

令和 5 年度環境省委託業務

令和 5 年度脱炭素型循環経済システム構築促進事業
(うち、プラスチック等資源循環システム構築実証事業)
再生プラスチックの機能を回復させる手法の研究開発とその循環モデルの検証
委託業務

成果報告書

(公開版)

令和 6 年 3 月

申請法人：株式会社 G S I クレオス

事業の要旨

申請法人：株式会社G S I クレオス

1. 本事業の背景

社会の基礎インフラである電力、通信、鉄道、ガスなどは、我が国国内に広く送電網が築かれており、ライフラインとしての重要性は論を俟たない。これら送電網に用いられる電気設備資材（以降、電材）は、長期間にわたる高い力学的性能と共に、難燃性、絶縁性、耐電圧性などの機能性においても極めて要求性能水準の高い製品である。

一方、その要求性能の高さゆえに、これまで再生品の使用は制限されてきた。特に難燃剤を添加した難燃樹脂は、回収後の再生品における力学的性能と機能性の低下が著しく、再生品使用を妨げる主要因である。

難燃性再生樹脂の力学的、機能性の回復は、予てユーザー側より強く求められているところである。

2. 本事業の目的

本事業では、要求性能の高い「難燃性樹脂製電材」の物性の回復と再生品の使用拡大を目的として、バージン樹脂製電材から再生樹脂製電材への水平リサイクルのための各種開発事業を実施する。

電材は社会インフラを担う電力、通信、鉄道、ガス企業が使用する主要部材の一つであり、力学的にも機能的にも高い水準が要求される部材であるが、屋外での長期ばく露による樹脂の劣化が顕著で、再生品の使用拡大には幾つかの課題がある。

本事業では、各種課題のうち、力学的物性及び機能性の回復、使用済み樹脂再生回数の増加、再生樹脂製造コスト低減の課題解決を目的とする。

本事業の概念を以下に示す。



事業概念図

3. 本年度の成果

(1) 既存材料の物性評価

電材は、電気設備の技術基準の解釈(以降、電技)、配電規程、インフラのメーカー規定の規格等のスペックに合う材料の使用が義務付けられている。協力先である電材大手の大東電材では、スペック対応の材料・製品を保有しており、その評価方法の各種物性の評価を実施した。評価結果のまとめを以下に示す。

難燃性バージン LDPE の各種評価結果

試験項目			規格	バージン品
材料引張	常態	引張強さ (MPa)	9.8MPa以上	16.0MPa
		伸び (%)	350%以上	702%
	加熱老化後	引張強さ残率 (%)	常態に対して引張強さ残率80%以上	96.5%
		伸び残率 (%)	常態に対して伸び残率65%以上	94.7%
難燃性		JIS K 6911 B法	V-0級であること	V-0
耐電圧		乾燥	15000V・1minで異常ないこと	異常なし
		散水	10000V・1minで異常ないこと	異常なし

(2) 最適配合の検討

本事業で使用する LDPE 材料は、難燃性と非難燃性、バージン品と再生品が市場に流通されている。

難燃性材料は、LDPE に難燃剤が添加されたものだが、難燃剤の添加と混合工程の付加に伴い高コストとなる。一方、非難燃材料は、難燃剤が含まれていないことから比較的 low コストである。

本年度は、本研究目的を念頭に最適な材料配合を検討した。具体的には、特異な結晶構造を有する CSCNT のグレードと添加量に加え、任意に調整可能な線長、表面状態、分散性、結晶度等の配合、組み合わせを表にまとめた。

特に CSCNT の添加量については、これまでの申請者の実経験から、比較的 low 濃度領域から物性向上が発現することを確認している。

①樹脂グレード

難燃性バージン LDPE、難燃性再生 LDPE、非難燃性バージン LDPE、非難燃性再生 LDPE

②CSCNT 種の選定

長尺 CSCNT(標準グレード: 24PS)、長尺ほぐし CSCNT(24YD)、短尺ほぐし CSCNT(TJ20A-YD)、長尺ほぐし官能基付与 CSCNT(24YD-O)、長尺結晶度調整(24LHT)

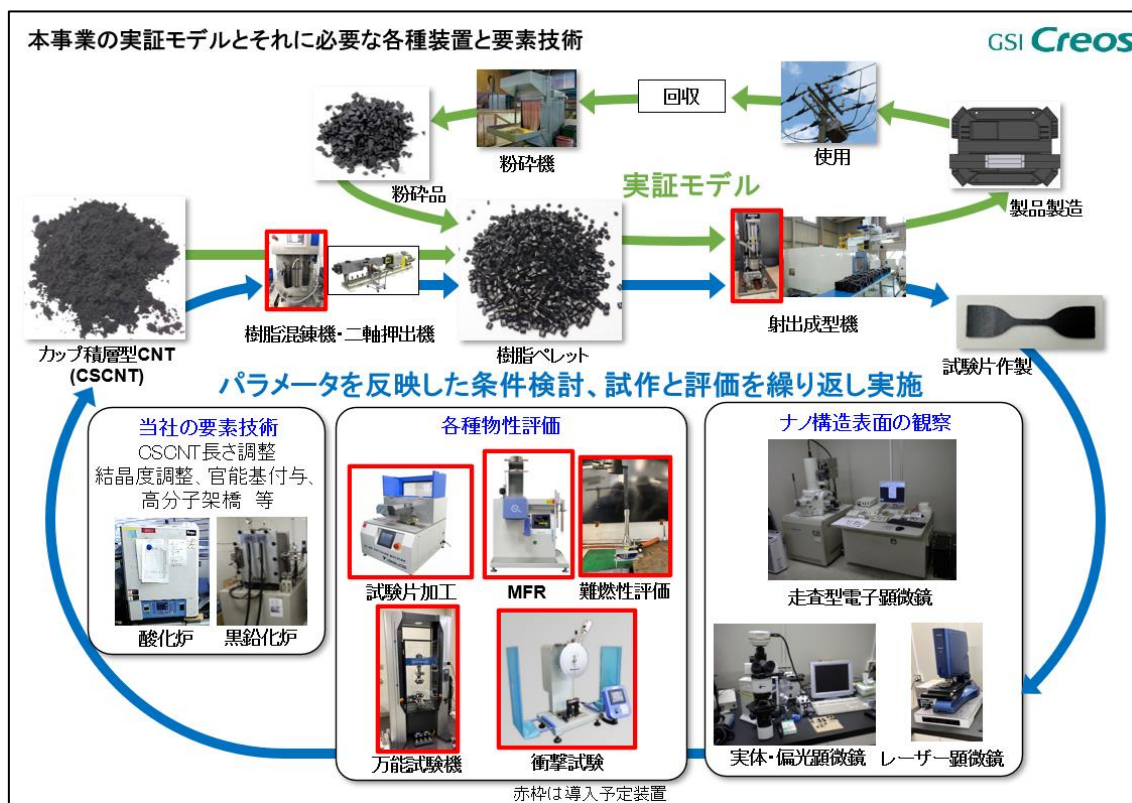
③CSCNT 濃度

0.5%、1%、3%

(3) 試作検討及び評価方法の検討

今後、上記(2)に記載の通り、複数の材料種及び濃度などの条件を振り、組み合わせ、試作を実施する。そのため電技、配電規程等の規格に対応する現行の評価方法を簡素化して、繰り返し条件検討から試作評価を実施する必要がある。それに伴い試作検討に必要な設備を精査し、試作検討のフローを整備した。

以下に条件検討、試作評価のフローを示す。



条件検討、試作評価のフロー

(4) 加速劣化試験【サンシャインウエザーオメーター(Sunshine Weather OMeter、以降 SWOM)】の実施

本事業では、野外暴露 10 年に相当する SWOM2000h を実施し劣化させた試験体を作製することで、3 年間で複数回の評価試験を行う。

令和 5 年度は申請時に計画した試作評価フローの通り SWOM 試験を実施した。(以下表)

3 年間の SWOM 試験計画フロー

開発内容	担当	2023年度(令和5年度)		2024年度(令和6年度)		2025年度(令和7年度)	
		4月	9月	4月	9月	4月	9月
①FSI(配合検討)	クレオス		成形・評価 SWOM ①	成形・評価 再生 SWOM ③	成形・評価 再生 SWOM ④		
②バージン品 +CNT	大東電材			CNT配合① TP評価	CNT配合② TP評価	CNT配合③ TP評価	CNT配合④ TP評価
	クレオス		再生	再生	再生	再生	再生
	近江物産		成形・評価 再生 SWOM ②	成形・評価 再生 SWOM ③	成形・評価 再生 SWOM ④		
③リベレット品 +CNT	大東電材				CNT配合⑤ TP評価	CNT配合⑥ TP評価	CNT配合⑦ TP評価
	クレオス		再生	再生	再生	再生	再生
	近江物産						

(5) 加速劣化試験(SWOM)の劣化機構の検証と正当性

SWOM 試験前後のサンプル表面のレーザー顕微鏡観察により、SWOM 試験による樹脂材料の劣化状態の評価と劣化機構を検証した。

レーザー顕微鏡観察により導出された劣化箇所の面粗度の定量評価から、SWOM 試験により、劣化箇所の面積、容積、Ra、Rz は試験前のバージン材比約 2 倍、深さの指標である Rv は約 3 倍の値となり、SWOM による劣化の数値から劣化状態と SWOM 試験の正当性が示された。

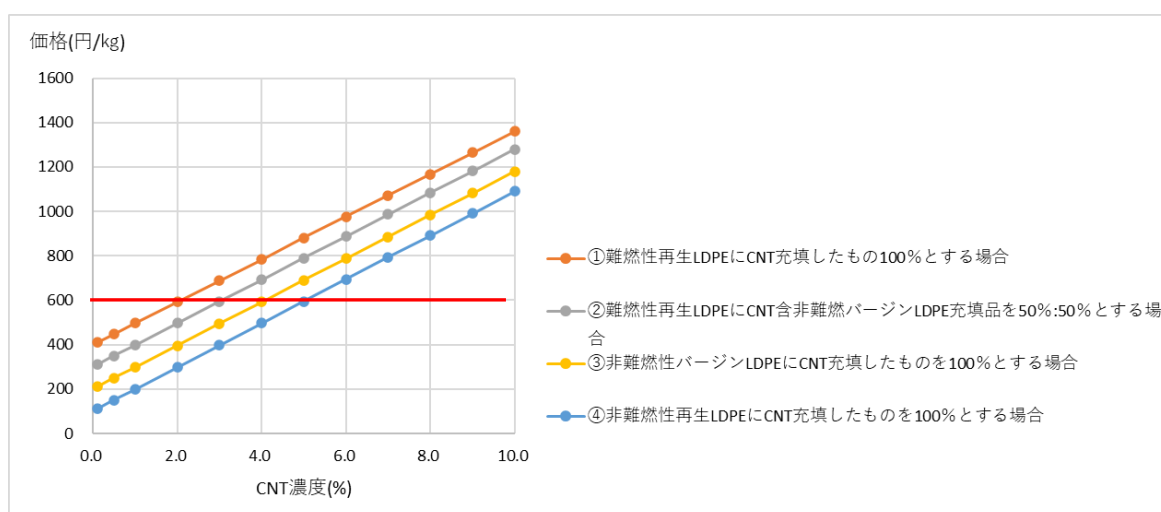
(6) コスト試算

本事業は、再生材料を多く、何度も使用することで、CO2 排出量削減効果の増加を目指している。しかしながらせっかく性能が回復しても、コストが高くなっては、再生品の使用量増加は困難である。

そこで機能再生の起源となる CSCNT 添加量を最小化しコスト低減を試みることで、使用量増大を目論み、最終的に CO2 排出量の大幅な削減を目指している。

現行材料は 600 円/kg であるので、600 円以下となる配合を検討した。

樹脂 4 種を基に CSCNT 添加量毎のコストを試算した結果、非難燃性再生品に CSCNT 添加 5%以下で難燃性を付与できれば既存品を下回るコストとなることが示された。(以下図)



CSCNT 添加量と価格の推移試算表

ここまで述べてきたように令和 5 年 10 月から取り組んだ諸検討により、次年度以降に計画する研究開発について明確な道筋、方針を立てることができた。

本年度実施した試作・評価のフローを基にした条件検討等を確実に実施していく。

Summary

1. Background of this project

Electric power, telecommunications, railroads, gas, and other basic social infrastructures, such as power grids, are widely used in Japan, and their importance as lifelines is undisputed. Electrical equipment materials (hereinafter referred to as “electric materials”, “Denzai” in Japanese) used in these power grids are products with extremely high-performance requirements in terms of long-term high mechanical performance as well as functionality such as flame resistance, insulation, and voltage resistance.

On the other hand, the use of recycled products has been restricted due to their high-performance requirements. In particular, flame-retardant resins to which flame retardants have been added show a significant decline in mechanical performance and functionality in the recycled product after recovery, which is a major factor preventing the use of recycled products.

The restoration of mechanical performance and functionality of flame-retardant recycled resins has been strongly demanded by users in the past.

2. Objectives of this project

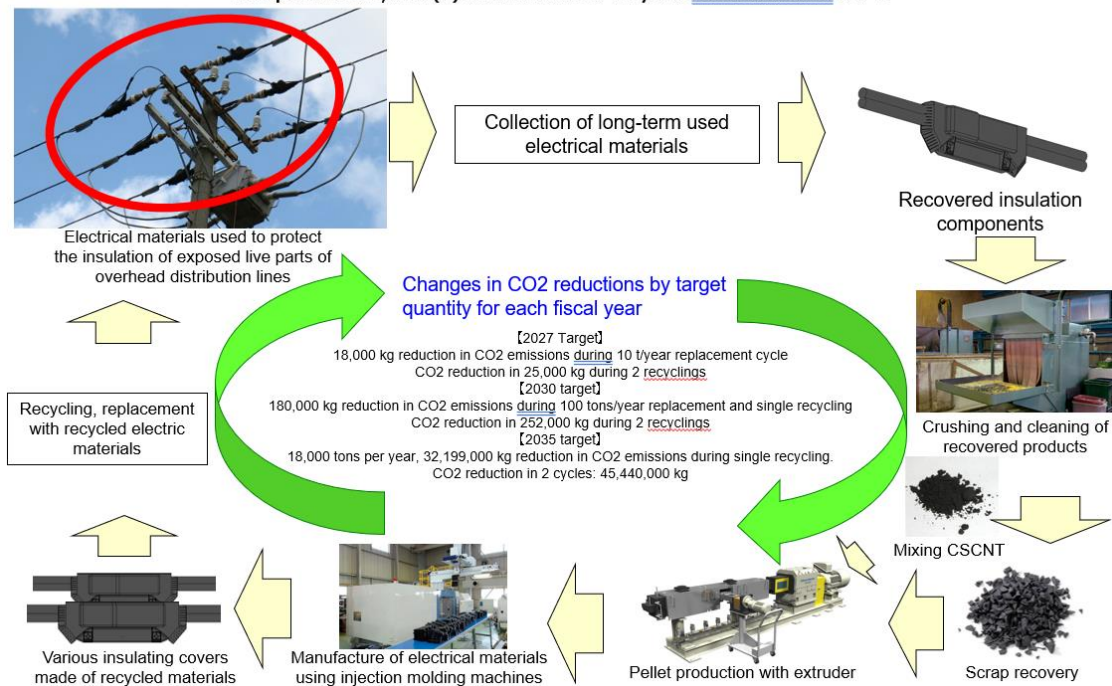
In this project, various development projects for “horizontal recycling” from virgin resin electrical materials to recycled resin electrical materials will be carried out with the aim of restoring the properties of “flame-retardant resin electrical materials” with high performance requirements and expanding the use of recycled products.

Electric materials are one of the main components used by electric power, telecommunications, railroad, and gas companies that play a key role in social infrastructure and are required to have a high level of mechanical and functional properties.

This project aims to solve the issues of restoring mechanical properties and functionality, increasing the number of times used resin is recycled, and reducing the cost of manufacturing recycled resin.

The concept of this project is as follows.

Final Goals: (1) Restoration of mechanical physical properties, (2) Restoration of functionality, (3) Increase the number of reproductions, and (4) Reduce costs of recycled flame retardant LDPE



Project Conceptual Diagram

3. Results of this fiscal year

(1) Evaluation of physical properties of existing materials

Electric materials are required to use materials that meet the specifications of “the Interpretation of Technical Standards for Electrical Equipment” (hereinafter referred to as “Dengi”), “the Electric Power Distribution Regulations”, and “the standards stipulated by infrastructure manufacturers.” Daito Denzai, a major electric material company with which GSI Creos cooperates, has materials and products that meet the specifications, and we conducted an evaluation of the various physical properties of these evaluation methods.

A summary of the evaluation results is shown below.

Various evaluation results of flame-retardant virgin LDPE

Test Method			Standard	Virgin	Recycled Product
Tensile Test	Normal Condition	Tensile Atrength(MPa)	Over 9.8MPa	16.0MPa	13.3MPa
		Erongation(%)	Over 350%	702%	694%
	After Heat Aging			96.50%	92.50%
				94.70%	94.00%
Flame Retardance Test		JIS K 6911	V-0	V-0	V-0
Withstand Voltage Test		Dry	15000V・1min	Clear	Clear
		Water Spray	15000V・1min	Clear	Clear

(2) Examination of optimal composition

The LDPE materials used in this project are distributed in the market as flame retardant and non-flame retardant, virgin and recycled.

Flame retardant materials are LDPE to which flame retardants are added, but the addition of flame retardants and the mixing process result in high costs. Non-flame-retardant materials, on the other hand, are relatively low cost due to the absence of flame retardants.

This year, we investigated the optimal material formulation with the objective of this research in mind. Specifically, in addition to the grade and amount of CSCNTs added, which have a unique crystalline structure, the formulations and combinations of line length, surface state, dispersibility, crystallinity, etc., which can be adjusted arbitrarily, are summarized in the table.

In particular, regarding the amount of CSCNTs added, the applicant's actual experience to date has confirmed that improvement in physical properties is manifested from a relatively low concentration region.

1) Resin Grade

Flame retardant virgin LDPE, flame retardant recycled LDPE, non-flame-retardant virgin LDPE, non-flame retardant recycled LDPE

2) Selection of CSCNT species

Long CSCNT (standard grade: 24PS), long unraveled CSCNT (24YD), short unraveled CSCNT (TJ20A-YD), long unraveled functionalized CSCNT (24YD-O), long crystallinity adjusted (24LHT)

3) CSCNT concentration

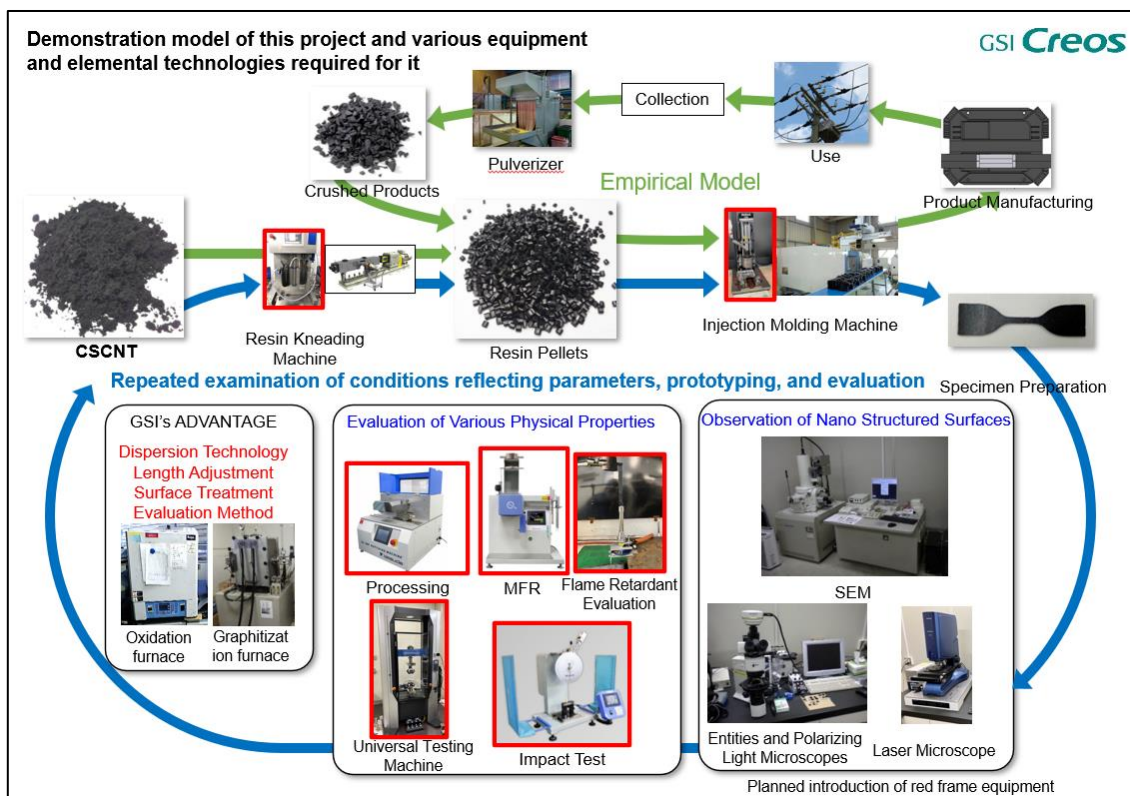
0.5%, 1%, and 3%, respectively

(3) Study of prototype production and evaluation method

As described in (2) above, multiple material types, concentrations, and other conditions will be assigned, combined, and trial production will be conducted in the future. Therefore, it is necessary to simplify the current evaluation method that corresponds to standards such as electric engineering and power distribution regulations and conduct trial production and evaluation by repeatedly examining conditions.

In line with this, the facilities necessary for prototype examination were scrutinized and a flow chart for prototype examination was developed.

The flow of condition examination and prototype evaluation is shown below.



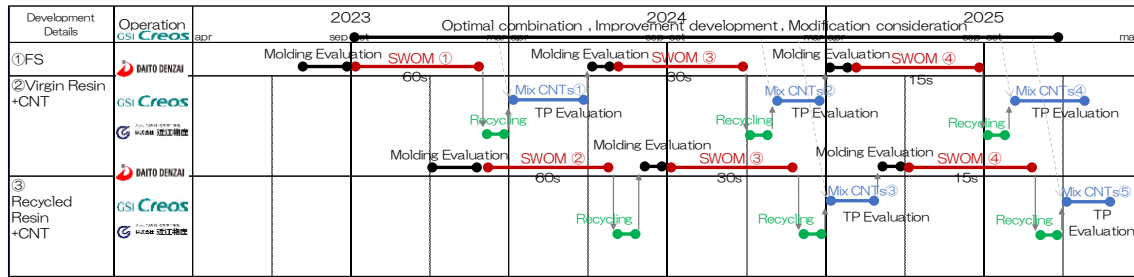
Flow of condition study and prototype evaluation

(4) Accelerated degradation test [Sunshine Weather OMeter (SWOM)]

In this project, multiple evaluation tests will be conducted over a three-year period by preparing a specimen that has been degraded by SWOM 2000h, which is equivalent to 10 years of exposure to the outdoors.

In FY2023, SWOM tests were conducted as per the prototype evaluation flow planned at the time of application. (Table below)

Three-year SWOM test plan flow



(5) Verification and justification of the degradation mechanism of the accelerated degradation test (SWOM)

The degradation state of the resin material by the SWOM test was evaluated and the degradation mechanism was verified by laser microscopic observation of the sample surfaces before and after the SWOM test.

From the quantitative evaluation of surface roughness of the degraded areas derived from the laser microscopic observation, the area, volume, Ra, and Rz of the degraded areas were approximately twice those of the virgin material before the SWOM test, and Rv, an index of depth, was approximately three times that of the virgin material before the SWOM test, indicating the degradation state and validity of the SWOM test from the degradation values by SWOM.

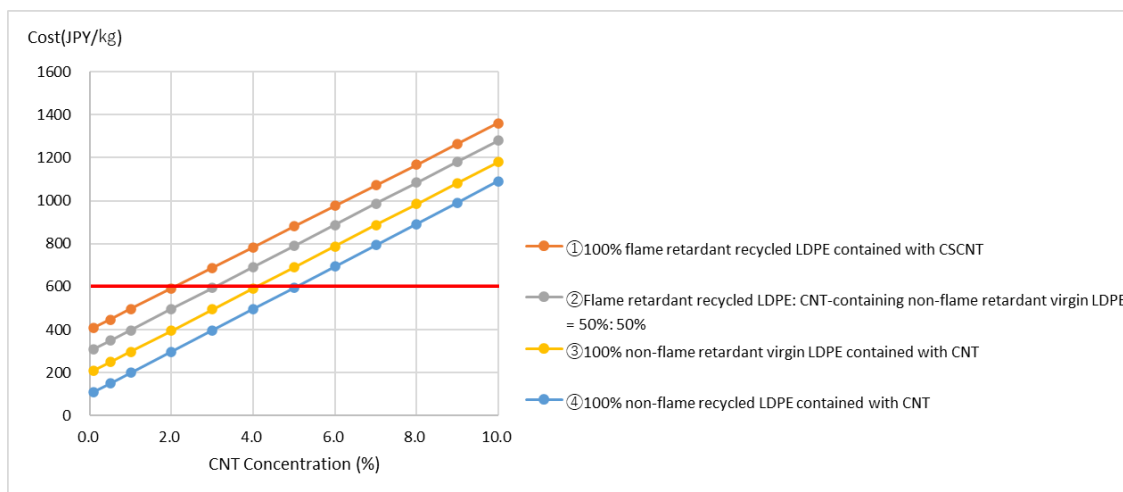
(6) Cost Estimation

This project aims to increase the carbon dioxide (CO₂) emission reduction effect by using recycled materials more frequently and many times. However, even if performance is restored, it is difficult to increase the use of recycled materials if the cost is high.

Therefore, by minimizing the amount of CSCNTs added, which is the origin of functional regeneration, and attempting to reduce costs, we aim to increase the number of recycled materials used and ultimately achieve a significant reduction in CO₂ emissions.

Since the current material costs JPY600/kg, we examined formulations that would reduce the cost to less than JPY600/kg.

The cost of each CSCNT addition amount was estimated based on four types of resins, and the results showed that if flame retardancy could be added to a non-flame-retardant recycled product with a CSCNT addition of 5% or less, the cost would be less than that of the existing product. (Figure below)



CSCNT addition amount and price transition trial calculation table

As described above, the various studies we have conducted since October 2023 have enabled us to establish a clear path and policy for research and development planned for the next fiscal year and beyond.

We will steadily implement the condition and parametric studies based on the flow of prototyping and evaluation conducted this year.

目次

事業の要旨	1
Summary.....	6
1. 件名	14
(1) 事業名	14
(2) 事業の期間	14
(3) 本事業に至った背景.....	14
2. 業務の目的.....	16
3. 業務の内容.....	17
(1) 物性回復に関する技術開発.....	17
①力学的物性の回復	17
②機能性の回復.....	17
(2) 再生回数の増加.....	17
(3) コスト削減の検討	18
(4) LCA の検証・評価	18
4. 成果報告	22
(1) 物性回復に関する技術開発.....	22
①力学的物性の回復	22
②機能性の回復.....	55
(2) 再生回数の増加.....	64
(3) コスト削減の検討	66
(4) LCA の検証・評価.....	68
(5) 「再生プラスチックの機能を回復させる手法の研究開発とその循環モデルの検証」	
の現地視察会及び検討会の開催	68
(6) 評価審査委員会の出席	69
(7) 報告書の作成	74
(8) 実証事業の目標設定.....	75
(9) 関係者間の連携.....	77
5. 申請者の要素技術.....	83
(1) CSCNT の概要.....	83
(2) 樹脂複合材での CSCNT の挙動	88
(3) 高分子架橋技術.....	89
(4) CSCNT の線長測定方法.....	89
6. 事前検証の状況	93
(1) 再生ポリプロピレン(PP)の物性向上	93

(2) エポキシ樹脂の物性向上	94
(3) CSCNT のラジカル(活性酸素、ROS)捕捉性能	94
(4) CSCNT 添加による難燃性の発現	95
7. 事業の目的.....	98
(1) 最終目標.....	98
(2) リサイクルするプラスチック	98
(3) リサイクル対象物とリサイクルされた後の素材の用途.....	98
(4) リサイクル対象物の流通量.....	98
(5) リサイクル目標量	98
(6) リサイクル素材の普及に対する課題	98
(7) 課題の解決目標及びコスト目標	100
8. 事業の内容.....	102
(1) 事業の実施体制.....	102
(2) 事業計画・スケジュール	103
(3) 実証事業後の出口戦略と波及効果.....	105
(4) エネルギー起源 CO2 排出削減量等環境負荷の低減	107
(5) その他の環境影響の低減・循環型社会への貢献の見込み	119
(6) 環境影響の低減に資する要望とその必要性	119
9. 総括.....	120

1. 件名

(1) 事業名

令和5年度脱炭素型循環経済システム構築促進事業
(うち、プラスチック等資源循環システム構築実証事業)
(再生プラスチックの機能を回復させる手法の研究開発とその循環モデルの検証) 委託業務

(2) 事業の期間

令和5年度～令和7年度の3か年度事業

(3) 本事業に至った背景

社会の基礎インフラである電力、通信、鉄道、ガスなどは、我が国国内に広く送電網が築かれており、ライフラインとしての重要性は論を俟たない。これら送電網に用いられる電気設備資材(以降、電材)は、長期間にわたる高い力学的性能と共に、難燃性、絶縁性、耐電圧性などの機能性においても極めて要求性能水準の高い製品である。一方、その要求性能の高さゆえに、これまで再生品の使用は制限されてきた。

特に難燃剤を添加した難燃樹脂は、回収後の再生品における力学的性能と機能性の低下が著しく、再生品使用を妨げる主要因である。難燃性再生樹脂の力学的、機能性の回復は、予てユーザー側より強く求められているところである。

申請事業名：再生プラスチックの機能を回復させる手法の研究開発とその循環モデルの検証

1. 事業費：3年総額 191,904,581円 1年目32,421,961円 2年目82,704,435円 3年目76,778,185円

2. 申請法人名：株式会社G S I クレオス、 連携法人名：大東電材株式会社、株式会社近江物産

3. 事業の背景

- (1)重要な社会インフラである電力、通信、鉄道などの電材に用いられる難燃性LDPEは、使用済品の諸物性低下が大きい。
(2)再生品使用および使用拡大のためには、力学的物性だけでなく、機能性の回復も必要である。
(3)従来、難燃性樹脂の再生目的ではバージン品を大量充填しており、再生品の使用拡大には制限がある。

4. 解決すべき課題

- (1)樹脂の劣化：酸素環境における解重合の主たる要因であるラジカル連鎖の制御
(2)力学的物性低下：樹脂劣化に加え、難燃剤と助剤が40%以上充填されているため、引張強さなどの力学的物性が低下
(3)機能性の低下：樹脂劣化に伴う溶融張力低下により難燃性など機能性も低下

5.事業の内容

- (1)申請者GSIクレオスは、独自構造のCSCNTを微量充填し、樹脂の力学的性能を上げる要素技術を有する。
(2)本技術、およびCNTが有する酸化抑制効果、難燃性付与効果により、従来再生困難な使用済難燃性LDPEの再生を目標とする
(3)具体的には以下4点の達成を目的とする。
①難燃性再生LDPEの力学的物性回復 ②難燃性再生LDPEの機能性回復 ③複数回再生品の物性回復 ④コスト低減

6. 検討項目

【1】力学的物性の回復

CSCNT:長さ、充填量、高分子架橋などの表面改質をパラメータとした力学的物性回復

【2】機能性の回復

前項同様パラメータによる、機能性、特に難燃性の回復

【3】複数再生品の物性回復

SWOMにより試料への屋外暴露10年相当の加速疲労試験を実施、洗浄粉碎乾燥後、CSCNT充填して成形、このサイクルを繰り返した複数再生品の物性回復を検証する

【4】コスト低減

再生品100%使用、難燃化を試みた非難燃LDPEを再生品とハイブリッドするなど、物性を維持した再生品の総コスト削減を検証する

7.事業全体像



図1 事業概要スライド

2. 業務の目的

本事業では、要求性能の高い「難燃性樹脂製電材」の物性の回復と再生品の使用拡大を目的として、バージン樹脂製電材から再生樹脂製電材への水平リサイクルのための各種開発事業を実施する。

電材は社会インフラを担う電力、通信、鉄道、ガス企業が使用する主要部材の一つであり、力学的にも機能的にも高い水準が要求される部材であるが、屋外での長期ばく露による樹脂の劣化が顕著で、再生品の使用拡大には幾つかの課題がある。

本事業では、各種課題のうち、力学的物性及び機能性の回復、使用済み樹脂再生回数の増加、再生樹脂製造コスト低減の課題解決を目的とする。

3. 業務の内容

(1) 物性回復に関する技術開発

①力学的物性の回復

〔内容〕

難燃性バージン低密度ポリエチレン(Low Density Polyethylene、以降LDPE)及び難燃性再生LDPEの各力学的物性を測定し、これをリファレンスとした上で、カップ積層型カーボンナノチューブ(Cup-Stacked Carbon Nanotubes、以降CSCNT)充填再生LDPE試験片を作製し、CSCNT種及び配合率の最適化検討を行う。

〔方法〕

以下の各条件をパラメータとして各種力学的試験を実施し、取得結果の検討を行い、劣化樹脂の物性回復をもたらす最適条件を探索する。

(i)CSCNT長さ：標準材、ほぐし品(やや短い)、短化品

(ii)CSCNT充填率：0.1%、0.5%、1%、3%など

(iii)CSCNT表面改質：高分子架橋、酸素含官能基付加

②機能性の回復

〔内容〕

難燃性バージンLDPE、難燃性再生LDPEそれぞれの難燃性、絶縁性などの機能性を測定し、リファレンスとした上で、CSCNT充填再生LDPE試験片を作製し、CSCNT種及び配合率の最適化検討を行う。

〔方法〕

前項の力学的性質回復を達成した試料を優先的に抽出し、機能性回復のための最適化条件を探索する。

(2) 再生回数の増加

〔内容〕

LDPE試験片に対し、サンシャインウエザーオメーター(SWOM)を屋外暴露10年に相当する2,000時間照射し、劣化させた試験片を粉碎・洗浄・乾燥した粉碎品に前項記載の最適条件探索で得られたCSCNT種、配合により機能回復を試みる。

更にそのプロセスを2回、3回繰り返し、再生、再再生、再々再生品の評価を行い、機能回復を試みる。

〔方法〕

以下2系統(ア)(イ)でSWOMによる加速試験を実施した各再生回数の試験片に対し、前項で検討するCSCNT最適条件により物性回復を試みる。

(ア)素性の明らかな難燃性バージンLDPEペレットからスタート

難燃性バージンLDPE→SWOM2,000h→粉碎・洗浄・乾燥→CSCNT充填→再生1試験片
各種評価後、再生1→SWOM2,000h→粉碎・洗浄・乾燥→CSCNT充填→再生2試験片
各種評価後、再生2→SWOM2,000h→粉碎・洗浄・乾燥→CSCNT充填→再生3試験片

(イ)素性の分からない難燃性再生LDPEペレットからスタート

難燃性再生LDPE「再生1」各種評価後→SWOM2000h→粉砕・洗浄・乾燥→再生2試験片

各種評価後、再生2→SWOM2000h→粉砕・洗浄・乾燥→CSCNT充填→再生3試験片

各種評価後、再生3→SWOM2000h→粉砕・洗浄・乾燥→CSCNT充填→再生4試験片

(3) コスト削減の検討

〔内容〕

従来、物性低下により使用できなかった難燃性再生LDPE100%品の物性をCSCNT充填により回復させる、もしくはバージン品の充填量を最小限にすることで総コスト低減を目指す。

更に安価な非難燃性LDPEにCSCNTを充填し力学的、機能性を付与した上で、難燃性再生LDPEとの複合体を作製し、総コストの低減を図る。

〔方法〕

(1)項にて最適化検討した条件でCSCNTを充填した難燃性LDPEの物性回復度合いにより、バージン品充填などによりコスト低減を試みる。

非難燃性LDPEの力学的物性、機能性をCSCNT充填により従来材の非難燃性LDPEと同程度に引き上げることで、大幅なコスト低減を試みる。

(4) LCA の検証・評価

今回の循環スキームにおけるLCAのインベントリ分析を行う。

申請書作成段階で、申請者(GSIクレオス)と連携社(大東電材、近江物産)との間で、各工程で使用する装置、機器の消費電力、水、ガスから計算されるCO2排出量を試算した。

本事業開始後に、各社各工程に要する時間も考慮して消費電力を算出し、実際のCO2排出量として検証する。

検証にあたっては、申請者GSIクレオスが(大東電材(滋賀県彦根市)及び近江物産(滋賀県栗東市)への現地ヒアリング・実地検証(年1～2回程度)を行う。

各工程と実施機関は以下の通り。

(i) 原材料生産

(ア)LDPE製造=LDPE製造会社

(イ)CSCNT合成=GSIクレオス

(ii) コンパウンド製作

CSCNTとLDPE樹脂(ペレット、粉砕品)の混練品試作(小型2軸押出機、中型2軸押出機)=GSIクレオス

(iii) 電材製品成形

コンパウンドから射出成形機による製品成形=大東電材

(iv) 樹脂再生

LDPE製品の粉砕、洗浄、乾燥=近江物産

(v)上記各工程間で必要とされる材料の運送に関わるエネルギー試算=GSIクレオス、大東電材、近江物産
→改良トンキロ法をベースとして計算

なお審査員コメント案「CO2削減効果について、机上の計算で構わないので、1年目の時点でリサイクルした場合の物性劣化度等を踏まえて、1～2回リサイクルした場合の削減効果を精査すること。」に対応すべく、1年目終了時点で物性劣化した対象材に対する実際の物性回復条件でのエネルギーを計算し、それを1～2回リサイクルした場合のCO2削減効果を検証、精査する。

別表 本技術開発[実証研究]の目標

	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	1. 市場の現状 ①難燃性再生LDPEは物性劣化が激しく、再生品100%の製品使用実績は無い。 ②再生品の効果的な物性回復方法は無い。バージン品を充填することで物性を回復させる試みがある。 ③難燃性LDPEは再生品も高コストであり、使用動機の妨げとなっている。 2. 当社状況 ①PCR(市場使用済)PP(ポリプロピレン)にCSCNTを微量充填し、バージン以上の物性回復を確認済み。 ②難燃性LDPEに対する事前評価(FS)実績は無い。	1. リファレンスの設定 難燃性バージンLDPE及び難燃性再生LDPEの各力学的物性、機能性を評価し、再生品の物性状態を明らかにする。 それを指標として、最終目標到達への道程、パラメータを検討する。 2. 難燃性再生LDPEの物性回復 再生品の諸物性はバージン比、50%以下に低下していることが先行研究により予想されており、これをバージン比50～60%への回復を目指す。	1. 難燃性再生LDPEの諸物性(力学的、機能性)の回復を達成する。 全体としてバージン樹脂比80%回復を目標とする。 力学的目標 (ア)引張強度8MPa以上、伸び280%以上 (イ)90℃×96時間加熱後、それぞれ6MPa以上、160%以上 2. 同再生樹脂の再生回数を増大させる。 目標：複数回再生後に上記(ア)(イ)を達成する。 3. 同再生樹脂コストを削減する。 現行品(再生品50%バージン50%)を¥600/kgとした時、¥500/kg、¥400/kgへの大幅なコスト削減を目標とする。

1	物性回復に関する技術開発 ①力学的特性の回復 ②機能性の回復	同上	下記(i)(ii)(iii)をパラメータとして左記①②の物性回復を試みる。 (i)CSCNT長さ：標準材、ほぐし品(やや短い)、短化品 (ii)CSCNT充填率：0.1%、0.5%、1%、3%など (iii)CSCNT表面改質：高分子架橋、酸素含官能基付加 これらのパラメトリック検討により物性回復の状況を評価する。	評価すべきパラメータが多いので、令和5年度は(i)CSCNT長さを固定し、充填率を振るところから検討を開始する。 令和5年度の物性回復は、バージン比50～60%を目標とする。
2	再生回数の増加	同上	上記で実施する物性回復の状況により、再生回数増大の可能性を検討する。	上記で実施する物性回復の状況により、再生回数増大の可能性を検討する。
3	コスト削減の検討	同上	上記で実施する物性回復の状況により、物性回復を達成する配合、製作にかかるコスト試算を実施する。	上記で実施する物性回復の状況により、物性回復を達成する配合、製作にかかるコスト試算を実施する。
4	LCAの検証・評価	CO2 削減効果について、机上の計算で構わないので、1年目の時点でリサイクルした場合の物性劣化度等を踏まえて、1～2回リサイクルした場合の削減効果を精査する。	上記で実施する物性回復の状況により、物性回復を達成する配合、製作にかかるCO2削減効果を精査する。	上記で実施する物性回復の状況により、物性回復を達成する配合、製作にかかるCO2削減効果を精査する。 第2項記載の再生回数増大によるCO2削減量の拡大を目標とする。

4. 成果報告

(1) 物性回復に関する技術開発

①力学的物性の回復

①－1 リファレンスの力学的物性評価

大東電材で成形した電材について、各種力学的物性の評価を実施した。

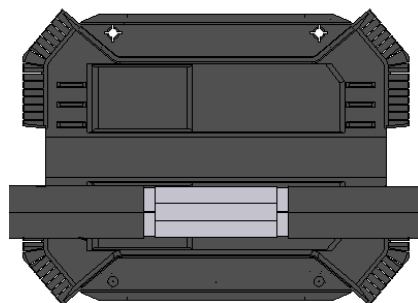


図2 電材成形品イメージ

①－1－1 評価方法

上記成形品と同グレードの材料を用いて、下記のダンベル試験片を作成後、引張試験を実施した。

ダンベル試験片形状や評価方法は、日本電気技術規格委員会の配電規程 (JEAC7001)の 215 - 6『工作物と接近箇所に使用する防護具』の記載の通りとした。

【配電規程】

1) 材料について(ポリエチレンの場合)

(ア) 室温において引張強さ及び伸びの試験を行ったとき、引張強さが、 9.8N/mm^2 以上、伸びが 350%以上であること。

(イ) $90^\circ\text{C}\pm 2^\circ\text{C}$ に 96 時間加熱した後 96 時間以内において、室温に 4 時間以上放置した後に (ア) の試験を行ったとき、引張強さが、(ア) の試験の際に得た値の 80% 以上、伸びが (ア) の試験の際に得た値の 65%以上であること。

2) 試験片形状について

試験片形状は JIS K 6251 のダンベル状 3 号形とすること。

ダンベル試験片は、二本ロール混錬機を用いて元材料の混錬後、2 mm厚のシート状にプレス加工を行う。その後、打ち抜きで試験片を作製した。

試験規格は、JIS K 7161-1 : 2014 (ISO527 - 1 : 2012) の通り評価を実施した。



図3 作成したダンベル試験片

試験片を万能試験機にセットし、下記の条件で評価を実施した。

- ・ 引張速度：200mm/分
- ・ 標線間距離：20mm
- ・ 温湿度：23℃ 59%



図4 引張試験時の写真

①－１－２ 評価結果

引張試験後のサンプルは下記の通り。

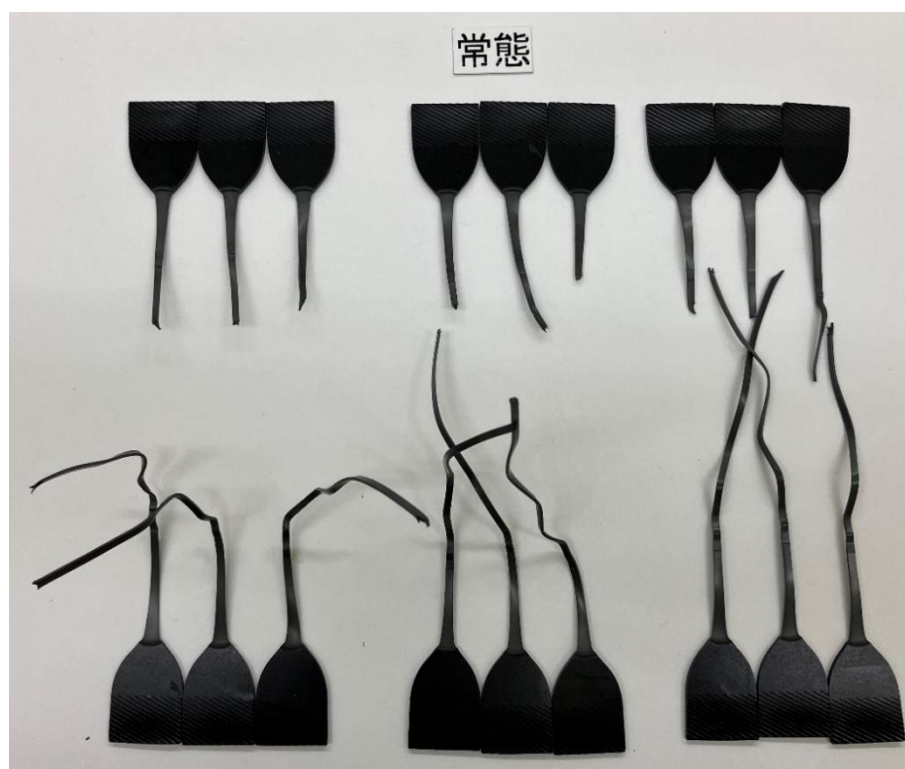


図5 引張試験後サンプル(加熱なし)



図6 引張試験後サンプル(加熱後)

表 1 評価結果 難燃性バージン LDPE(バージン品)の引張試験結果

試験項目			規格	バージン品
材料引張	常態	引張強さ (MPa)	9.8MPa以上	16.0MPa
		伸び (%)	350%以上	702%
	加熱老化後	引張強さ残率 (%)	常態に対して引張強さ残率80%以上	96.5%
		伸び残率 (%)	常態に対して伸び残率65%以上	94.7%
難燃性		JIS K 6911 B法	V-0級であること	V-0
耐電圧		乾燥	15000V・1minで異常ないこと	異常なし
		散水	10000V・1minで異常ないこと	異常なし

①－１－３ まとめ

難燃性バージン LDPE では、規格値を十分に達成した。この値を一つのターゲットとして、試作検討を実施することとする。

①－２ 申請者での条件検討時の評価方法の検討

大東電材実施の加速劣化試験(SWOM)試験前後の成形品サンプルを用いて、申請者で試験片の作成から評価、解析を実施した。

【SWOM 試験について】

サンシャインウェザーオメーター (Sunshine Weather OMeter、以降 SWOM) を用いて、電材製品形状表面に 2000 時間のサンシャインカーボンアーク光を照射する。SWOM2000 時間の照射で 10 年相当の野外暴露と同等の劣化状態とされる。

SWOM は樹脂など有機物劣化に強い影響を与える UV-A 波長 315～400nm を太陽光の数倍の放射照度で照射することで加速的劣化をもたらす(図 8 青丸囲み部)。

評価は、JIS A 1415 の規格に則り実施した。

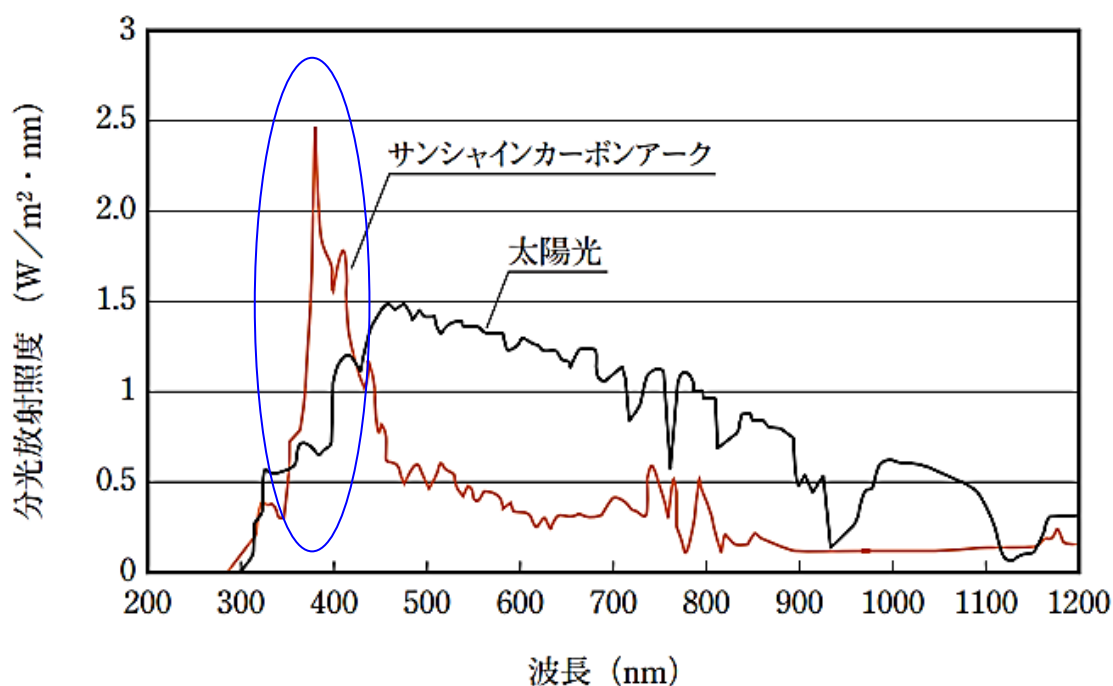


図 7 SWOM 分光分布

①－２－１ 実施者の評価フロー

電材成形品(SWOM 有り無し)を粉碎したものを卓上混錬機にて熔融混錬する。熔融混錬時に必要量の CSCNT を添加することで各配合の混錬試作品ができる。

その後、混錬試作品を射出成形試作機にて試験片形状に成形後、万能試験機にて各種評価を実施した。

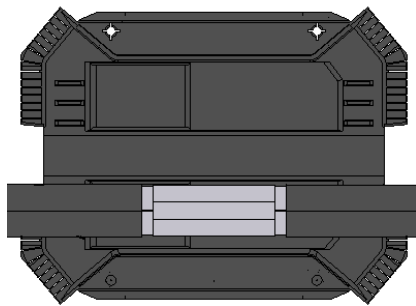


図 8 電材成形品イメージ



図 9 粉碎後の樹脂材料



図 1 0 卓上混錬機



図 1 1 ダンベル試験片試作品



図 1 2 万能試験機

①－２－２ 評価結果

難燃性バージン LDPE 成形品の SWOM 試験前後サンプルを用いて力学的特性評価を実施した。

表 2 申請者での評価結果

No.	試験項目	引張試験		3点曲げ試験	
		最大点強度 MPa	引張弾性率 MPa	最大点強度 MPa	曲げ弾性率 MPa
-	試験片	ISO527-2 1BA			
-	試験方法	クレオス既存方法			
1	難燃性バージンLDPE SWOM前品	9.8	690.8	13.2	367.7
2	難燃性バージンLDPE SWOM後品	10.1	682.1	13.5	266.1
3	難燃性バージンLDPE SWOM後 3%24PS含有品	11.9	832.6	15.8	399.7

①－２－３ まとめ

(ア) SWOM 試験前後で、引張試験結果、及び 3 点曲げ試験の数値に違いは確認されなかった。

(イ) SWOM 試験後サンプルに長尺 CSCNT（標準グレード：24PS）3%添加したものでは、CSCNT 添加により引張弾性率が約 18%向上し、曲げ弾性率が 22%向上した。

SWOM 試験前品と比較しても、CSCNT 添加により引張弾性率で約 20%、曲げ弾性率で約 50%向上した。

強度は、CSCNT 添加により、15%以上の向上が確認された。

①－３ SWOM 試験前後の表面観察

①－３－１ 観察方法

SWOM 前後のサンプルの一部を切り出し、当室既存のレーザー顕微鏡を用いて、表面観察を実施した。

装置仕様は以下の通り。

- ・ レーザースポット径：0.5 μm
- ・ Ra,Rz,Wa の計測線長：140 μm
- ・ Sa の計測範囲：73×73 μm



図 1 3 レーザー顕微鏡

①－３－２ 観察結果

低倍率(360 倍)と、高倍率 (1800 倍) で観察を実施し、その観察写真から、劣化箇所の種類解析を実施した。観察写真を図 1 5 以降で示す。

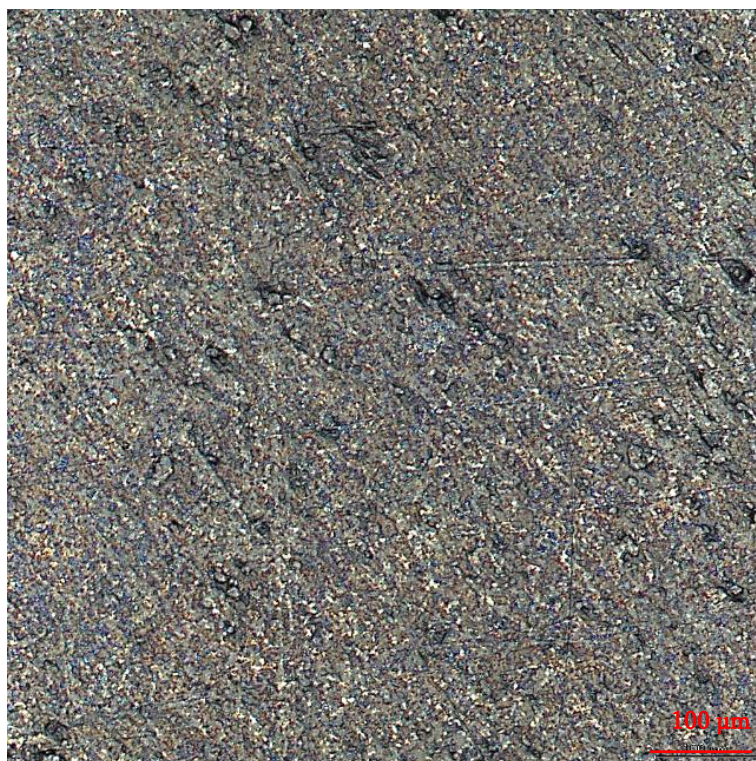


図 1 4 SWOM 試験前品 360 倍写真

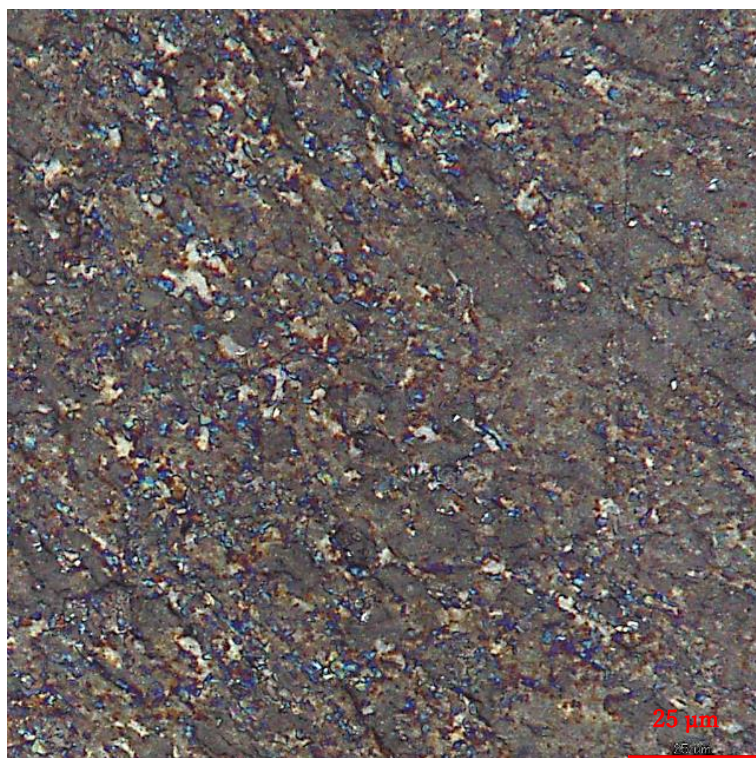


図 1 5 SWOM 試験前品 1800 倍写真

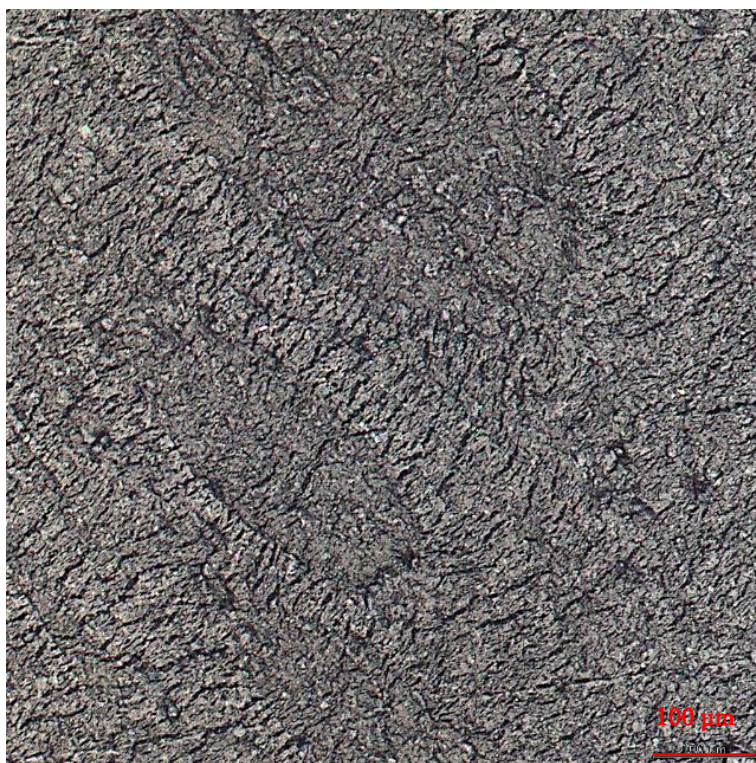


図 1 6 SWOM 試験後品 360 倍写真

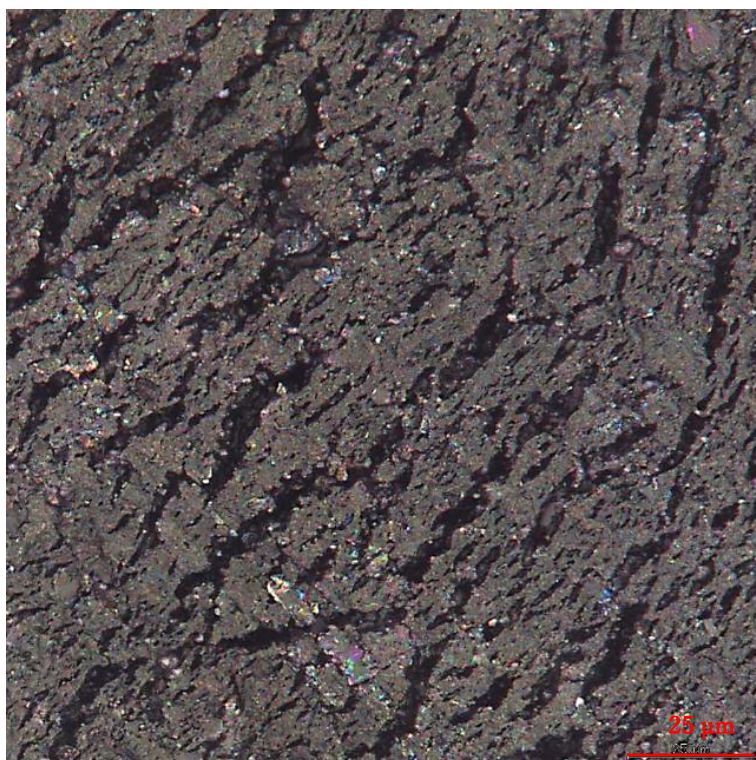


図 1 7 SWOM 試験後品 1800 倍写真

①－３－３ 面粗さ測定結果

表 3 SWOM 試験前品の面粗さ

	1	2	3	Ave
Ra	0.188	0.172	0.103	0.154
Rz	1.161	1.05	0.646	0.952
Sa	0.300	0.395	0.466	0.387

表 4 SWOM 試験後品の面粗さ

	1	2	3	Ave
Ra	0.257	0.419	0.292	0.323
Rz	2.21	2.78	2.33	2.44
Sa	0.304	0.57	0.315	0.396

上記の表の通り、SWOM 前後で面粗度の増大が確認された。Ra、Rz は SWOM 前後で約 2 倍の差となった。

外表面には多数の大きなクラックが発生していたため、力学的物性低下の起点になることが推測される。

①－３－４ 観察画像の二値化

SWOM 試験前後の成形品について、レーザー顕微鏡画像を二値化し、劣化部分の面積を算出した。その結果を下記に示す。

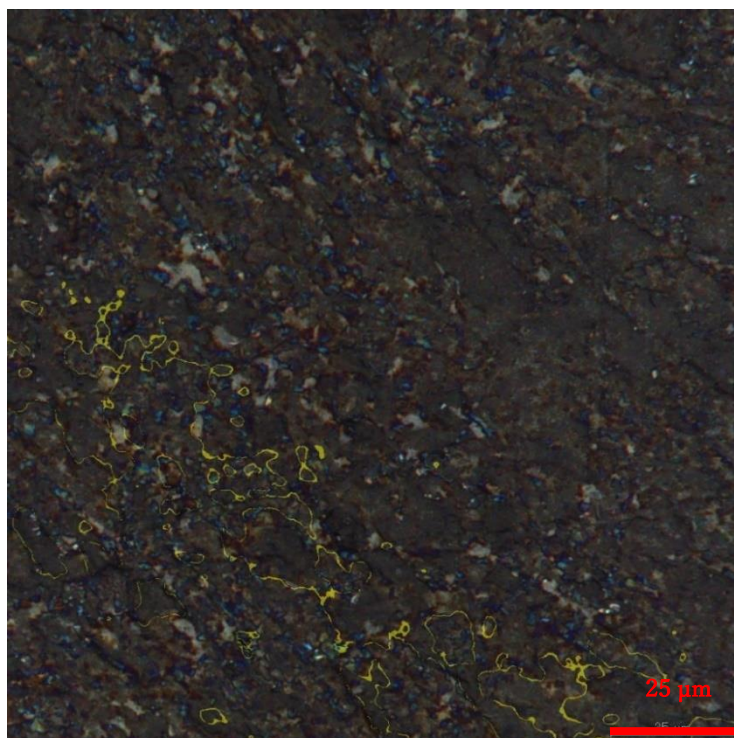


図 1 8 SWOM 試験前サンプルの劣化部分二値化画像

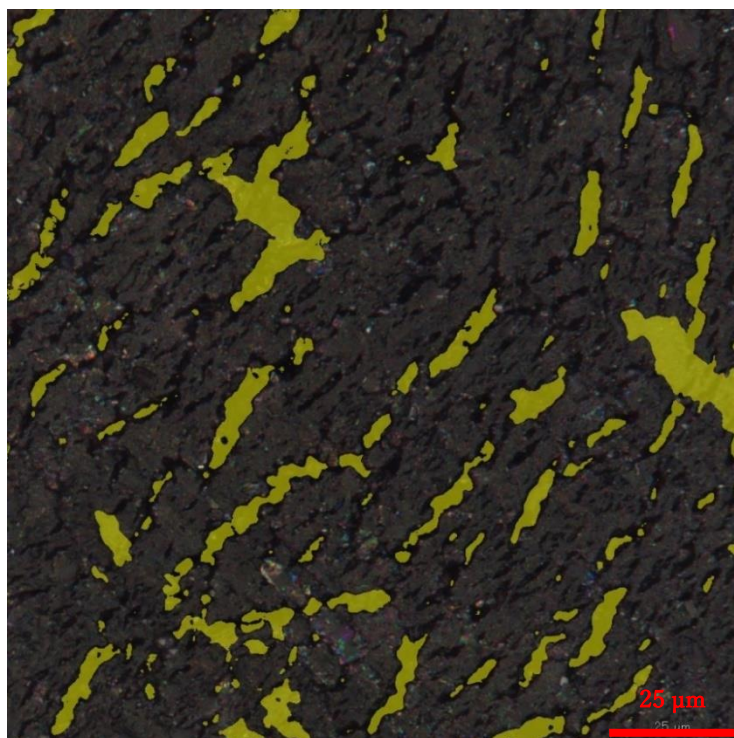


図 1 9 SWOM 試験後サンプルの劣化部分二値化画像

画像の二値化により算出された劣化部分の面積は下記の通り。

(ア) SWOM 試験前サンプルの劣化部分の面積： $226.375\mu\text{ m}^2$

(イ) SWOM 試験後サンプルの劣化部分の面積： $2354.654\mu\text{ m}^2$

SWOM 試験後の劣化部分の面積は、SWOM 前後で 10 倍以上だった。

①－３－５ クラックの深さ方向の観察

レーザー顕微鏡画像から、SWOM 試験前後サンプルのクラックの状態を解析した。

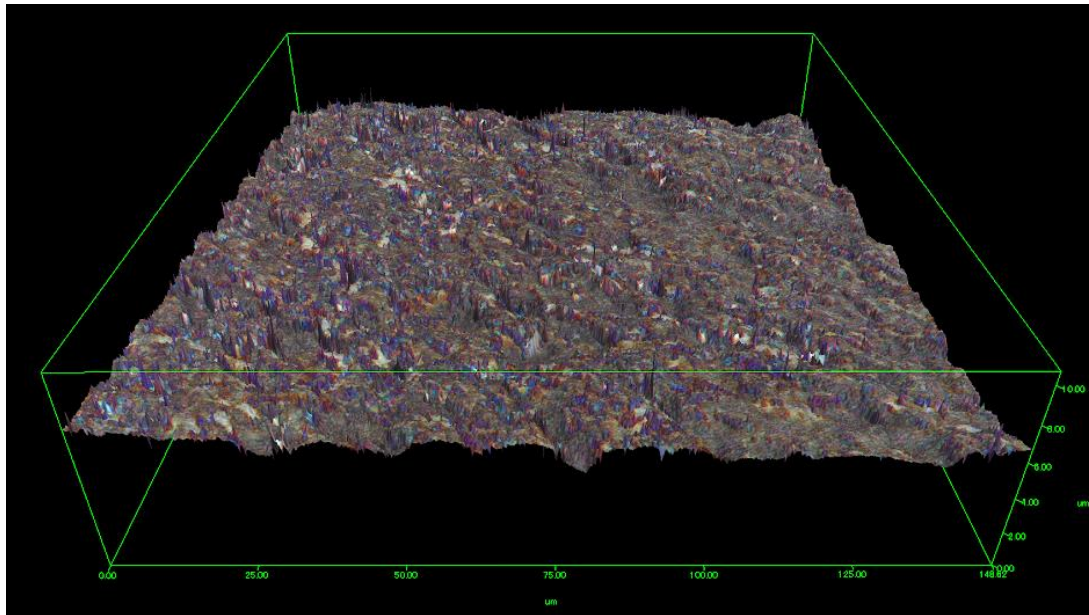


図 2 0 SWOM 試験前サンプル表面の 3D 画像

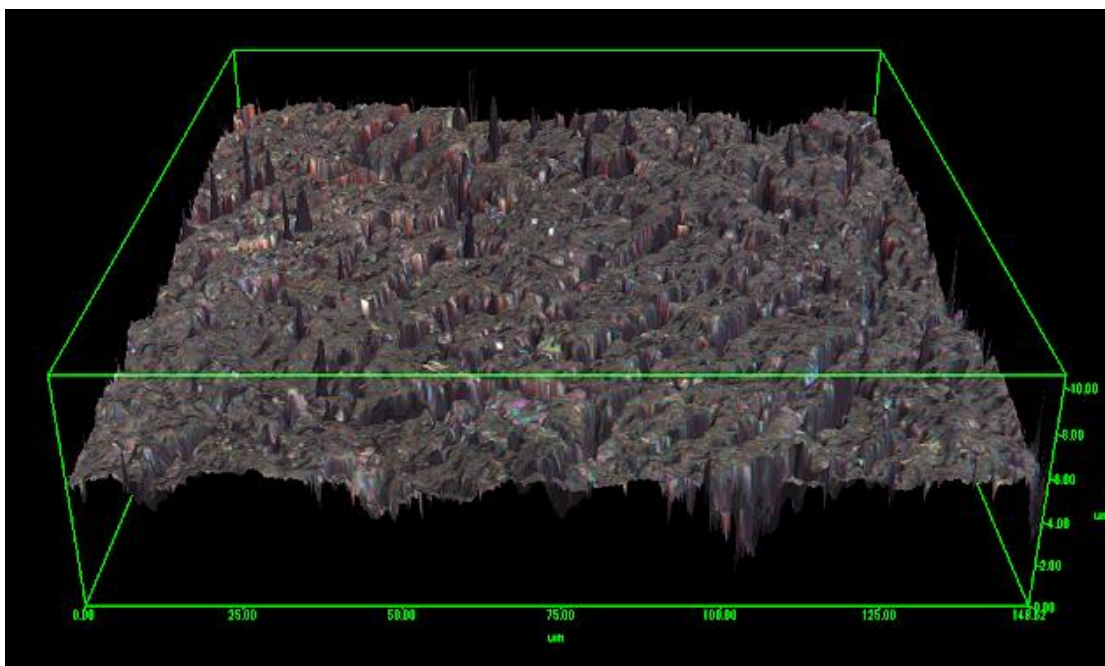


図 2 1 SWOM 試験後サンプル表面の 3D 画像

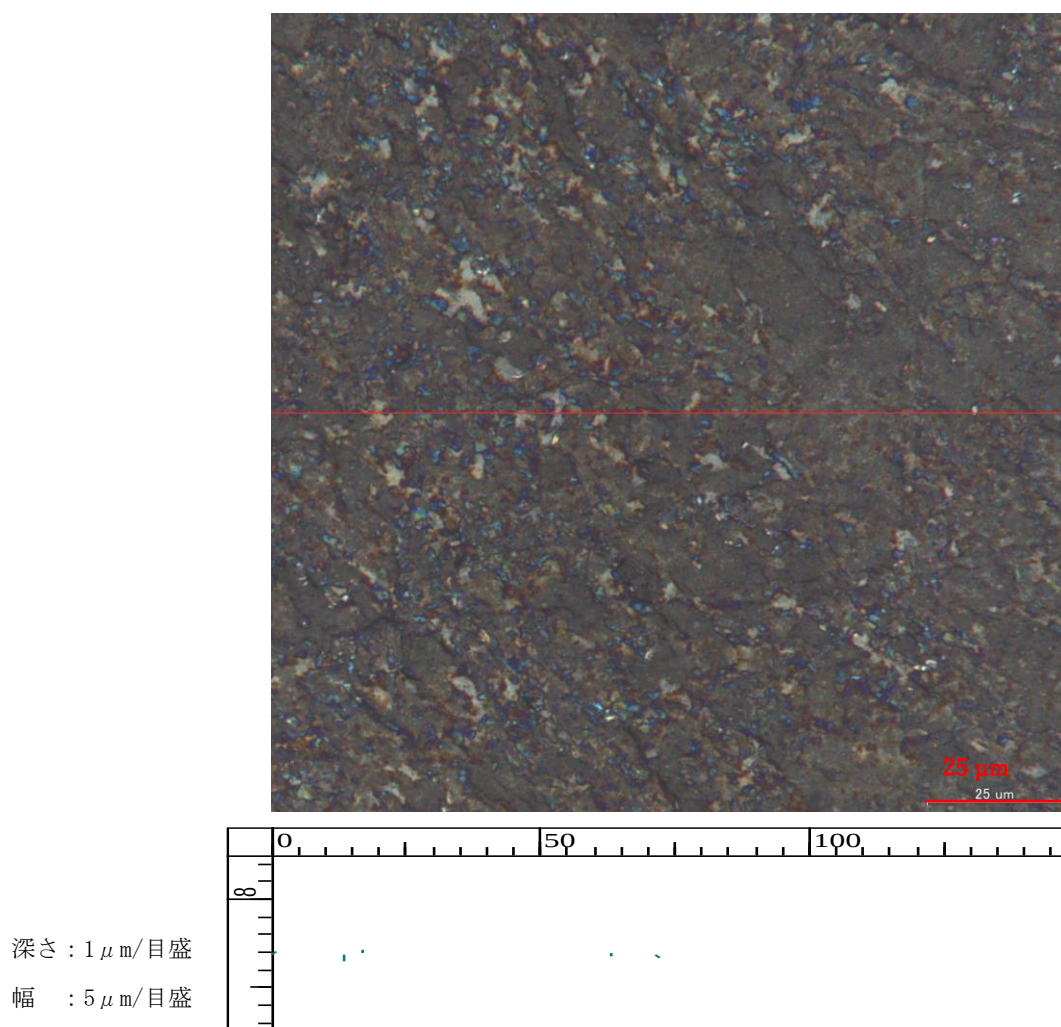


図 2 2 赤線断面部の深さ方向の解析結果(SWOM 試験前サンプル表面)

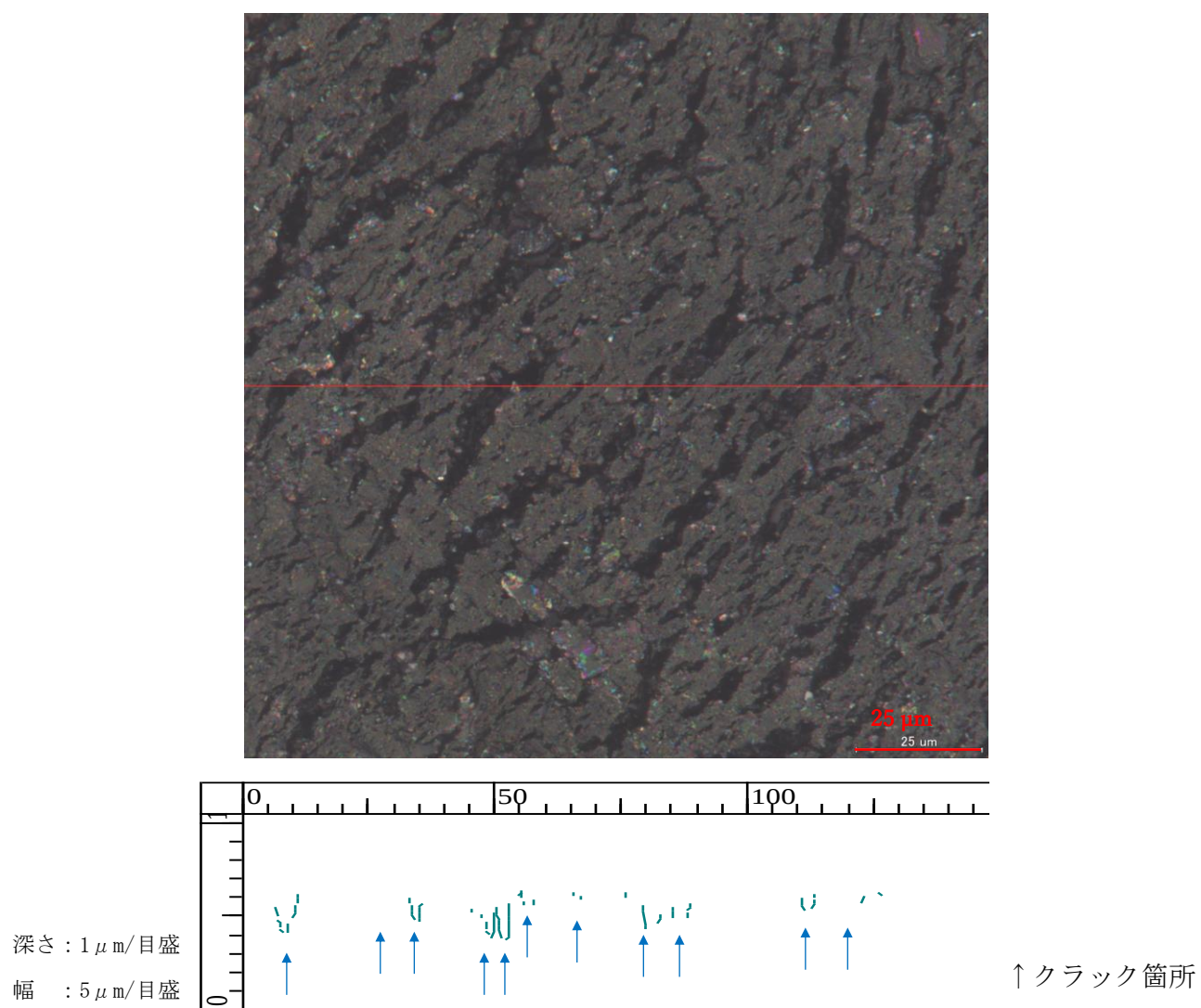


図 2 3 赤線断面部の深さ方向の解析結果(SWOM 試験後サンプル表面)

①－３－６ 解析結果まとめ

SWOM 試験前後の表面観察の結果、下記表に示す違いが確認された。

項目	数値	項目	数値
Ra	0.154 μm	Ra	0.323 μm
Rz	0.952 μm	Rz	2.44 μm
Sa	0.387 μm	Sa	0.396 μm
Rv	0.614 μm	Rv	2.02 μm
劣化箇所の 断面積	77.196 μm^2	劣化箇所の 断面積	131.01 μm^2
劣化箇所の 容積(150 μm 四方中)	11579.4 μm^3	劣化箇所の 容積(150 μm 四方中)	19651.5 μm^3

図 2 4 SWOM 試験前後サンプルの各種解析結果
(左：SWOM 試験前サンプル表面、右：SWOM 試験後サンプル表面)

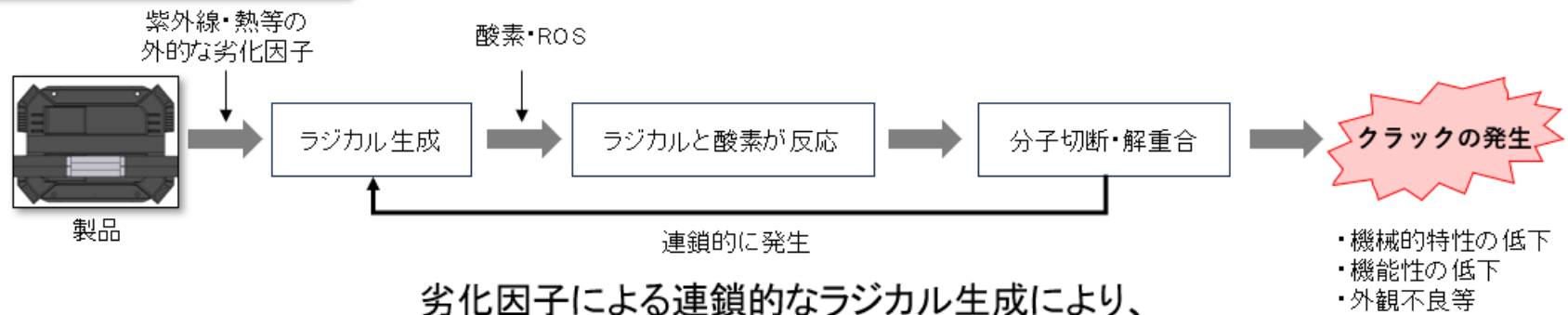
(ア) 最大谷深さ R_v は、0.62 μm →2.02 μm に増大した。

①—4 SWOM 試験の正当性評価

上記評価結果から、SWOM 試験による劣化の進行が確認された。

従来知られている高分子材料の劣化機構と、SWOM 試験での高分子劣化機構は同様と考えられる。

高分子材料の劣化機構



劣化因子による連鎖的なラジカル生成により、
分子切断解重合が連鎖的かつ不可逆的に発生することで劣化が進行

図 2 5 高分子の劣化機構

SWOM試験での劣化機構

SWOM試験による劣化は、従来2000時間が屋外暴露10年相当として、定性的に示されている。

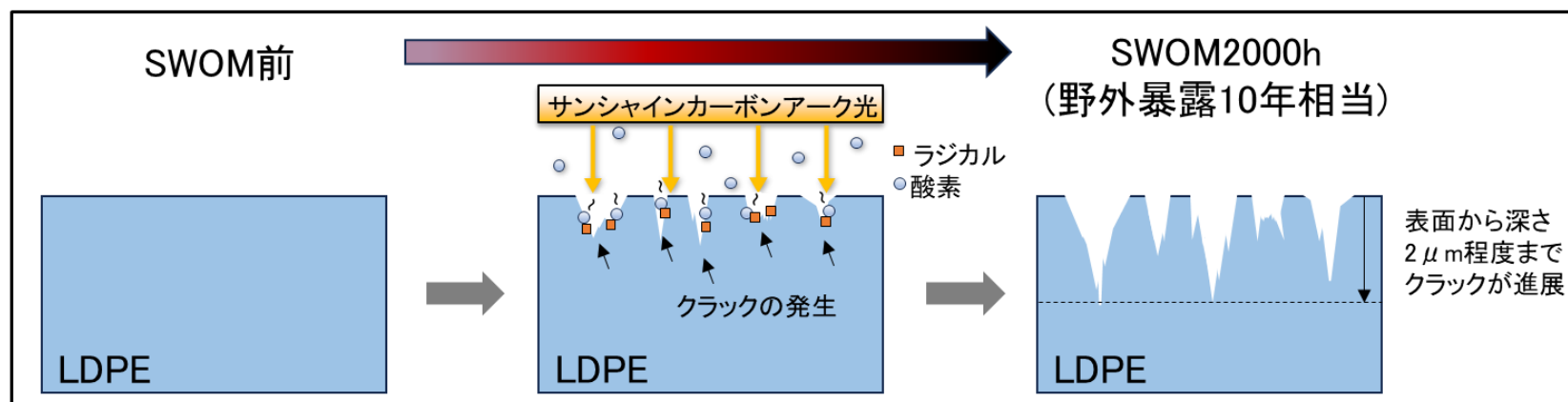


図. SWOM試験での劣化機構

今回の評価により、SWOM試験後の表面の劣化状態を、初めて定量的に示すことができた。
これによりSWOM2000時間品を10年屋外暴露品の評価対象として使用する正当性が示された。
従い、SWOM評価品を長期野外暴露劣化品として評価を進める。

図 2 6 SWOM 試験での劣化機構

①－５　CSCNT の分散状態の観察検討

①－５－１　目的

当社のこれまでの知見から、高分子材料の力学的特性向上には、CNT を凝集なく均一に分散させる必要があることが確認されている。成形品内部の CNT 分散状態を観察した。

①－５－２　観察方法

CNT 充填した LDPE で試験片を作成し、その断面を研磨後観察実施



図 2 7　サンプル断面の研磨

①－５－３　観察結果

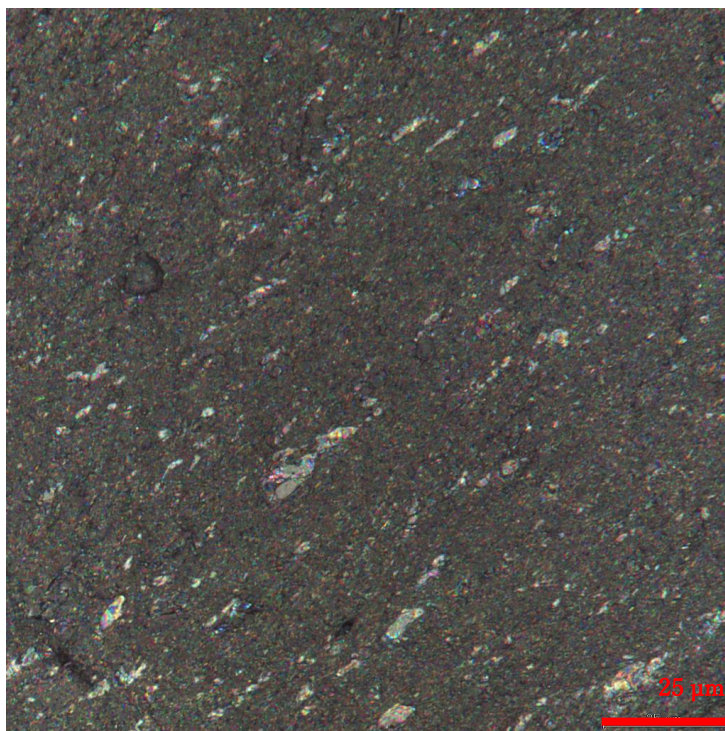


図 2 8　難燃性バージン LDPE(CNT3%) 1800 倍写真

参考として、これまで実施者の知見である CNT の分散状態の写真を示す。

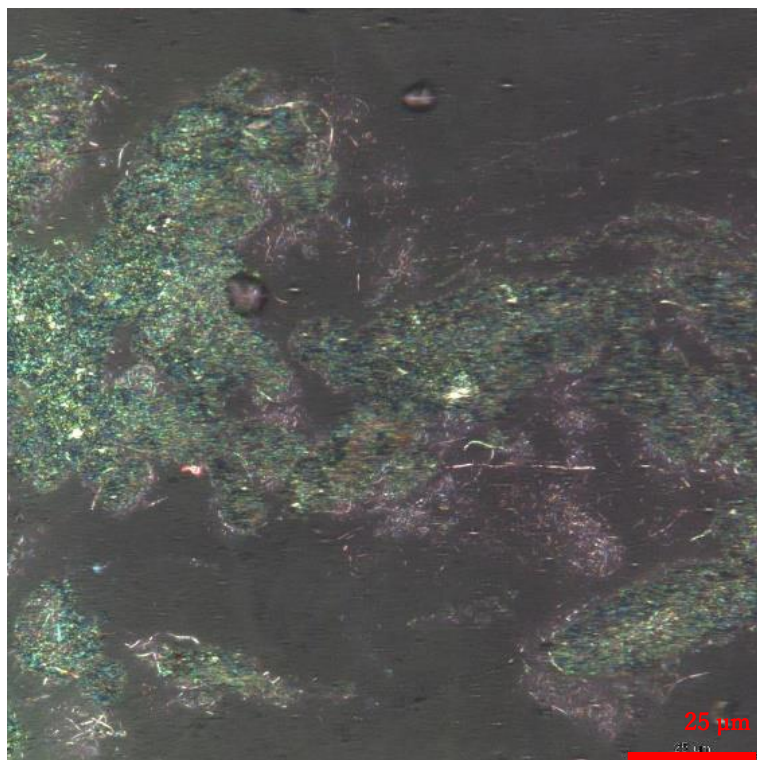


図 2 9 参考写真 分散不良の CSCNT 凝集物 1800 倍写真

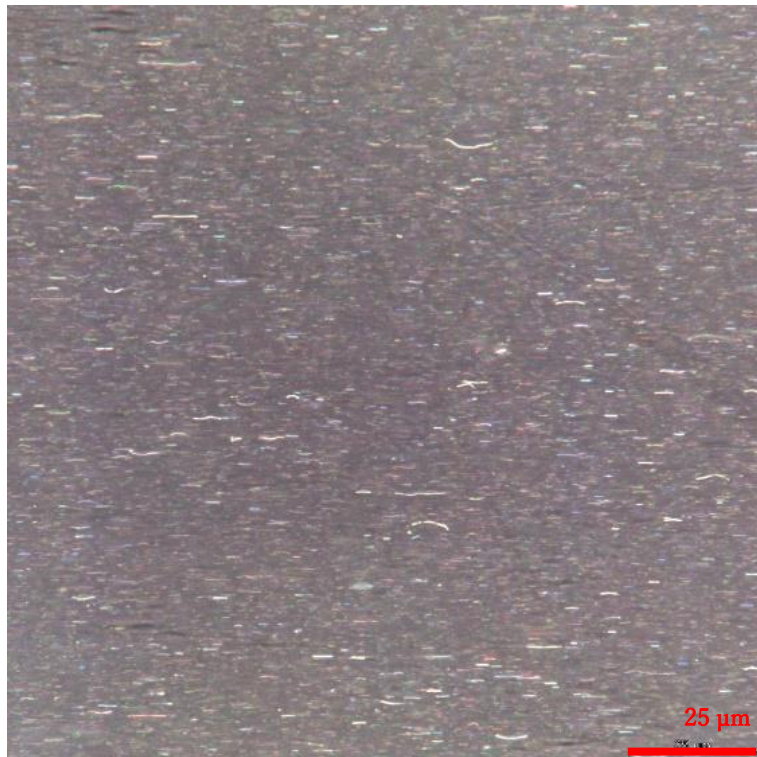


図 3 0 参考写真 分散良好の CSCNT 1800 倍写真

①－５－４ まとめ

今回試作した CSCNT 含有樹脂成形品内のレーザー顕微鏡観察では、CNT 凝集塊は確認されなかった。

CNT が良好に分散することにより、申請書記載の通り、①機械的特性の向上、②劣化（速度・度合）の低減、③難燃性の発現が期待されるため、異なる CSCNT 種類を使用する際も本観察を実施し、分散状態を評価することとする。

①－6 パラメータ検討

6 項（1）記載の LDPE と同じオレフィン系樹脂であるポリプロピレン(以降、PP)を用いた事前検討内容、及び、実施者の知見を基にパラメータスタディを実施した。

①－6－1 評価方法

卓上混錬機を用い各配合毎に混錬後、プレス成形による試験片を作製し、万能試験機で引張試験を実施した。

①－6－2 評価結果

表 5 事前検討結果（PP に CSCNT を充填した試験片）

	最大点強度(MPa)	標準偏差	最大伸び(%)	標準偏差	弾性率(MPa)	標準偏差	エネルギー(J)	伸び20%までの エネルギー(J)
PP(バージン)	27.2	0.46	1349.3	35.91	600.2	16.44	723.3	443.4
PP/24PS 3%	31.6	2.20	381.3	358.8	764.8	40	600.4	464.8
PP/24YD 3%	30.4	0.64	729.3	316.9	735	29.13	716.4	506.4
再生PP	25.7	0.57	1195.3	104.18	551	74.18	702.7	414
再生PP再測定	26.8	0.41	1043.7	141.2	604.7	16.33	827.8	439.9
再生PP/24YD 0.5%	25.8	2.23	23.8	3.9	667.3	22.5	244.4	244.4
再生PP/24YD 1%	31.2	1	391.8	285.5	733.1	26.8	676	499
再生PP/24YD 3%	27.9	0.55	319.9	317.1	630	15.45	639.6	431.8
再生PP/24PS 1%	31.1	0.48	41.1	18.1	723.2	20.8	445	399.3
再生PP/ポリマーA 5%/24YD 1%	27.5	0.65	23.1	2.49	611.9	59.7	341.7	341.6
再生PP/ポリマーA 5%/24YD 3%	29.1	1.45	20.5	2.64	690.7	43.7	203.9	203.9

上記 FS の結果から、以下が示唆された。

(ア) CNT 添加量増と弾性率、強度の向上の相関

(イ) CNT 添加量増と伸びの低下の相関

上記の評価結果を参考とし、2024 年度から配合検討を実施し最適な配合の組み合わせを探索することとした。

①－6－3 配合条件検討

下記の材料と配合を基本として条件を検討した。

①－6－3－1 CSCNT 種

CSCNT は、線長、表面状態、分散性、結晶度等の調整が可能であり、用途や目的に応じて使い分けが可能である。

本事業では、樹脂材料の機械的特性のみならず、機能性向上を目的とするため、数種の CSCNT を用いて検討を実施することとした。

(ア) 長尺 CSCNT(標準グレード：24PS)

(イ) 長尺ほぐし CSCNT(24YD)

(ウ) 短尺ほぐし CSCNT(TJ20A-YD)

(エ) 長尺ほぐし官能基付与 CSCNT(24YD-O)

(オ) 長尺結晶度調整(24LHT)

①－６－３－１（ア）長尺 CSCNT(標準グレード：24PS)

申請者取り扱い CSCNT の原材料。CSCNT の線長は平均 $5\mu\text{m}$ であり、CSCNT の中では長尺である。長さ所以 CSCNT が絡まり、凝集塊の状態で存在している。

量産性は良好であり、それに伴い比較的低コストである。

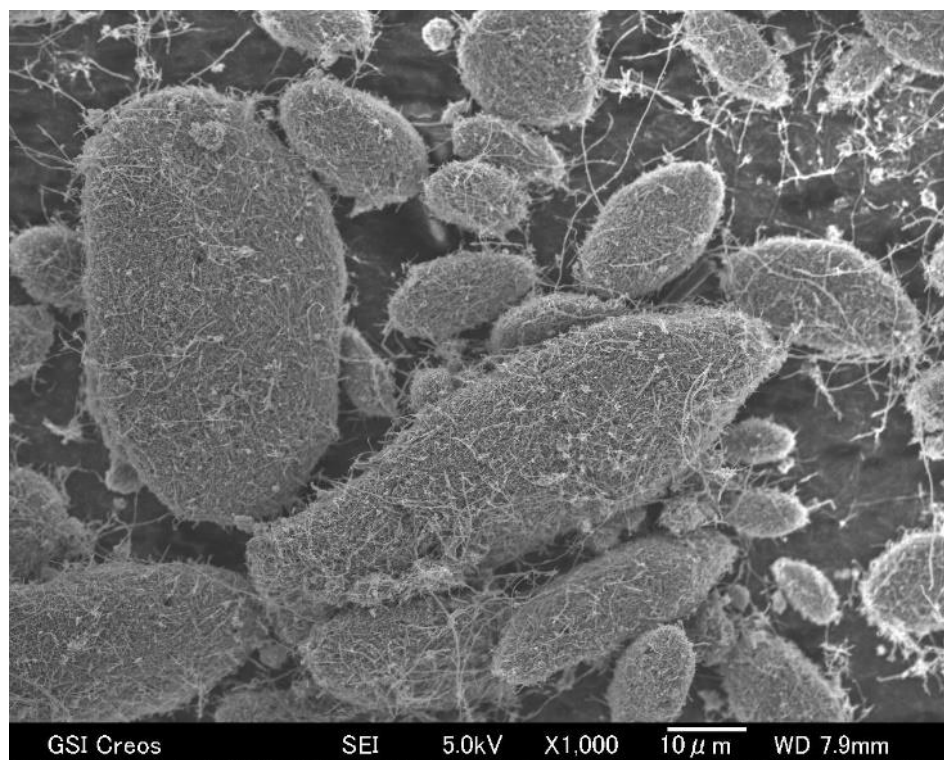


図 3 1 長尺 CSCNT(標準グレード)の 1000 倍写真

①－6－3－1（イ）長尺ほぐし CSCNT(24YD)

上記標準グレードに存在する凝集塊をほぐした CSCNT。
ほぐし前のものと比較して母材への分散性が良好であり、母材中での単離分散が可能。

一方、標準グレードからほぐし処理工程が増えるため、標準グレードである 24PS と比較するとコスト増となる。

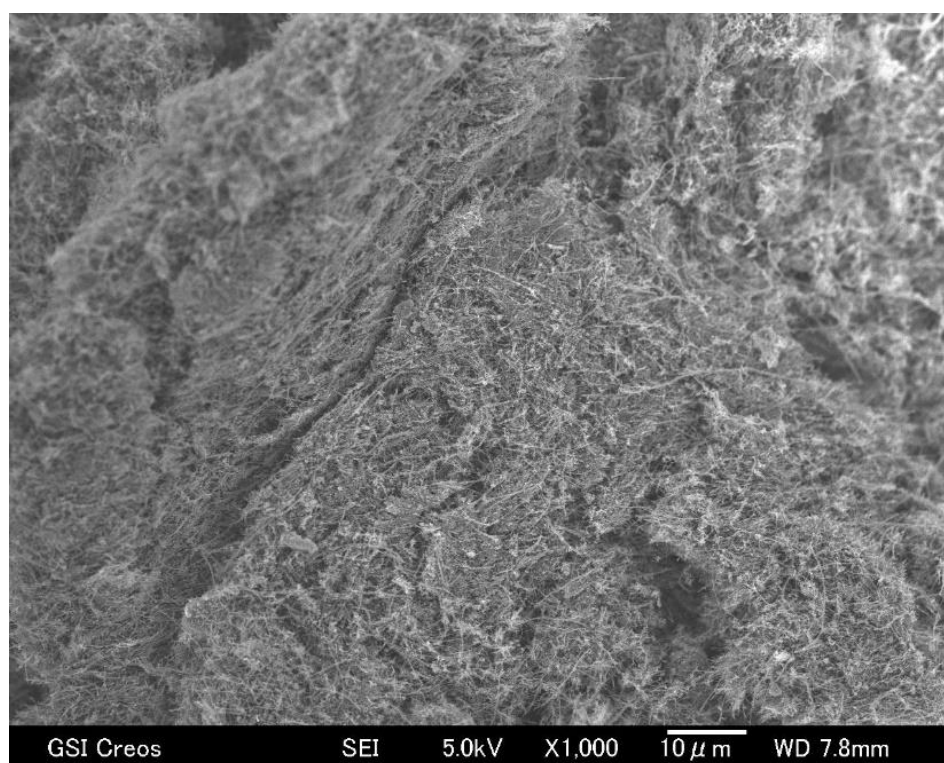
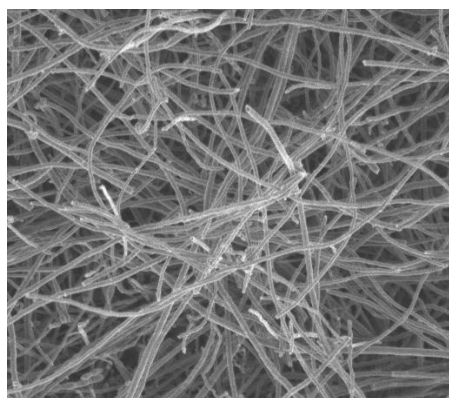


図 3 2 長尺ほぐし CSCNT の 1000 倍写真

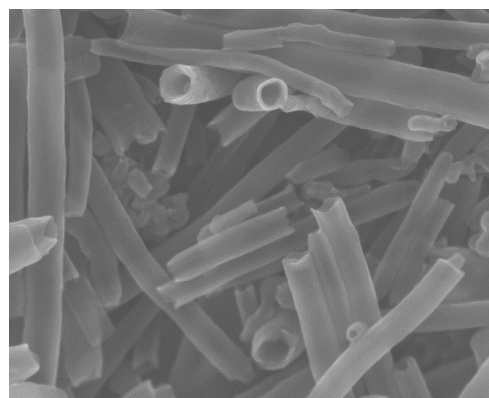
①－6－3－1（ウ）ほぐし短尺 CSCNT(TJ20A-YD)

標準グレードである 24PS の積層する炭素カップを外す形で短尺化処理した CSCNT。申請者独自の凝集塊解砕方法で処理した短尺 CSCNT を上記②同様ほぐしたものであり、短尺でなおかつ凝集塊を低減させたグレードである。

特長は高い分散性、高濃度化、粘度低減効果があること。



長尺 CSCNT



短尺 CSCNT

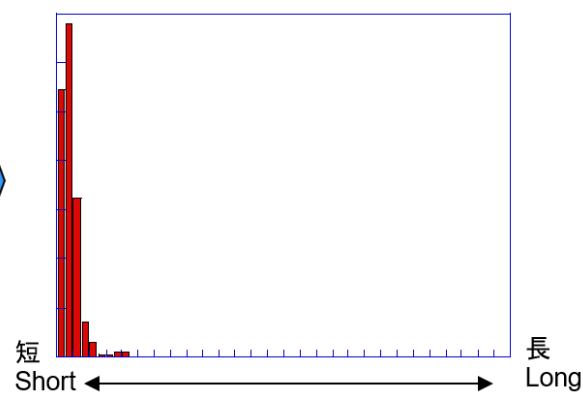
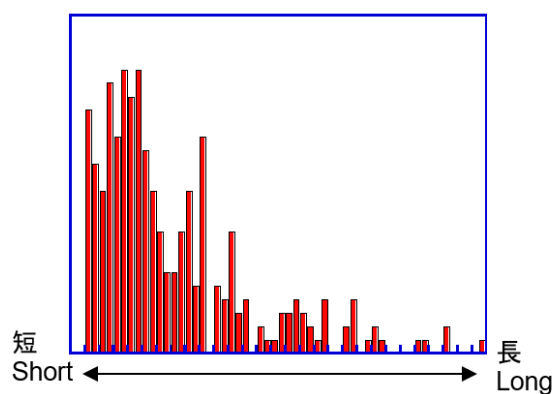


図 3 3 CSCNT 長さ調整前後の SEM 写真と線長ヒストグラム

①－6－3－1（エ）高官能基付与長尺ほぐし CSCNT(24YD-O)

上記②長尺ほぐし CSCNT 表面の官能基の状態を最適化し、高分散化させた CSCNT。

線長やほぐし状態は、長尺ほぐし CSCNT と同等。酸素元素(O)の割合は、標準グレードが 3.59 Atomic%に対して、本 CSCNT は 16.1 Atomic%であり、酸素含官能基リッチの CSCNT であることが示されている。

本グレードの特長は、高い分散性、及び粘度低減効果があることである。

例として水に分散させた際の分散状態の違いを下記に示す。

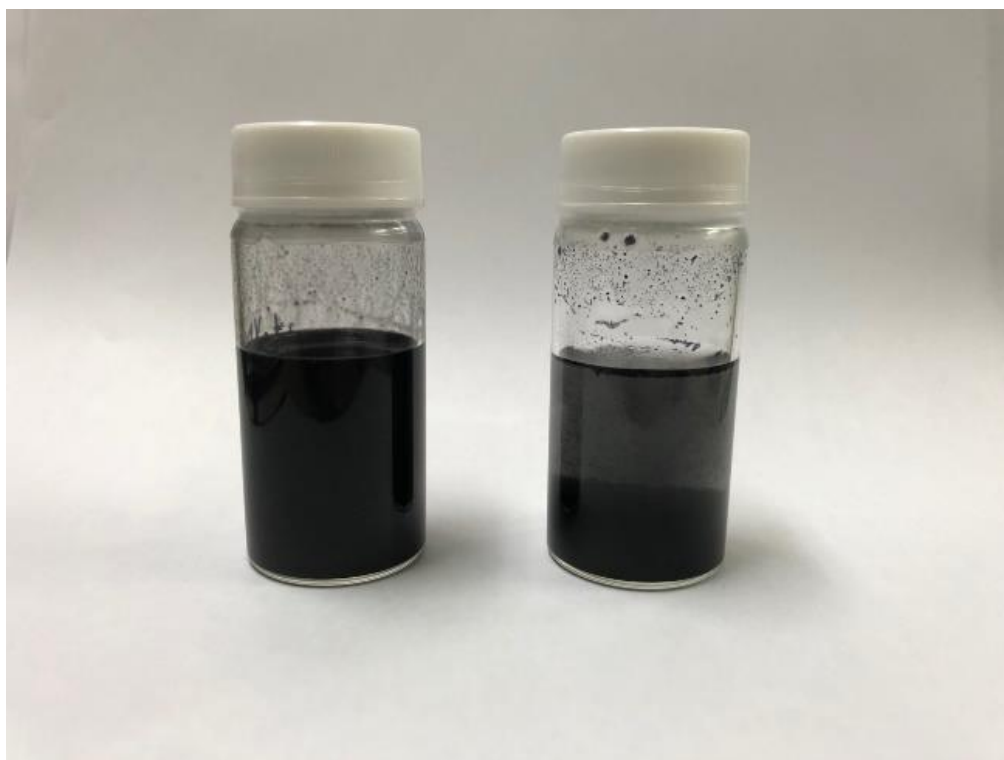


図 3 4 0.5%の CSCNT を添加した水分散液

左：ほぐし分散処理を施した CSCNT

右：ほぐし分散処理を施していない CSCNT

①－6－3－1（オ）結晶度調整 CSCNT(24LHT)

高温処理により結晶化度を高めた CSCNT。処理温度の調整により、CSCNT 特融の柔軟性を損なうことなく、高結晶化度による高い剛性を持つ。

線長と凝集状態は、長尺 CSCNT(標準グレード)と同等であり、特長は高い力学特性と高い耐熱性を持つこと。

上記 CSCNT の各種特性を数値化し、表に示す。※数値は当社基準により 10 点評価

表 6 CSCNT の各種特性の数値化と比較

No.	グレード	長さ	分散性	強度	粘度	コスト	TPO
1	長尺CSCNT(標準グレード)	8	5	6	5	9	7
2	長尺ほぐしCSCNT	6	7	8	6	8	6
3	ほぐし短尺CSCNT	3	8	7	8	6	5
4	高官能基付与長尺ほぐしCSCNT	6	9	8	8	6	5
5	結晶度調整CSCNT	8	4	8	5	5	9

上記表から、各種 CSCNT の特性をレーダーチャートで示す。

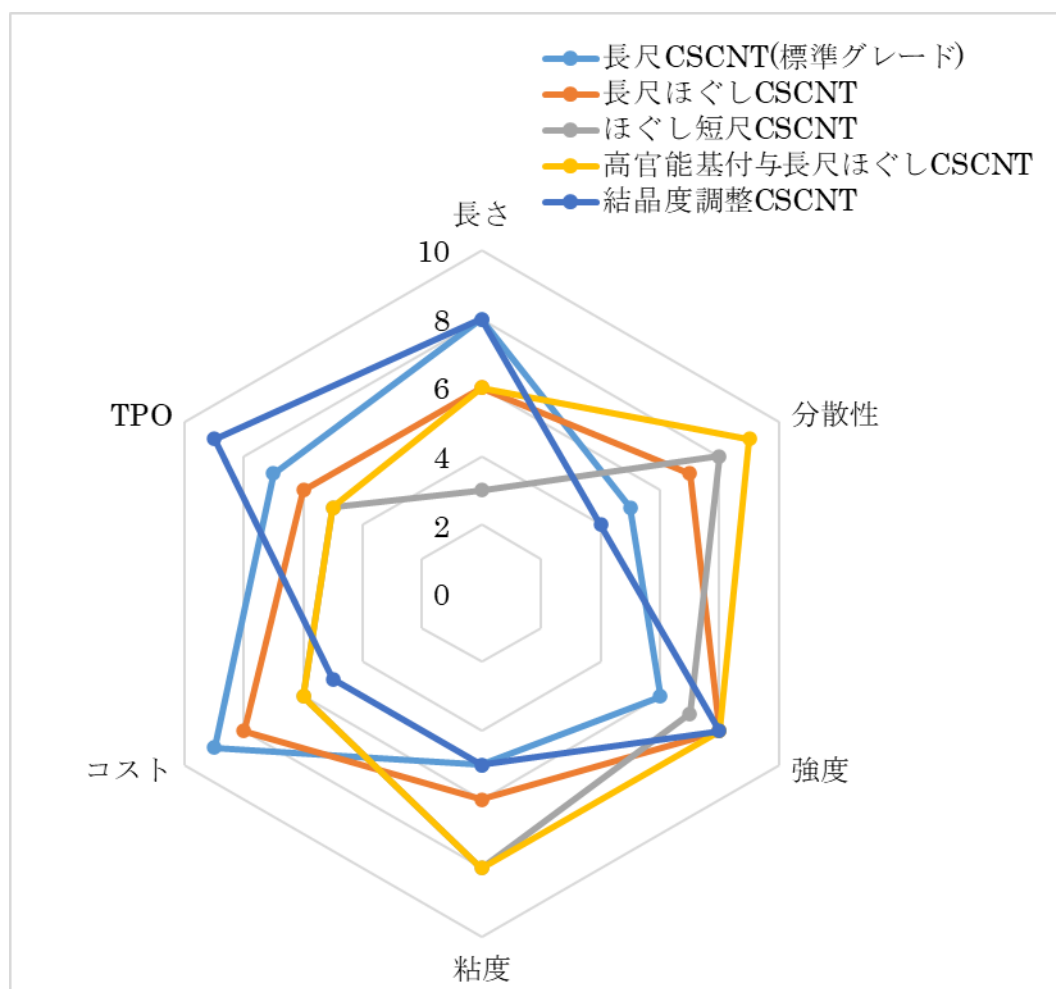


図 3 5 レーダーチャート 各種 CSCNT の持つ特性の比較

①－６－３－２ 樹脂種

（ア）難燃性バージン LDPE

（イ）難燃性再生 LDPE

（ウ）非難燃性バージン LDPE

（エ）非難燃性再生 LDPE

①－６－３－２（ア）難燃性バージン LDPE



図 3 6 難燃性バージン LDPE ペレット

①－６－３－２（イ）難燃性再生 LDPE



図 3 7 難燃性再生 LDPE ペレット

①－６－３－２（ウ）非難燃性バージン LDPE



図 3 8 非難燃性バージン LDPE ペレット

①－6－3－2（エ）非難燃性再生 LDPE



図 3 9 非難燃性再生 LDPE ペレット

①－6－3－3 CNT 濃度

（ア）0.5%

（イ）1%

（ウ）3%

配合条件検討の結果、下記の配合条件で試作検討を実施することとした。

表7 各グレード・配合比較表

(1)樹脂種	(2)CNT種	(3)CNT濃度	(4)第三成分	No.	メリット・期待	懸念点
難燃性再生 LDPE	-	-	-	1		
	24PS (標準品)	0.5%	-	2	・低コスト	・粘度上昇
		1%	-	3		
		3%	-	4		
	24YD	0.5%	-	5	・CSCNTのほぐしによる機械的特性向上	・YD処理の工程によるコストアップ
		1%	-	6		
		3%	-	7		
	24LHT	0.5%	-	8	・LHT品特有の柔軟性と弾性率による機械的特性向上	・凝集の残存による機械的特性低下 ・LHT処理によるコストアップ
		1%	-	9		
		3%	-	10		
	TJ20A-YD	0.5%	-	11	・高充填可 ・低粘度 ・高分散	・CSCNTの加工によるコストアップ
		1%	-	12		
		3%	-	13		
	24YD-O	0.5%	-	14	・ほぐしによる機械的特性向上 ・高分散	・CSCNTの加工によるコストアップ
		1%	-	15		
		3%	-	16		
難燃性バージン LDPE	-	-	-	17		
	24PS (標準品)	0.5%	-	18	・低コスト	・粘度上昇
		1%	-	19		
		3%	-	20		
	24YD	0.5%	-	21	・CSCNTのほぐしによる機械的特性向上	・YD処理の工程によるコストアップ
		1%	-	22		
		3%	-	23		
	24LHT	0.5%	-	24	・LHT品特有の柔軟性と弾性率による機械的特性向上	・凝集の残存による機械的特性低下 ・LHT処理によるコストアップ
		1%	-	25		
		3%	-	26		
	TJ20A-YD	0.5%	-	27	・高充填可 ・低粘度 ・高分散	・CSCNTの加工によるコストアップ
		1%	-	28		
		3%	-	29		
	24YD-O	0.5%	-	30	・ほぐしによる機械的特性向上 ・高分散	・CSCNTの加工によるコストアップ
		1%	-	31		
		3%	-	32		
非難燃性再生 LDPE	-	-	-	33	・低コスト	・機械的特性低下、難燃性無し
	24PS (標準品)	0.5%	-	34	・低コスト	・粘度上昇
		1%	-	35		
		3%	-	36		
	24YD	0.5%	-	37	・CSCNTのほぐしによる機械的特性向上	・YD処理の工程によるコストアップ
		1%	-	38		
		3%	-	39		
	24LHT	0.5%	-	40	・LHT品特有の柔軟性と弾性率による機械的特性向上	・凝集の残存による機械的特性低下 ・LHT処理によるコストアップ
		1%	-	41		
		3%	-	42		
	TJ20A-YD	0.5%	-	43	・高充填可 ・低粘度 ・高分散	・CSCNTの加工によるコストアップ
		1%	-	44		
		3%	-	45		
	24YD-O	0.5%	-	46	・ほぐしによる機械的特性向上 ・高分散	・CSCNTの加工によるコストアップ
		1%	-	47		
		3%	-	48		
非難燃性バージン LDPE	-	-	-	49	・低コスト	・機械的特性低下、難燃性無し
	24PS (標準品)	0.5%	-	50	・低コスト	・粘度上昇
		1%	-	51		
		3%	-	52		
	24YD	0.5%	-	53	・CSCNTのほぐしによる機械的特性向上	・YD処理の工程によるコストアップ
		1%	-	54		
		3%	-	55		
	24LHT	0.5%	-	56	・LHT品特有の柔軟性と弾性率による機械的特性向上	・凝集の残存による機械的特性低下 ・LHT処理によるコストアップ
		1%	-	57		
		3%	-	58		
	TJ20A-YD	0.5%	-	59	・高充填可 ・低粘度 ・高分散	・CSCNTの加工によるコストアップ
		1%	-	60		
		3%	-	61		
	24YD-O	0.5%	-	62	・ほぐしによる機械的特性向上 ・高分散	・CSCNTの加工によるコストアップ
		1%	-	63		
		3%	-	64		

②機能性の回復

②-1 難燃性試験

今後の大量の条件検討を事業者で実施するため、難燃性試験方法は自社で実施するため、評価設備・方法を熟知している大東電材で実施方法を確認・実施した。

②-1-1 測定方法

試験規格：JIS K 6911 の 5.24 B 法にて難燃性の評価を実施した。

【JIS K 6911 5.24B 法 垂直燃焼試験】

(1) 装置は、次の通りとする。

- (1.1) 空気の流れのないチェンバー、エンクロージャー、実験用フード
- (1.2) ブンゼンバーナー（管の長さ 101.6mm、内径 9.5mm）
- (1.3) クランプ付きリングスタンド
- (1.4) 工業用メタンガス又は 37MJ/m³ {約 9 000kcal/m³} の天然ガスのボンベ（流量計、レギュレータ付き）
- (1.5) 乾いた外科用綿
- (1.6) ストップウォッチ又はタイマー
- (1.7) デシケーター（乾燥塩化カルシウム又はシリカゲル入りのもの）
- (1.8) 70±1℃に保持できる完全通風循環式恒温器

(2) 試験片

成形材料の場合は、長さ 127mm、幅 12.7mm、厚さ 0.8mm 以上に成形したものを用いる。積層板の場合は試料から原厚のまま、長さ 127mm、幅 12.7mm の大きさに滑らかに切り取ったものを用いる。いずれの場合も試験片の R の半径は 1.27mm を超えないこと。

(3) 前処理

試験片の前処理は、次の 2 種類について行う。

- (3.1) 受理状態とする。
- (3.2) 温度 70±1℃で 168 時間加熱した後デシケーター中に 4 時間以上放置する。

(4) 試験片の個数

上記(3)に示す各前処理条件ごとに 5 個とする。

(5) 方法

バーナーの炎を高さ 19mm の青色炎に調節し、クランプで長さ方向を鉛直に保持した試験片の下端中央部に 10 秒間接炎する。接炎後、バーナーを試験片から 152mm 以上離してフレーミング時間を測定する。フレーミングが止まったら直ちにバーナーの炎を再度、試験片の同じ箇所に 10 秒間当てた後、152mm 以上離し、フレーミング時間とグローイング時間を測定する。なお、結果には試験片の厚さを付記する。

(6) 試験結果に対する要求事項(3.1)及び(3.2)の両条件で、次に示す要求事項に適合するものをそれぞれ V-0 級又は V-1 級とする。

試験条件	耐燃性	
	V-0 級	V-1 級
(1) 炎を取り去った後のフレーミング時間。	10 秒以内	30 秒以内
(2) 5 個 1 組の試験片に計 10 回接炎した後のフレーミング時間の合計。	50 秒以内	250 秒以内
(3) 第 2 回目の炎を取り去った後のグローイング時間。	30 秒以内	60 秒以内
(4) 試験片から 305mm 下の外科用綿を発火させるような滴下物の有無。	あってはならない。	あってはならない。
(5) クランプまで達するフレーミング又はグローイングの有無。	あってはならない。	あってはならない。
(6) 5 個 1 組の中 1 個が不適合の場合、又は 1 組 5 個のフレーミング時間の合計が右記の場合は他の 5 個 1 組を用いて再試験し、上記(1)、(2)、(3)の要求値にすべて適合しなければならない。	51～55 秒	251～255 秒

②－１－２ 評価結果

表 8 評価結果 難燃性バージン LDPE(バージン品)の難燃性試験結果 赤舳部

試験項目			規格	バージン品
材料引張	常態	引張強さ (MPa)	9.8MPa以上	16.0MPa
		伸び (%)	350%以上	702%
	加熱老化後	引張強さ残率 (%)	常態に対して引張強さ残率80%以上	96.5%
		伸び残率 (%)	常態に対して伸び残率65%以上	94.7%
難燃性		JIS K 6911 B法	V-0級であること	V-0
耐電圧		乾燥	15000V・1minで異常ないこと	異常なし
		散水	10000V・1minで異常ないこと	異常なし

②－１－３ 評価状況



図 4 0 難燃性試験設備

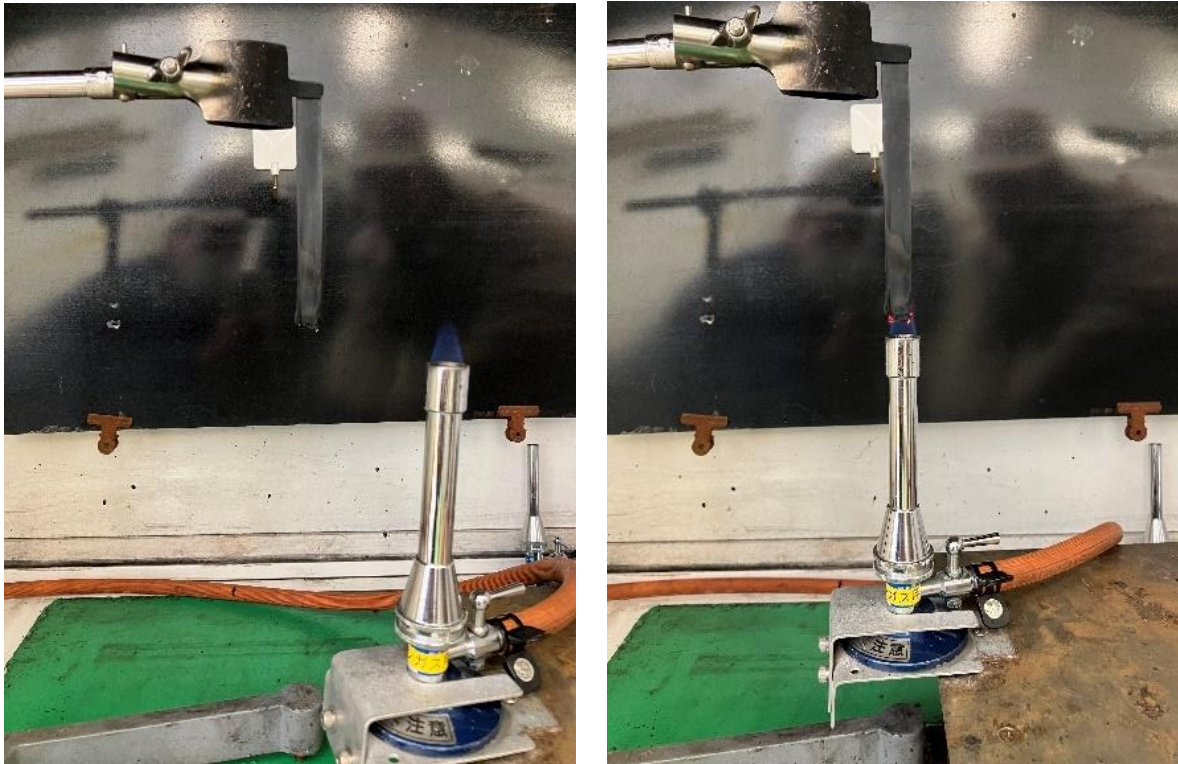


図 4 1 バーナー接炎時の写真

②－ 2 耐電圧試験

②－ 2 － 1 測定方法

耐電圧試験の評価は、電技、及び配電規程でも規定されている規格の通り実施した。

高電圧防護具の完成品試験として、下記絶縁耐電圧試験を実施しこれに耐える性能を有することを条件づけられている。

(ア) 乾燥状態で 15kV の交流電圧を 1 分間

(イ) JIS C 0920 の規定による散水試験後、10kV の交流電圧を 1 分間

散水試験規格：散水方法の規格である JIS C 0920 に沿って散水を実施した。

②－２－２ 測定結果

大東電材で成形した電材形状のサンプルの耐電圧試験を実施した。

表 9 評価結果 難燃性バージン LDPE(バージン品)の耐電圧試験結果 赤枠部

試験項目			規格	バージン品
材料引張	常態	引張強さ (MPa)	9.8MPa以上	16.0MPa
		伸び (%)	350%以上	702%
	加熱老化後	引張強さ残率 (%)	常態に対して引張強さ残率80%以上	96.5%
		伸び残率 (%)	常態に対して伸び残率65%以上	94.7%
難燃性		JIS K 6911 B法	V-0級であること	V-0
耐電圧		乾燥	15000V・1minで異常ないこと	異常なし
		散水	10000V・1minで異常ないこと	異常なし

(ア) 耐電圧に異常がない場合：通電せず。

(イ) 耐電圧に異常がある場合：電気が電材の表面を伝い、外側のアルミシートに通電する。

②－２－３ 評価状況

②－２－３－１ 乾燥状態での 15kV の交流電圧を 1 分間通電時の評価状況

電線の接続箇所を模擬したものを覆うように電材サンプルをセットする。その後、電材の表面に導電性のあるアルミシートを巻き付け、耐電圧試験設備にセットする。

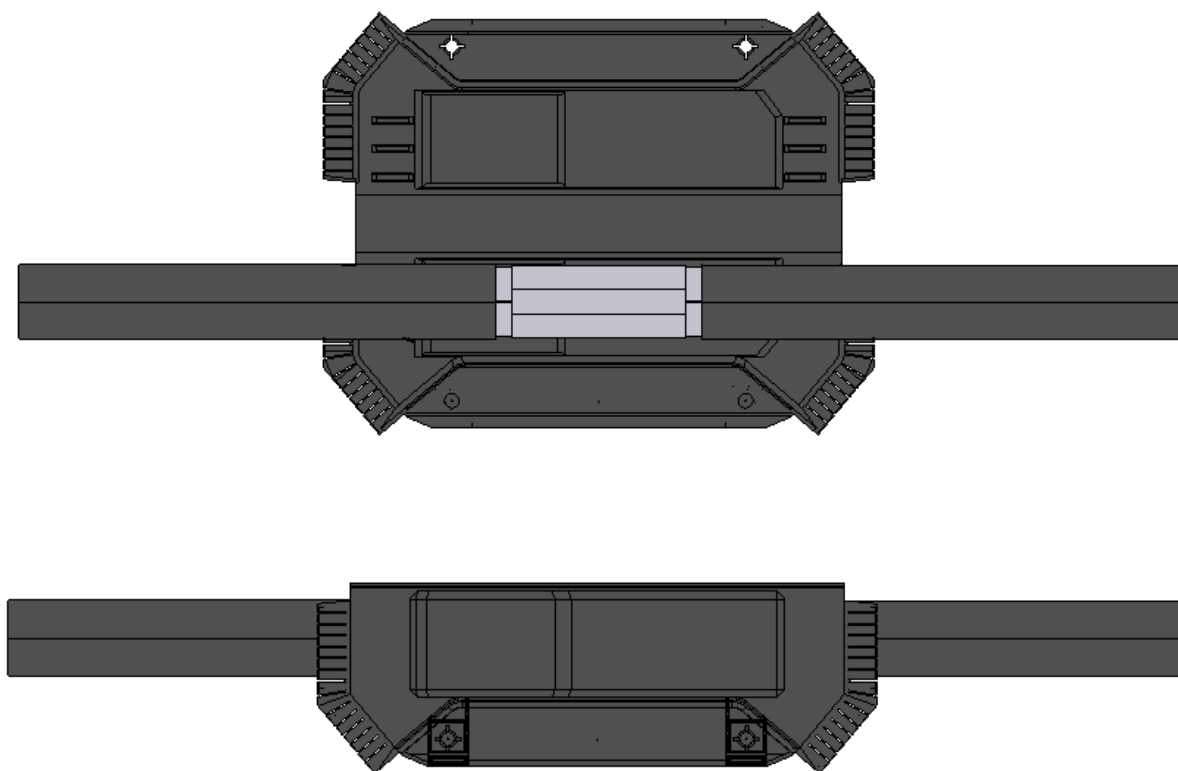


図 4 2 模擬した電線接続箇所イメージ図（上：電材設置前、下：電材設置後）



図 4 3 耐電圧試験設備にセット時の写真

②－２－３－２ 散水後 10kV の交流電圧を 1 分間通電時の評価状況

散水方法は、JIS C 0920 の規格の通り実施した。

(ア) 両側に 60 度までの角度で噴霧した水を電材に 5 分間散水する。

(イ) 散水部は振り子のように稼働しながら散水する。

散水後、電材内部には水が入り込んでいる。電材の構造状、水は抜けるので、水がたまらず通電は発生しない。

②－２－３－３ サンプルの破壊試験

散水後、規定以上の電圧不可を掛け、通電するまで電圧を上げ、状態を観察した。

結果は、21kV で通電しスパーク発生とともに評価設備が停止した。

耐電圧試験設備から、電材サンプルを取り外し、内部の状態を確認した。

スパークが発生した箇所は黒く焦げが発生していた。

②－２－４ 耐電圧試験に対する簡易評価方法の検討

規格で設定されている耐電圧性能評価は、大がかりな装置を用いて実施するため、今回実施予定の細かな条件検討時は、より簡易的な評価方法で高効率に事前評価を実施する必要がある。そのため簡易的な評価方法を検討した。

表面抵抗値、体積抵抗値と、耐電圧性能の相関を検証した上で、本評価の簡易的事前評価として利用できるか確認し、実施を試みることにした。

(2) 再生回数の増加

下記のスケジュールの通り加速劣化試験を実施した。

(ア) すでに難燃性バージン LDPE の SWOM 試験 2000h を終え、再生処理済み。

SWOM 試験前後では、「①力学的物性の回復」に記載の通り、面粗度の増大が確認されている。

(イ) 難燃性再生 LDPE(リペレット品)を用いて SWOM 試験を進めている。

■スケジュール

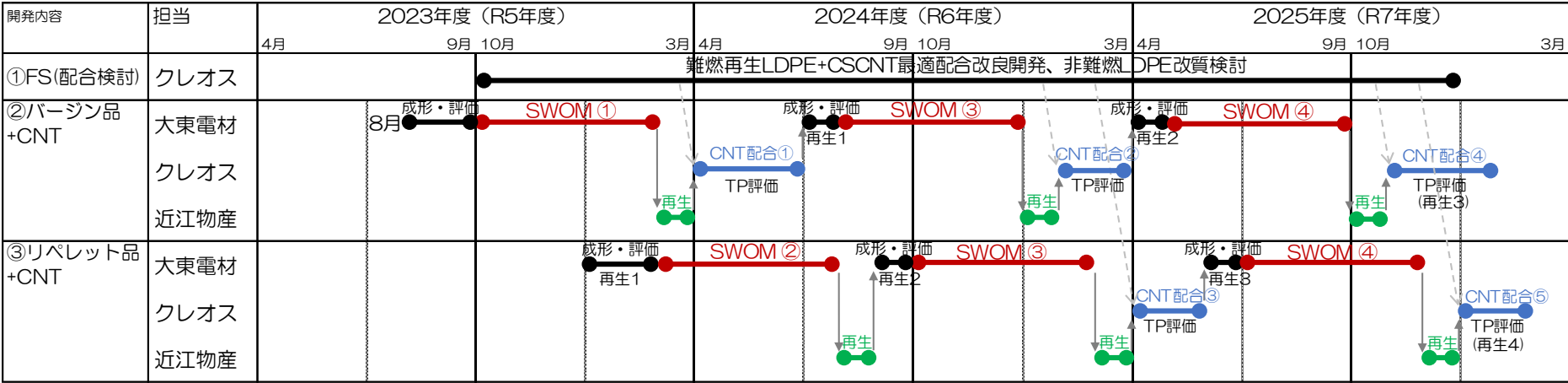


図 4 4 本事業の実施内容スケジュール



図 4 5 難燃性バージン LDPE の SWOM 後の粉碎品

(3) コスト削減の検討

下記の材料コストを基に、配合品のコストを試算した。

表 1 0 各材料の価格表

各材料の価格	円/kg	現行価格	
難燃性バージンLDPE	800	材料	50 : 50
難燃性再生LDPE	400	難燃性バージンLDPE	400
非難燃性バージンLDPE	200	難燃性再生LDPE	200
非難燃性再生LDPE	100	kg単価	600
CSCNT	10,000		

(3) - 1 試算内容

下記の内容でコスト試算を実施した。

- (ア) 難燃性再生 LDPE に CNT 充填したもの 100% とする場合
- (イ) 難燃性再生 LDPE に CNT 含非難燃性バージン LDPE 充填品を 50%:50% とする場合
- (ウ) 非難燃性バージン LDPE に CNT 充填したものを 100% とする場合
- (エ) 非難燃性再生 LDPE に CNT 充填したものを 100% とする場合

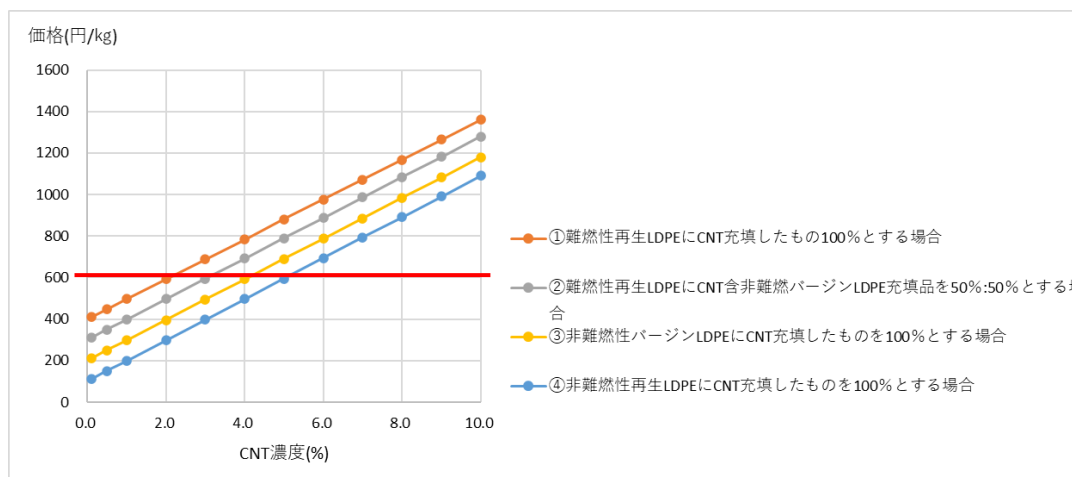


図 4 6 各配合によるコストの推移

(3) - 2 試算方法

計算は下記の通り実施した。

①難燃性再生LDPEにCNT充填したもの100%とする場合					この配合の場合、現行コスト内に抑えるためには、CNT濃度2%以下での性能発現が必要							
材料比(難燃性再生LDPE：CNT)	99.9：0.1	99.5：0.5	99：1	98：2	97：3	96：4	95：5	94：6	93：7	92：8	91：9	90：10
難燃性再生LDPE価格(円)	400	398	396	392	388	384	380	376	372	368	364	360
CNT価格(円)	10	50	100	200	300	400	500	600	700	800	900	1000
材料kg単価(円/kg)	410	448	496	592	688	784	880	976	1072	1168	1264	1360
CNT濃度(%)	0.1	0.5	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
②難燃性再生LDPEにCNT含非難燃バージンLDPE充填品を50%:50%とする場合					この配合の場合、現行コスト内に抑えるためには、CNT濃度3%以下での性能発現が必要							
材料比(難燃性再生LDPE：非難燃性バージンLDPE：CNT)	50：49.9：0.1	50：49.5：0.5	50：49：1	50：48：2	50：47：3	50：46：4	50：45：5	50：44：6	50：43：7	50：42：8	50：41：9	50：40：10
難燃性再生LDPE価格(円)	200	200	200	200	200	200	200	200	200	200	200	200
非難燃性バージンLDPE価格(円)	100	99	98	96	94	92	90	88	86	84	82	80
CNT価格(円)	10	50	100	200	300	400	500	600	700	800	900	1000
材料kg単価(円/kg)	310	349	398	496	594	692	790	888	986	1084	1182	1280
CNT濃度(%)	0.1	0.5	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
③非難燃性バージンLDPEにCNT充填したものを100%とする場合					この配合の場合、現行コスト内に抑えるためには、CNT濃度4%以下での性能発現が必要							
材料比(難燃性バージンLDPE：CNT)	99.9：0.1	99.5：0.5	99：1	98：2	97：3	96：4	95：5	94：6	93：7	92：8	91：9	90：10
非難燃性バージンLDPE価格(円)	200	199	198	196	194	192	190	188	186	184	182	180
CNT価格(円)	10	50	100	200	300	400	500	600	700	800	900	1000
材料kg単価(円/kg)	210	249	298	396	494	592	690	788	886	984	1082	1180
CNT濃度(%)	0.1	0.5	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
④非難燃性再生LDPEにCNT充填したものを100%とする場合					この配合の場合、現行コスト内に抑えるためには、CNT濃度5%以下での性能発現が必要							
材料比(非難燃性再生LDPE：CNT)	99.9：0.1	99.5：0.5	99：1	98：2	97：3	96：4	95：5	94：6	93：7	92：8	91：9	90：10
非難燃性再生LDPE価格(円)	100	100	99	98	97	96	95	94	93	92	91	90
CNT価格(円)	10	50	100	200	300	400	500	600	700	800	900	1000
材料kg単価(円/kg)	110	150	199	298	397	496	595	694	793	892	991	1090
CNT濃度(%)	0.1	0.5	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10

図4-7 コスト試算

(4) LCA の検証・評価

申請時に、各社からの情報をとりまとめて LCA の検証を実施した。
条件検討から、使用する材料の配合条件を検討でき次第、改めて高精度な LCA 検討・評価を実施することとした。

特に CNT 合成については、世界的にも精度が高いとは言い切れないデータが多いため、実測値等を含めて精度の高い LCA の検証・評価を実施する。

(5) 「再生プラスチックの機能を回復させる手法の研究開発とその循環モデルの検証」の現地視察会及び検討会の開催

(ア) 令和 5 年 2 月 21 日：令和 5 年度現地視察会及び検討会を開催

CSCNT の概要説明、本事業の説明、現地の確認、本事業後の構想等を説明した。

(6) 評価審査委員会の出席

契約後、下記の評価審査委員会へ出席した。

(6)－1 2023年11月30日実施 中間報告会

(6)－1－1 委員の質問と回答

Q1 CNT 添加により様々な物性が向上するので、本事業提案についてはどのように考えているか。

【申請者回答】

CNT 充填による力学的物性向上について、アカデミックな研究はともかく、工業製品としてきちんと物性向上を発現している製品は承知していない。分散性に問題があることがその要因の一つである。

当社はCNT充填による物性向上を発現させた製品開発を達成した数少ない企業と自負している。

ちなみに現時点で CNT の主要用途は LIB(リチウムイオン電池)の導電補助剤で年間 5000 トンにおよぶが、力学的物性向上を目的としている訳ではない。

Q2 CSCNT の比率とコストの関係について、どの程度調査を進めているか。

【申請者回答】

申請書作成時点では 1%で試算。今回の初回実験は 3%のみ、結果良好につき今後下限域の探索を進める。コストは報告資料の計算式通り。

Q3 CNT の種類はどのように考えているか。

【申請者回答】

CNT は申請者独自の CSCNT1 種類で考えている。CSCNT は特異的な構造由来で線長調整や、表面状態の調整等が可能である。CSCNT のグレードや充填量をパラメータとして検討する。

Q4 サイジング等の添加が考えているか。

【申請者回答】

CSCNT は構造由来で添加材は不要である。

母材との密着性向上という検討は、CSCNT 界面を高分子でグラフトすることも考えている。

力学的特性だけではなく、難燃性についても検証する。

Q5 どの程度の劣化まで CNT 添加によって回復できるかを見ていく必要があるのではないか。

【申請者回答】

了解した。通常 CNT メーカーは分散剤を使って分散させているが、それが劣化要因となりうる。

申請者は分散剤を使用せず純粋に CNT の効果を確認できる。

Q6 現行樹脂は 40%難燃剤が入っていると申請書にある。劣化品に 3%の CNT 添加で難燃性を回復できるのか。

【申請者回答】

CNT の難燃効果については先行研究あり。

☆固相(チャー)について説明した。

Q7 難燃性の評価方法はどのように実施するか。

【申請者回答】

規格にそってバーナーで燃焼する垂直燃焼試験を実施する。

Q8 電材は V-2 が目標とあるがどうか。

【申請者回答】

最終目標は V-0 としている。

1 年目はそのようにしている。

Q9 今回の使用樹脂について、一度市場に出たものの純度はどうなのか。添加剤等も含め分からないものも入っているだろう。そのあたりどう考えているか。

【申請者回答】

水平リサイクルである事を説明。樹脂の純度(LDPE 以外の樹脂など) は現状不明。再生業者での粉碎工程で、ある程度リセットできると考える。

→評価者コメント：基材は LDPE なので問題ないか。

(6) - 1 - 2 委員コメントと対応方針

委員コメント	対応方針
難燃剤フリーに向けて CNT をどの程度入れることで達成できるのか明らかにすること。	説明資料記載の通り、母材への CNT の高分散化により、高い難燃性を発現する可能性がある。 また、CNT を母材中に高分散させることで、CNT 添加量を最低水準まで下げても特性を発現することが期待される。 高分散 CNT 樹脂材料の製造条件、及び最適濃度の検討を実施し、難燃性発現の最適点を明らかにする。
加える CNT の長さ等の特性に応じた性能の変化について明らかにすること。	これまでの当社知見から、CNT は長尺品の方がより機械的特性が向上する傾向が得られている。

	本開発においても CNT の長さ(長・短)の条件を振り、評価を実施することとする。
価格設定については、リサイクルによる付加価値も踏まえて検討すること。	CNT の高分散化による材料コスト低減を目指す。 上記記載の通り、CNT は母材中に高分散させることで、低濃度でも各種特性を発現できる可能性がある。 同時に CNT を低濃度にするにより、再生品のコスト低減を期待できる。

(6) - 2 2024年2月7日実施 期末審査委員会

(6) - 2 - 1 委員の質問と回答

Q1 劣化(クラック部分)発生が前提として、劣化部位以外(クラック部分の下方)のダメージが少ないので、そこに CNT を添加して機能回復を目指す開発内容と理解したかどうか。

【申請者回答】

2 系統を考えている。

一つはご理解のように健全部分と CNT をミックスして性能向上させるイメージ。

もう一つは劣化部分(クラック発生部分≡ボロボロ層)のみを抽出して、最悪劣化状態を評価し、そこから回復させるイメージ。

Q2 スライド P13 の劣化について、クラックは 2μm 程度とあるが、もっと深く劣化が進んでるのではないか。どう思うか。

【申請者回答】

仰る通りかもしれない。前質問のように表面から 2μm 深さ部分のみの評価も考えているので、その表層を削った後の表面観察や評価を試みたい。

Q3 CF のようにサイジング剤を添加することは考えているか。

【申請者回答】

考えていない。

CSCNT の特徴である炭素網端を利用して、官能基、またグラフト(高分子架橋)を考えている。

ケミカル添加材による各種機能の低下が懸念されるため、サイジング剤は用いない予定。

Q4 コストダウンについて、そもそも CNT 自体のコスト、価格を下げることは考えているか。

【申請者回答】

まず先に製造コストが下げるのか、市場が大きくなってから量産するべきか、の議論となる。

CVD 法には量産効果が高いので、CNT 量産時に、CNT 自体のコスト低減が可能なことはわかっている。。

Q5 電材以外の用途は考えているか。

【申請者回答】

当然考えている。出口が増えれば CNT 使用量が増えることになり、コスト低減が可能となる。

Q6 CNT 合成時の CO2 排出量について、どのように算出しているか。

【申請者回答】

消費電力等から算出している。

【審査員からのコメント】

CNT の使用による CO2 排出量削減は、世界的に懐疑的な議論が多い。

CNT 合成時の CO2 排出量は、 $10^1 \sim 10^6$ のオーダーとデータの範囲に広いことが理由。

CNT 材料を世界的に広げるためには、CNT 合成時の CO2 排出量について国際的なリサイクルの認証を取る必要がある。

企業情報かとは思いますが、ある程度開示して CNT 合成時の CO2 排出量を定量化すべきである。

ISO でもなく国際的なリサイクル認証は別にある。

規格に記載できるようなデータを揃える必要がある。

【申請者コメント&質問】

CNT 合成については、企業の秘密情報も含まれるので、すべて開示できるものではなく、例えば数字を丸めるなどの工夫が必要。

その上で、今後当社が国際的な認証を取りたい場合、どこに相談すればよいのでしょうか。

【審査員コメント】

環境省に相談ください。

(6) - 2 - 2 委員コメントと対応方針

委員コメント	対応方針
CNT の環境負荷については、国際的に様々なオーダーの結果が出ている。そのため、CO2 の算定については、対外的に PR できるようにデータを集めて認証取得する必要がある。環境省にも相談しながら進めること。	CNT 合成時の環境負荷については、他社も含めデータ収集を行う。 その上で、当社 CNT 合成との比較と共に LCA の検証・評価を実施していく。 今後、環境省殿とも相談しながら、認証取得に資するようなデータ整備を進める。
製造時に電力を多く消費していると思われるため、CO2 算定の際には留意し、報告書にまとめること。	CNT 合成時の電力消費については、CNT 合成効率を上げることでも省力化を図ることが可能である。 予てより当社では CNT 合成効率の向上法を研究しており、今後研究成果を本事業に使用される CNT にも研究成果を反映させていく方針である。
CNT を入れる以外の案も検討してほしい。	本研究は、当社の長年にわたる CNT 複合材料の実用化実績を基にしており、目標達成の最大のポイントは CNT 充填条件(CNT 種、配合量など)にある。 その上で、他の機能を付加、あるいは高める必要が生じた時には、コストを十分に考慮した上で、他の添加材を加えることも検討する。

(7) 報告書の作成

契約日 10 月 4 日より、下記の報告書の作成、及び提出を実施した。

(ア) 10 月、11 月、12 月、1 月、2 月、3 月 合計 5 回の月次報告

(イ) 11 月：中間報告会用の報告資料

(ウ) 2 月：期末審査委員会用の報告資料

(エ) 3 月：成果報告書

(8) 実証事業の目標設定

本実証業の目標は、以下の通りであり、変更はない。

	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	1. 市場の現状 ①難燃性再生LDPEは物性劣化が激しく、再生品100%の製品使用実績は無い。 ②再生品の効果的な物性回復方法は無い。バージン品を充填することで物性を回復させる試みがある。 ③難燃性LDPEは再生品も高コストであり、使用動機の妨げとなっている。 2. 当社状況 ①PCR(市場使用済)PP(ポリプロピレン)にCSCNTを微量充填し、バージン以上の物性回復を確認済み。 ②難燃性LDPEに対する事前評価(FS)実績は無い。	1. リファレンスの設定 難燃性バージンLDPE及び難燃性再生LDPEの各力学的物性、機能性を評価し、再生品の物性状態を明らかにする。 それを指標として、最終目標到達への道程、パラメータを検討する。 2. 難燃性再生LDPEの物性回復 再生品の諸物性はバージン比、50%以下に低下していることが先行研究により予想されており、これをバージン比50～60%への回復を目指す。	1. 難燃性再生LDPEの諸物性(力学的、機能性)の回復を達成する。 全体としてバージン樹脂比80%回復を目標とする。 力学的目標 (ア)引張強度8MPa以上、伸び280%以上 (イ)90℃×96時間加熱後、それぞれ6MPa以上、160%以上 2. 同再生樹脂の再生回数を増大させること。 目標：複数回再生後に上記(ア)(イ)を達成する。 3. 同再生樹脂コストを削減する。 現行品(再生品50%バージン50%)を¥600/kgとした時、¥500/kg、¥400/kgへの大幅なコスト削減を目標とする。

1	物性回復に関する技術開発 ①力学的特性の回復 ②機能性の回復	同上	下記(i)(ii)(iii)をパラメータとして左記①②の物性回復を試みる。 (i)CSCNT長さ：標準材、ほぐし品(やや短い)、短化品 (ii)CSCNT充填率：0.1%、0.5%、1%、3%など (iii)CSCNT表面改質：高分子架橋、酸素含官能基付加 これらのパラメトリック検討により物性回復の状況进行评估する。	評価すべきパラメータが多いので、令和5年度は(i)CSCNT長さを固定し、充填率を振るところから検討を開始する。 令和5年度の物性回復は、バージン比50～60%を目標とする。
2	再生回数の増加	同上	上記で実施する物性回復の状況により、再生回数増大の可能性を検討する。	上記で実施する物性回復の状況により、再生回数増大の可能性を検討する。
3	コスト削減の検討	同上	上記で実施する物性回復の状況により、物性回復を達成する配合、製作にかかるコスト試算を実施する。	上記で実施する物性回復の状況により、物性回復を達成する配合、製作にかかるコスト試算を実施する。
4	LCAの検証・評価	CO2 削減効果について、机上の計算で構わないので、1年目の時点でリサイクルした場合の物性劣化度等を踏まえて、1～2回リサイクルした場合の削減効果を精査する。	上記で実施する物性回復の状況により、物性回復を達成する配合、製作にかかるCO2削減効果を精査する。	上記で実施する物性回復の状況により、物性回復を達成する配合、製作にかかるCO2削減効果を精査する。 第2項記載の再生回数増大によるCO2削減量の拡大を目標とする。

(9) 関係者間の連携

本業務の関係者間で下記の協力・連携を実施した。

①現状把握

各社にて実施の以下作業について、連絡を密にとり状況を定期的に確認した。

- ・大東電材：製品形状サンプルの成形、SWOM 試験
- ・近江物産：再生処理

②実施計画等に関する達成状況の調査

上記(1)同様

③LCA 評価（CO2 削減効果の検証・評価等）

大東電材、近江物産から情報開示

④共通的な事業課題の抽出・整理

2 度のWEB ミーティング、及びキックオフミーティングを含む 2 度の対面面談を実施し、課題の抽出・整理を実施した。

⑤広報資料の作成

(ア) 以下のプレスリリース資料を作成し、各社公表した。

各 位

GSI Creos

2023 年 12 月 21 日
株式会社 G S I クレオス
経営企画部 企画広報課

再生プラスチックの機能回復を目的とした研究開発事業の開始について

株式会社 G S I クレオス(東京都港区/代表取締役 社長執行役員 吉永直明、以下 当社)は、このたび当社独自構造のカップ積層型カーボンナノチューブ(注 1、以下 CSCNT)を用いて、長期屋外暴露後の使用済み高機能プラスチックの各種機能を回復させる研究開発事業を開始いたします。また本研究開発提案は環境省「令和 5 年度 脱炭素型循環経済システム構築促進事業」のうち、「②プラスチック等のリサイクルプロセス構築及び省 CO2 化実証事業」(注 2)に採択され、環境省から 3 年間の支援を受け実施することとなりましたので、お知らせいたします。

当社では CSCNT を用いたバージン樹脂の高機能化だけでなく、使用済みリサイクル樹脂の物性回復を目的とした要素研究を長年続けてきました。この知見を活かし、本研究開発事業では、社会インフラを支える最重要部材の一つである機能性樹脂を用いた電気設備資材(以下 電材)の長期暴露後の各種機能回復に取り組み、大規模な社会実装を目指します。

また、この研究開発では、国内電材トップメーカーである大東電材株式会社(大阪府吹田市/代表取締役社長 土田高志、以下 大東電材)と、大手リサイクル事業社の株式会社近江物産(滋賀県栗東市/代表取締役社長 芝原誠二、以下 近江物産)の協力を得て、循環型経済の実現を図ってまいります。例えば、大東電材では電材用にカスタマイズされた各種試験法を用いて、当社が複合化した再生樹脂の評価を実施し、当社にフィードバックします。また近江物産では、劣化した使用済み高機能樹脂の洗浄・粉砕処理をラボベースで行い、当社に提供するだけでなく、将来の処理量増大を念頭に置いた処理法の検討も行います。

【本研究開発事業の背景】

地球環境への負荷低減の観点から、世界的に使用済みプラスチックの再利用が求められていますが、長期にわたり屋外に暴露されたプラスチックは力学的物性や各種機能の低下が著しく、その再利用は極めて困難とされています。なかでも社会の基礎インフラである電力・通信・鉄道・ガスなどの送電網に用いられる電材向けの樹脂は、長期間にわたる高い力学的物性と共に、絶縁性・耐電圧性・難燃性などの機能性においても極めて要求性能水準が高いため、再生樹脂製電材の社会実装を進めるためには、長期暴露により低下した樹脂の力学的物性と各種機能性の回復が必要とされています。

当社は長年にわたり CSCNT を用いた複合材の研究開発とその社会実装に成功してきましたが、今般、社会的に高まるニーズを背景に、極めて高難度の技術開発が必要とされる長期暴露後の高機能樹脂の各種機能回復に取り組むことといたしました。



電材(イメージ図)
赤丸線内の黒い部品

【研究概要】

本研究開発事業は、インフラ向け電材に使用される特殊ポリエチレン(PE)に対し、以下の4項目の実現を目指して実施されます。

1. 劣化した再生 PE の力学的物性の回復
CSCNT 添加により力学的物性を回復させる
2. 劣化した再生 PE の機能性の回復
CSCNT を添加により絶縁性、耐 UV 特性、耐電圧性、難燃性などの機能性を回復させる
3. 再生 PE を更に再利用して再生回数を増加
CSCNT 充填により再生回数に関わらず力学的物性、機能性を必要水準に回復させる
4. コスト・CO2 低減
再生、再再生 PE 使用量 100%を達成し、総コストと CO2 排出量を低下させる

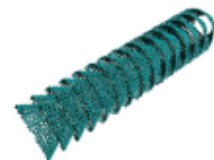
【本研究の波及効果】

本研究事業は、要求性能の高い社会インフラ向けの電材に使用された高機能樹脂の再生を試みると同時に、同電材における再生材、再再生材の使用とその拡大という水平リサイクルの実現を目標としており、出口と循環領域を明確にした研究開発事業です。

この研究開発事業終了後には、大東電材とそのユーザーである電力、通信、鉄道、ガスなど日本を代表するインフラ企業と共に国内での大規模な実証実験を実施し、2029 年を目標に社会実装を開始する計画です。最終的には、電材向け特殊樹脂製品全量について、2030 年代前半を目途に再生樹脂 100%への置き換えを目指しており、社会への波及効果は極めて大きい開発事業といえます。

(注 1) カップ積層型カーボンナノチューブ(CSCNT)

CSCNT は学術的に「切頭円錐形炭素網積層構造炭素繊維」(右図参照)と呼ばれ、CNT の一種として分類されている、当社が独自に展開するカーボンナノチューブです。



(注 2) 環境省「令和 5 年度 脱炭素型循環経済システム構築促進事業」

事業概要: https://www.env.go.jp/press/press_01282.html

2023 年 12 月 6 日～8 日に開催されたエコプロ展 <https://messe.nikkei.co.jp/eco-pro/> における環境省配布資料「令和 5 年度 脱炭素型循環経済システム構築促進事業 事業取組紹介」にて、当社は委託事業企業として公表されました。

以 上

<本件に関するお問い合わせ>

株式会社 G S I クレオス 経営企画部 企画広報課 TEL : 03-5418-2122

<https://www.gsi.co.jp/ja/index.html>

協力会社『大東電材株式会社』及び『株式会社近江物産』も同内容のプレスリリースを実施した。

(イ) 化学工業日報での掲載

(ウ) 環境省 紹介資料での掲載



再生プラスチックの機能を回復させる手法の研究開発とその循環モデルの検証

期間：令和5～7年度

本事業は電材用機能性LDPEの再生品の使用比率の増大、再生回数の増大、コスト削減を実現することで

資源循環社会に貢献します。

代表

株式会社GS Iクレオス

事業概要

背景・目的

社会の基礎インフラである電力・通信・鉄道・ガスなどは、国内に広く送電網が築かれていますが、これら送電網に用いられる電気設備資材(以降、電材)は、長期間にわたる高い力学的性能と共に、難燃性・絶縁性・耐電圧性などの機能性においても極めて要求性能水準の高い製品です。一方、その要求性能の高さゆえに、これまで再生品の使用は制限されてきました。特に電材用に各種機能を高めた樹脂は、回収後の再生品における力学的性能と機能性の低下が著しく、再生品使用を妨げる主要因となっており、本再生樹脂の力学的・機能性の回復は、予てユーザー側より強く求められているところです。そこで本事業では、社会重要インフラ向け電材に最も使用される特殊低密度ポリエチレン(以降LDPE)の再生品の使用比率の増大、再生回数の増大、コスト削減を目標とします。

実施概要

- 再生LDPEの力学的物性の回復
カップ積層型カーボンナノチューブ(以降CSCNT)添加により力学的物性を回復させます
- 再生LDPEの機能性の回復
難燃性、絶縁性、耐UV特性、高電圧性など機能性を、CSCNTを添加して回復させます
- 再生回数の増加
CSCNT充填により再生回数によらず力学的物性、機能性を所定水準まで回復させます
- コスト低減
① 再生LDPE使用100%を達成し再生品のコストを約20%低下させます
② 安価な汎用LDPEにCSCNTを微量添加し力学的物性、機能性を高めた上で、高価な再生特殊LDPEに充填することで再生LDPEの総コストを約35%低下させます

リサイクルする素材

低密度ポリエチレン(難燃性、非難燃性を含む)

導入製品の利用用途



絶縁防護電材

リサイクル対象物：LDPE製「電気設備資材」(電材)

本対象物は、重要社会インフラである電線の絶縁カバーなどに用いられる部材で、特に難燃性など各種機能を高めた機能性樹脂材料として極めて広範囲に使用されています。

リサイクル後の素材用途：電材用途

本用途は、再生品にも各種樹脂添加剤が高濃度で含まれる高価な素材であり、同じ特殊電材向けに『水平リサイクル』します。

実証フロー



4つの目標

実証計画

- ① 配合検討：継続的改良開発を実施
- ② バージン機能性LDPEから製品形状成形、加速疲労試験実施
- ③ 再生機能性LDPEから製品形状成形、加速疲労試験実施

本事業終了後、2026-28年度に連携する電材製造社の顧客である電力、通信、鉄道などユーザーと共同で国内での実証試験実施を計画します。実証試験後、2029年を目標に当該品の社会実装開始を計画します。

事業の成果

普及目標

	国内	海外
リサイクル対象物の流通量	電材用機能性LDPE製造量 約18,000トン 《算出根拠》国内の電材向けLDPE 製品年間製造量および当該市場シェアから試算	電材用LDPE製造量 約710,000トン(推定) 《算出根拠》世界LDPE製造量 52,966千トンに国内LDPE比率 1.34%をかけて試算

波及効果

本事業は、当初から出口戦略を明確にして構想しています。すなわち社会インフラに用いられるが故に要求性能の高い、機能樹脂製電材の再生を試みると共に、同じ電材用途での再生品使用とその使用拡大を目標としており、出口と循環領域を明確にした事業計画となっています。機能性樹脂の再生は、力学的特性の回復だけでなく、様々な機能性の回復が必要であり、極めて難度の高い技術開発が必要とされています。再生LDPEの物性回復に成功すれば、電材製造社、電材のユーザーである電力、通信、鉄道、ガスなど日本を代表するインフラ企業で大規模な実証実験を行う計画です。当社提携先の電材製造社ではこれら国内の主要インフラ企業はほぼすべてを顧客として電材製品を納入しており、実証実験の際には既存の広範囲な取引関係を活用することが可能です。最終的に2030年代前半には電材向けLDPE製品18,000トン全量について、再生100%への置き換えを目標としています。

CO2削減効果

廃プラスチックを再生せずに焼却処分した場合(現行)をベースラインとして、本開発技術により廃プラスチックを2度再生利用した場合の効果を試算したところ、1kg-LDPE当たりのCO2排出削減量は2.52kg-CO2となりました。

- ⑥展示会への出展 ※東京都区内
 会期：2024年1月31日～2月2日
 会場：東京ビックサイト 東棟
 展示会名：nanotech2024
 展示内容：パネル展示、資料配布

再生プラスチックの機能を回復させる手法の研究開発とその循環モデルの検証

研究の概要

- ▶重要な社会インフラ(電力、通信、鉄道等)の電材に用いられる高機能プラスチックの各種機能回復を目指す
- ▶電材は屋外での長期曝露により、力学的特性や各種機能の劣化が著しく、再生品の利用拡大が困難とされてきた

株式会社 GSIクレオス

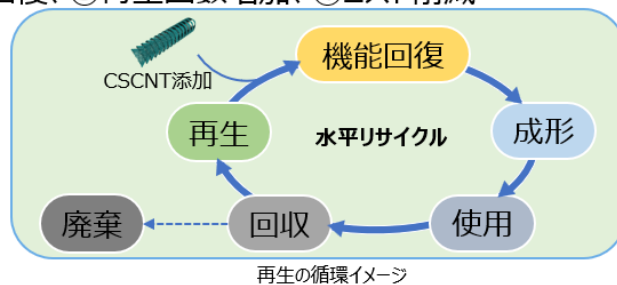
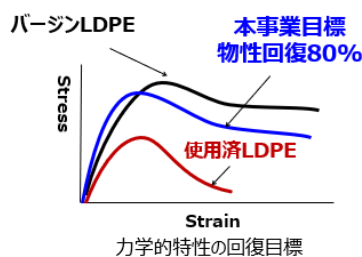


絶縁防護電材

最終目標

CSCNT添加により、長期間屋外暴露されたLDPEの再利用量の拡大を目指す

- ①力学的物性回復(下図)、②機能性回復、③再生回数増加、④コスト削減



☆本開発は、環境省「令和5年度 脱炭素型循環経済システム構築促進事業」のうち、「②プラスチック等のリサイクルプロセス 構築及び省CO2化実証事業」の支援を受け実施します。

図4-8 展示会パネル、及び配布資料

- ⑦そのほか、環境省担当官が協力・連携を要請する業務なし。

5. 申請者の要素技術

(1) CSCNT の概要

CNTは当社製造のカップ積層型カーボンナノチューブ(Cup Stacked Carbon Nanotubes、以降CSCNT)のデータを下記に示す。

(i)組成、成分

- 成分及び含有量：Carbon98%以上

(ii)寸法

- 外径：中央値≒約80nm、分布範囲40～120nm
- 内径：中央値≒約50nm、分布範囲30～70nm
- 長さ：中央値≒約5 μ m、分布範囲1～数十 μ m

(iii)構造と特徴

ナノ炭素の代表的な材料であるカーボンナノチューブ(CNT)の中で一般的に知られている通常が多層カーボンナノチューブ(MWCNT)の形状は、炭素網が同心円状に積層した円筒構造をしている(図4-9)。

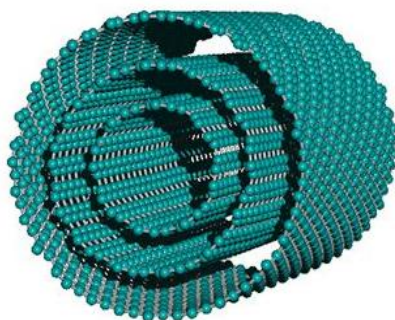


図4-9 MWCNT 模式図

これは炭素結晶が多層に丸められた円筒構造で、黒鉛結晶と同様に、炭素網面内の炭素原子の結合は非常に強固である。そのため、繊維自体の弾性率が極めて高く、容易に破断しない。

また繊維表面は基底面で、他のマトリックス材料との親和性が低いため、溶媒内に容易に分散しない。

外部応力が付加された時には、炭素網は破断しないが、炭素層間はファンデルワールス力(VWF)の結合であるため、炭素網円筒が引き抜ける「テレスコープ現象」が観察されている。

本研究者であるGSIクレオスは、信州大学遠藤守信教授(現、特別荣誉教授)との共同研究により、気相成長法で合成されたCNTがカップ積層型、すなわち炭素網(グラフェン)層が底の抜けたカップ形状をなし、その炭素網カップが積層した繊維構造、という特異な形状である事を世界で初めて突き止めた(図5-0、5-1、5-2)

図5-1 TEM画像、図5-2 模式図に示す通り、炭素網層間は黒鉛結晶と同様にVWFで結合し、全体として繊維状を形成している(図5-0)。

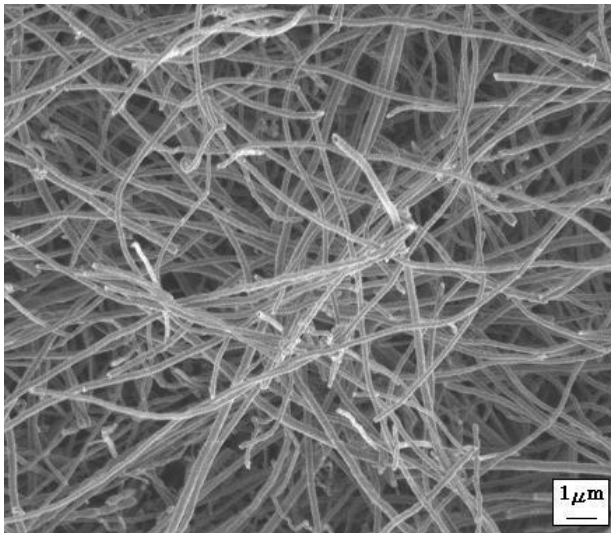


図 5 0 CSCNT 外観図

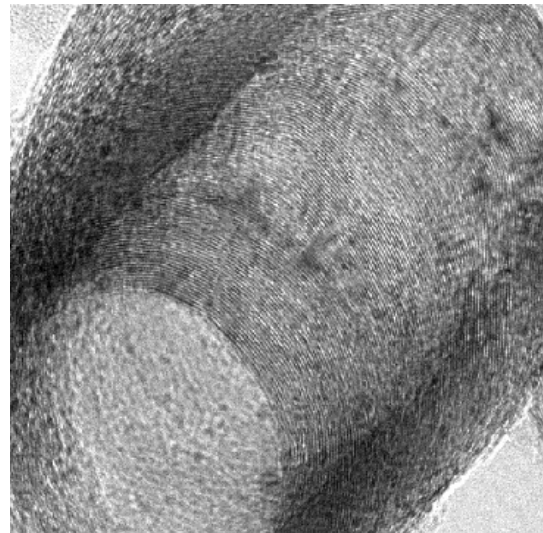


図 5 1 CSCNT HR-TEM 像

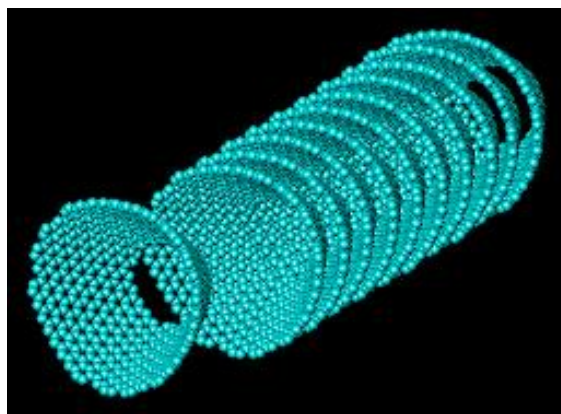


図 5 2 CSCNT 模式図

この構造では、繊維内外表面に炭素網端が露出する為、繊維表面のエネルギー準位が高く、他のマトリックス材料との親和性が良好であり、樹脂、液体を問わず、分散性に極めて優れていることも見出している。

この新奇炭素結晶構造の CSCNT は、外部応力に対し特徴的な挙動を示す。

その挙動の TEM 観察像とその動きに対応するシミュレーションを図 5 3 (a)(b)(c)(d)に示す。

通常の MWCNT では、このような圧縮応力に対し座屈を起こし破壊されるが、CSCNT の場合はカップ状炭素網がベローズ(蛇腹)状に積層しており、外部からの圧縮応力に対し変形しながらエネルギーを吸収している様子が観察されている。

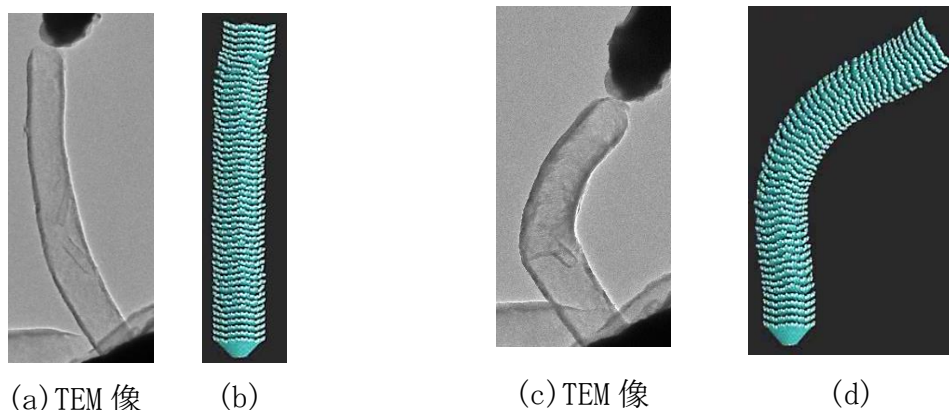


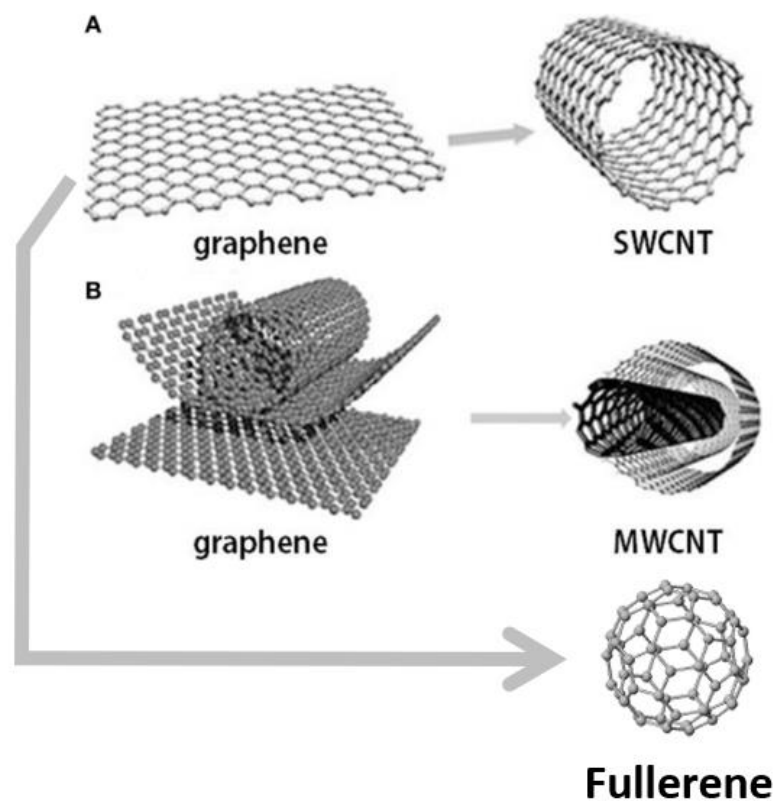
図 5 3 (a)(b)CSCNT に力が掛かる前 (c)(d)曲げに対してバネ様変形を示す

外部エネルギーに対するこうした挙動は、他の炭素結晶や MWCNT では見られない極めて特異的な現象である。

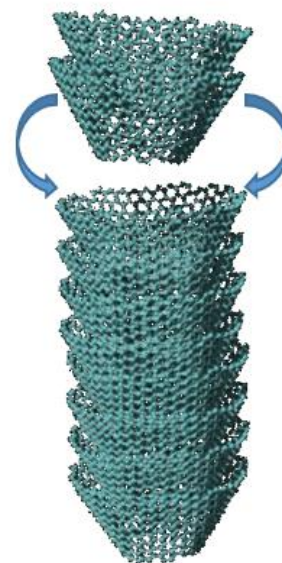
研究実施者は、この CSCNT を用いて数多くの製品化、社会実装に成功しているが、例えばスピーカー振動板では、CNT 充填により複合体としての弾性率を向上させることで音速を上げながら、同時に高い減衰を示し、スピーカーとして理想的な物性値を得ている。

この現象は、CSCNT の結晶構造が関係しているものと推測されている。

1. Carbon Diversity CNT(CSCNT, SWCNT, MWCNT), Graphene, Fullerene

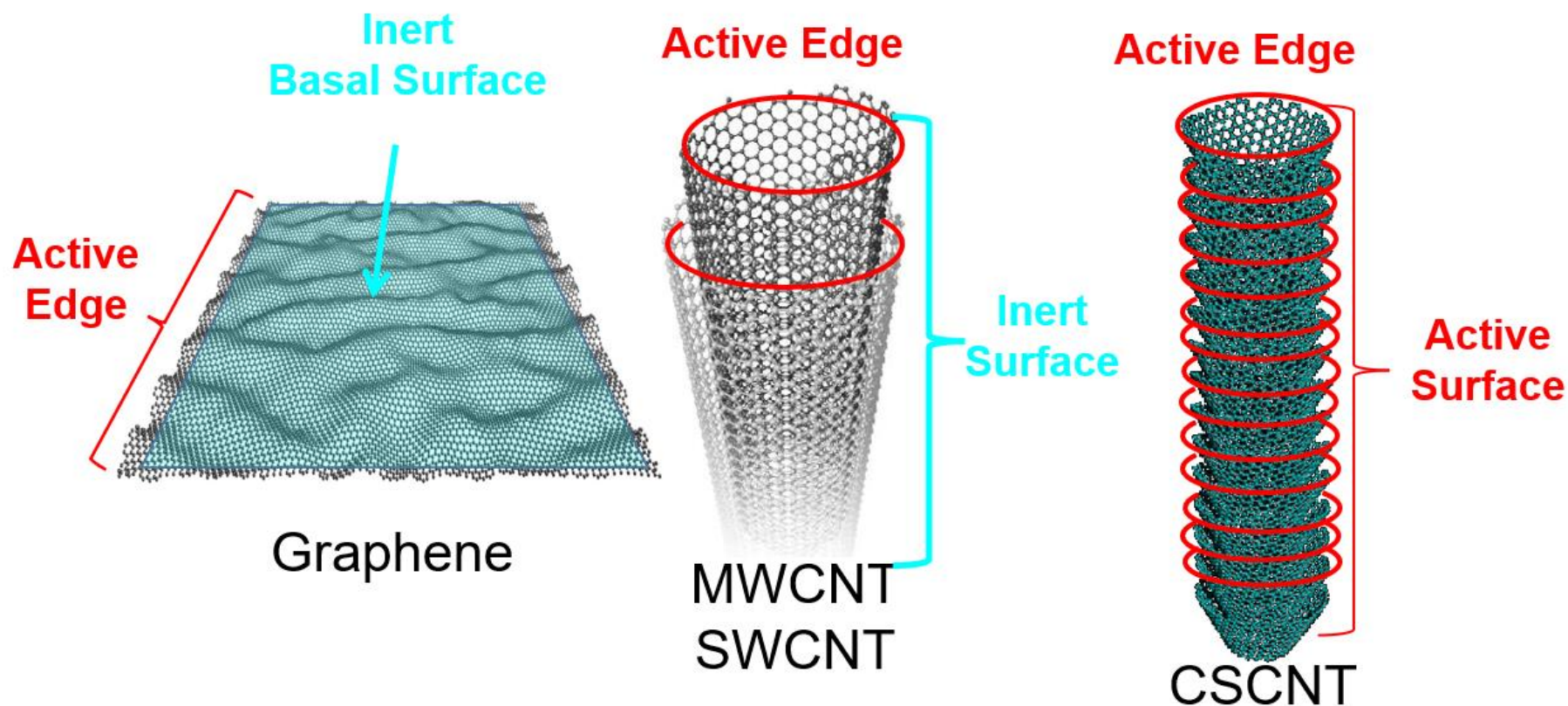


Structure
of
Graphene
Cup
Stacking



**Cup-Stacked Type Carbon
Nanotubes**
Graphene Cups are stacked to
form fiber shape

2. Difference of Surface Activity



Only active area is interactive with matrix material such as polymers, while inert area is low reactive with matrix materials.

(2) 樹脂複合材での CSCNT の挙動

市場から強く要求される複合材料の高性能化機能の中に「より高い靱性」がある。複合材料工学では、この高靱性化を実現するために必要なメカニズムの一つに「クラックディフレクション」を挙げている。

ここでは、強化相(フィラー)が CNT のように十分な強度を有し、母材との界面が形成されている場合、寸法とは無関係に、フィラー形状、体積含有率に依存すること、またアスペクト比(L/D =長さ/直径)が大きい CNT のような繊維状物質ほど、高靱性化効果が大きい事が示されている。

図 5 4 は、CSCNT を分散した複合体(黒粋)の模式図である。

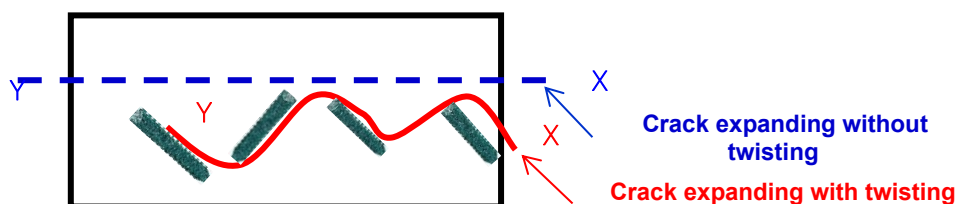


図 5 4 クラックディフレクション模式図

右側の X 点から Y 点に向かって力が与えられた時、CSCNT が存在しない場合を青点線、存在した場合を赤線で示す。青点線と赤線は同じ長さ、すなわち同じ「力」を示す。

青点線では、CSCNT が存在しないために、X 点から Y 点に向かって直線状にエネルギーが伝わり、複合体内部から外部にかけてエネルギー解放される。複合体に生じるクラックや破断は、このエネルギー解放が発現した状態である。

一方、CSCNT が存在する場合は、X 点に与えられた同じ量のエネルギーは、複合体内部に存在する CSCNT が障害となり、CSCNT に沿ってエネルギーは伝播していく。この伝播については、フィラーに沿って蛇行することから **Twisting** と呼ばれ、複合体の外側で解放される Y 点に達する前の Y' 点でエネルギーは解消される。

一般的には、このエネルギーは低品位の熱に転化し系内で解消されていると理解されている。

また複合則では、フィラーによるブリッジング効果も知られている。

図 5 5 はブリッジングの模式図である。

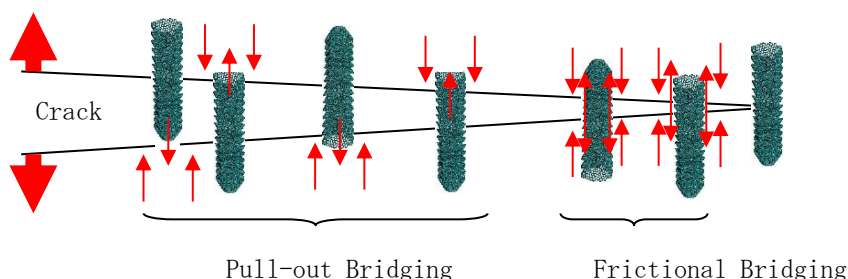


図 5 5 ブリッジング模式図

左側にあるクラックをもたらす上方向、下方向へのエネルギーに対し、複合体内部に存在するフィラーがブリッジとなり、引張(pull-out)に対する抗力となる pull-out bridging と、CSCNT と母材の界面の抵抗による frictional bridging が知られ

ている。

ここに述べたクラックディフレクションとブリッジング現象は、フィラーと母材樹脂の界面が一定以上の力で形成され、相互作用が起こることにより得られることが知られている。

(3) 高分子架橋技術

申請者は独自の結晶構造CSCNTを充填した複合体の力学的物性、機能性を向上させることで様々な製品化に成功してきた(別添資料参照)。最近、反応性高分子をCSCNT表面に工業的手法で架橋させる方法を開発した(図5.6)。

この高分子架橋CSCNTを樹脂に充填し、母材樹脂と良好に結合させることで、力学的機能が向上することを見出した。

申請者はこの先端技術を再生樹脂の機能回復に適用できると考え、申請を決断した。

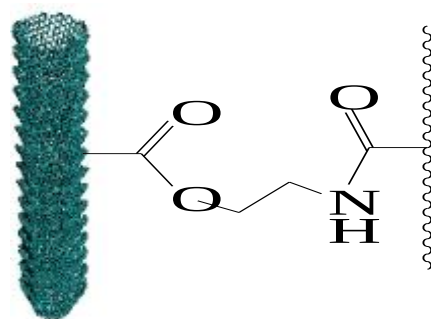


図5.6 CSCNT 及び高分子架橋 CSCNT

(4) CSCNT の線長測定方法

以下フロー図の通り CSCNT の線長測定を実施する。

(ア)当社が大学と共同で開発した測定方法のフロー図を下①～⑥に記す。

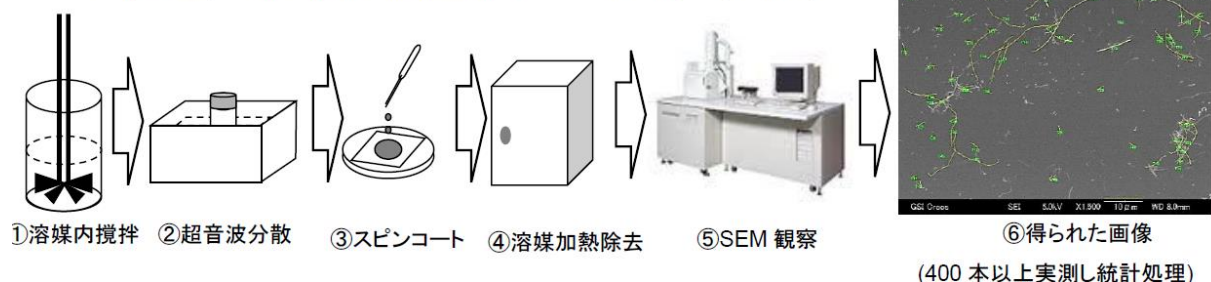


図5.7 線長測定方法のフロー図

CSCNT(カップ積層型カーボンナノチューブ) ご説明資料

概要 Great Features

GSIクレオスのCSCNTは切頭円錐形炭素網積層構造のカーボンナノチューブです。(図1)
炭素網カップを引き抜く事で線長調整、表面処理等を行なう事が容易で優れた分散性を示します。

特長 Advantages

- 優れた分散性 >>>図2
- 線長調整機能 >>>図3(a)線長調整前、(b)調整後
- 母材との良好な密着性 >>>図5
- 表面活性調整機能(黒鉛化、酸素含官能基付与)
- ナノ粒子担持体機能 >>>図4

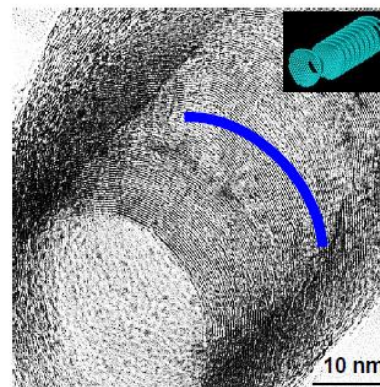


図1. HR-TEMによる観察



図2.水中攪拌30秒後分散状態
左:CSCNT 右:一般のCNT

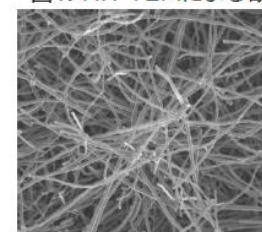
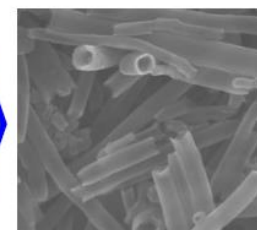


図3(a)元のCSCNT



(b)長さ調整後

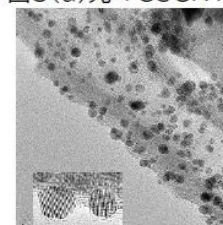


図4. CSCNT上の
ナノサイズ白金粒

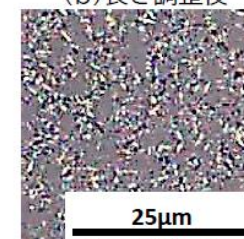


図5.エポキシ樹脂内
CSCNTの高分散

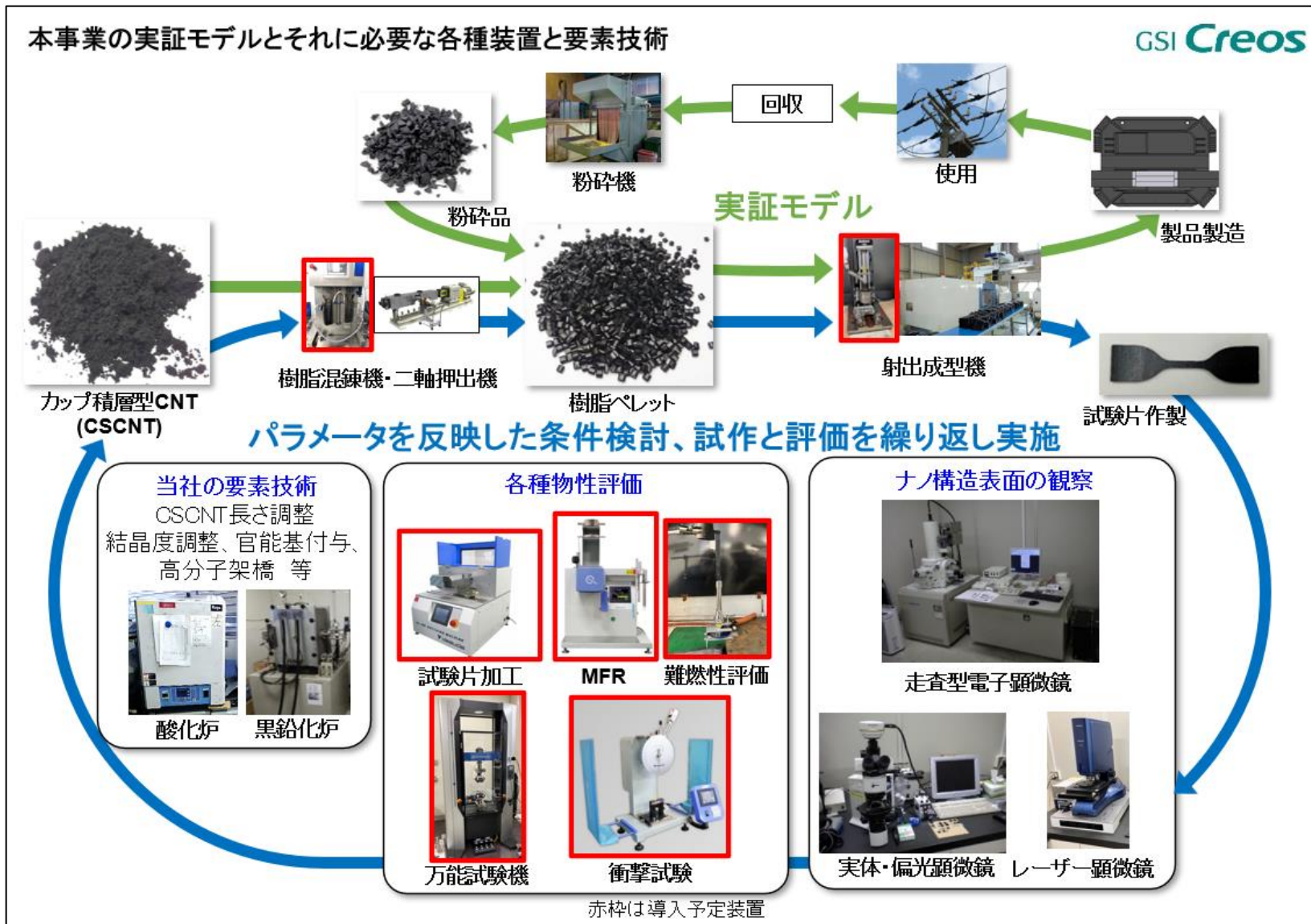
株式会社GSIクレオス

ナノテクノロジー開発室

〒210-0855 神奈川県川崎市川崎区南渡田町1-12 C棟2階

TEL:044-322-5595 FAX:044-322-5596 MAIL: nano@gsi.co.jp





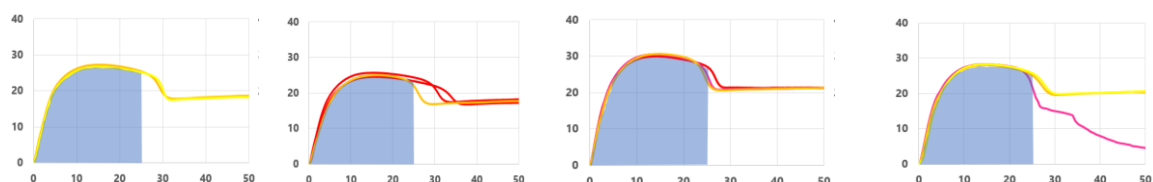
6. 事前検証の状況

(1) 再生ポリプロピレン(PP)の物性向上

本実験は (a) PPバージン、(b)再生PP、(c)再生PPにCSCNT1%添加、(d)再生PPにCSCNT3%添加した試験片(TP)を作製し、引張試験を実施した。

得られた歪強度曲線(Stress-Strain=SSカーブ)を図5 8 (a)(b)(c)(d)に示す。

表 1 1 に実測値と実用有効ひずみ25%までのエネルギー計算結果(積分値)を示す。



(a)PP バージン

(b)再生 PP

(c)再生 PP+CSCNT1%

(d)再生 PP+CSCNT3%

図 5 8 SSカーブ比較

表 1 1 評価結果

	強度(MPa)	弾性率(MPa)	最大伸び(%)	エネルギー(J)
PP(バージン)	27.2	601.2	1341.1	573.4
再生PP	25.5	554.7	1214.7	528.3
再生 PP+CNT1%	31.1	732.4	369.0	648.0
再生 PP+CNT3%	28.1	632.7	227.6	593.6

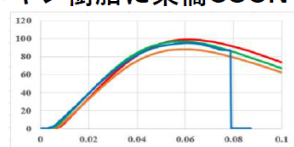
①再生 PP へ CSCNT1%充填により、実用有効ひずみ(25%)を低下させずに、強度 22%向上、弾性率 32%向上、ひずみ 25%での積分値 23%とそれぞれ大幅な向上を観察した。

②バージンPP比でも、強度14%、弾性率22%向上、ひずみ25%積分値は13%向上した。

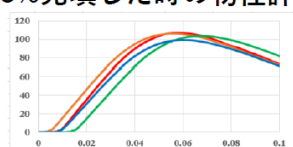
③先行研究で架橋CSCNT添加による力学性能向上が観察されており、難燃性再生LDPEに最適なCSCNTを充填することで、力学的物性回復が期待できることが示された。

(2) エポキシ樹脂の物性向上

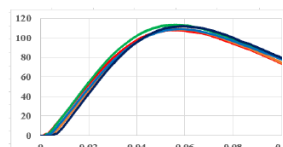
エポキシ樹脂に架橋CSCNT2.5%充填した時の物性評価



エポキシ樹脂のみ



エポキシ樹脂 + CSCNT



エポキシ樹脂 + 架橋CSCNT

(左)エポキシ樹脂のみ
最大降伏点強度は85~110MPa、弾性率は2600MPa
=カタログ値と同等値。
(中)エポキシ樹脂+CSCNT2.5%
弾性率、強度とも10%改善。バラツキあり。
(右)エポキシ樹脂+架橋CSCNT2.5%
最大降伏点強度、弾性率とも16-17%向上。
N=5で極めて安定した値を示す。

	強度(MPa)	標準偏差	弾性率(MPa)	標準偏差	平均伸び(%)	標準偏差
エポキシ樹脂(バージン)	94.86	4.64	2595.06	117.60	0.11	0.01
エポキシ + CSCNT	103.81	3.54	2897.95	333.32	0.10	0.05
エポキシ + 架橋CSCNT	110.23	2.41	3043.60	188.19	0.11	0.002

図 5 9 エポキシ樹脂の物性向上例

(3) CSCNT のラジカル(活性酸素、ROS)捕捉性能

樹脂劣化機構において、解重合時に発生するラジカルの連鎖反応が重要な役割を示すが、カーボンブラックなど炭素系物質はROS捕捉性を有することが古くから知られている。

そこでCSCNTのROS捕捉機能を、化学分析で用いられるESR(電子スピン共鳴装置)スピントラップ法を用いて、鉄と過酸化水素のフェントン反応で発生するOHラジカルの消失を測定した。

CNT未添加時をゼロとし、CNT充填試料における減少率を示した(図 6 0)。

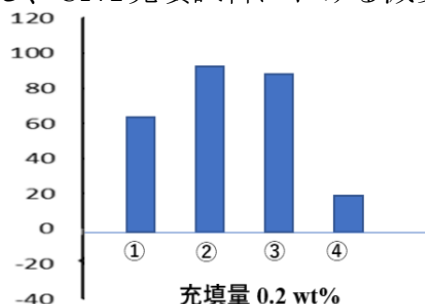
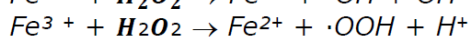
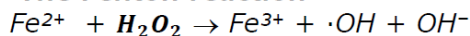


図 6 0 ROS 消去能力

①CSCNT標準、②解砕CSCNT、③他社CNT、④カーボンブラック(CB)

いずれのCNTもCBに比べ高いROS消去性能を示した。本事前検討により、CSCNTは樹脂への力学的特性向上だけでなく、酸化抑制効果を付与できる可能性が示された。

Reaction & Equipment**The Fenton reaction****Electron Spin Resonance (ESR)**

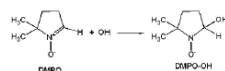
with spin trapping of short-lived intermediate radicals ($\cdot\text{OH}$)

Harbour J., et al., Can J. Chem 52 (1974)

Radical Adduct

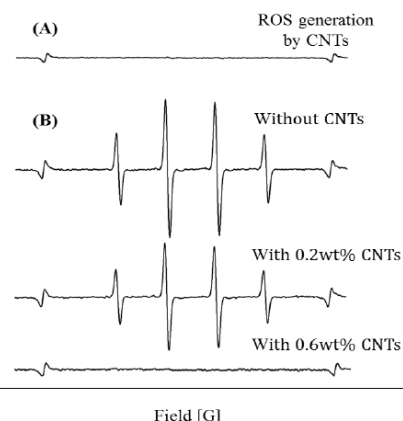
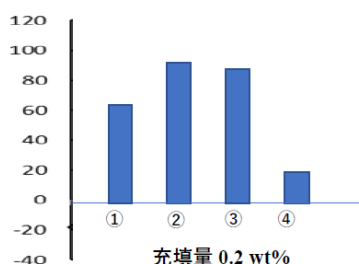
DMPO:

5,5-dimethyl-1-pyrroline-1-oxide



ROS: statistical peak size

ROS scavenging: Area size of spectrum signal

ESR Spectrum**Results**

- ① CSCNT標準品
- ② ほぐしCSCNT
- ③ 他社CNT
- ④ カーボンブラック

事前検討まとめ

1. ESRスペクトルから、CNTs は ROS を生成しないことが観察された
2. CNTs は結晶構造、表面欠陥により異なるROS scavenge 能力を持つ

図 6 1 ROS計測結果

(4) CSCNT 添加による難燃性の発現**(4) - 1 CNT による難燃性付与機構**

CNT 充填複合材料が良好な難燃性を示す多くの先行研究が存在する。

<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S1359836821000688>

CNT 添加による難燃機構は①CSCNT でも示されたラジカル捕捉、酸化防止機能により火炎反応を遅らせる。②CNT 自体が難燃性物質 Char として振舞い、断熱層として働き延焼を防ぐ、また可燃性ガスの供給が CNT という固体により阻害され、燃焼が遅くなる。と考えられており、この機序は CSCNT においても適用される。

従い、酸化抑制だけでなく、難燃性も付与できる可能性が示されている。

(4) - 2 CSCNTによる樹脂緻密層の形成

難燃性バージンLDPEにCSCNT1%充填した試験片を作製、破断し、CSCNTとLDPEの接合界面を走査型電子顕微鏡(SEM)で観察した(図6 2(a)(b))。

リファレンスとして他社CNTを他の樹脂に充填した破断面を示す。(図6 3)

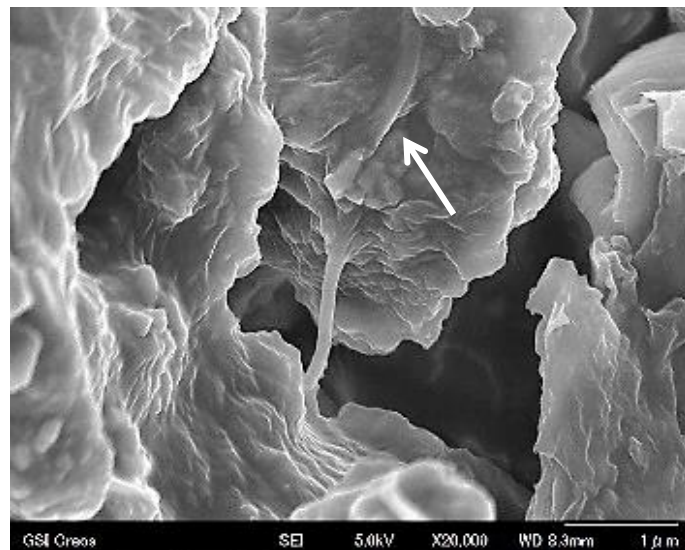
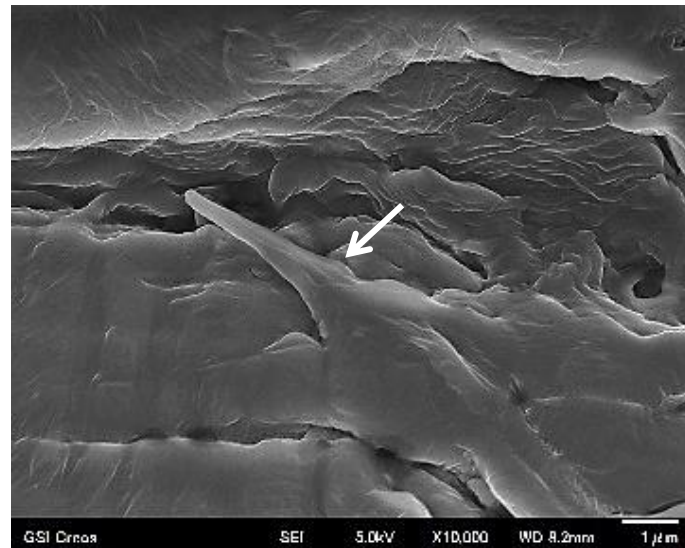


図6 2 CSCNT 上の樹脂緻密層 (白矢印)

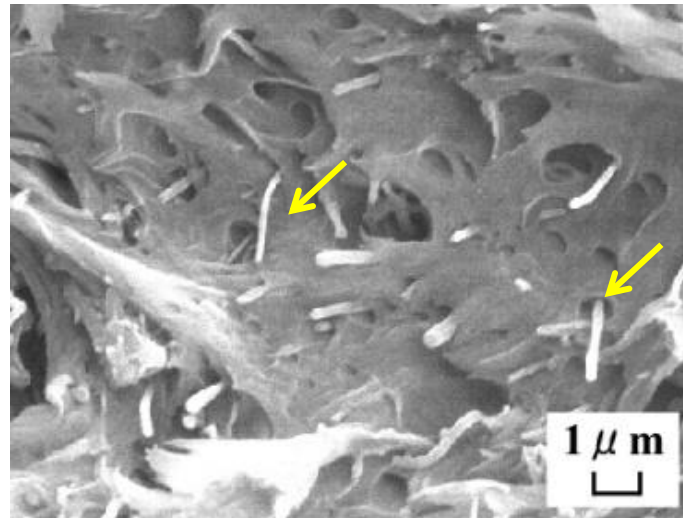


図 6 3 他社 CNT の引き抜け現象（黄色矢印）

図 6 2 から CSCNT と LDPE は良好に密着(白矢印)し CSCNT 上に LDPE 緻密層が観察された。一方、他社の通常 CNT では樹脂との界面が十分に形成されないだけでなく、CNT の引き抜け現象を観察した(黄色矢印)。

この密着性と緻密層の形成は、前（４）－１項 CNT 難燃性機序①により、この緻密層が機序②として振舞うことが予想され、良好な難燃性発現の可能性が示された。

7. 事業の目的

(1) 最終目標

社会重要インフラ向け電材に最も使用される難燃性低密度ポリエチレン(以降LDPE)の再生品の使用比率の増大、再生回数の増大、コスト削減を本事業の目標とする。

申請者の調査によれば、日本の電材市場における難燃性LDPE使用量は年間約18,000トンであり、本事業が対象とする数量である。

本事業による開発に成功すれば、電材向けLDPEはもとより他セクターに用いられる様々な難燃性樹脂の再生品の利用拡大へ大きな動機付けとなり、その使用量は大きく拡大する。

(2) リサイクルするプラスチック

低密度ポリエチレン(以降、LDPE)、難燃性、非難燃性を含む

(3) リサイクル対象物とリサイクルされた後の素材の用途

①リサイクル対象物：難燃性LDPE製「電気設備資材」(電材)

本対象物は、重要社会インフラである電線の絶縁カバーなどに用いられる部材で、特に難燃性を高めた樹脂材料として極めて広範囲に使用されている。

②リサイクル後の素材用途：電材用途

本用途は再生品にも難燃剤が高濃度で含まれる高価な素材であり、難燃性が必要な同じ電材向けに『水平リサイクル』する。

(4) リサイクル対象物の流通量

①国内

電材用難燃性LDPE製造量：約18,000トン

《算出根拠》本事業の連携社、大東電材(株)の難燃性LDPE製品年間製造量及び当該市場シェアから試算した。

参考：国内LDPE製造量は1,336千トン(石油化学工業協会資料2022年)なので、当該対象物は全LDPEの約1.34%を占める。

②国外

電材用難燃性LDPE製造量約710,000トン(推定)

《算出根拠》世界LDPE製造量52,966千トン(経済産業施用製造産業局素材産業課資料)に上記国内難燃LDPE1.34%を基に

$52,966 \times 1.34\% \div 100 = 710,000$ トン

(5) リサイクル目標量

①国内

18,000トン→電材向け難燃性LDPEを再生品に置き換える

②国外

710,000トン

(6) リサイクル素材の普及に対する課題

①樹脂の劣化機構

高分子は、酸素環境で紫外線や熱の照射を受けると分子切断(解重合)が起こる。

高分子の主鎖は炭素の共有結合であり、解重合の際に双方の炭素が電子を一つずつ失うことで二つのラジカルが生成され、以降、連鎖反応的なラジカル生成により解重合が進行し、本来の力学的性質を失う。これが屋外長期ばく露による樹脂劣化の基本的な機序と考えられている。

機能劣化した樹脂の機能回復は、再生樹脂使用拡大のための最重要課題である。

②難燃性樹脂再生品の物性低下

酸化防止剤充填により樹脂劣化の進行を遅らせることはできるが、更に過酷な酸化環境となる可燃環境では、難燃剤充填により樹脂を燃えづらくする必要がある。

難燃性樹脂は難燃剤由来の諸物性低下傾向があり、その再生品では環境ばく露時の解重合由来の力学的物性低下と共に熔融張力低下による難燃性能の低下傾向も見られる。つまり難燃性樹脂の再生品は、力学的にも機能的にも十分な性能が得られず、難燃性バージン樹脂を50%以上の高濃度で混合して物性の回復を図っているのが現状である。

更に難燃剤そのものにも様々な課題がある。代表的なハロゲン系難燃剤は高い難燃性能を発揮するが、充填量に比例して力学的物性の低下傾向を示す。一方、非ハロゲン系難燃剤では十分な難燃性能が得られづらい。

③リサイクル素材(以降再生品)の物性低下

屋外など使用環境由来の樹脂劣化により、およそあらゆる樹脂において、力学的物性の低下は不可避である。

中でも難燃剤が多く含まれる難燃性樹脂ではこの傾向が特に顕著であり、力学的物性のみならず、難燃性も低下することが知られている。

使用済み難燃性樹脂の再使用に際し、再生品の諸物性低下が著しいため、難燃性バージン材を混合して物性改善を図ることが試みられている。しかし所定の性能を回復させるために、50%以上のバージン材を再生品に充填させる必要がある。それでもなお発現性能の不安定さは避けがたく、社会の重要インフラを担うユーザー側(電力、ガス、通信、鉄道など)に使用をためらわせる大きな要因となっている。

実際、ユーザー側の電材購入仕様書では、多くの部材において、再生品の使用は認められていない。

④再生回数(再生、再再生、再々再生)

前項の通り、難燃性LDPEでは再生品の諸物性低下が顕著であり、現状はバージン品充填による再生品使用可能性にフォーカスされており、マテリアルリサイクルによるCO2削減に有効な再生回数を増加させる検討が十分に行われているとはいえない。

⑤難燃性LDPEのコスト

難燃性LDPEは、難燃剤を充填していない非難燃性LDPEに比べ、極めて高コストである。

例えば非難燃性LDPEバージン材コストを1としたときの、難燃性LDPEバージン材のコストは4、難燃性LDPE再生品でもコストは2を超える高コストである。

重要インフラ向け電材用途の場合、難燃性は安全性担保の観点から絶対条件であるが、諸物性に懸念が残る再生品での高コストは、ユーザー企業側に再生品使用のモチベーションを失わせる状況である。

(7) 課題の解決目標及びコスト目標

(7) - 1 物性回復

①力学的性質の回復

本事業が対象とする難燃性LDPEは、その用途からおよそ40%の難燃剤と難燃助剤が含まれており、化学劣化と共に物性低下の主要因となっている。

本事業では、申請者が有する極小炭素繊維、カーボンナノチューブ(CNT)及びCNT表面改質により、再生品の力学的性質の回復を試みる。従来、再生品ではバージン品比50%程度の力学的性能しか得られていないが、本方法によりバージン比80%以上の回復を目標とする。

②機能的性質の回復

電材用途では、力学特性だけでなく、難燃性、耐UV性、絶縁性、耐高電圧性といった機能性の回復も必要とされている。難燃樹脂の再生品は、難燃剤が含まれているが、難燃性は低下傾向にあることが知られている。

本研究では機能性、特に難燃性の回復も試みる。

一般的に難燃性能の評価はUL-94試験法が用いられる。

本研究の第一段階ではCNT添加再生品でV-2(30秒以内の燃焼停止、ドリップ落下あり)、次いでV-1(30秒以内の燃焼停止、ドリップ落下なし)を目指し、事業期間内に最上位のV-0(10秒間以内の燃焼停止)を目標とする。

なお現在電材向け難燃LDPEに充填されている難燃剤は多くがハロゲン系だが、気相での反応阻害による難燃化機構であり、発煙性を高めることで酸素濃度を下げる設計になっているため、大量の発煙による人的な被害も発生する。

一方、CNTはこれと異なる固相(チャー)での難燃機序によると考えられており、発煙は起こりづらく、安全性にも配慮された設計とすることが可能である。

更に非難燃LDPEにCNTを微量添加して、力学的物性及び難燃性などの機能性を評価し、再生しても物性低下の少ない難燃樹脂の研究を並行して実施する。

更にその非難燃LDPE+CNT品を難燃性再生LDPEに添加し性能を評価する。

③再生回数の増大

再生品(再生1回目)の力学的物性、機能性の回復を試みた後、サンシャインウェザーオメーター(SWOM)による加速疲労試験(屋外暴露10年相当)を実施し、その後、粉碎・洗浄・乾燥工程を経て、CNT充填品を成形、というサイクルを複数回数繰返し、CNT充填による物性回復を検証、そのサイクルを複数回繰返し、諸物性回復の可能性を検証する。

最終的に、これら複数再生品でも、再生1回目品と同等性能発現を目標とする。

④コスト

本申請では現行(A)に対し、(B)(C)を提案する。

(A) 現行価格

市場価格（予想）から試算。

＊コンパウンド工程は同じなので本試算から除く。

(ア) 難燃LDPE再生品＝¥400/kg

(イ) 難燃LDPEバージン品＝¥800/kg

(ア)：(イ)＝50%:50%の時の価格＝200＋400＝**¥600/kg**

(B) 難燃LDPE再生品にCNT充填品

(ア) 難燃LDPE再生品＝¥400/kg

(イ) CNT価格＝¥10,000/kg

(ア)：(イ)＝99%:1%の時の価格＝396＋100＝**¥496/kg**

(C) 難燃LDPE再生品にCNT充填非難燃LDPEバージン充填

(ア) 難燃LDPE再生品＝¥400/kg

(イ) 非難燃LDPEバージン品＝¥200/kg

(ウ) CNT＝¥10,000/kg

(ア)：(イ)：(ウ)＝50%:49%:1%＝200＋98＋100＝**¥398/kg**

上記コスト試算の結果、コストは(C) < (B) < (A) の順となり、本提案 (B) (C) のコスト優位性は明らかである。

8. 事業の内容

(1) 事業の実施体制

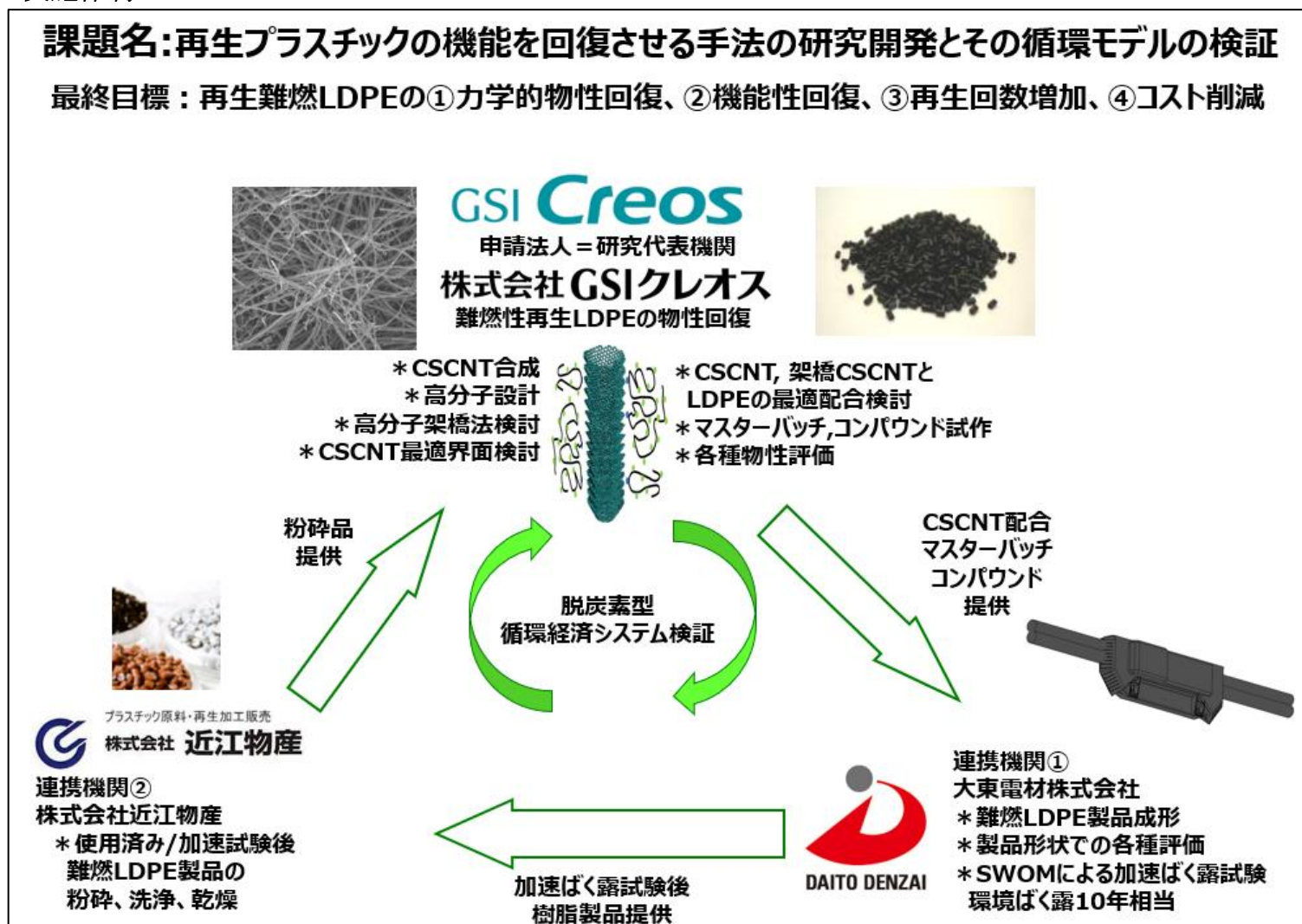


図6-4 実施体制

(2) 事業計画・スケジュール

令和5年度	①配合検討：3年間を通し継続的改良開発を実施する。(GSIクレオス) ②難燃性バージンLDPEから製品形状成形、加速疲労試験実施 8月-9月：難燃性バージンLDPEの製品形状へ成形、物性評価(大東電材(株)) 10月-2月：SWOM2000時間(屋外暴露10年相当の加速試験、大東電材(株)) 3月-4月：SWOM後製品粉碎・洗浄・乾燥((株)近江物産) ③難燃性バージン再生LDPEから製品形状成形、加速疲労試験実施 1月-2月：難燃性再生LDPEの製品形状物性評価(大東電材(株)) 3月-7月：SWOM2000時間(大東電材(株))
令和6年度	①配合検討：難燃、非難燃性再生LDPE+CSCNT最適配合改良開発(GSIクレオス) ②難燃性バージンLDPEから製品形状成形、加速疲労試験実施 4月-6月：CSCNT配合コンパウンド作製((株)GSIクレオス) 7月：製品形状成形(大東電材(株)) 8月-12月：SWOM2000時間(大東電材(株)) 1月：SWOM後製品粉碎・洗浄・乾燥((株)近江物産) 2月-4月：CSCNT配合コンパウンド作製((株)GSIクレオス) ③難燃性バージン再生LDPEから製品形状成形、加速疲労試験実施 6月-7月：SWOM2000時間実施後製品粉碎・洗浄・乾燥((株)近江物産) 8月-9月：製品形状成形(大東電材(株)) 10月-2月：SWOM2000時間(大東電材(株)) 3月：SWOM後製品粉碎・洗浄・乾燥((株)近江物産)
令和7年度	①配合検討：難燃性再生LDPE+CSCNT最適配合改良開発、非難燃性LDPE改質検討。((株)GSIクレオス) ②難燃性バージンLDPEから製品形状成形、加速疲労試験実施 4月：製品形状成形(大東電材(株)) 5月-9月：SWOM2000時間(大東電材(株)) 10月：SWOM後製品粉碎・洗浄・乾燥((株)近江物産) 11月-1月：CSCNT配合コンパウンド作製、試験片性能評価((株)GSIクレオス) ③難燃性バージン再生LDPEから製品形状成形、加速疲労試験実施 4月-5月：CSCNT配合コンパウンド作製((株)GSIクレオス) 6月：製品形状成形(大東電材(株)) 7月-11月：SWOM2000時間(大東電材(株)) 12月：SWOM後製品粉碎・洗浄・乾燥((株)近江物産) 1月-2月：CSCNT配合コンパウンド作製、試験片性能評価((株)GSIクレオス)
実証事業終了後社会実装まで	本事業終了後、2026-28年に連携する大東電材(株)の顧客である電力、通信、鉄道などユーザーと共同で国内での実証試験実施を計画する。 実証試験後、2029年を目標に当該品の社会実装開始を計画する。

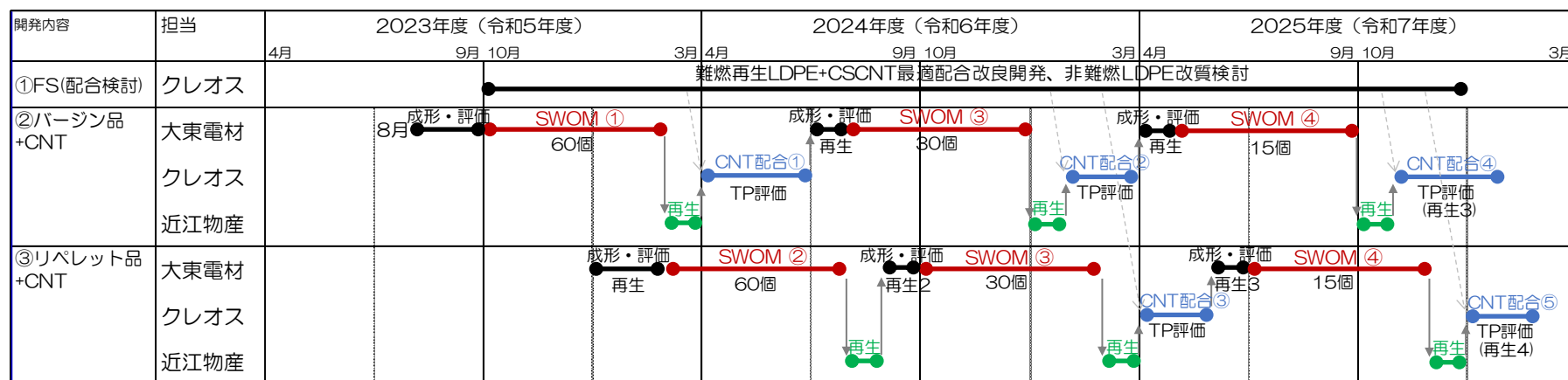


図 6 5 事業期間 3 年間のスケジュール

- (ア) 2026-28年＝連携機関の大東電材(株)顧客である電力、通信、鉄道などユーザーと共同で国内での実証試験実施を計画。
- (イ) 2029 年以降＝当該品の社会実装開始を計画。

(3) 実証事業後の出口戦略と波及効果

本事業は、当初から出口戦略を明確にして構想した。すなわち社会インフラに用いられるが故に要求性能の高い、難燃性樹脂製電材の再生を試みると共に、同じ電材用途での再生品使用とその使用拡大を目標としており、出口と循環領域を明確にした事業計画である。

既に述べてきた通り、難燃性樹脂の再生は、力学的特性の回復だけでなく、難燃性など機能性の回復が必要であり、極めて難度の高い技術開発が必要とされている。難燃性再生LDPEの物性回復に成功すれば、連携先の電材製造、大東電材(株)、その顧客である電力、通信、鉄道、ガスなど日本を代表するユーザー企業で大規模な実証実験を行う計画である。大東電材(株)はこれら国内の主要インフラ企業ほぼすべてを顧客として自社電材製品を納入しており、実証実験ではその良好な取引関係を活用することが可能である。

試みに大東電材(株)からユーザー企業に対し、将来の難燃性再生電材製品のフィールド実証試験の可否を打診したところ、高い興味を示されており、本事業への期待の高さを実感しているところである。

本事業提案では、従来実現困難な難燃性再生LDPEの諸物性の回復を試みる研究開発と並行して、バージン材から再生、再再生に至るまで再生回数毎に性能評価を実施し、性能と循環の有効性を検証することにも特長がある。

この循環検証は、既存の製品フロー、商流に従っており、本事業目標達成後の実証試験時、更にその後の難燃性再生LDPEの事業化時に、既存の製品フロー、商流を活用して実施できる点で大きなアドバンテージを有している。

ユーザー企業が本再生樹脂の物性やコストの有用性を認識することは、回収スキーム構築へのモチベーションともなる。本事業における電材製品群は、家庭から排出される樹脂などと異なり、設置と回収を同時に行うことができ、また異なる電材メーカー製品でも、使用される樹脂種はおおよそ同じであることから、回収スキームが確立されれば、回収量が増え、製造時にコストメリットが出る数量領域につなげることが可能である。

本事業は2023年(令和5年)度から2025年(令和7年)度まで実施、その後、2026年(令和8年)度から2028年(令和10年)度にかけて、全国のユーザー企業において様々な条件で大規模実証事業を計画する。

この時点で難燃性再生LDPEを年間1～10トン程度使用する見込みなので、申請者はこの供給量確保のために設備投資を実施、マスターバッチ製造施設を整える計画である。

その後、大東電材(株)の製造する難燃性LDPE製電材1,400トンについて、2029年度(令和11年)から再生100%品に置き換えることを目標とする。特にCO2削減に有効な再生回数を増やし、その複数再生品の使用量100トン以上を目指す。

その後、難燃性電材全般に対象を広げ、最終的に2030年代前半には電材向け難燃性LDPE製品18,000トン全量について、再生100%への置き換えを目標とする。

なお本事業でのLDPE再生化研究開発は、他のオレフィン系樹脂PPにも適用可能である。

【事前検討の状況】の通り、申請者はCSCNT充填再生PPでの物性向上を確認済みである。

本項(6)に、本研究の波及効果となる潜在顧客の改良要望概要を記載する。

別表 事業終了時及び終了後に想定されるリサイクル数量

① 想定されるリサイクルされた後の素材の用途、製品、販売先

用途・製品	販売先（想定）
電材全般 例えば配電線の露出部分の絶縁防護製品など	主に電材製造社 再生品の使用業界は、電力、通信、鉄道、ガスなど社会インフラ業界

② 製品の市場規模とリサイクル素材の調達可能量、調達ルート

	実証終了時	2030年	2035年
製品の市場規模(t/年) と その根拠 (供給・販売先)	電材用難燃性LDPE市場規模 18,000トン 電材メーカー製造量と市場シェアから試算	電材用難燃性LDPE市場規模 18,000トン 経済情勢などにより規模増大可能性	電材用難燃性LDPE市場規模 18,000トン 経済情勢などにより規模増大可能性
本事業における リサイクル素材調達 可能量(t/年)	本事業は、再生品の性能回復を実証する 目的なので、事業終了時の素材調達は次 の実証事業期間時となる。	2026年度以降、実証事業：年間10トン程 度 2030年以降：年間100トン以上 実証事業期間に回収スキームを確立し 回収量増大を図る	回収スキームの確立により 年間18,000トン規模の回収を目論 む
リサイクル素材 調達ルート	電材メーカーが回収した使用済電材を リサイクル業者で再生(粉碎・洗浄・乾燥 品) これをリサイクル素材として調達	同業電材メーカーとコンソーシアム組織 化、全国の使用済電材の 回収スキームを確立する 各地の再生業者と連携し、使用済電材の 粉碎・洗浄・乾燥品を調達する	同左

(4) エネルギー起源 CO2 排出削減量等環境負荷の低減

(4) - 1 概念(ライフサイクルフロー)

(4) - 1 - 1 廃プラスチックを再生せずに焼却処分した場合(現行)

図 6 6 フロー：①→②→③→④→焼却

(4) - 1 - 2 本開発技術により廃プラスチックを 2 度再生利用した場合(例)

図 6 6 フロー：①→②→③→④→⑤→⑥→②→③→④→⑤→⑥→②→③→④→焼却

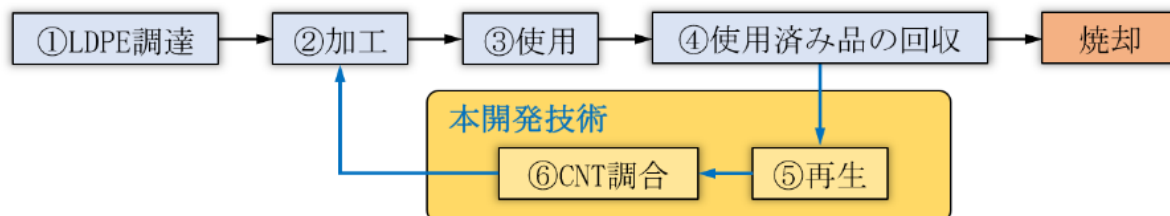


図 6 6 ライフサイクルフロー

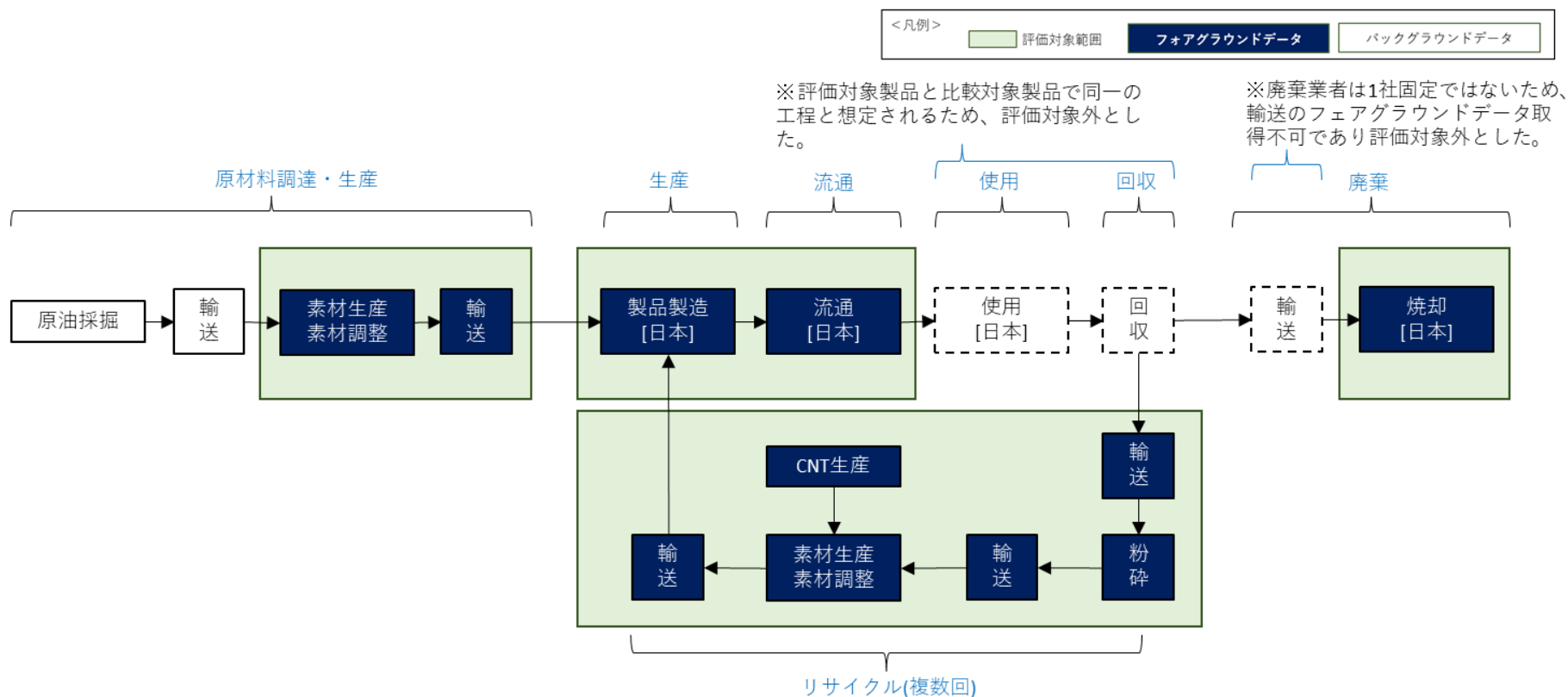


図 6 7 評価対象製品：電材製品(CNT 含有難燃性 LDPE)のスキーム

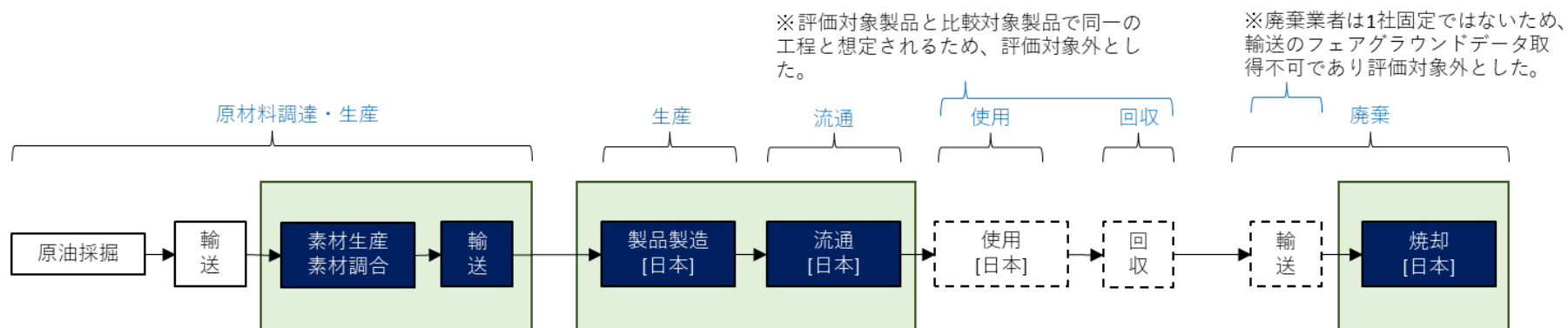


図 6 8 ベースライン：電材製品(難燃性 LDPE)のスキーム

(4) - 2 ライフサイクルインベントリ分析による CO2 排出量

(4) - 2 - 1 インベントリ分析のバックグラウンドデータ

下記からデータを取得し、下記の CO2 排出量を試算した。

表 1 2 バックグラウンドデータ取得の使用データ

no.	段階	プロセス	使用データ源
1	原材料調達・生産	素材生産、素材調整	石油化学製品のLCIデータ調査報告書
2	原材料調達・生産	輸送	経済産業省・国土交通省 物流分野のCO2排出量に関する算定方法ガイドライン『改良トンキロ法』
3	生産	製品製造	・電力：環境省・経済産業省『電気事業者別排出係数』P17 一般送配電事業者を参考 ・水：東京都水道局 CO2排出量計算ツールを参考
4	流通	流通	経済産業省・国土交通省 物流分野のCO2排出量に関する算定方法ガイドライン『改良トンキロ法』
5	リサイクル	輸送	経済産業省・国土交通省 物流分野のCO2排出量に関する算定方法ガイドライン『改良トンキロ法』
6	リサイクル	粉砕	・電力：環境省・経済産業省『電気事業者別排出係数』P17 一般送配電事業者を参考 ・水：東京都水道局 CO2排出量計算ツールを参考
7	リサイクル	輸送	経済産業省・国土交通省 物流分野のCO2排出量に関する算定方法ガイドライン『改良トンキロ法』
8	リサイクル	素材生産、素材調整	・電力：環境省・経済産業省『電気事業者別排出係数』P17 一般送配電事業者を参考 ・水：東京都水道局 CO2排出量計算ツールを参考
9	リサイクル	CNT生産	・電力：環境省・経済産業省『電気事業者別排出係数』P17 一般送配電事業者を参考 ・水：東京都水道局 CO2排出量計算ツールを参考 ・天然ガス：環境省『算定・報告・公表制度における算定方法・排出係数一覧』P7 参考 ・鉄：製鉄会社情報
10	リサイクル	輸送	経済産業省・国土交通省 物流分野のCO2排出量に関する算定方法ガイドライン『改良トンキロ法』
11	廃棄	焼却	環境省『算定・報告・公表制度における算定方法・排出係数一覧』P8 別表4参考

(4) - 2 - 2 CO2 排出量の計算

(4) - 2 - 2 - 1 再生なしの場合の CO2 排出量計算

①集計データ

No	担当企業	工程	エネルギー内容	フォアグラウンドデータ			バックグラウンドデータ(係数)			CO2排出量	単位
				量	単位		原単位	単位			
1	樹脂メーカー	LDPE使用	LDPE使用	6,000	kg	×	1.52	kg-CO2/kg	=	9,120	kg-CO2
2	運送業者	運搬	走行距離	170	km	×	0.803	kg-CO2/km	=	137	kg-CO2
3	大東電材	成形	電力	20,000	kWh	×	0.435	kg-CO2/kWh	=	8,700	kg-CO2
			水	0.12	m ³	×	0.235	kg-CO2/m ³	=	0	kg-CO2
4	運送業者	運搬	走行距離	400	km	×	0.803	kg-CO2/km	=	321	kg-CO2
5		取付	-	算出不可	-	×			=		kg-CO2
6		回収	-	算出不可	-	×			=		kg-CO2
7		運搬	-	算出不可	-	×			=		kg-CO2
8	処分業者	処分	焼却	6,000	kg	×	2.55	kg-CO2/kg	=	15,300	kg-CO2
										合計	33,578 kg-CO2
										× 2回の場合	67,155 kg-CO2
										× 3回の場合	100,733 kg-CO2

上記集計			LDPE使用	6,000	kg	×	1.52	kg-CO2/kg	=	9,120	kg-CO2
			電力	20,000	kWh	×	0.435	kg-CO2/kWh	=	8,700	kg-CO2
			水	0.12	m ³	×	0.235	kg-CO2/m ³	=	0	kg-CO2
			走行距離	570	km	×	0.803	kg-CO2/km	=	458	kg-CO2
			焼却	6,000	kg	×	2.55	kg-CO2/kg	=	15,300	kg-CO2
										合計	33,578 kg-CO2

図 6 9 再生なしの場合の CO2 排出量

②輸送時の CO2 排出量

改良トンキロ法
(精度:中)

CO₂排出量の算出結果と削減効果の把握

下表参照
(10tトラック軽油60%(6t))

ガソリン : 34.6
軽油 : 37.7
ほか、下表参照

ガソリン : 0.0183
軽油 : 0.0187
ほか、下表参照

単位換算

	輸送の種類	発地	着地	主な輸送方法	a		年間運行回数	b		c	d	e	f	CO ₂ 排出量
					距離 (km)	平均的な積載率 (%)		輸送量 (年間・t)	燃料使用 原単位 (年間 L/t・km)	単位 発熱量 (GJ/kl)	排出係数 (tC/GJ)	44/12 (炭素量⇒ 二酸化炭素量)		a*b*c*d*e*f/1,000
現行	1 樹脂材料の輸送	樹脂メーカー	大東電材	10tトラック	170	60	1	6	0.0518	37.7	0.0187	3.666667	0.14 t	⇒a*b*c*d*e*f/1,000
	2 成型品の輸送	大東電材	ユーザー	10tトラック	400	60	1	6	0.0518	37.7	0.0187	3.666667	0.32 t	
合計					570									0.458 t

図 7 0 再生なしの場合の輸送における CO2 排出量

(4) - 2 - 2 - 2 樹脂 6t を用いて製品生産後、1 回再利用し処分までを行う場合の CO2 排出量の計算

①集計データ

No	担当企業	工程	エネルギー内容	フォアグラウンドデータ			バックグラウンドデータ			CO2排出量	単位	
				量	単位		原単位	単位				
1	樹脂メーカー	LDPE使用	LDPE使用	6,000	kg	×	1.52	kg-CO2/kg	=	9,120	kg-CO2	
2		運搬	走行距離	170	km	×	0.803	kg-CO2/km	=	137	kg-CO2	
3	大東電材	成形	電力	20000	kWh	×	0.435	kg-CO2/kWh	=	8,700	kg-CO2	
			水	0.12	m ³	×	0.235	kg-CO2/m ³	=	0	kg-CO2	
4		運搬	走行距離	400	km	×	0.803	kg-CO2/km	=	321	kg-CO2	
5	ユーザー	取付	-	算出不可	-	×			=		kg-CO2	
6		回収	-	算出不可	-	×			=		kg-CO2	
7		運搬	走行距離	500	km	×	0.803	kg-CO2/km	=	402	kg-CO2	
8	近江物産	粉碎・洗浄	電力	313.45	kWh	×	0.435	kg-CO2/kWh	=	136	kg-CO2	
			水	15	m ³	×	0.235	kg-CO2/m ³	=	4	kg-CO2	
9		運搬	走行距離	440	km	×	0.803	kg-CO2/km	=	353	kg-CO2	
10	クレオス	CNT混練・ペレット作製	電力	2779.59	kWh	×	0.435	kg-CO2/kWh	=	1,209	kg-CO2	
			水	25	m ³	×	0.235	kg-CO2/m ³	=	6	kg-CO2	
11	クレオス	CNT合成		60	kg		10.449	kg-CO2/kg		627	kg-CO2	
12		運搬	走行距離	440	km	×	0.803	kg-CO2/km	=	353	kg-CO2	
13	大東電材	成形	電力	20000	kWh	×	0.435	kg-CO2/kWh	=	8,700	kg-CO2	
			水	0.12	m ³	×	0.235	kg-CO2/m ³	=	0	kg-CO2	
14		運搬	走行距離	400	km	×	0.803	kg-CO2/km	=	321	kg-CO2	
15	ユーザー	取付	-	算出不可	-	×			=		kg-CO2	
16		回収	-	算出不可	-	×			=		kg-CO2	
17		運搬	-	算出不可	-	×			=		kg-CO2	
18	処分業者	処分	焼却	6,000	kg	×	2.55	kg-CO2/kg	=	15,300	kg-CO2	
										合計	45,690	kg-CO2

上記集計

LDPE使用	6,000	kg	×	1.52	kg-CO2/kg	=	9,120	kg-CO2	
CNT合成	60	kg		10.449	kg-CO2/kg		627	kg-CO2	
電力	43093.04	kWh	×	0.435	kg-CO2/kWh	=	18,745	kg-CO2	
水	40	m ³	×	0.235	kg-CO2/m ³	=	9	kg-CO2	
運搬	2350	km	×	0.803	kg-CO2/km	=	1,888	kg-CO2	
焼却	6,000	kg	×	2.55	kg-CO2/kg	=	15,300	kg-CO2	
							合計	45,690	kg-CO2

図 7 1 樹脂 6t を用いて製品生産後、1 回再利用し処分までを行う場合の CO2 排出量

②輸送時の CO2 排出量

改良トンキロ法
(精度:中)

CO₂排出量の算出結果と削減効果の把握

下表参照

ガソリン : 34.6
軽油 : 37.7
ほか、下表参照

ガソリン : 0.0183
軽油 : 0.0187
ほか、下表参照

単位換算

	輸送の種類	発地	着地	主な輸送方法	a		b		c	d	e	f	CO ₂ 排出量
					距離 (km)	平均的な積載率 (%)	年間運行回数	輸送量 (年間・t)	燃料使用 原単位 (年間・l/t-kl)	単位 発熱量 (GJ/kl)	排出係数 (tC/GJ)	44/12 (炭素量⇒ 二酸化炭素量)	$a*b*c*d*e*f/1,000$
現行	1 樹脂材料の輸送	樹脂メーカー	大東電材	10tトラック	170	60	1	6	0.0518	37.7	0.0187	3.666667	0.137 t
	2 成型品の輸送	大東電材	ユーザー	10tトラック	400	60	1	6	0.0518	37.7	0.0187	3.666667	0.321 t
	3 回収品の輸送	ユーザー	近江物産	10tトラック	500	60	1	6	0.0518	37.7	0.0187	3.666667	0.402 t
	4 再生品の輸送	近江物産	クレオス	10tトラック	440	60	1	6	0.0518	37.7	0.0187	3.666667	0.353 t
	5 CNT含再生品の輸送	クレオス	大東電材	10tトラック	440	60	1	6	0.0518	37.7	0.0187	3.666667	0.353 t
	6 成型品の輸送	大東電材	ユーザー	10tトラック	400	60	1	6	0.0518	37.7	0.0187	3.666667	0.321 t
	合計				2,350								1.888 t

⇒ $a*b*c*d*e*f/1,000$

図 7 2 樹脂 6t を用いて製品生産後、1 回再利用し処分までを行う場合の輸送における CO2 排出量

(4) - 2 - 2 - 3 樹脂 6t を用いて製品生産後、2 回再利用し処分までを行う場合の CO2 排出量の計算

①集計データ

No	担当企業	工程	エネルギー内容	フォアグラウンドデータ			バックグラウンドデータ			CO2排出量	単位
				量	単位		原単位	単位			
1	樹脂メーカー	LDPE使用	LDPE使用	6,000	kg	×	1.52	kg-CO2/kg	=	9,120	kg-CO2
2		運搬	走行距離	170	km	×	0.803	kg-CO2/km	=	137	kg-CO2
3	大東電材	成形	電力	20000	kWh	×	0.435	kg-CO2/kWh	=	8,700	kg-CO2
			水	0.12	m ³	×	0.235	kg-CO2/m ³	=	0	kg-CO2
4		運搬	走行距離	400	km	×	0.803	kg-CO2/km	=	321	kg-CO2
5	ユーザー	取付	-	算出不可	-	×			=		kg-CO2
6		回収	-	算出不可	-	×			=		kg-CO2
7		運搬	走行距離	500	km	×	0.803	kg-CO2/km	=	402	kg-CO2
8	近江物産	粉砕・洗浄	電力	313.45	kWh	×	0.435	kg-CO2/kWh	=	136	kg-CO2
			水	15	m ³	×	0.235	kg-CO2/m ³	=	4	kg-CO2
9		運搬	走行距離	440	km	×	0.803	kg-CO2/km	=	353	kg-CO2
10	クレオス	CNT混練・ペレット作製	電力	2779.59	kWh	×	0.435	kg-CO2/kWh	=	1,209	kg-CO2
			水	25	m ³	×	0.235	kg-CO2/m ³	=	6	kg-CO2
11	クレオス	CNT合成		60	kg		10.449	kg-CO2/kg		627	kg-CO2
12		運搬	走行距離	440	km	×	0.803	kg-CO2/km	=	353	kg-CO2
13	大東電材	成形	電力	20000	kWh	×	0.435	kg-CO2/kWh	=	8,700	kg-CO2
			水	0.12	m ³	×	0.235	kg-CO2/m ³	=	0	kg-CO2
14		運搬	走行距離	400	km	×	0.803	kg-CO2/km	=	321	kg-CO2
15	ユーザー	取付	-	算出不可	-	×			=		kg-CO2
16		回収	-	算出不可	-	×			=		kg-CO2
17		運搬	走行距離	500	km	×	0.803	kg-CO2/km	=	402	kg-CO2
18	近江物産	粉砕・洗浄	電力	313.45	kWh	×	0.435	kg-CO2/kWh	=	136	kg-CO2
			水	15	m ³	×	0.235	kg-CO2/m ³	=	4	kg-CO2
19		運搬	走行距離	50	km	×	0.803	kg-CO2/km	=	40	kg-CO2
20	大東電材	成形	電力	20000	kWh	×	0.435	kg-CO2/kWh	=	8,700	kg-CO2
			水	0.12	m ³	×	0.235	kg-CO2/m ³	=	0	kg-CO2
21		運搬	走行距離	400	km	×	0.803	kg-CO2/km	=	321	kg-CO2
22	ユーザー	取付	-	算出不可	-	×			=		kg-CO2
23		回収	-	算出不可	-	×			=		kg-CO2
24		運搬	-	算出不可	-	×	2.320	kg-CO2/L	=		kg-CO2
25	処分業者	処分	焼却	6,000	kg	×	2.55	kg-CO2/kg	=	15,300	kg-CO2
										合計	55,293 kg-CO2

上記集計			LDPE使用	6,000	kg	×	1.52	kg-CO2/kg	=	9,120	kg-CO2
			CNT合成	60	kg		10.449	kg-CO2/kg		627	kg-CO2
			電力	63406.49	kWh	×	0.435	kg-CO2/kWh	=	27,582	kg-CO2
			水	55	m ³	×	0.235	kg-CO2/m ³	=	13	kg-CO2
			運搬	3,300	km	×	0.803	kg-CO2/km	=	2,651	kg-CO2
			焼却	6,000	kg	×	2.55	kg-CO2/kg	=	15,300	kg-CO2
										合計	55,293 kg-CO2

図 7 3 樹脂 6t を用いて製品生産後、2 回再利用し処分までを行う場合の CO2 排出量

②輸送時の CO2 排出量

改良トンキロ法
(精度:中)

CO₂排出量の算出結果と削減効果の把握

ガソリン: 34.6
軽油: 37.7
ほか、下表参照

ガソリン: 0.0183
軽油: 0.0187
ほか、下表参照

単位換算

a

b

c

d

e

f

下表参照

下表参照

現行	輸送の種類		発地	着地	主な輸送方法	距離 (km)	平均的な積載率 (%)	年間運行回数	輸送量 (年間・t)	燃料使用 原単位 (年間・l/t-kl)	単位 発熱量 (GJ/kl)	排出係数 (tC/GJ)	44/12 (炭素量⇒ 二酸化炭素量)	CO ₂ 排出量 $a*b*c*d*e*f/1,000$
	1	樹脂材料の輸送	樹脂メーカー	大東電材	10tトラック	170	60	1	6	0.0518	37.7	0.0187	3.666667	0.137 t
	2	成型品の輸送	大東電材	ユーザー	10tトラック	400	60	1	6	0.0518	37.7	0.0187	3.666667	0.321 t
	3	回収品の輸送	ユーザー	近江物産	10tトラック	500	60	1	6	0.0518	37.7	0.0187	3.666667	0.402 t
	4	再生品の輸送	近江物産	クレオス	10tトラック	440	60	1	6	0.0518	37.7	0.0187	3.666667	0.353 t
	5	CNT含再生品の輸送	クレオス	大東電材	10tトラック	440	60	1	6	0.0518	37.7	0.0187	3.666667	0.353 t
	6	成型品の輸送	大東電材	ユーザー	10tトラック	400	60	1	6	0.0518	37.7	0.0187	3.666667	0.321 t
	7	回収品の輸送	ユーザー	近江物産	10tトラック	500	60	1	6	0.0518	37.7	0.0187	3.666667	0.402 t
	8	再生品の輸送	近江物産	大東電材	10tトラック	50	60	1	6	0.0518	37.7	0.0187	3.666667	0.040 t
	9	成型品の輸送	大東電材	ユーザー	10tトラック	400	60	1	6	0.0518	37.7	0.0187	3.666667	0.321 t
合計					3,300								2.651 t	

⇒a*b*c*d*e*f/1,000

図 7 4 樹脂 6t を用いて製品生産後、2 回再利用し処分までを行う場合の輸送における CO2 排出量

③CNT 合成時の CO2 排出量

担当企業	工程	エネルギー内容	フォアグラウンドデータ			バックグラウンドデータ			CO2排出量	単位
			量	単位		原単位	単位			
クレオス	CNT合成	電力(22.78kWh/1kg)	22.78	kWh	×	0.435	kg-CO2/kWh	=	9.91	kg-CO2
		天然ガス使用(400L/kg)	400	L	×	0.001	kg-CO2/L	=	0.49	kg-CO2
		触媒(鉄) 0.02kg/kg	0.02	kg	×	2.3	kg-CO2/kg	=	0.05	kg-CO2
		水	0	m³	×	0.235	kg-CO2/m³	=	0	kg-CO2
								合計	10.449	kg-CO2

図 7 5 CNT1kg の合成における CO2 排出量

(4) - 2 - 3 CO₂ 排出量の集計比較

本試験の対象物は、大東電材㈱の1製品の数量 6t-LDPE から試算した数字である。

(4) - 2 - 3 - 1 廃プラスチックを再生せずに焼却処分した場合

フォアグラウンドデータ					バックグラウンドデータ			
入出力項目			量	単位	原単位	単位	CO ₂ 排出量	単位
エネルギー起 源CO ₂	入力	原料	LDPE	6,000 kg	×	1.52 kg-CO ₂ /kg	=	9,120 kg-CO ₂
		エネルギー	電力	20,000 kWh	×	0.435 kg-CO ₂ /kWh	=	8,700 kg-CO ₂
			水	0.12 m ³	×	0.235 kg-CO ₂ /m ³	=	0 kg-CO ₂
			輸送(国内)	570 km	×	0.803 kg-CO ₂ /km	=	458 kg-CO ₂
	出力	処分	市場回収品	6,000 kg	×	2.55 kg-CO ₂ /kg	=	15,300 kg-CO ₂
再生なし1回 合計								33,578 kg-CO ₂
再生なし2回 合計								67,155 kg-CO ₂
再生なし3回 合計								100,733 kg-CO ₂

	CO ₂ 排出量	単位
エネ起	54,833	kg-CO ₂
非エネ起	45,900	kg-CO ₂

図 7 6 廃プラスチックを再生せずに焼却処分した場合

(4) - 2 - 3 - 2 廃プラスチックを再生利用した場合

エネルギー起
源CO2

フォアグラウンドデータ					バックグラウンドデータ					
入出力項目			量	単位	原単位	単位	CO ₂ 排出量	単位		
入力	原料	LDPE	6,000	kg	×	1.52	kg-CO ₂ /kg	=	9,120	kg-CO ₂
		CNT	60	kg	×	10.449	kg-CO ₂ /kg	=	627	kg-CO ₂
	エネルギー	電力	63,406	kWh	×	0.435	kg-CO ₂ /kWh	=	27,582	kg-CO ₂
		水	55	m ³	×	0.235	kg-CO ₂ /m ³	=	13	kg-CO ₂
		輸送(国内)	3,300	km	×	0.803	kg-CO ₂ /km	=	2,651	kg-CO ₂
出力	処分	市場回収品	6,000	kg	×	2.55	kg-CO ₂ /kg	=	15,300	kg-CO ₂
					再生なし品1回使用後再生2度 合計			55,293	kg-CO ₂	}
					再生なし品1回使用後再生1度 合計			45,690	kg-CO ₂	

	CO ₂ 排出量	単位
エネ起	39,993	kg-CO ₂
非エネ起	15,300	kg-CO ₂

図77 廃プラスチックを再生利用した場合

(4) - 2 - 4 結論 本技術による CO₂ 削減量(単位 : kg-CO₂)

①再生あり			②再生なし			③再生によるCO ₂ 削減量(②-①)			
使用回数	CO ₂ 排出量	1kg-LDPE当りのCO ₂ 排出量	CO ₂ 排出量	1kg-LDPE当りのCO ₂ 排出量	使用回数	1kg-LDPE当りのCO ₂ 削減量	10t/年置換え時のCO ₂ 削減量	100t/年置換え時のCO ₂ 削減量	18,000t/年置換え時のCO ₂ 削減量
1回(再生0)	-	-	33,578	5.60	1回(再生0)	0	0	0	0
2回(再生1度)	45,690	3.81	67,155	5.60	2回(再生0)	1.79	17,888	178,882	32,198,696
3回(再生2度)	55,293	3.07	100,733	5.60	3回(再生0)	2.52	25,245	252,447	45,440,465

図78 本技術による CO₂ 削減量のまとめ

(5) その他の環境影響の低減・循環型社会への貢献の見込み

申請者の CNT に関する研究開発や製品化の事実は、国内外で認知されており、現行顧客や潜在顧客から様々な提案を受けている。

表 1 2 に記載する具体的な要望内容が示す通り、いずれも地球環境負荷軽減を志向している。

申請者が本事業で実施する研究開発が、様々な分野での環境負荷低減への有用な方策になるものと確信している。

(6) 環境影響の低減に資する要望とその必要性

表 1 2 申請者顧客からの要望とその必要性

	樹脂	状態	用途	背景・ニーズ
熱可塑性樹脂	オレフィン系樹脂	バージン PP	石油輸送パイプ	中東諸国では石油輸送目的で鉄鋼製パイプが使用される。しかし膨大な防錆費用、金属パイプ継目からの石油リーク、鉄製パイプの重量による輸送・維持コストが長年の大課題であり、自国製 PP 適用を狙う壮大な研究が開始されている。申請者の研究開発実績を知った国立研究所から、CSCNT 充填により過酷環境に耐えうる諸物性(耐UV性、強度、靱性など)を維持、向上させた油送パイプを開発し環境負荷低減を図りたい、との打診を受けている。
		再生 PP 再生 PE	暗渠用パイプ	北米では、従来カーボンブラック(CB)充填により再生樹脂を暗渠用樹脂パイプに活用している事例があるが、十分な靱性が得られず、また膨大な量のCBを充填するため保管コスト、周辺への環境負荷が大きな課題となっている。極少量のCSCNT充填で再生樹脂の靱性改善、回復の可能性を打診されている。
		再生 PP	自動車部品	大手自動車会社から、再生PPの破壊靱性を回復したい、熱膨張係数(CTE)を制御したい、との要望を受けている。 破壊靱性の低下は再生品の弱点として既に認識されている。 一方、CTE制御要望は、PPの高いCTEのためにPP製部品同士の間には大きな隙間を空けねばならないため、外観が悪く再生品の使用ができないためである。CSCNTの適切な配向制御によりCTE制御ができれば、再生PPの使用量が増え、CO2削減に資する、との要望である。
熱硬化性樹脂	エポキシ(溶剤系)	バージン	航空宇宙、ドローン構造物、部品	あらゆる高速移動体の構成部材を軽量高強度のCFRP(炭素繊維強化樹脂)製にすることで環境負荷への大幅な低減が期待されている。しかしCFRPには耐衝撃性、層間剥離、衝撃後圧縮強度(CAI, Compression After Impact)など、依然として解決すべき様々な課題が山積している。特に航空業界を中心に、CFRP内の樹脂部分をCSCNTで強化することでこれら諸課題の解決を求められている。航空宇宙、鉄道などの高速移動体セクターでは、更なる軽量化による地球環境負荷軽減を求める強いニーズが存在している。

9. 総括

2023 年度は計画通り業務を遂行した。

本事業は事業化を見据えたものであり、最終目標の達成、及び事業終了後の市場化を構想している。

2024 年度も計画通り業務を遂行する。

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。