を適用することで成形時の消費電力、即ち CO2 排出量を増加させることなく従来材 PP 同等の成形性を確保できることが分かった。また、今回検討している CNF 濃度が 50%の PP-CNF50%材のような高濃度 CNF 添加複合樹脂においては、射出圧縮成形に加え他の対策や金型の構造やゲート点数や配置も検討する必要があると考えられる。

表(2)-4 各樹脂材料における流動長比較結果

パラメータ			流動長[mm]					
樹脂温度 [°C]	金型温度 [°C]	射出速度 [mm/s]	PP	PP-CNF15%		PP-CNF50%		
			射出成形	射出圧縮成形				
			実測値	計算値	比[%]	計算値	比[%]	
190	40	2.5	526	800	152	236	45	
		10	880	1001	113	339	39	
		20	925	1032	111	364	39	
	60	2.5	573	813	142	245	43	
		10	911	1018	111	352	39	
		20	954	1049	110	378	36	
	80	2.5	622	786	126	250	40	
		10	951	983	103	359	38	
		20	999	1014	102	386	39	

CO2 排出量の測定及び分析

前項までの取組結果から、射出圧縮成形法が成形性に非常に有効であることが確認できた。本項では、射出圧縮成形法を適用した場合の 1 成形あたりの CO2 排出量を測定するとともに、射出成形機及び関連する付帯設備の CO2 排出量割合の細分化を行なうことで結果の分析を行なった。

図(2)-4 の(a)、(b)、(c)に本検討で用いた射出成形機及び関連付帯設備を示す。射出成形機は平成 27 年度時から使用している株式会社日本製鋼所製 180 トン射出成形機 J180AD-300H を用い、金型の温度をコントロールするための温調機には株式会社カワタ製 JUST THERMO TWK-400MD を用いた。また、射出圧縮成形を行なうにあたり金型内部に配置したホットランナーを動作させるためハスキー株式会社製のホットランナーコントローラを使用した。これらの射出成形機と関連付帯設備を用いて従来材 PP 及び CNF 複合樹脂を成形した際の CO2 排出量を測定した。



(a) 射出成形機
(日本製鋼所製J180AD-300H)



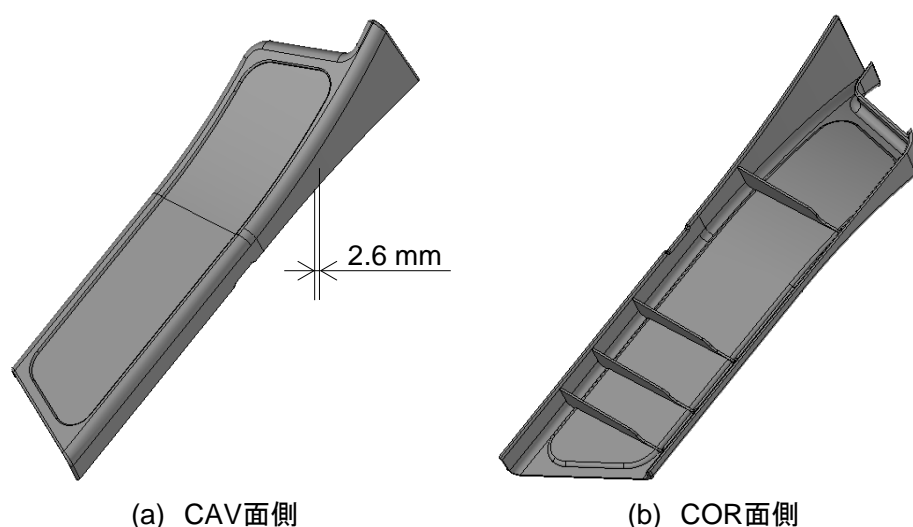
(b) 金型温調機
(カワタ製)



(c) ホットランナーコントローラ
(ハスキー製)

図(2)-4 射出成形機及び付帯設備

図(2)-5 に CO₂ 排出量を測定するのに用いた車載部品のスカッフプレートを示す。平成 27 年度の実験時にも使用していたものと同様の形状である。(a)に示す CAV 面側はフラットな光沢面であり、(b)に示す COR 面はリブが 4 ヶ所配置されている形状となっている。製品板厚は 2.6mm である。本形状において、車載部品 1 つを成形するのに消費した電力量を測定し、得られた消費電力量に CO₂ 排出換算係数 0.479kg-CO₂/kWh を乗じることで CO₂ 排出量を算出した。



図(2)-5 車載部品(スカッフプレート)

表(2)-5 に CO₂ 排出量を測定する際の車載部品成形条件を示す。従来材 PP は通常の射出成形で行い、CNF 複合樹脂は射出圧縮成形とした。射出圧縮成形では、保圧を加えず射出完了のタイミングで金型を閉じきり圧縮を加えた。また、PP-CNF50%材において前項で報告した通り流動性が悪く、PP-CNF15%材と同様の条件で車載部品の流動末端まで樹脂を充填させることができなかった。そのため、樹脂温度及び金型温度をそれぞれ 20℃及び 10℃上昇させた。さらに、射出速度を 40mm/s に増加し、圧縮量及び圧縮時間も 2.0mm 及び 2.0/s と調整した。本条件により、PP-CNF50%材でも車載部品の流動末端まで樹脂が充填させることが可能となり、それぞれの樹脂材料で同じ形状のサンプルを得ることができた。

上記の変更及び調整を踏まえ各樹脂材料で車載部品 1 つを成形する際の消費電力量を測定し、CO₂ 排出量を算出した。また、消費電力量の測定に際して、車載部品を 5shot 連続で成形し、合計のサイクルタイムと消費電力量を測定した後、1shot あたりの平均消費電力量を求めた。

表(2)-5 車載部品成形条件

材料	PP	PP-CNF15%	PP-CNF50%
成形工法	射出成形	射出圧縮成形	
ランナー	コールド	ホット	
樹脂温度[°C]	190		210
金型温度[°C]	60		70
射出速度[mm/s]	12		40
保圧[MPa]	100	0	
保圧時間[s]	10	0	
圧縮量[mm]	0	1.5	2.0
圧縮時間[s]	0	2.0	
冷却時間[s]	25		
サイクルタイム[s] (実測値)	58.4	45.0	43.0

図(2)-6 に各樹脂材料における 1 サンプル成形あたりの CO2 排出量を示す。図中の棒グラフは、の色分けにより、どの設備或いは動作により CO2 がどの程度排出されているかを細分化して示している。下記に各項目の意味及び含まれる動作を示す。

- ・ 材料加熱
射出成形機のシリンダー内に配置されたヒーターによる材料加熱
- ・ 射出
熔融樹脂の射出及び保圧と計量
- ・ 金型開閉
成形開始時の型閉じ及び製品取出し時の型開き
- ・ 金型温調機
金型の温度コントロール用設備
- ・ ホットランナー
射出圧縮成形用に金型内部に配置されたホットランナー

■従来材 PP

通常の射出成形で車載部品を成形しているためホットランナーを使用する必要がなく、CNF 複合樹脂に比べ設備使用数の点では有利であるものの結果として、CO2 排出量が 1 サンプルあたり 43.6g と PP-CNF15%材を上回る結果となった。この大きな要因として、射出に関する CO2 排出量が高いことが挙げられる。

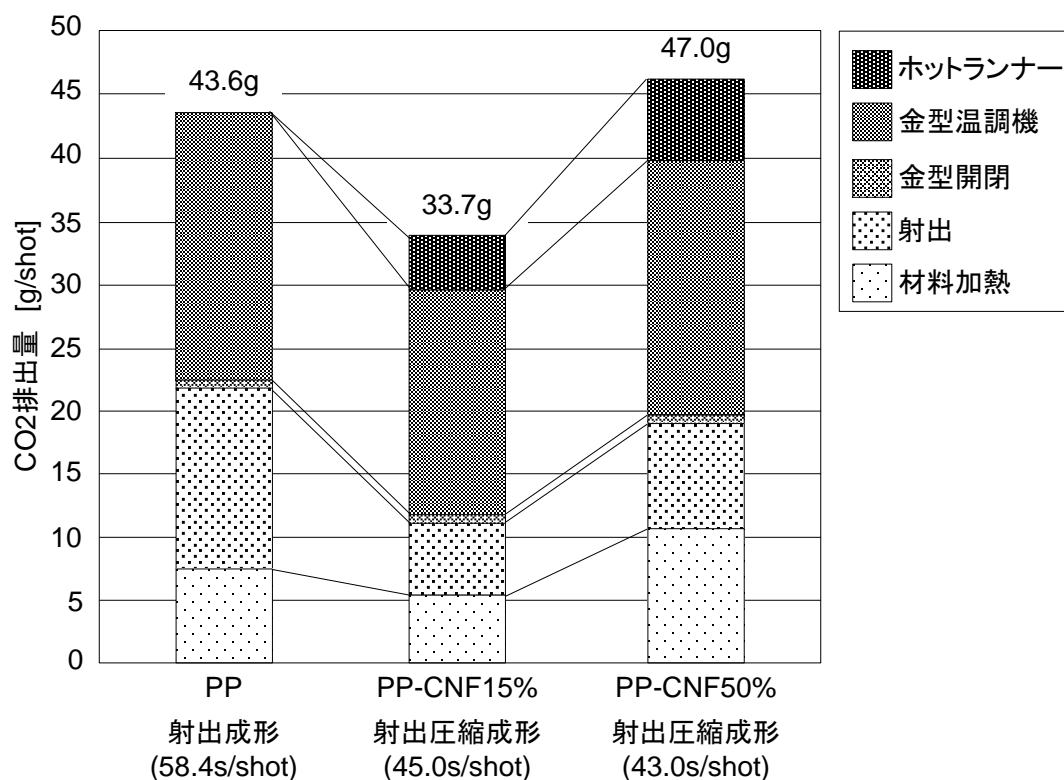
■PP-CNF15%材

3 種類の樹脂材料の中で最も CO2 排出量が少なく、また従来材 PP に対し、0.77 倍の CO2 排出量であり射出圧縮成形を適用したことによる効果が出ているものと考えられる。この結果から、従来材 PP 同等以下の CO2 排出量という今年度の取組目標を達成することができた。

■PP-CNF50%材

3 種類の樹脂材料の中で最も CO2 排出量が多いものの、従来材 PP に対して 1.08 倍となり今年度の取組目標を達成できた。PP-CNF15%よりも CO2 排出量が増えた要因として、樹脂や金型の設定温度が高いことが挙げられる。

上記の結果から、射出圧縮成形を適用することにより CO2 排出量を削減できることが分かった。



図(2)-6 各樹脂材料 1 サンプル成形あたりの CO2 排出量

図(2)-7 に射出成形(写真：左)及び射出圧縮成形(写真：右)により成形された PP-CNF15%材ダンベル試験片を示す。流動性の向上及び CO2 排出量削減に効果が得られた射出圧縮成形法において、機械的特性の変化がないかを確認した。材料は PP-CNF15%材とし、表(2)-5 に示す射出成形(従来材 PP の成形条件)と PP-CNF15%の射出圧縮成形条件でそれぞれダンベル試験片を成形し、引張特性の確認を行なった。

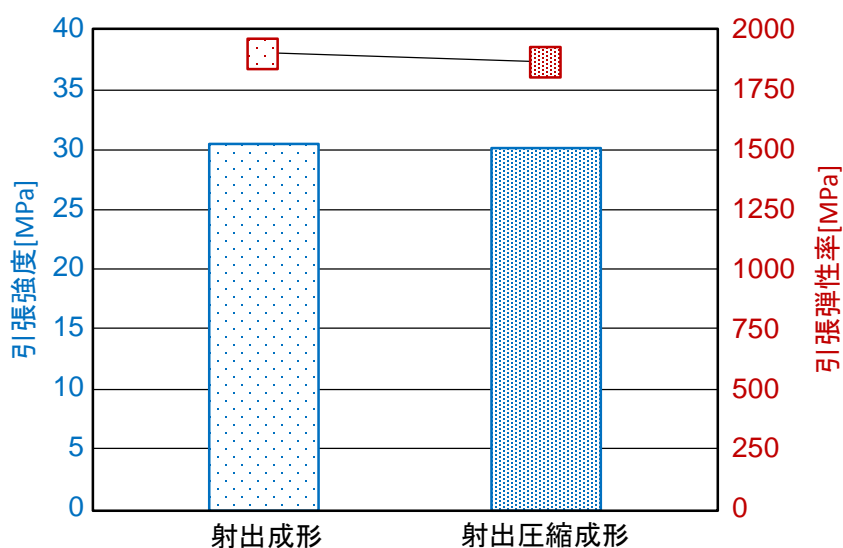


(a)射出成形 (b)射出圧縮成形

図(2)-7 射出成形及び射出圧縮成形により成形された PP-CNF15%材ダンベル試験片

図(2)-8 に PP-CNF15%材における成形工法別引張特性を示す。図の通り、射出圧縮成形における引張特性の方が僅かに引張特性が低い結果になったものの、その差は引張強度で1%、引張弾性率で2.7%と両特性とも3%以下の差であるため、誤差範囲内だと考えられる。

上記の結果から、射出圧縮成形を行なうことによる引張特性の低下は発生しないものと考えられる。



図(2)-8 PP-CNF15%材における成形工法別引張特性

②CNF 複合樹脂の車載部品の成形課題の解決及び製品軽量化

概要

平成 27 年度取組における車載部品金型におけるスカッフプレート成形実験の結果から、成形品の外観に関して 3 種類(繊維浮き・リブショート・ウェルド)の成形課題を抽出した。また、前節の①CNF 複合樹脂成形時の CO₂ 排出量を削減できる成形工法の開発において、射出圧縮成形が樹脂流動性及び CO₂ 排出量の削減に有効であるという知見を得られた。さらに強度の高い CNF 複合樹脂は、高強度故に製品を薄肉化することが可能であり、従来材 PP で成形された製品よりも軽量且つ高強度な製品を得ることが可能であると考えられている。

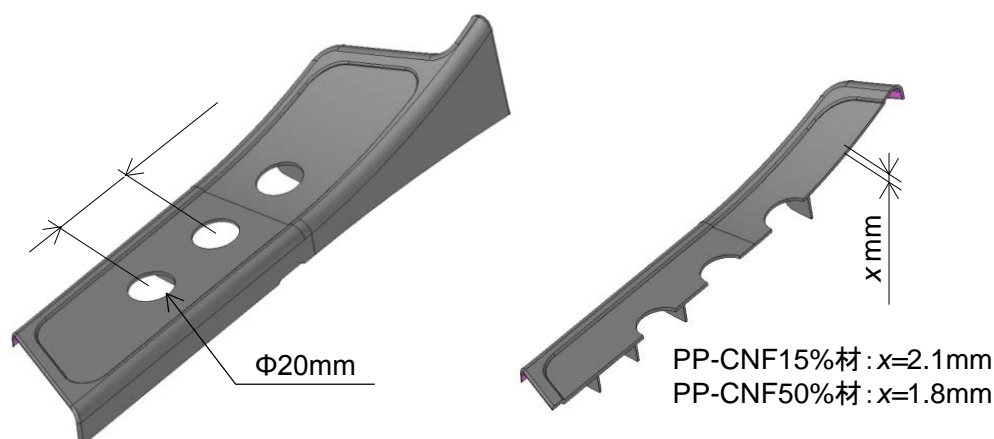
そこで、本節では前節で得られた CNF 複合樹脂の射出圧縮成形の結果を元に、車載部品を成形する際に従来材 PP で成形された車載部品よりも製品重量が 15%軽量化されるよう薄肉化されたモデルにおいて、射出圧縮成形法を適用することで流動性を確保し流動末端まで樹脂を充填させることができるか、また、外観に関する成形課題に対して有効であるかどうかを検証した。

CNF 複合樹脂における車載部品の軽量化

図(2)-9 に成形課題評価用車載部品形状を示す。前節で用いた車載部品の中央付近にφ20mm の穴が 20mm ピッチで 3 つ並んでいる。また、従来材 PP に対し、それぞれの CNF 濃度で 15%製品重量を軽量化するため板厚を以下の厚みに薄肉化した。

- 従来材 PP(基準) : 2.6mm
- PP-CNF15%材 : 2.1mm
- PP-CNF50%材 : 1.8mm

上記の板厚で成形することで、車載部品の重量を従来材 PP 比 15%減とすることができる。



図(2)-9 成形課題評価用車載部品形状

表(2)-7 に比剛性(同重量で比較した場合の強度指数)及び最大軽量化率を示す。本取組で使用している CNF 複合樹脂の密度及び引張弾性率から比剛性と最大軽量化率を算出した。算出式を下記に示す。

$$\text{比剛性} = \sqrt[3]{\text{弾性率} \div \text{密度}^3}$$

上記の算出式により得られた比剛性から最大で可能な軽量化率を算出した結果、理論上は従来材 PP に対して、PP-CNF15%材で最大 18.2%、PP-CNF50%材で最大 22.2%の軽量化が可能であることが分かった。この結果から、本取組における車載部品重量の 15%軽量化においては、置換えによる強度・剛性不足は発生しないと考えられる。

表(2)-7 比剛性及び最大軽量化率

材料	密度[g/cm ³]	引張弾性率[GPa]	引張比剛性	最大軽量化率[%]
PP	0.90	1.01	1.11	-
PP-CNF15%	0.95	2.17	1.36	18.2
PP-CNF50%	1.12	4.14	1.43	22.2

表(2)-8 に CNF 複合樹脂における 15%軽量化モデル成形条件を示す。前節同様 PP-CNF50%材では、PP-CNF15%材に比べ極めて流動性が悪いため全ての制御因子を増加させて成形を行った。また、射出圧縮成形の有無による成形結果の違いについても比較を行なった。

表(2)-8 CNF 複合樹脂における 15%軽量化モデル成形条件

材料	PP-CNF15%		PP-CNF50%	
	射出成形	射出圧縮成形	射出成形	射出圧縮成形
ランナー	コールド	ホット	コールド	ホット
樹脂温度[°C]	190		210	
金型温度[°C]	60		70	
射出速度[mm/s]	12		40	
保圧[MPa]	80	—	80	—
保圧時間[s]	5	—	5	—
圧縮量[mm]	—	1.5	—	2.0
圧縮時間[s]	—	2.0	—	2.0

表(2)-9に車載部品における従来材PP比15%軽量化モデルの各成形工法での成形結果を示す。本実験では通常の射出成形で成形した場合と流動性及びCO₂排出量の削減に有効な射出圧縮成形の2工法で成形を行なった。各成形工法において、CNF複合樹脂を成形した場合の結果を下記にまとめる。

■ 射出成形について





PP-CNF15%材では板厚2.1mmの流路で問題なく流動末端まで樹脂が充填しているのに対し、PP-CNF50%材では板厚1.8mmの流路では流動末端まで樹脂が充填しないという結果であった。表(2)-8に示すようにPP-CNF50%材では樹脂の流動性を確保するため、全ての流動性に関連する制御因子を増加させたにも関わらず充填不足が発生したため、現状の成形条件及び金型構造では通常の射出成形で充填させるのは困難だと考えられる。

■ 射出圧縮成形について

通常の射出成形の結果と異なり、いずれのCNF濃度でも流動末端まで樹脂を充填させることができた。PP-CNF50%材において、射出圧縮成形を適用することで樹脂射出時の初期流路を3.8mmまで増加させ、さらに、圧縮力を加えることで粘性の低いPP-CNF50%材を流動末端まで充填させることができたと考えられる。

上記の結果から、高濃度CNF複合樹脂では1.8mm程度の薄い板厚の製品でも射出圧縮成形を適用することで流動末端まで樹脂を充填させることができることが分かった。

表(2)-9 車載部品における従来材 PP 比 15%軽量化モデルの各成形工法での成形結果

成形法	射出成形		射出圧縮成形	
材料	PP-CNF15%	PP-CNF50%	PP-CNF15%	PP-CNF50%
製品外観				
充填性	○	×	○	○

表(2)-9 に示す従来材 PP 比 15%軽量化モデルの車載部品において、射出圧縮成形を適用して成形した製品の重量及び基準となる板厚2.6mmで従来材 PP を成形した場合の重量比較を表(2)-10 に示す。表に示す通り、PP-CNF15%材では製品重量が PP 比 15%削減され、PP-CNF50%材ではやや軽量化率が目標値に達していないものの PP 比 14.7%削減されており、概ね目標を達成できていると考えている。

表(2)-10 PP 比 15%軽量化モデル車載部品の製品重量

樹脂材料	PP	PP-CNF15%	PP-CNF50%
成形工法	射出成形	射出圧縮成形	
製品重量[g]	50.6	43.03	43.15
軽量化率[%](PP比)	—	15.0	14.7

CNF 複合樹脂における車載部品軽量化モデル成形時の成形課題

前述の結果から、製品板厚が薄肉化された製品モデルにおいても射出圧縮成形法が有効であることが分かった。

そこで本項では、従来材 PP 比製品重量 15% 軽量化モデルの車載部品において、CNF 複合樹脂で成形した場合の成形課題について検証を行なった。また、本節の取組の中で車載部品板厚を薄肉化したこと及び製品表面のシボを排除したことにより、平成 27 年度の取組では発生しなかった表(2)-17 に示す「充填不足」や COR 面側に配置されているリブにより製品表面に「ヒケ」が新たに発生した。これら 2 つの成形課題を追加し全 5 つの成形課題「繊維浮き」「リブショート」「ウェルド」「ヒケ」「充填不足」に対し、金型の構造変更や射出圧縮成形を適用することにより解決を試みた。なお、成形条件は表(2)-8 の条件とした。

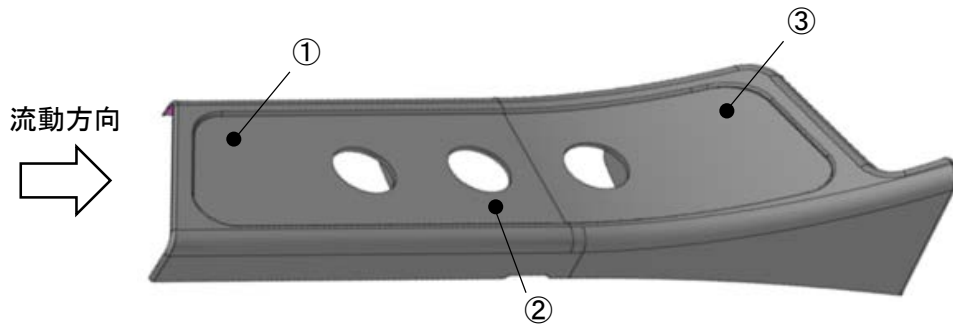
・繊維浮き

図(2)-10 に繊維浮き観察位置を表(2)-11 に CNF 複合樹脂における繊維浮き観察結果を示す。流動方向に対し、ゲート部から近い順に①、②、③と合計 3 点観察を行なった。以下に結果を記載する。また、従来材 PP は CNF が添加されていないため評価を実施していない。

■ PP-CNF15%材及び PP-CNF50%材

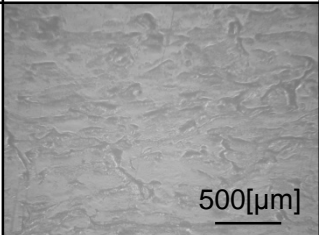
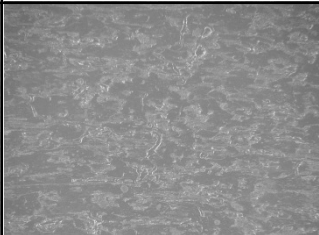
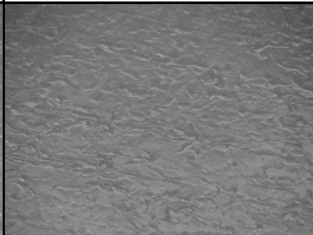
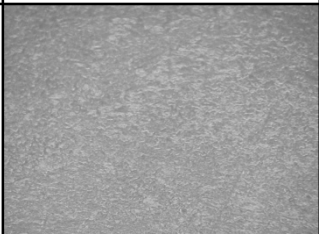
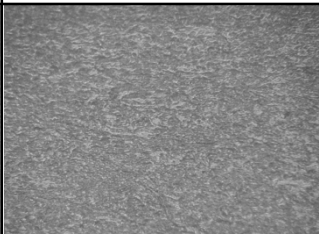
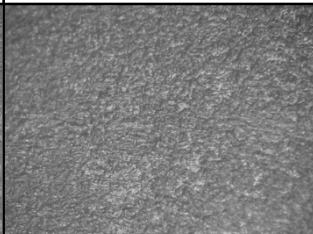
表(2)-11 より射出圧縮成形を適用した結果として、PP-CNF15%材及び PP-CNF50%材のいずれにおいても繊維浮きは確認できず発生していなかった。ただし、CNF 濃度により製品表面の粗さが僅かに異なり、PP-CNF15%材では比較的平滑で光沢感のある面であるのに対し、PP-CNF50%材では製品表面の細かな凹凸が多く PP-CNF15%材と比べて光沢感も低かった。これは、粘性が低く流動性の悪い PP-CNF50%材において、重量の半分を占める CNF によって表面性状があらされているためだと考えられる。

上記の結果から、樹脂温度を限界まで上昇させ、金型温度との差を極力低減させ、且つ、射出圧縮成形により樹脂の流動速度を向上させることで、繊維が製品内部に沈み込む時間を確保することができ、繊維の表出を抑制することができることが分かった。



図(2)-10 繊維浮き観察位置

表(2)-11 CNF 複合樹脂における繊維浮き観察結果

測定位置	①	②	③
PP-CNF15%			
判定	○	○	○
PP-CNF50%			
判定	○	○	○

・ウェルド

図(2)-11 にウェルド観察位置を表(2)-12 に従来材 PP 及び CNF 複合樹脂におけるウェルド観察結果を示す。流動方向に対し、ゲート部から近い順に穴と穴の間及び流動方向に対して最後の穴の後ろに①、②、③と合計 3 点観察を行なった。以下に結果を記載する。

■ 従来材 PP

表(2)-12 より、従来材 PP において各穴と穴の間及び流動方向に対して 3 つ目の穴の後方において、全ての位置でウェルドが発生した。また、今回評価した 3 種類の樹脂材料の中で最も明確にウェルドが発生しており、車載部品の表面に施したシボを排除したことにより肉眼で確認できなかったウェルドがより鮮明化された結果となった。さらに、このウェルドを解決するため樹脂温度及び金型温度を上昇させて成形したものの、ウェルドを完全に消すことはできなかった。このことから、ウェルドに関しては CNF 複合樹脂特有の課題ではなく従来材 PP を含め形状的に解決することが困難な成形課題であると考えられる。

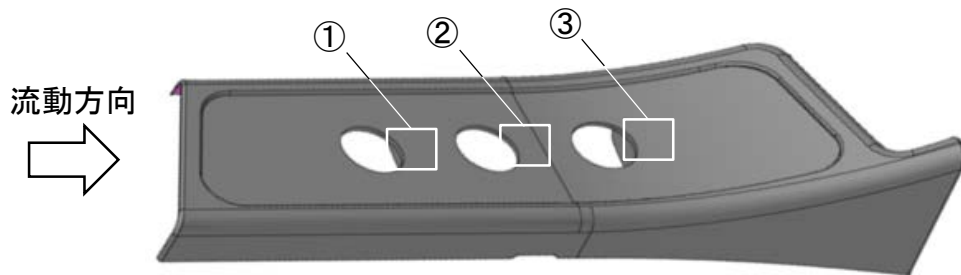
■ PP-CNF15%材

表(2)-12 のより、従来材 PP 同様各観察位置の全てでウェルドが発生した。ただし、従来材 PP よりもウェルドが薄くなっており、従来材 PP よりもウェルドが発生しにくい、或いは、発生していても表面に現れにくい可能性がある。

■ PP-CNF50%材

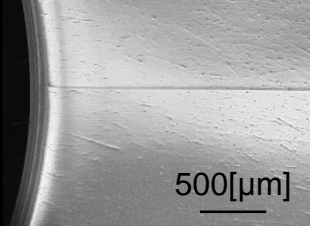


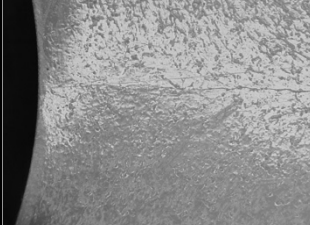


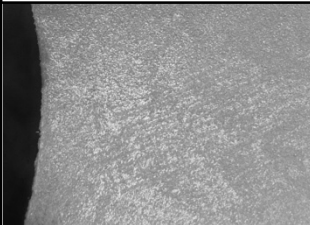
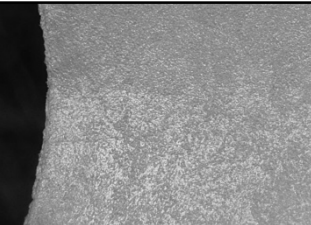
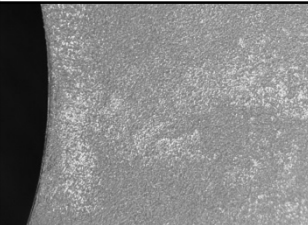
表(2)-12 のより、①、②の観察位置でウェルドが発生したものの従来材 PP や PP-CNF15%材に比べウェルドが薄くなっており、拡大した写真でもほとんど確認できないレベルまで改善していることが分かる。ただし、製品表面には樹脂の流動に伴う流動跡が僅かに発生しており、外観上製品に適用できないレベルであったため判定を△とした。よって、PP-CNF50%材に関しても、PP-CNF15%材同様ウェルドが発生しにくい、或いは、発生していても表面に現れにくい可能性があると考えられる。

上記の結果から、ウェルドに関しては CNF 複合樹脂特有の成形課題というわけではなく、従来材 PP でも発生し完全に解決することは困難であることが分かった。ただし、CNF 複合樹脂ではウェルドが薄くなり見えにくくなる傾向があるため流動の方向やゲートの配置を改善することで解決できる可能性がある。



図(2)-11 ウェルド観察位置

表(2)-12 従来材 PP 及び CNF 複合樹脂におけるウェルド観察結果

測定位置	①	②	③
PP			
判定	×	×	×
PP-CNF15%			
判定	×	×	×
PP-CNF50%			
判定	△	△	△

・リブショート

図(2)-12 にリブショート観察位置を表(2)-13 に従来材 PP 及び CNF 複合樹脂におけるリブショート観察結果を示す。流動方向に対し、ゲート部から近い順にリブ高さが最も高くなる位置を①、②、③、④と合計 4 点観察を行なった。また、リブショート対策として、金型のガス抜け性を向上させるため、割型と呼ばれる構造を設けることでリブ先端に空気及びガスが残留し、樹脂を押し返す力を抑制した。以下に結果を記載する。

■ 従来材 PP

表(2)-13 より、従来材 PP において観察位置の全てのリブにおいて、いずれもショートが発生せず充填していることが確認できる。

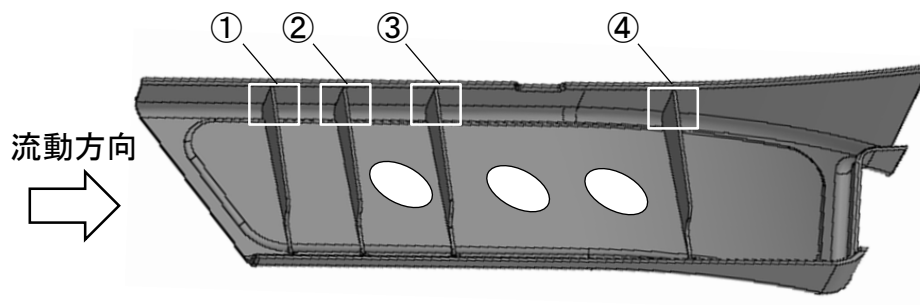
■ PP-CNF15%材

表(2)-13 のより、PP-CNF15%材において観察位置の全てのリブにおいて、いずれもショートが発生せず充填していることが確認できる。

■ PP-CNF50%材

表(2)-13 のより、PP-CNF50%材において観察位置の全てのリブにおいて、いずれもショートが発生せず充填していることが確認できる。

上記の結果から、CNF 複合樹脂において割型を設けることで従来材 PP 同様にガス抜け性を向上させリブ短ートを解決できることが分かった。



図(2)-12 リブショート観察位置

表(2)-13 従来材 PP 及び CNF 複合樹脂におけるリブショート観察結果

測定位置	①	②	③	④
PP				
判定	○	○	○	○
PP-CNF15%				
判定	○	○	○	○
PP-CNF50%				
判定	○	○	○	○

・ヒケ

図(2)-13 にヒケ量測定位置を図(2)-14 に従来材 PP 及び CNF 複合樹脂における成形工法別ヒケ量測定結果を示す。流動方向に対し、ゲート部から近い順に COR 面側のリブが配置されている位置を CAV 面側から①、②、③、④と合計 4 点測定を行なった。また、通常の射出成形でも成形が可能であった PP-CNF15%材に関しては、射出圧縮成形法に加え通常の射出成形法でも成形を行い、成形工法の違いによるヒケ量の差を確認した。以下に結果を記載する。

■ 従来材 PP

図(2)-14 より、従来材 PP において②、③、④の位置でヒケ量が最も小さく、平均して見ても最もヒケが小さいことが分かる。これは射出成形により保圧を加えたことでヒケの発生を抑制しているためであると考えられる。

■ PP-CNF15%材

・射出成形について

②、③、④の位置において最もヒケ量が大きく平均して見ても最もヒケが大きいことが分かる。従来材 PP 同様保圧を加えているにも関わらず、他の条件に比べてヒケ量が大きいことから、流動性が従来材 PP よりやや低下し保圧力を製品全体に伝達する前にゲートシールが発生してしまっているためであると考えられる。

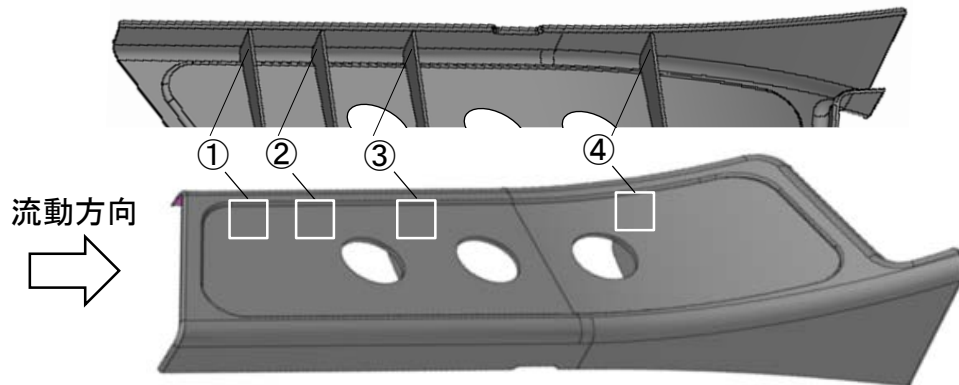
・射出圧縮成形について

射出成形で成形した PP-CNF15%材に比べ、②、③、④の位置でヒケ量が減少していることが分かる。これは、樹脂射出完了後に圧縮力を加えているため保圧に似た効果を発揮しているからだと考えられ、通常の保圧に比べゲートから徐々に力を加えるのではなく、全面に同じタイミングで力が加わることが大きな要因だと考えられる。また、通常の射出成形よりもゲート付近の①でのみヒケ量が大きいのは、ゲートに近い保圧が圧縮力よりもより強く加えられるためであると考えられる。

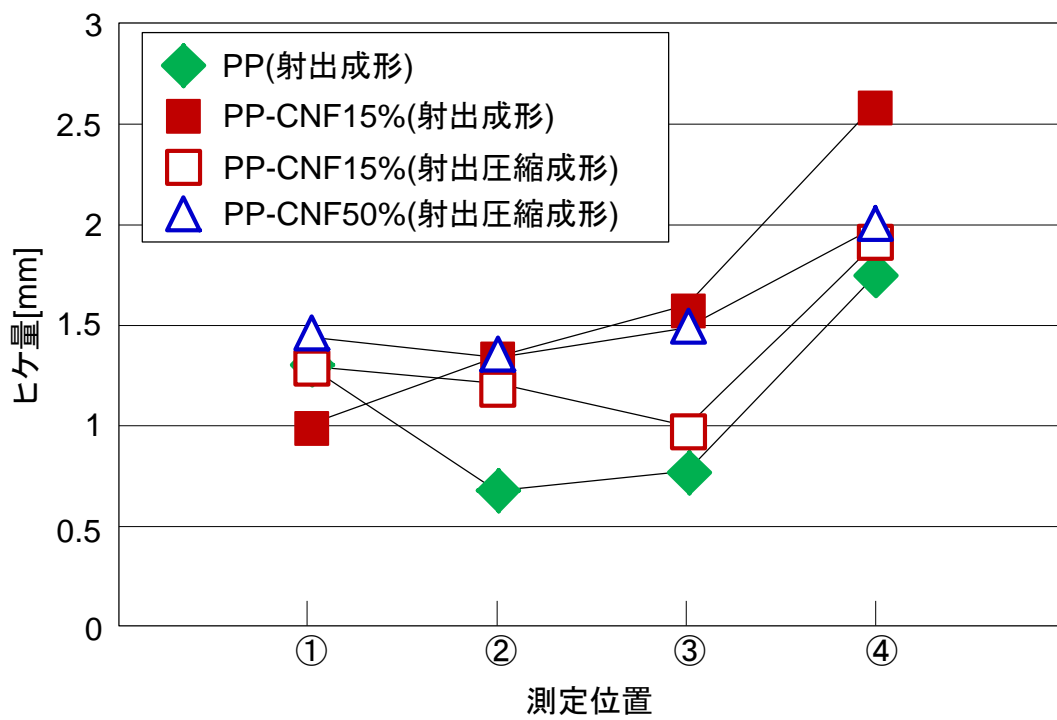
■ PP-CNF50%材

4つの条件の中で最も測定位置におけるバラつきが小さく、最大と最小の差が僅か 0.65 μm であった。また、PP-CNF15%材のヒケ量に比べ 0.15~0.5 μm 程度大きく、材料の特性の差によるヒケ量の差が現れる結果となった。

上記の結果から、従来材 PP に比べ最大で 1 μm 程度ヒケ量が大きかったものの、傾向としては概ね一致している。また、目視による確認ではその差に明確な違いはなく同とのヒケ量であるとの認識である。さらに、PP-CNF15%材において、通常の射出成形に比べ射出圧縮成形を適用することでヒケ量の低減効果があることが分かった。



図(2)-13 ヒケ量測定位置



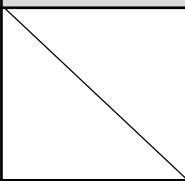
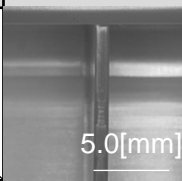
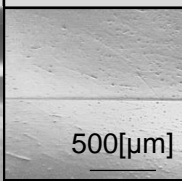
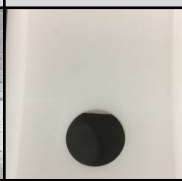

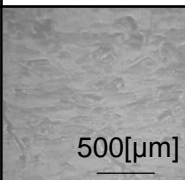
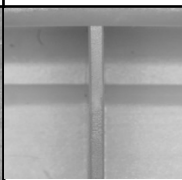



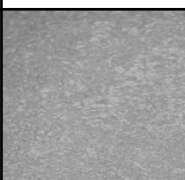
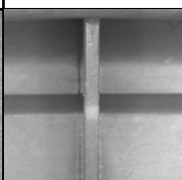



図(2)-14 従来材 PP 及び CNF 複合樹脂における成形工法別ヒケ量測定結果

・充填不足

充填不足に関しては、表(2)-9にて結果と考察を記載しているためここでの説明は割愛する。

表(2)-14にCNF複合樹脂における成形課題対策結果一覧を示す。これまでの取組結果から、金型構造状の対策、成形条件による対策、射出圧縮成形の適用により5つあった成形課題に対し4つの成形課題を解決することができた。残課題としてウェルドがあるものの従来材PPでも完全に解決することができなかったため、CNF複合樹脂特有の課題ではなく樹脂全般で発生する課題として捕らえ、次年度に対策を打つこととする。

表(2)-14 CNF複合樹脂における成形課題対策結果一覧

課題	繊維浮き	リブショート	ウェルド	ヒケ	充填不足
PP 射出成形					
課題解決	—	○	×	○	○
PP- CNF15% 射出 圧縮成形					
課題解決	○	○	×	○	○
PP- CNF50% 射出 圧縮成形					
課題解決	○	○	△	○	○
取組 内容	・樹脂温度と金型温度の温度差を小さくすることで繊維の沈み込む時間を確保	・金型構造の最適化によりガス抜け性を向上	・樹脂温度、金型温度を上昇させるも通常の射出成形では改善不可	・射出速度及び圧縮時間の最適化	・流路と射出速度補填のため射出圧縮成形を適用

③CNF 複合樹脂の車載部品性能面での信頼性改善

概要

平成 27 年度の取組において車載部品の信頼性試験を実施した結果、CNF 複合樹脂で製造した車載部品で 4 項目の合格基準未達が発生した。一方で、車載部品にも多くの種類がありそれぞれの配置される場所や使用環境等により必要とされるスペックが異なる。平成 27 年度の取組で実施した車載信頼性試験項目の一部は、設置される場所や使用環境等を考慮した試験項目選定及び合格基準設定になっておらず、本来必要とされるスペックに対して過度の信頼性試験を実施している項目もあった。また、平成 27 年度に実施した車載信頼性試験の中には、母材である従来材 PP においても合格基準未達の項目があり、車載信頼性試験項目及び合格基準の再選定と従来材 PP の再選定が必要となった。

そこで本項では、まず初めに想定している車載部品(スカッフプレート)における必要な車載信頼性試験項目の再選定と合格基準の設定を行った後、母材となる従来材 PP の再選定を行なった。また、再選定後の母材をベースに製造した CNF 複合樹脂にて再選定後の車載信頼性試験を実施した。今回は、車載部品への適用見込みが高い PP-CNF15%材にて車載信頼性試験を実施するとともに、従来材 PP(再選定後の母材 PP ナチュラル)でも同様の試験を行ない、結果を比較した。

車載信頼性試験項目の再選定及び合格基準の設定

表(2)-15 に再選定後の車載信頼性試験項目及び合格基準を示す。全 10 項目の信頼性試験を選定し、合格基準は変色、クラック、寸法変化が無きこととした。

本取組で対象としている車載部品のスカッフプレートは、車内でドア部足元付近に設置される。基本的に設置位置から取り外すことはあまりなく車内に常設されているため、温度・湿度の変化や直射日光、塵埃の影響を絶えず受けることが考えられる。また、ドアの開閉や走行時に衝撃や振動を受けることも考えられ、さらに、洗車時に水や洗浄剤が付着することが考えられる。上記の理由から、設置場所や使用環境を考慮した上で表(2)-15 に示す車載信頼性試験 10 項目とした。

また、試験条件についても同様に車載部品使用時に考えられる数値を設定しており、その試験方法も JIS 等で定められた方法・方式に則って実施した。本合格基準を達成することで信頼性を確保できると考えている。

表(2)-15 再選定後の車載信頼性試験項目及び合格基準

試験項目	試験条件	合格基準
高温放置	85°C × 1000h	変色、クラック、寸法変化 無きこと
低温放置	-40°C × 1000h	
高温高湿放置	温度60°C × 湿度90%RH × 1000h	
熱衝撃	80°C ⇄ -40°C 各30分 × 1000サイクル	
衝撃	規定パルス衝撃試験 980m/s ² (100G)、6msec、3回 × 6方向	クラック、寸法変化 無きこと
振動	10~500Hz 49m/s ² 8h × 3方向	
耐水性	常温水中100mmの水深に30min浸水	変色、クラック、寸法変化 無きこと
耐光性	JIS D 0205サンシャインカーボンアーク照射 BP83°C、湿度50%、150h	
塵埃	JIS D 0207 温度：20±15°C 湿度45~85% 循環5秒、停止15分 ダスト濃度100mg/m ³ 、8h	
耐薬品性	MIL-STD-202G(フラスがけ法) 飲料水・洗剤	

CNF 複合樹脂における母材 PP の再選定

表(2)-16 に母材 PP 再選定における候補 PP グレードとその特性を示す。左枠に示す BC03B が平成 27 年度の実験時から採用している母材 PP(従来材 PP)グレードとなっている。

平成 27 年度の実験内で実施した車載信頼性試験において、合格基準未達となった 4 項目の内、母材 PP においても基準未達となった信頼性試験項目は、耐衝撃試験、耐摩擦試験、耐油脂汚染性試験の 3 項目である。このうち耐衝撃性と耐摩擦性の 2 項目が樹脂の強度に由来するものである。また、前述にて再選定した車載信頼性試験において、衝撃試験が共通して選定されている。そのため、衝撃特性を車載信頼性試験の中で重要、且つ、合格基準達成が困難な項目と位置付けた。

上記を考慮した上で、表(2)-16 で候補に挙げたグレード①、②は、いずれもシャルピー衝撃強度が BC03B よりも高いものを選定している。

これら、車載信頼性試験項目及び合格基準の最適化と母材 PP の再選定を行なうことにより、信頼性試験における課題の対策を行い信頼性の改善を図った。

表(2)-16 母材 PP 再選定における候補 PP グレードとその特性

評価項目	BC03B	①	②
引張強さ[MPa]	26	20	20
引張弾性率[MPa]	1400	—	—
曲げ強さ[MPa]	36	26	26
曲げ弾性率[MPa]	1350	980	1000
シャルピー衝撃強度[kJ/m ²]	6.5	12	破壊せず

表(2)-17 に各母材 PP における CNF15%添加時の機械的特性及び信頼性衝撃試験結果を示す。BC03B-CNf15%材と比較し、①、②-CNf15%材では、いずれの材料も引張特性及び曲げ弾性率が低下し、曲げ強度とシャルピー衝撃強度が向上する結果となった。元々の材料特性の差が、CNF と複合化された後も現れており、当初の目的通り衝撃特性の向上を図ることができた。

一方、表の最下段に記載している再選定された車載信頼性試験項目における衝撃試験結果は、いずれの PP グレードで製造された CNF 複合樹脂でも合格基準を達成しており、平成 27 年度から使用している BC03B で車載信頼性試験を実施する方が、引張・曲げの特性の観点から好ましい結果となった。

上記の結果から、平成 27 年度に実施した信頼性衝撃試験は、想定している車載部品に対して過度な信頼性試験を実施していた可能性が高く、再選定された車載信頼性試験における衝撃試験では、従来から使用している BC03B でも合格基準を達成できることが明らかとなった。このため、今年度は平成 27 年度から使用している BC03B を母材として製造された CNF 複合樹脂にて車載信頼性試験を実施することとした。

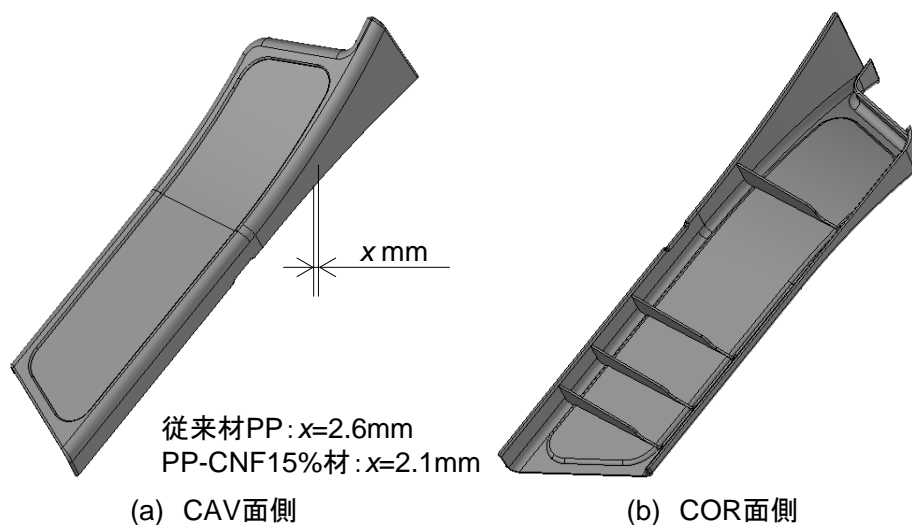
表(2)-17 各母材 PP における CNF15%添加時の機械的特性及び信頼性衝撃試験結果

材料	BC03B-CNF15%	①-CNF15%	②-CNF15%
引張強度[MPa]	30.7	26.9	25.0
引張弾性率[MPa]	2060	1400	1280
曲げ強度[MPa]	39.9	48.6	44.6
曲げ弾性率[MPa]	1890	1740	1590
シャルピー衝撃強度 [kJ/m ²]	2.2	6.18	6.76
信頼性衝撃試験(再選定)	○	○	○

CNF 複合樹脂における車載信頼性試験

前述までの取組により、設置場所や使用環境を考慮した車載信頼性試験項目に最適化された。また、母材 PP グレードにおいても耐衝撃性向上の取組を行い最適な PP グレードを選定した。

そこで、本項では再選定された PP グレード(BC03B)において製造された PP-CNF15%材を元に、製品重量が PP 比 15%軽量化された車載部品を成形し、表(2)-15 に示す車載信頼性試験を行なった。図(2)-15 に車載信頼性試験用車載部品形状を示す。図の通り、従来材 PP が 2.6mm であるのに対し、PP-CNF15%材は PP 比 15%軽量化されたモデルであるため、板厚が 2.1mm に設定されている。本形状において、表(2)-5 に示す条件で従来材 PP 及び PP-CNF15%材(PP 比 15%軽量化モデル)を成形し、車載信頼性試験を実施後に各評価を行なった。



図(2)-15 車載信頼性試験用車載部品形状

・高温放置試験

図(2)-16 に各樹脂材料における高温放置試験後のサンプル外観を示す。下記に結果を記載する。

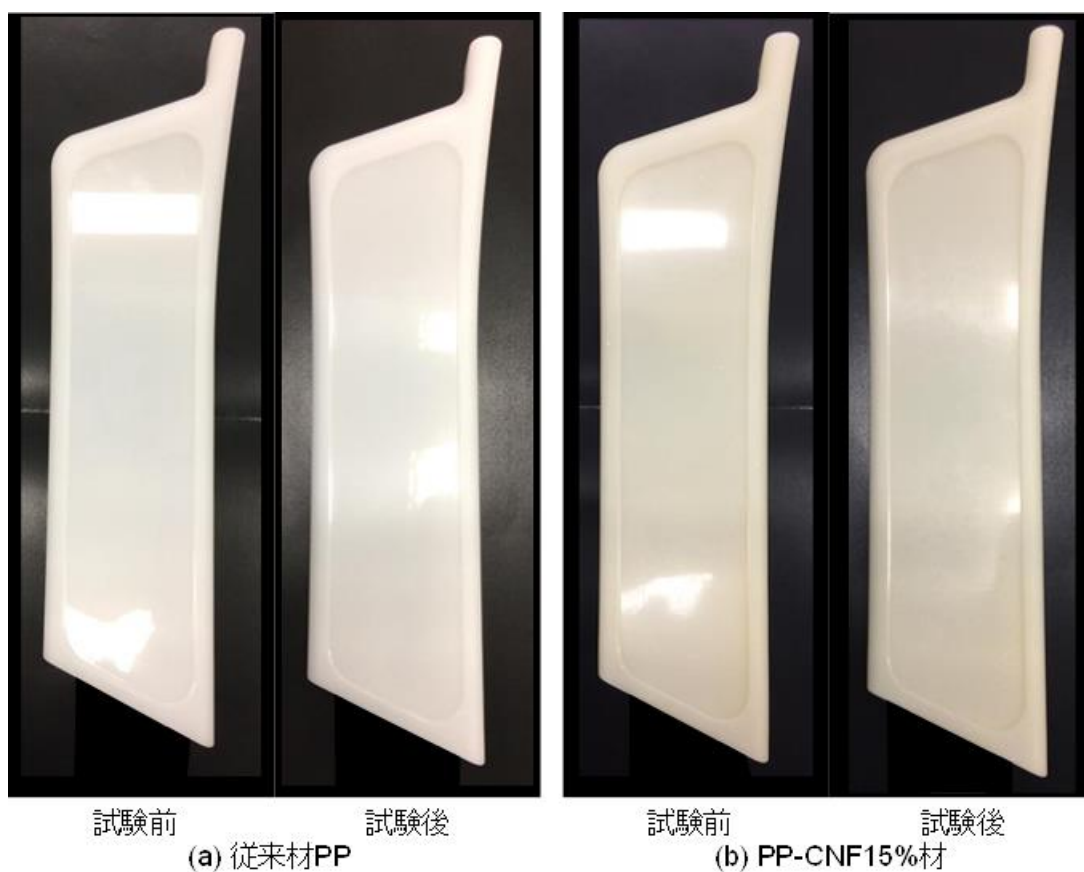
■従来材 PP について

試験の前後で車載部品の変色やクラック、寸法の変化はなかった。

■PP-CNF15%材について

従来材 PP 同様、試験の前後で車載部品の変色やクラック、寸法の変化はなかった。

上記の結果から、従来材 PP 及び PP-CNF15%材ともに高温放置試験の合格基準を達成した。



図(2)-16 各樹脂材料における高温放置試験後のサンプル外観

・低温放置試験

図(2)-17 に各樹脂材料における低温放置試験後のサンプル外観を示す。下記に結果を記載する。

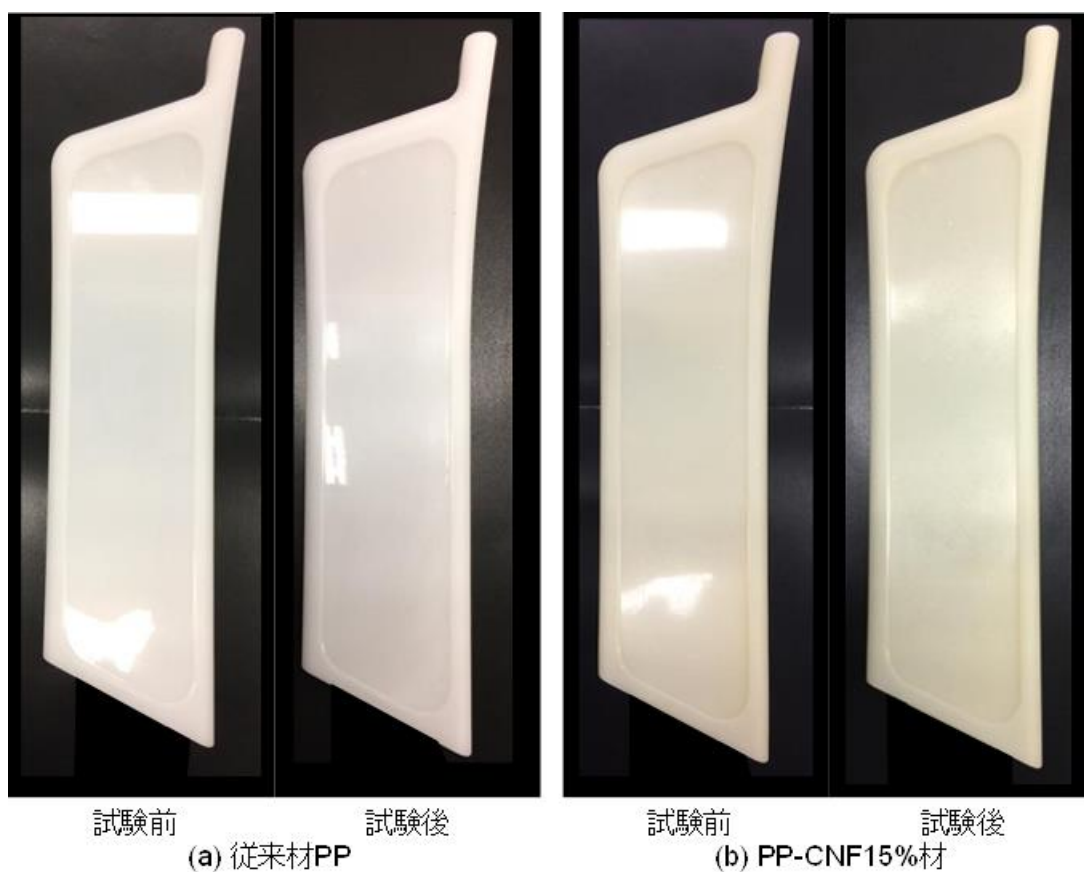
■従来材 PP について

試験の前後で車載部品の変色やクラック、寸法の変化はなかった。

■PP-CNF15%材について

従来材 PP 同様、試験の前後で車載部品の変色やクラック、寸法の変化はなかった。

上記の結果から、従来材 PP 及び PP-CNF15%材ともに低温放置試験の合格基準を達成した。



図(2)-17 各樹脂材料における低温放置試験後のサンプル外観

・高温高湿放置試験

図(2)-18 に各樹脂材料における高温高湿放置試験後のサンプル外観を示す。下記に結果を記載する。

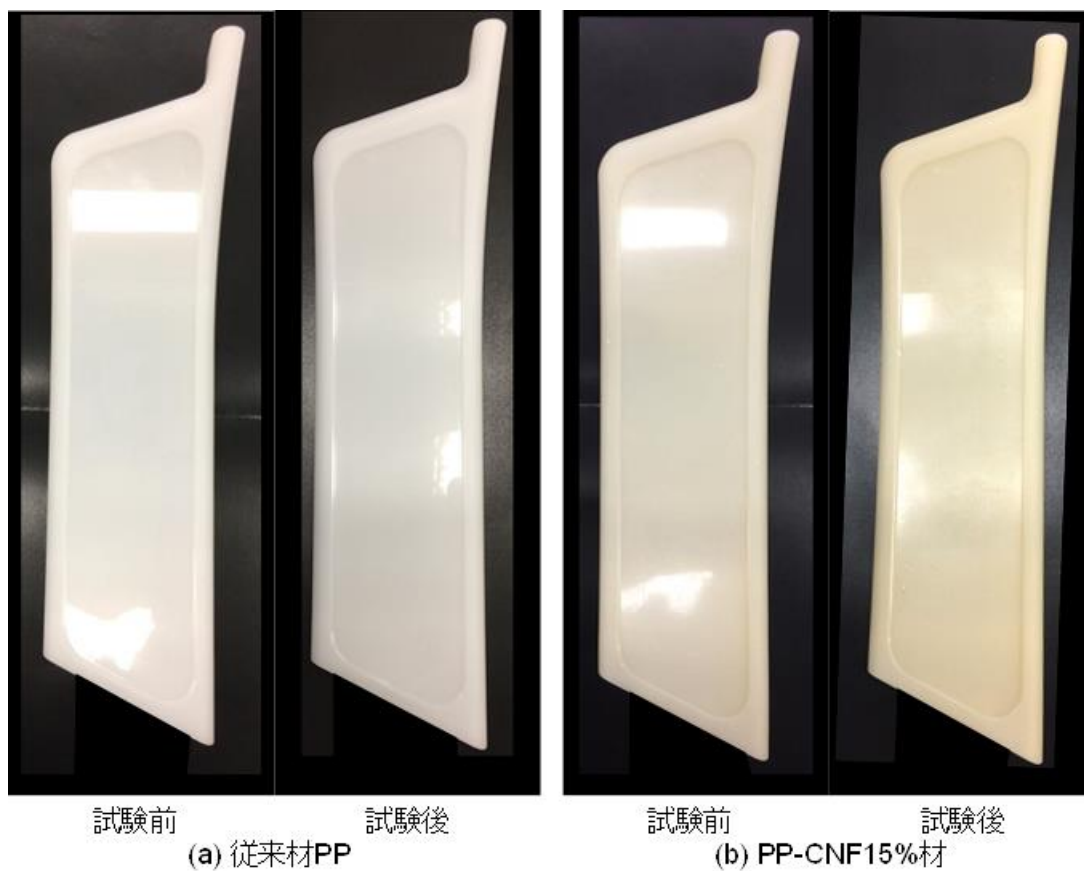
■従来材 PP について

試験の前後で車載部品の変色やクラック、寸法の変化はなかった。

■PP-CNF15%材について

クラックや寸法の変化はなかったものの、製品全面が茶色に変色した。高温放置試験が合格基準を達成したことを考慮すると、高湿が影響を与えているか、或いは、高温状況下に高湿が加わることで CNF に何らかの影響を及ぼしており、製品が茶色に変色したものと考えられる。

上記の結果から、従来材 PP では高温高湿放置試験の合格基準を達成したものの、PP-CNF15%材では合格基準未達という結果になった。



図(2)-18 各樹脂材料における高温高湿放置試験後のサンプル外観

・熱衝撃試験

図(2)-19 に各樹脂材料における熱衝撃試験後のサンプル外観を示す。下記に結果を記載する。

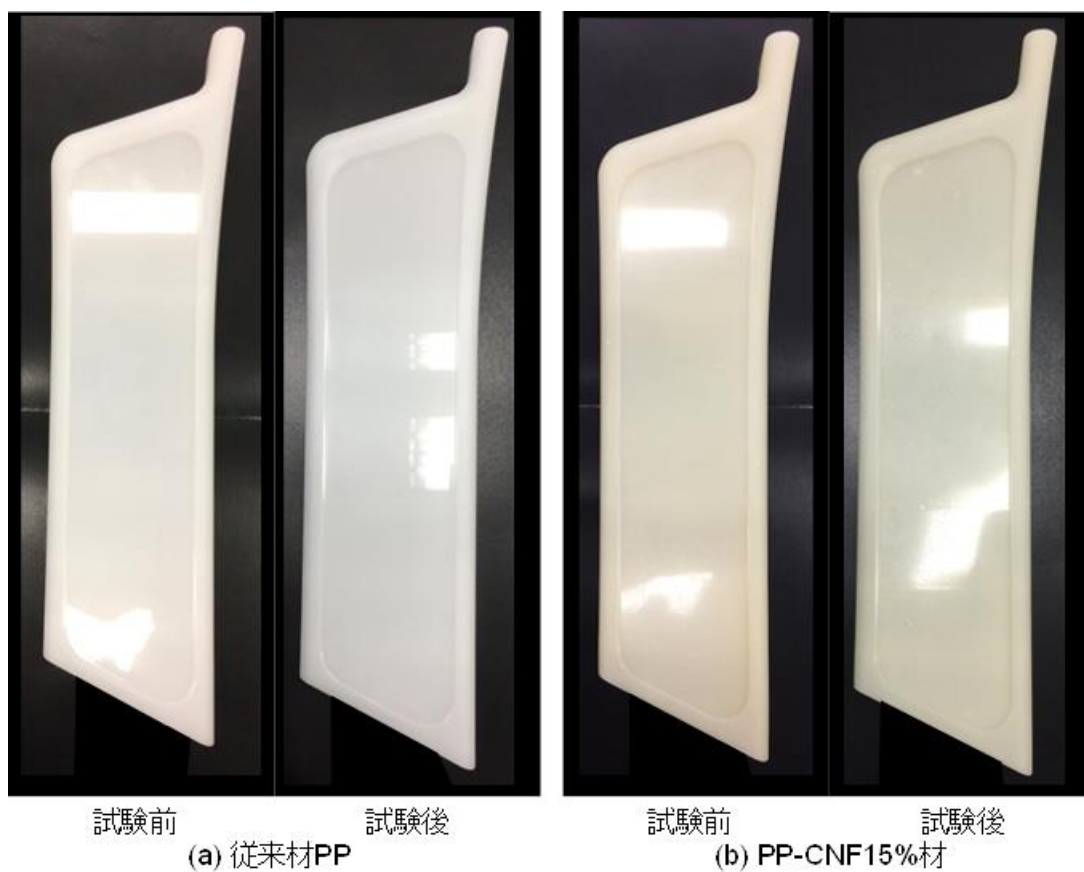
■従来材 PP について

試験の前後で車載部品の変色やクラック、寸法の変化はなかった。

■PP-CNF15%材について

従来材 PP 同様、試験の前後で車載部品の変色やクラック、寸法の変化はなかった。

上記の結果から、従来材 PP 及び PP-CNF15%材ともに熱衝撃試験の合格基準を達成した。



図(2)-19 各樹脂材料における熱衝撃試験後のサンプル外観

・衝撃試験

図(2)-20 に各樹脂材料における衝撃試験後のサンプル外観を示す。下記に結果を記載する。

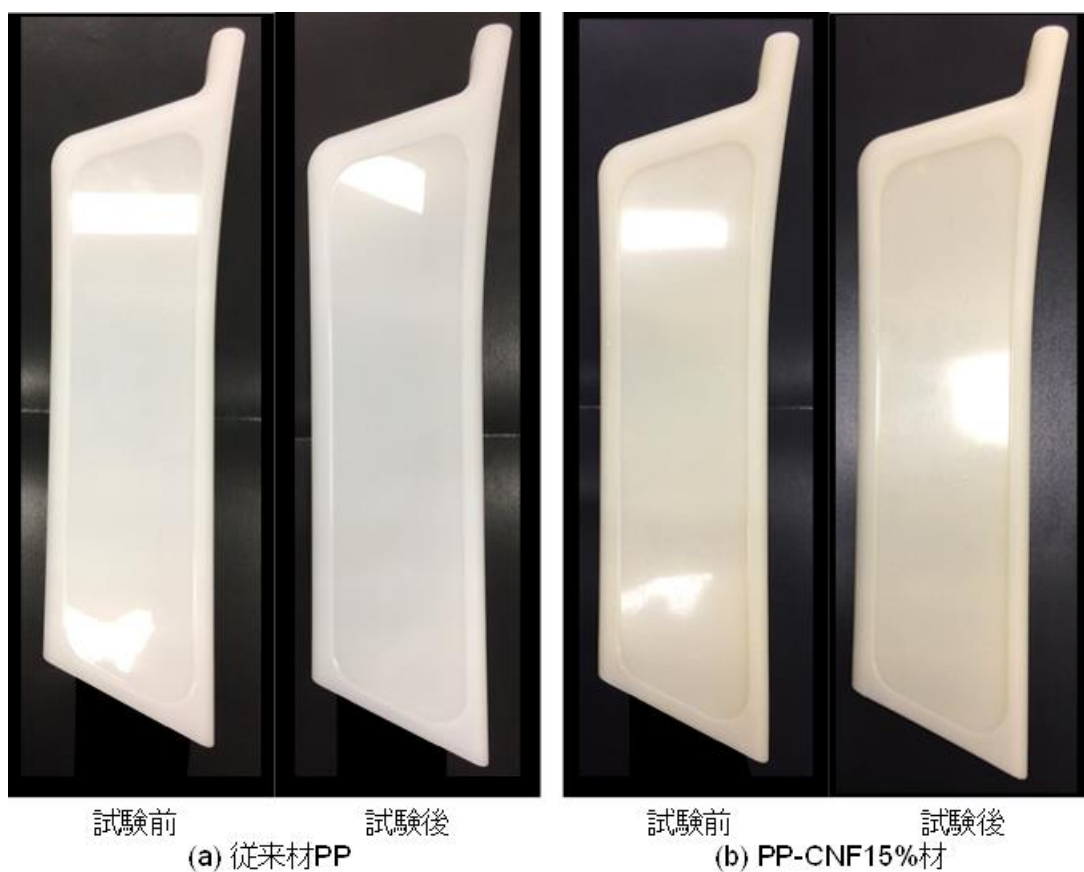
■従来材 PP について

試験の前後で車載部品にクラックや、寸法の変化はなかった。

■PP-CNF15%材について

従来材 PP 同様、試験の前後で車載部品にクラックや寸法の変化はなかった。

上記の結果から、従来材 PP 及び PP-CNF15%材ともに衝撃試験の合格基準を達成した。



図(2)-20 各樹脂材料における衝撃試験後のサンプル外観

・振動試験

図(2)-21 に各樹脂材料における振動試験後のサンプル外観を示す。下記に結果を記載する。

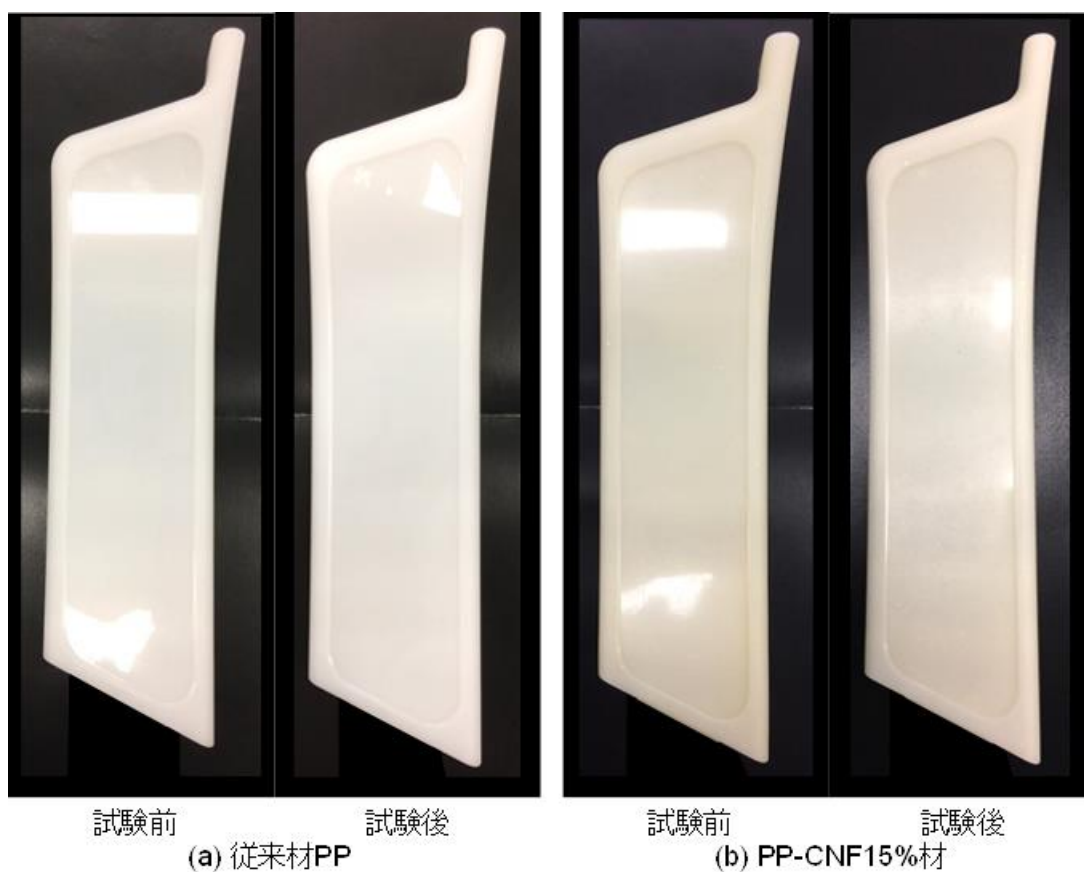
■従来材 PP について

試験の前後で車載部品にクラックや、寸法の変化はなかった。

■PP-CNF15%材について

従来材 PP 同様、試験の前後で車載部品にクラックや寸法の変化はなかった。

上記の結果から、従来材 PP 及び PP-CNF15%材ともに振動試験の合格基準を達成した。



図(2)-21 各樹脂材料における振動試験後のサンプル外観

・耐水性試験

図(2)-22 に各樹脂材料における耐水性試験後のサンプル外観を示す。下記に結果を記載する。

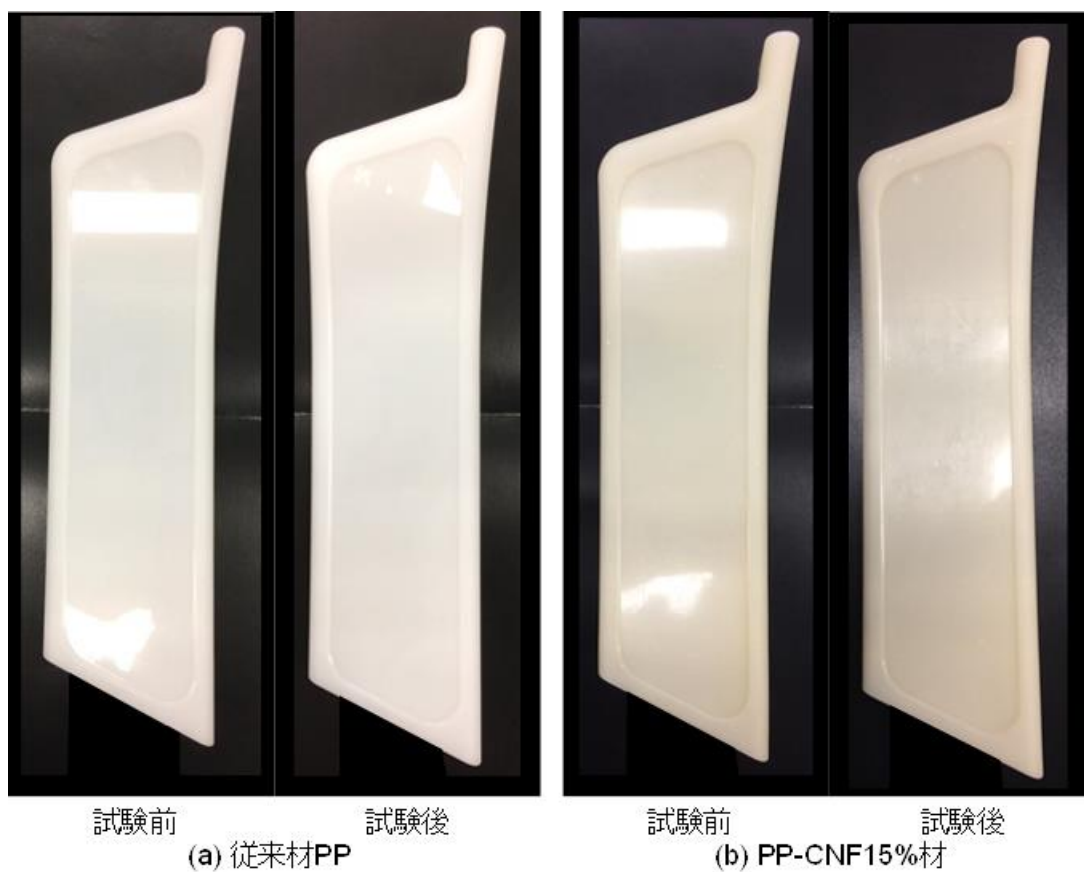
■従来材 PP について

試験の前後で車載部品の変色やクラック、寸法の変化はなかった。

■PP-CNF15%材について

従来材 PP 同様、試験の前後で車載部品の変色やクラック、寸法の変化はなかった。

上記の結果から、従来材 PP 及び PP-CNF15%材ともに耐水性試験の合格基準を達成した。



図(2)-22 各樹脂材料における耐水性試験後のサンプル外観

・耐光性試験

図(2)-23 に各樹脂材料における耐光性試験後のサンプル外観を示す。下記に結果を記載する。

■従来材 PP について

試験後のサンプル表面全体に無数のクラックが発生した。これは、従来材 PP の特徴である経年酸化による樹脂の劣化を防止するために添加されている、酸化防止剤が照射されたサンシャインカーボンアークの影響で消費され添加量の許容値を超えたため、製品表面で分解が発生したと考えられる。

■PP-CNF15%材について

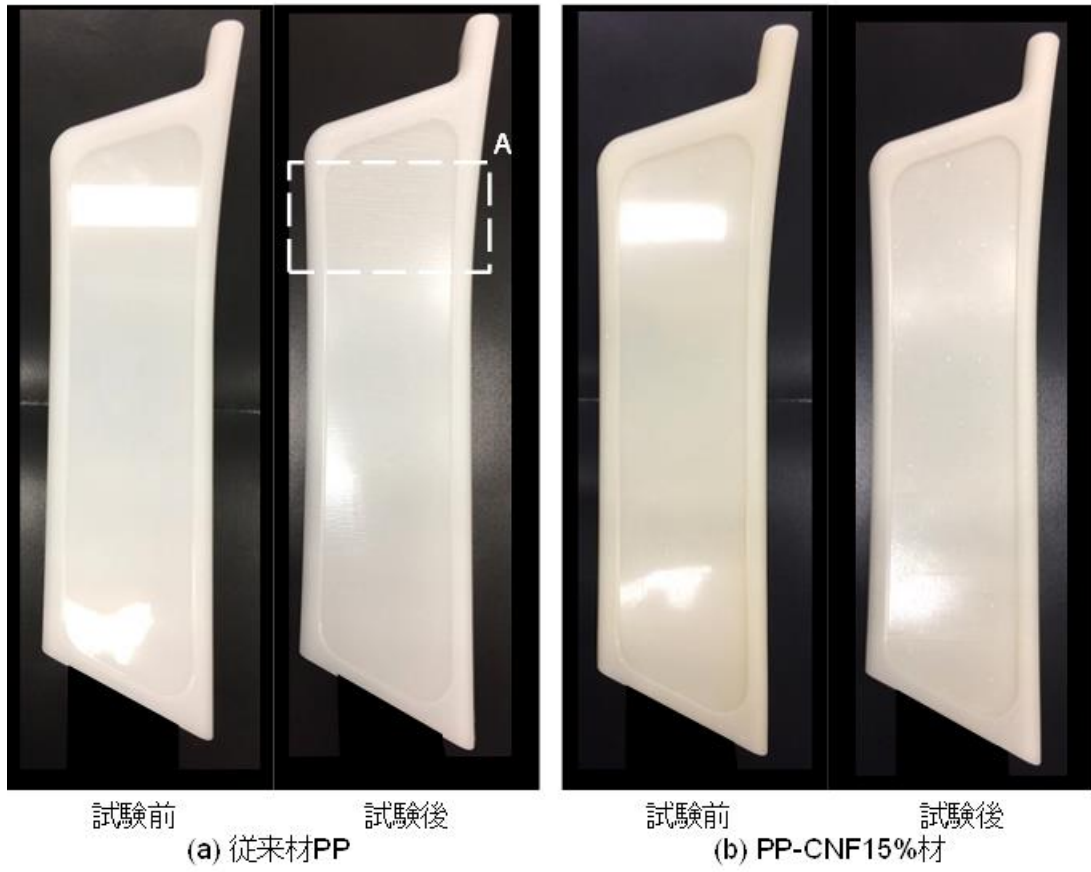
クラックや寸法の変化はなかったものの、製品全面がやや色褪せ PP-CNF15%材のナチュラル色に比べ、より白色に変化(白色化)した。分光測定器による色差分析によると、試験前後で色差 $\Delta E=3.44$ であり目視で認識できるレベルの変化が発生していた。

従来材 PP に CNF を加えた影響として、CNF の添加量に応じ成形時に徐々に黄変・褐色化するため、元々の PP-CNF15%材で製造された成形品はクリーム色をしている。成形時の樹脂温度やせん断発熱により、黄変・褐色化が生じた樹脂中の黄色成分が、照射されたサンシャインカーボンアークにより黄色成分が褪色し、結果として白色化したと考えられる。

上記の結果から、従来材 PP 及び PP-CNF15%材ともに耐光性試験の合格基準を達成することができなかった。しかし、PP-CNF15%材では変色(白色化)が発生したものの、CNF を 15% 添加したことで製品表面のクラックが発生しなかったため、耐光性に関しては従来材 PP よりも良い方向に改善していると捕らえることもできる。



拡大図A:表面クラック



試験前

試験後

(a) 従来材PP

試験前

試験後

(b) PP-CNF15%材

図(2)-23 各樹脂材料における耐光性試験後のサンプル外観

・塵埃試験

図(2)-24 に各樹脂材料における塵埃試験後のサンプル外観を示す。下記に結果を記載する。

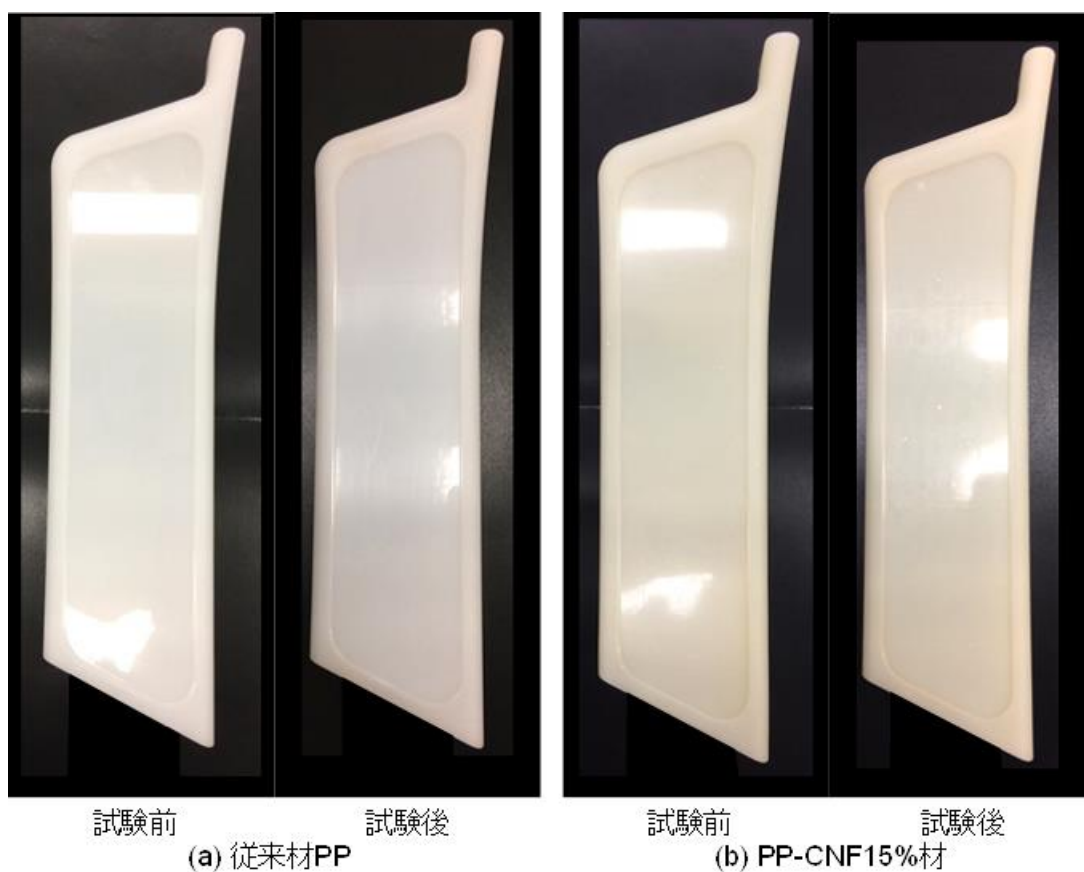
■従来材 PP について

試験の前後で車載部品の変色やクラック、寸法の変化はなかった。

■PP-CNF15%材について

従来材 PP 同様、試験の前後で車載部品の変色やクラック、寸法の変化はなかった。

上記の結果から、従来材 PP 及び PP-CNF15%材ともに塵埃試験の合格基準を達成した。



図(2)-24 各樹脂材料における塵埃試験後のサンプル外観

・耐薬品性試験(飲料水)

図(2)-25 に各樹脂材料における耐薬品性試験(飲料水)後のサンプル外観を示す。下記に結果を記載する。

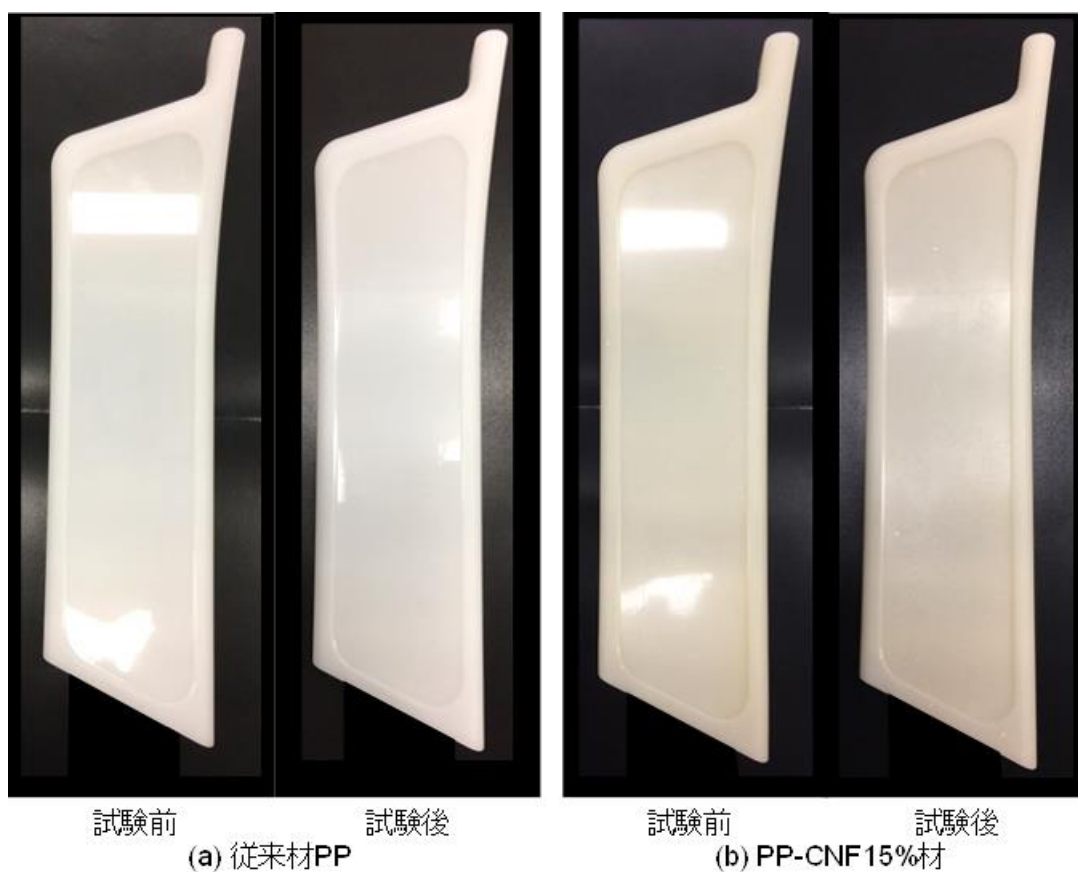
■従来材 PP について

試験の前後で車載部品の変色やクラック、寸法の変化はなかった。

■PP-CNF15%材について

従来材 PP 同様、試験の前後で車載部品の変色やクラック、寸法の変化はなかった。

上記の結果から、従来材 PP 及び PP-CNF15%材ともに耐薬品性試験(飲料水)の合格基準を達成した。



図(2)-25 各樹脂材料における耐薬品性試験(飲料水)後のサンプル外観

・耐薬品性試験(洗浄剤)

図(2)-26 に各樹脂材料における耐薬品性試験(洗浄剤)後のサンプル外観を示す。下記に結果を記載する。

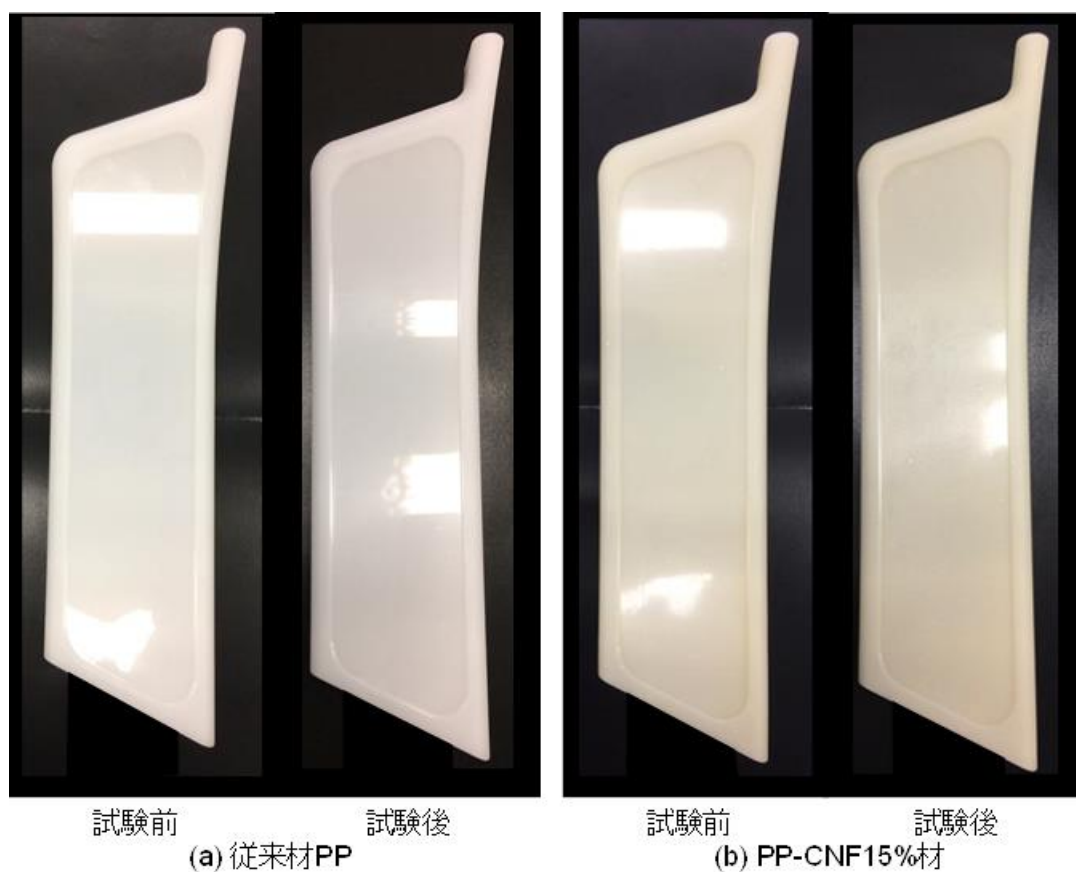
■従来材 PP について

試験の前後で車載部品の変色やクラック、寸法の変化はなかった。

■PP-CNF15%材について

従来材 PP 同様、試験の前後で車載部品の変色やクラック、寸法の変化はなかった。

上記の結果から、従来材 PP 及び PP-CNF15%材ともに耐薬品性試験(洗浄剤)の合格基準を達成した。



図(2)-26 各樹脂材料における耐薬品性試験(洗浄剤)後のサンプル外観

表(2)-18 に従来材 PP 及び PP-CNF15%材における車載信頼性試験結果一覧を示す。表に示す通り、高温高湿放置試験においては、従来材 PP では合格基準を達成しているが PP-CNF15%材では合格基準未達となった。この結果については、引続き原因を追究するとともに平成 29 年度 of 取組で対策を講じる。また、耐光性試験においては、母材となっている従来材 PP では表面にクラックが発生し、PP-CNF15%材では変色(白色化)が発生し、それぞれ違った結果が現れた。しかし、CNF を添加することで表面クラックの発生を抑制できることから、CNF 複合樹脂の方が従来材 PP よりも直射日光や紫外線に強い可能性も見えてきたため、平成 29 年度は製品の着色も含めて対策を講じる。

上記の結果から、今年度実施した全 10 項目の車載信頼性試験において高温高湿放置及び耐光性試験を除く 8 項目が合格基準を達成した。

表(2)-18 従来材 PP 及び PP-CNF15%材における車載信頼性試験結果一覧

試験項目	試験条件	評価結果	
		PP	PP-CNF15%
高温放置	85°C × 1000h	○	○
低温放置	-40°C × 1000h	○	○
高温高湿放置	温度60°C × 湿度90%RH × 1000h	○	×(褐色化)
熱衝撃	80°C ⇄ -40°C 各30分 × 1000サイクル	○	○
衝撃	規定パルス衝撃試験 980m/s ² (100G)、6msec、3回 × 6方向	○	○
振動	10~500Hz 49m/s ² 8h × 3方向	○	○
耐水性	常温の水中100mmの水深に30min浸水	○	○
耐光性	JIS D 0205 サンシャインカーボンアーク照射 BP83°C、湿度50%、150h	× (クラック)	× (変色)
塵埃	JIS D 0207 温度：20 ± 15°C 湿度45~85%循環5秒、停止15分 ダスト濃度100mg/m ³ × 8h	○	○
耐薬品性	MIL-STD-202G(ブラシがけ法) 飲料水・洗浄剤	○	○

○:基準達成 ×:基準未達

3. まとめ

本事業では、現状の湿式製法により作製された CNF 製品と同等以上の性能を確保しつつ、CNF 複合樹脂材料の製造から CNF 製品の成形加工に至るまでの製造時の CO₂ 排出の総量が従来材料より少ない CNF 複合樹脂製品の実現を目的としている。今年度のそれぞれの活動、(1)CNF 複合樹脂材料の全乾式製法の開発と(2)CNF 複合樹脂材料の成形加工法の開発について、まとめを下記に示した。

(1) CNF 複合樹脂材料の全乾式製法の開発まとめ

本年度は、全乾式製法における材料、プロセス、設備の各因子が製造時の CO₂ 排出量および CNF 複合樹脂材料の性能へ及ぼす影響を定量評価するとともに、CO₂ 排出量の削減および現状製法と同等の性能確保に向けた対策の方向性を見出すことに取り組んだ。本年度の業務の達成度を評価する指標として、以下(i)、(ii)に示す事業目標を設定し、それらの目標をすべて達成した。

(i) 全乾式製法による CNF 複合樹脂材料の製造時の CO₂ 排出量が、従来材料であるマトリクス樹脂 PP の CO₂ 排出量(1.5kg-CO₂/kg-CNF) を下回ること。

- ・ ロール混練機において、ロール径を大径化し、生産量を 30kg/h、CNF 濃度 50%にすることで、CO₂ 排出量 0.99kg-CO₂/kg-CNF となり、今年度目標を達成した。
- ・ 二軸混練機において、CNF 濃度 30%にすることで、CO₂ 排出量 1.11kg-CO₂/kg-CNF となり、今年度目標を達成した。

(ii) 全乾式製法による CNF 複合樹脂材料の性能が従来材料を上回ること。

引張弾性率：従来材料（100%PP）比 1.3 倍以上

引張強度：従来材料（100%PP）比 1.03 倍以上

- ・ 目標 CO₂ 排出量を達成できたロール混練機で作製した複合樹脂、ならびに二軸混練機で作製した複合樹脂ともに、引張弾性率が従来材料比 1.5 倍以上、引張強度が従来材料比 1.1 倍以上となり、今年度目標を達成した。

(2) CNF 複合樹脂材料の成形加工法の開発まとめ

本年度は成形加工時の CO2 排出量を抑制し、従来材と同等の成形性を得られる成形技術を開発する。また、CNF 複合樹脂の機械的特性を考慮した車載部品の軽量化を図るとともに、車載部品の成形課題(外観品位)及び車載信頼性評価課題の解決に取り組んだ。本年度の業務の達成度を評価する指標として、下記の(i)、(ii)の目標を設定し、そのすべてを達成した。

(i) 目標：CNF 複合樹脂における CO2 排出量を削減すること。

- PP-CNF15%材：従来材 PP 比 1.0 倍
 - ⇒射出圧縮成形の適用により、従来材 PP 比 0.77 倍を達成
 - ⇒射出圧縮成形の適用により、従来材 PP 同等以上の流動性を確保
 - ⇒射出圧縮成形されたダンベル試験片にて引張特性低下の発生なしを確認
- PP-CNF50%材：従来材 PP 比 1.2 倍
 - ⇒射出圧縮成形の適用により、従来材 PP 比 1.08 倍を達成

(ii) 目標：CNF 複合樹脂にて従来材 PP と同等以上の機械的特性を確保し、且つ、製品重量を 15%軽量化すること。

- PP-CNF15%材
 - ⇒薄肉化された車載部品モデルにおいて従来材 PP 比 15%製品重量化達成
 - ⇒製品重量が PP 比 15%軽量化された車載部品において車載信頼性 8 項目の基準達成
- PP-CNF50%材
 - ⇒薄肉化された車載部品モデルにおいて従来材 PP 比 14.7%製品重量化達成