

平成22年度戦略的基盤技術高度化支援事業

「高弾性と多彩な色彩を有する高機能性着色難燃繊維製造技術の確立」

研究開発成果等報告書概要版

平成23年 9月

委託者 中部経済産業局

委託先 株式会社高木化学研究所

目 次

第1章 研究開発の概要	
1-1 当該研究開発の背景・研究目的及び目標	1
1-2 研究体制	3
1-3 成果概要	5
1-4 当該研究開発の連絡窓口	8
第2章 本論	9
2-1 リサイクルPET 原料高効率活用技術の研究開発	9
2-2 着色顔料・難燃剤のハイブリッド紡糸技術の研究開発	10
2-3 延伸・捲縮工程における微細加工技術の研究開発	11
2-4 着色難燃繊維の難燃性評価技術の研究開発	13
2-5 繊維束の捲縮性能評価技術の研究開発	17
2-6 着色難燃繊維の耐光（候）性評価技術の研究開発	20
2-7 着色難燃繊維に関する基盤研究	23
2-8 機能性着色難燃繊維のラインアップ化技術の研究開発	25
2-9 高機能性着色難燃繊維の応用研究	26
最終章 全体総括	28
3-1 全体の研究開発成果	28
3-2 研究開発後の課題及び事業化展開	28

第1章 研究開発の概要

1-1 研究開発の背景・研究目的および目標

1) 研究開発の背景

これまでの自動車内装用繊維材料は、通常、化学構造上本質的に難燃性を有する耐熱繊維を使用する方法、有機リン化合物との共重合により得られる繊維を使用する方法、繊維シートに難燃バックング材を塗布する方法によって製造されている。これらは、大量生産方式や、後加工での染色加工または難燃加工を必要とするため、小回りが利かず、高コスト体質となる。デザイン性に優れた少量多品種生産に対応でき、かつ強度・弾性率、耐久性・耐光堅牢性が高く、環境に優しい低コストの高機能性着色難燃化技術および難燃繊維製品が求められている

2) 研究目的

本研究開発では、リサイクル PET 原料の高効率活用技術開発、環境に優しい新規な難燃剤・難燃系によるハイブリッド紡糸技術の開発、延伸・捲縮および乾燥・熱セット工程における微細加工技術の開発、ならびにこれらの技術の融合により（図1-1-1）、高強度・高弾性率を維持し高度な難燃性機能を付与でき、かつ内装部品の軽量化に資する多彩な着色難燃繊維の製造技術の確立、及び当該技術による高機能性着色難燃繊維の実用化を目指す。

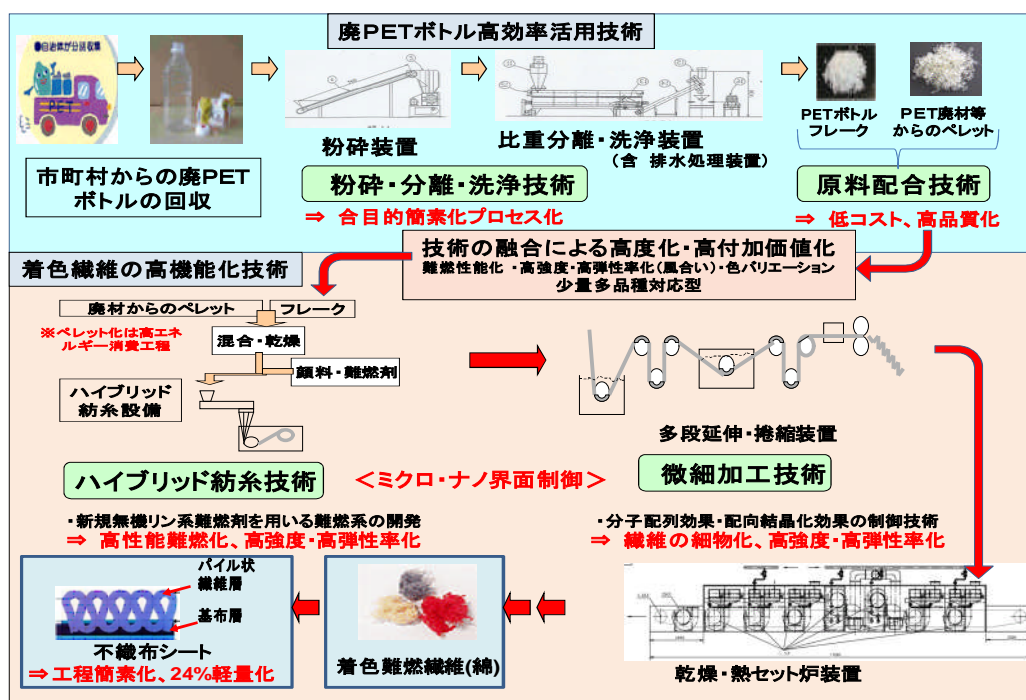


図1-1-1 高機能性着色難燃繊維技術開発の内容

3) 研究目標

各研究課題に対して、以下の実施項目を決め、表1-1-1の高度化目標項目及び目標値を定め実施した。

[1. リサイクルPETボトルの高効率活用化課題への対応]

①リサイクルPET原料高効率活用技術の研究開発

[2. 着色難燃繊維の高機能化課題への対応]

② 着色顔料・難燃剤のハイブリッド紡糸技術の研究開発

③ 延伸・捲縮工程及び乾燥・熱セット工程における微細加工技術の研究開発

④ 着色難燃繊維の難燃性評価技術の研究開発

⑤ 繊維束の捲縮性能評価技術の研究開発

⑥ 着色難燃繊維の耐光（候）性評価技術の研究開発

⑦ 着色難燃繊維に関する基盤研究

[3. 高機能性着色難燃繊維のラインアップおよび応用製品開発への対応]

⑧ 機能性着色難燃繊維のラインアップ化技術の研究開発

⑨ 高機能性着色難燃繊維の応用研究

⑩ プロジェクトの管理・運営

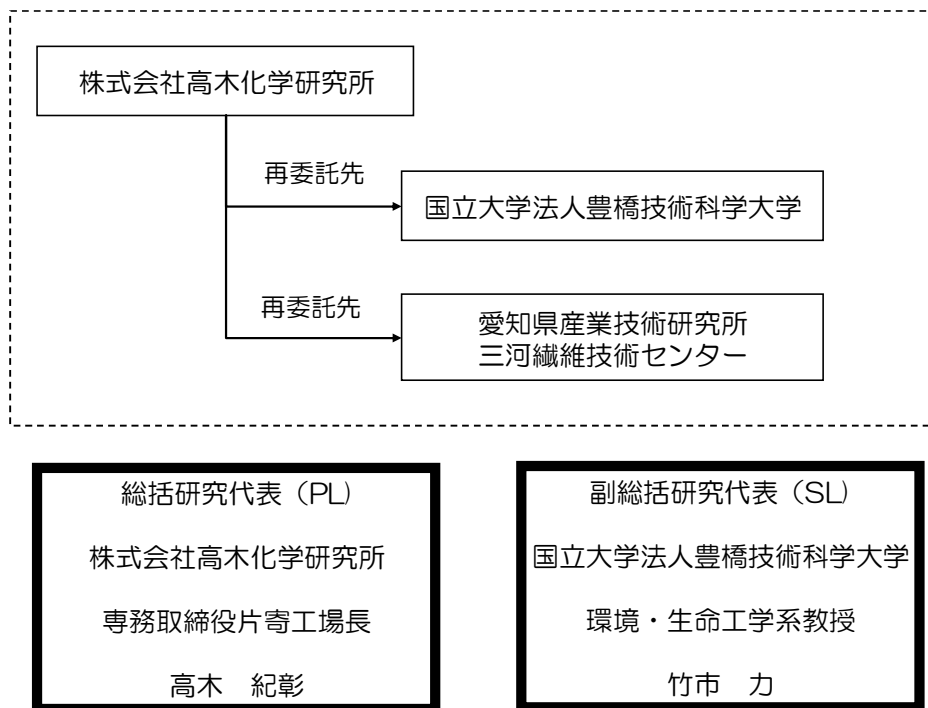
表1-1-1 高度化目標項目及び目標値

高度化の目標項目	機能	既存製品 (仕様)*		目標 低・中・高難燃
		非難燃	黒色繊維	
難燃性 (接炎回数)	難燃 レベル	1~2	5	3~5
色彩	多色	多色	黒色	6色
強度 (cN/dtex)	機械物性	2.2以上(3.5)	1.76以上(2.5)	3.0
伸度(%)	機械物性	100以下(70)	15以上 (35)	45
単糸繊度 (dtex)	微細加工	3.3~17	5.0	3.3~6.6
捲縮数 (山/inch)	弾性	7~15	7~15	7~15
捲縮率(%)	弾性	未測定	未測定	25
残留捲縮率(%)	弾性	未測定	未測定	18
耐光(候)性(ΔEa*b*)	耐久性	顧客評価	顧客評価	黒色繊維並み
紡糸収率(%)	生産性	95以上	90弱	90以上
延伸収率(%)	生産性	95以上	90弱	85以上

1-2 研究体制

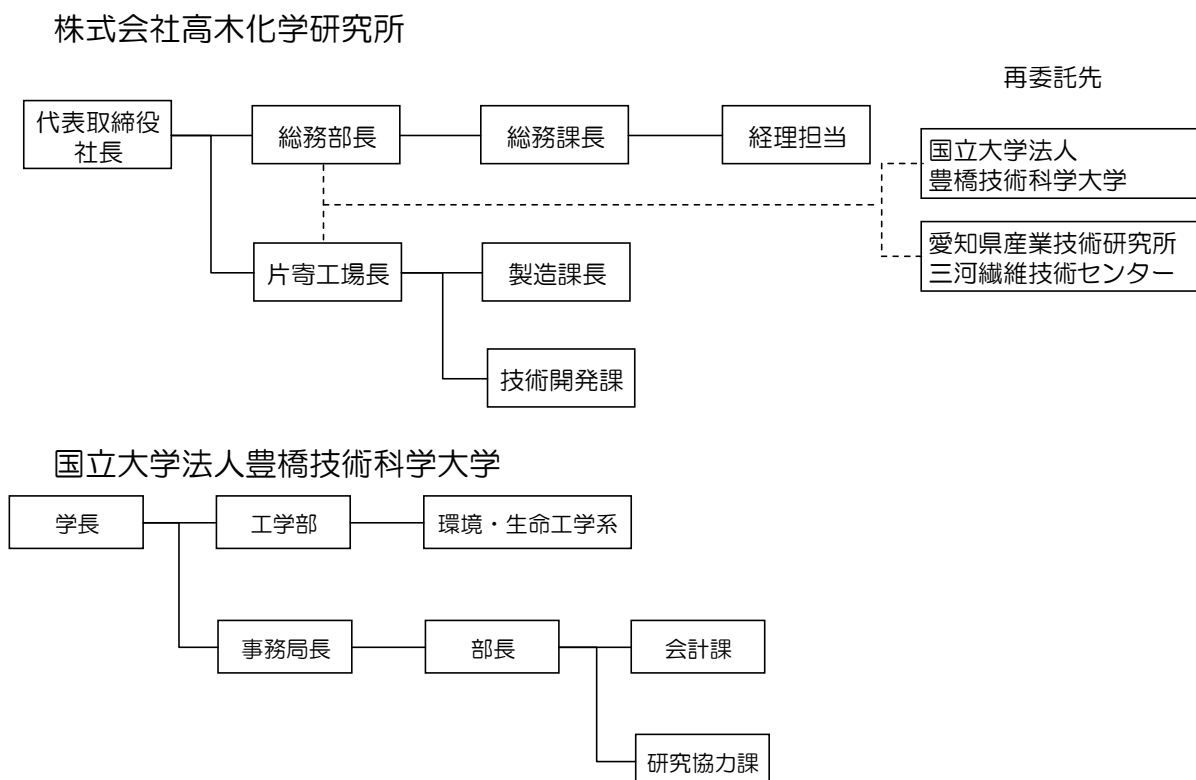
1) 研究組織及び管理体制

1-1) 研究組織（全体）

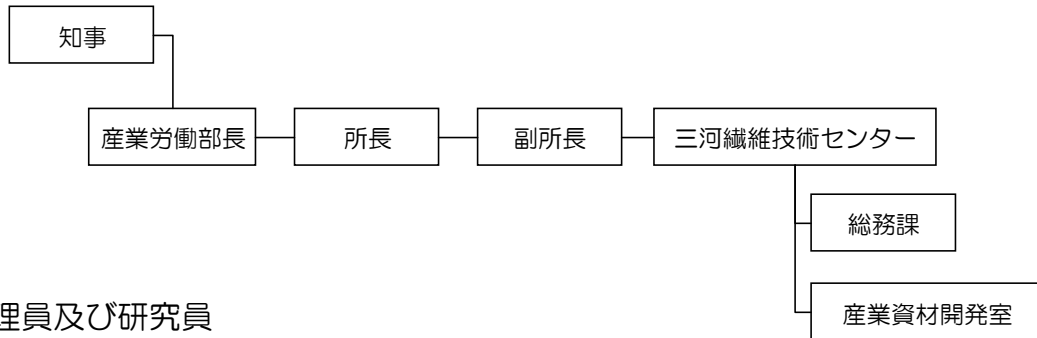


1-2) 管理体制

①事業管理者



愛知県産業技術研究所三河繊維技術センター



2) 管理員及び研究員

【事業管理者】 株式会社高木化学研究所

① 管理員

氏名	所属・役職	実施内容(番号)
高木 慶次郎	総務部・取締役総務部長	⑩
牧 真人	総務部総務課・課長	⑩

② 研究員

株式会社高木化学研究所

氏名	所属・役職	実施内容(番号)
高木 紀彰	片寄工場・専務取締役工場長	①、③、⑨
馬場 悟	片寄工場製造課・製造課長	①、③
三島 寛之	片寄工場技術開発課・リーダー	①、②、⑧、⑨
松山 一夫	片寄工場技術開発課・主任研究員	④、⑤、⑥、⑧、⑨
柳澤 聡志	片寄工場技術開発課・課員	①、②、⑤
永谷 裕介	片寄工場技術開発課・課員	①、②、③、④、⑤、⑧、⑨
清水 健太	片寄工場技術開発課・課員	①、②、③、④、⑤、⑧、⑨
寺尾 雄太	片寄工場技術開発課・課員	①、②、③、④、⑤、⑧、⑨

【再委託先】

研究員

国立大学法人豊橋技術科学大学

氏名	所属・役職	実施内容(番号)
竹市 力	環境・生命工学系・教授	⑦

愛知県産業技術研究所三河繊維技術センター

氏名	所属・役職	実施内容(番号)
原田 真	産業資材開発室・主任研究員	④、⑤、⑥
深谷 憲男	産業資材開発室・技師	④、⑤
宮本 晃吉	産業資材開発室・技師	④、⑧、⑨

3) 経理担当者及び業務管理者の所属、氏名

(事業管理者)

株式会社高木化学研究所

(経理担当者)	総務部総務課長	牧 真人
(業務管理者)	取締役総務部長	高木 慶次郎

(再委託先)

国立大学法人豊橋技術科学大学

(経理担当者)	研究協力課外部資金係係長	河村 和明
(業務管理者)	学長	榊 佳之

愛知県産業技術研究所三河繊維技術センター

(経理担当者)	総務課総務課長	柴田 和志
(業務管理者)	センター長	板津 敏彦

4) 他からの指導・協力者及び指導・協力事項

(アドバイザー)

氏名	役職	備考
中西 英二	国立大学法人名古屋工業大学大学院 工学研究科産業戦略工学専攻教授	学術的な立場からの助言
平田 慎治	トヨタ車体株式会社 技術管理部 主査	川下ユーザー（自工メーカー）からの助言

1-3 成果概要

研究課題に対応した実施項目別に、成果概要を以下記載する。

[リサイクル PET ボトルの高効率活用化課題への対応]

実施項目①：合目的リサイクル PET 原料の高効率活用技術の研究開発

レオメーターを用いるリサイクル PET 原料の品質を分析できる簡便な方法を確立でき、また排水処理装置を含む比重分離・洗浄装置の設計・導入により、排水処理水を再利用（クローズドシステム）した繊維原料に合った合目的高効率な精製技術を確立できた。さらに、精製されたりサイクル PET フレーク品は前記分析方法及び実用レベルでの繊維試作での評価において繊維原料として有効であることを実証できた。

[着色難燃繊維の高機能化課題への対応]

実施項目②：着色顔料・難燃剤のハイブリッド紡糸技術の研究開発

難燃剤 A、P、S 及び難燃助剤の特徴の明確化、難燃剤・顔料等の配合及び混練紡糸技術の確立並びに新規開発した複数の評価方法を用いて、多彩な色彩を有する、高難燃、中難燃及び低難燃レベルの通常織度及び細物織度を有する着色難燃繊維の紡糸技術を確立でき数値目標も達成できた。今後、これらの技術を駆使して、ユーザーとの個別対応によって、さらなる作り込みを行い拡販につなげていきたい。

実施項目③：延伸・捲縮工程及び乾燥・熱セット工程における微細加工技術の研究開発

多段延伸・捲縮装置を設計・導入することにより、難燃剤・顔料を多量に含有するにも係らず、高強度・高捲縮な通常織度及び細物織度を有する着色難燃繊維の製造技術を確立することができた。特に、難燃剤 S 及び実施項目①で得られたリサイクル PET 精製フレーク品の組み合わせが高強度化には有効であること、また、温度制御できる乾燥・熱セット炉装置の設計・導入によりばらつきの少ない品質の安定した難燃繊維が得られることを確認でき、数値目標も達成できた。今後、ユーザーとの個別対応による作り込みを行う生産体制を整える。

実施項目④：着色難燃繊維の難燃性評価技術の研究開発

難燃繊維束及び綿の難燃性能を評価するには、JIS 法準拠の 45° 燃焼試験が適しており、不織布シートの簡便評価方法としても 45° 燃焼試験が有用であった。両者間ではほぼ対応していることが分かり、難燃繊維を接炎回数で、高難燃（5回）、中難燃（4回）及び低難燃（3回）に分類する根拠が得られた。実際に自動車内装材としての難燃性評価に用いられる水平法燃焼試験でも、非難燃繊維の配合比率が、低難燃から高難燃になるに従って少なくできることが分かった。これらの評価方法の確立により法規制遵守に必要な配合比率を予測することが可能となり、目標を達成できた。さらに、実際の不織布の難燃性能は、目付量、混綿での均一性、開織方向、シート作製方法などにより変わり、難燃繊維綿以外の要因も大きいことが分かり、顧客ユーザーの課題を一緒に考えられる素地ができた。

実施項目⑤：繊維束の捲縮性能評価技術の研究開発

単糸繊維を用いる JIS 法はコストもかかり熟練を必要とするが、一般的な引張試験機を用いて繊維束の捲縮性能を評価する方法が開発できた。この方法では簡便に、JIS 法に準拠した捲縮特性値を高い信頼性をもって得ることができる。このことにより、多段延伸・捲縮装置の有用性を立証でき、特に細物繊維の高捲縮率化、捲縮特性でも残留捲縮率及び捲縮弾性

率が重要であること、混綿における作業性、不織布の風合いに捲縮性能が大きく寄与していることを確認でき目標を達成できた。

実施項目⑥：着色難燃繊維の耐光（候）性評価技術の研究開発

市販の耐光（候）性試験装置は高価であり、かつ光源も高いので維持費が高くなり中小企業での保有は困難であった。自動車用 HID ヘッドライトを用いる簡便な評価装置を開発し、安価で有用性のある評価方法になることの確認ができた。難燃繊維綿の評価では、特定の難燃剤（P）のもつ着色が耐光（候）性に著しい悪影響を及ぼすが、カーボンブラック顔料の使用によって耐光（候）性を著しく向上できることが分かった。また汎用の耐光（候）性試験機を用いる不織布シートの耐光（候）性評価との比較では、繊維綿の結果を反映していることが分かり、色差（ ΔE^*ab 値）によってほぼ耐光（候）性能を把握することが可能となり、目標を達成できた。そして、データの蓄積、研究開発へのフィードバック、及び新製品開発の促進といった、市場開拓を有利に展開できる体制が整った。

実施項目⑦：着色難燃繊維に関する基盤研究

SEM 測定により、繊維表面及び樹脂マトリックス中での難燃剤の分散状態、形状等のモルフォロジー観察をする手法が確立できた。また FT-IR 及び熱分析（DSC 及び TGA）により、原料 PET、難燃剤等の個々の難燃繊維成分及び難燃繊維の特徴を明らかにでき、見える形で（論理的裏づけ）開発を進めることができるようになった。例えば、難燃剤 A、P 及び S はそれぞれモルフォロジー及び耐熱性が異なり、難燃剤、繊維の難燃性及び繊維物性との間の関係を明らかにすることができ、使用目的に合った利用及び組み合わせが重要であることが分かり、その結果を開発にフィードバックするという目標を達成できた。

[高機能性着色難燃繊維のラインアップ及び応用製品開発への対応]

実施項目⑧：高機能性着色難燃繊維のラインアップ化技術の研究開発

当初目標の 2 2 品番に 3 品番追加して 2 5 品番を試作でき、低・中・高難燃 3 レベル、6 色及び通常織度及び細物織度の 2 グレードの高機能性着色難燃繊維のラインアップ化技術を確立できた。難燃性能及び繊維性能（強伸度）については、目標値を達成できていない品番もあるが、改良の処方箋はできている。また捲縮性能及び耐光（候）性能については、すべての品番にデータが揃っているわけではないが、評価方法は確立できているので必要に応じてデータを取得する予定であり、目標は達成できたと言える。

実施項目⑨：高機能性着色難燃繊維の応用研究

不織布シートの耐光（候）性評価では目標の 2 2 品番のうち、難燃繊維 9 品番を削減し、

代わりに比較のために必要な非難燃繊維色物6品番を追加（トータル19品番）し、不織布シートの難燃性評価は目標12品番のうちベージュ色に絞り6品番（6品番減）を実施した。その結果、難燃綿と不織布シートとの間には難燃性能、捲縮性能及び耐光（候）性能ともある程度の相関のあることが分かった。不織布シートの難燃性能については、法規制遵守に必要な難燃繊維と非難燃繊維の最適配合比率が存在すること、耐光（候）性能については、難燃剤のみならず顔料の種類による影響が明らかになった。さらに、難燃性能は目付、混綿、開繊、シート作製方法により影響を受け、耐光（候）性能へも影響の度合いは異なることがわかった。評価手法が確立でき、繊維束及び繊維綿との相関も把握でき、目標はほぼ達成できたと言える。今後の課題は、個別ユーザーとの対応の際にデータを充実することである。また、自動車用内装材としてのラインアップ、基盤研究での基礎的知見、評価技術手法の確立ができたので、生産体制の構築と共に、航空機、車両、船舶等の規制のより厳しいその他分野への展開ができる体制が整った。

実施項目⑩：プロジェクト管理・運営

進捗状況は月に1回の箇所間の個別打合せ、2～3ヶ月に1回の専門部会において研究開発担当者間の情報共有化を実施し、4～6ヶ月に1回の研究開発委員会における成果発表で、課題を明確にすることによって、川下ユーザーへの不織布シート作製依頼、ラインアップの品番数、不織布シート品番数等の計画の見直しが円滑に行うことができ、必要に応じた共同体の意思決定を実施できた。また、PLは常に事業全体を俯瞰し、計画の進捗が卒なく実施できるような体制整備や、早期事業化できるような運営を常に心がけた。SLはPLを技術面でサポートし、学術的な視点から技術の高度化へ向けた基盤の構築に貢献した。このため、実施項目毎の課題に対してそれぞれの役割にあった対応ができ、前倒し事業への移行などプロジェクトの運営及び早期実用化への道筋を円滑に実施できた。

1-4 当該研究開発の連絡窓口

担当者所属：株式会社高木化学研究所

担当者氏名：高木 紀彰（E-mail：noriaki.takagi@takagi-kagaku.co.jp）

電話：0564-82-2030 FAX：0564-82-3605

第2章 本 論

2-1 合目的リサイクルPET原料高効率活用技術の研究開発

1) 目的

リサイクルPETボトル粉碎品由来のフレーク品とPET廃材由来のペレット品の粘度特性を調べ、紡糸特性ならびに得られた難燃繊維および非難燃繊維の物性（強伸度等）を測定し、繊維原料の粘度特性変化による影響を求めると共に、粘度特性の測定結果をリサイクルPET原料の高効率活用に応用する。さらにリサイクルPET原料の高効率活用を目指した排水処理装置を含む比重分離・洗浄装置を用いて、ポリプロピレン、金属、ゴミ等の異物を除去・回収、微粉末等の排出固形物の除去・回収、排水処理水の循環再利用、粉碎品の精製方法を検討し、フレーク品を低コスト・高品質なものとして供給、かつ排水処理水の効果的な利用を含むクローズドシステム技術の確立を目指す。

2) 結果及び考察

図2-1-1に、排水処理装置を含むリサイクルPETボトルフレーク品の比重・分

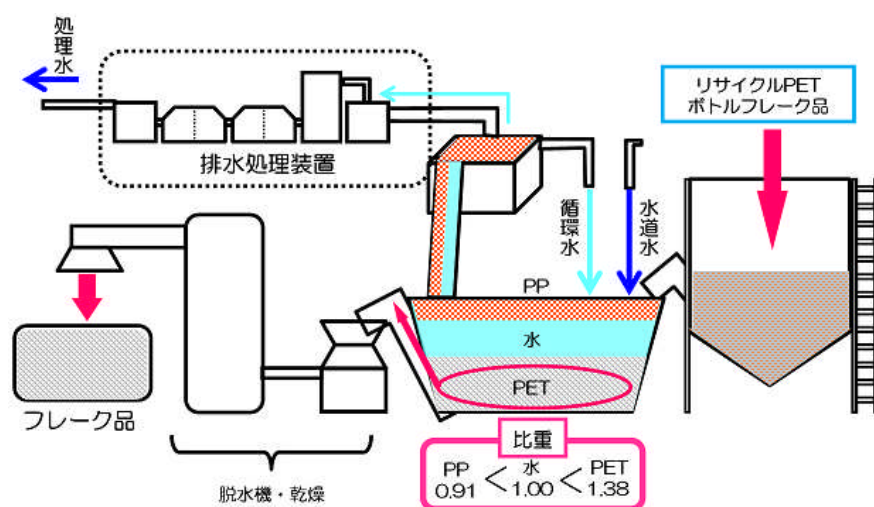


図2-1-1 リサイクルPETボトルの比重分離・洗浄クローズドシステム概要図

離・洗浄クローズドシステムの概要を示す。リサイクルPETボトルフレーク品（粉碎品）の分離・洗浄、出来たフレーク品の粘度特性を測定した結果、以下の知見を得た。（i）リサイクルPETボトルフレーク品（粉碎品）を比重分離・洗浄槽に供給するスクリュウのインバータの値を300kg/hr→500kg/hrと増やしていても、フレーク品の回収率に差が出ない。（ii）新規導入した比重分離・洗浄設備で通常精製したフレーク品を用いた生産（紡糸）性は良好であった。（iii）各種フレーク品（現行外注水処理品、比重分離槽水処

理品、比重分離槽オゾン処理品)の粘度については、3種類とも大きな差が無いがオゾン処理品が最も良かった。生産(紡糸)性においても同等品質であった。また、比重分離・洗浄装置からの排水は、排水処理装置を通過することで、再度洗浄水として循環できるレベルまで精製されることが分かった。すなわち、排水の出ないクローズドシステムが構築できた。

2-2 着色顔料・難燃剤のハイブリッド紡糸技術の研究開発

1) 目的

混練紡糸による繊維の難燃化には、生産性および繊維物性に悪影響を及ぼす難燃剤の使用量はできるだけ少ないほうが良く、多方面に展開できる高難燃化技術の開発が必須である。新規に開発した無機リン系難燃剤は、高度な難燃性能を付与でき、かつ繊維の着色に悪影響を及ぼさない優れた難燃剤(難燃剤AおよびS)である。本節ではブロム系難燃剤の代替品として注目を浴びている無機リン系難燃剤のハイブリッド化を進め、環境に優しい新規な高難燃系を開発することを目的とする。具体的には、無機リン系難燃剤及び難燃助剤を併用した新規難燃系を研究開発することにより、通常織度及び細物織度の低難燃、中難燃及び高難燃グレードの着色難燃繊維を開発する。

2) 結果及び考察

着色難燃繊維(綿)の製造工程を図2-2-1に示す。短繊維(束)については、45°燃焼試験(2-4項参照)、強伸度測定及び捲縮特性(2-3及び2-5項参照)の測定を行い、繊維綿については簡易装置を用いた耐光(候)性試験(2-6-1参照)を行った。

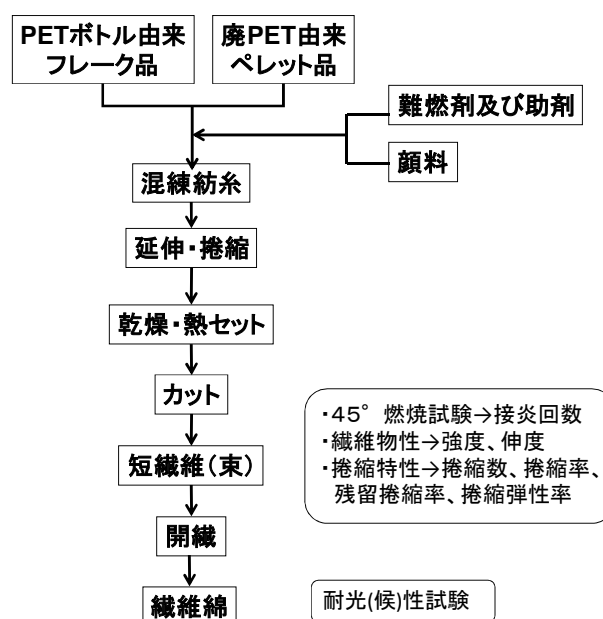


図2-2-1 難燃繊維の製造フロー

無機リン系難燃剤は固相の難燃化に寄与し、その添加量と難燃性との関係は、ほぼリン原子濃度と相関が認められている。すなわち、リン濃度を高くすればするほど難燃性能は向上するが、逆に紡糸性が悪化して糸にならなくなる。これを補うために、気相で難燃効果のある難燃助剤を併用することによって、難燃性能を向上できることを見出し、その結果を図2-2-2に示す。これらの基礎的知見を基に、難燃剤の種類及びその添加量、難燃助剤の添

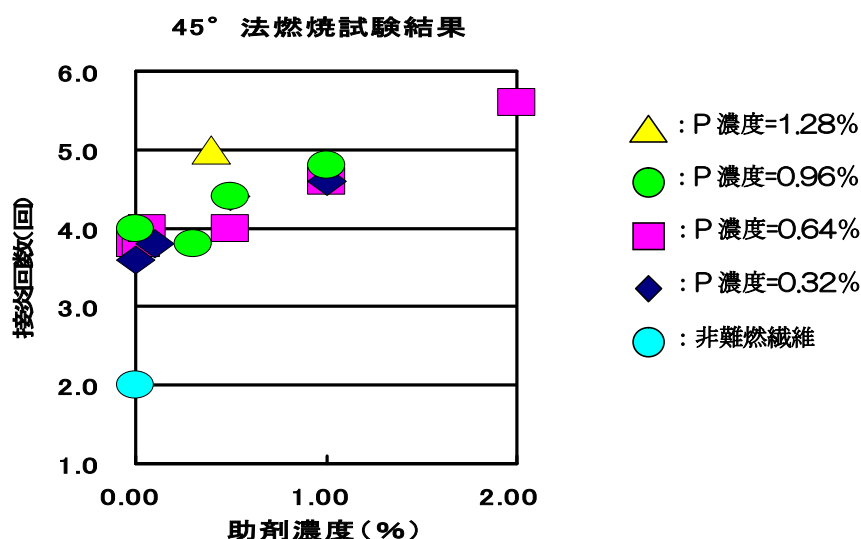


図2-2-2 難燃性能（接炎回数）に及ぼすリン濃度および難燃助剤の影響

加量、顔料の種類、単糸繊度の調整並びに紡糸条件を種々変化させ検討し、その結果を表2-2-1に示す。これらの製造条件の検討により、各種難燃レベル、通常及び細物繊度並びに多彩な色彩を有する難燃繊維の得られることがわかった。

2-3 延伸・捲縮工程及び乾燥熱セット工程における微細加工技術の研究開発

1) 目的

延伸・捲縮工程における新規無機リン系難燃剤とマトリックス樹脂との特異的な分子配列効果及び配向結晶化効果を発現させるために、多段延伸・捲縮装置を導入し、通常単糸繊度（6.6および5.0dtex）では高難燃、中難燃および低難燃の3グレード、ならびに細物単糸繊度（3.3dtex）では中難燃および低難燃の2グレードの製造技術の確立を目指し、製造条件の検討を行う。さらに、品質バラツキが少なく経時安定性の良い製品にするために、高捲縮化、高強度化、経時安定性の向上に効果が期待される、「微細な温度制御が可能な乾燥・熱セット炉装置」を導入し、その効果を検証する。

2) 結果及び考察

表2-2-1で求めた各種難燃繊維未延伸系につき、新規多段延伸・捲縮装置を用い2段延伸・捲縮を行い、既設の乾燥・熱セット装置及びカット装置を用い難燃短繊維を製造した。表2-3-1には、延伸条件及び捲縮条件、カット長ならびに得られた難燃短繊維の強伸度特性及び捲縮特性を、既存品及び開発品と比較して示した。この結果、以下の知見が得られた。(i) 新規多段延伸・捲縮装置の最適な操作条件を把握することができ、品番により差が

表2-2-1 着色難燃繊維の配合・紡糸条件の検討

試験No	難燃レベル	難燃設計			顔料設計		投入規模	織度設計		紡糸条件		糸切れ(回)	紡糸収率(%)	難燃性能	
		難燃剤(種類)	リン濃度(%)	難燃助剤(%)	色彩	織度(dtex)		ホール数	巻取速度(m/min)	接炎回数					
1	低難燃	難燃剤A	0.32	0	ブラック	中量	6.6	300	520	3以上	90	3.4			
2		難燃剤A	0.32	0	ホワイト	中量	6.6	300	520	2以下	94	3.0			
3		難燃剤A	0.32	0	ベージュ	中量	6.6	300	520	3以上	90	3.2			
4		難燃剤A	0.32	0	グレー	中量	6.6	300	520	2以下	94	3.0			
5		難燃剤A	0.32	0	ライトグレー	中量	6.6	300	520	2以下	94	4.2			
6		難燃剤A	0.32	0	ブルー	中量	6.6	300	520	3以上	90	3.2			
7		難燃剤S	0.32	0	ホワイト	ピーカー	3.3	800	700	2以下	-	-			
8		難燃剤S	0.32	0	ベージュ	中量	3.3	800	700	0	94	4.0			
9		難燃剤S	0.32	0	グレー	中量	3.3	800	700	3以上	90	3.8			
10		難燃剤S	0.32	0	ライトグレー	ピーカー	3.3	800	700	2以下	-	3.8			
11	中難燃	難燃剤A	0.32	0.1	ブラック	中量	5.0	400	500	2以下	94	4.0			
12		難燃剤A	0.32	0.1	ホワイト	中量	5.0	400	500	3以上	90	3.6			
13		難燃剤A	0.32	0.1	ベージュ	中量	5.0	400	500	3以上	90	4.0			
14		難燃剤A	0.32	0.1	ライトグレー	中量	5.0	400	500	3以上	90	3.6			
15		難燃剤A	0.32	0.1	ブルー	中量	5.0	400	500	3以上	90	3.6			
16		難燃剤S	0.32	0.1	ベージュ	中量	3.3	800	750	0	94	4.0			
17		難燃剤S	0.32	0.1	グレー	中量※	3.3	800	750	2以下	94	-			
18		難燃剤S	0.32	0.1	ブルー	ピーカー	3.3	800	750	3以上	-	-			
19	高難燃	難燃剤A	0.64	0.12	ホワイト	ピーカー	5.0	400	500	3以上	-	4.8			
20		難燃剤A	0.64	0.12	ベージュ	中量	5.0	400	500	2以下	94	4.4			
21		難燃剤A	0.64	0.12	グレー	ピーカー	5.0	400	500	3以上	-	4.6			
22		難燃剤A	0.64	0.12	ライトグレー	中量	5.0	400	500	3以上	90	4.6			
23		難燃剤A	0.64	0.12	ブルー	ピーカー	5.0	400	500	3以上	-	4.6			
24		難燃剤S	0.64	0.12	ベージュ	中量	3.3	800	750	0	94	4.0			
25		難燃剤S	0.64	0.12	グレー	中量	3.3	800	750	0	94	4.2			

注) 投入規模がピーカーおよび中量※の場合は、既設1段延伸・捲縮装置を用い製造し、その他は新規導入多段延伸・捲縮装置を用い製造した。難燃剤Sを用いた品番はPET原料として新規導入の分離・洗浄装置を用いて生成したフレック原料を用いた。

見られるが、目標とした強度及び伸度、ならびに捲縮特性を得ることができた。(ii) 難燃短繊維の強伸度については、色の違いによる差はあまり見られないが、難燃剤Sを用いた繊維では高い値が得られた。これは、難燃剤Sを用いた繊維には、繊維原料に新規導入の分離・洗浄装置を用いて得られたリサイクルPET原料フレックを用いたためと思われる。すなわち、新規導入の分離・洗浄装置で得られたリサイクルPET原料フレックと難燃剤Sの組み合わせにより、非難燃繊維並みの強伸度を得られることがわかった。(iii) 難燃短繊維の捲縮については、新規導入の多段延伸・捲縮装置を用いて得られた難燃短繊維は、既設の1段延伸・捲縮装置を用いて得られた既存及び開発品に比較して、格段の向上が見られた。

また、既設の乾燥・熱セット装置は、ガスバーナーによる燃焼ガスを直接に乾燥・熱セッ

ト装置を導入して、水分を多量に含む延伸・捲縮糸の乾燥・熱セットを行っている。局部加熱のため、雰囲気温度は50℃近い変化があり、繊維移動方向での測定点においても25℃近い幅が見られる。すなわち、一部で見られる局所加熱の存在を考慮すると、繊維は幅広い範囲での熱履歴を受けることになる。多量の難燃剤を繊維中に含む難燃繊維では、特に難燃剤のブルーミングによる表面移行、樹脂の乾燥及び熱セットのばらつきなどの原因となり、繊維物性及び品質物性に悪影響を及ぼす。そこで、除湿、乾燥及び熱セットのそれぞれの工程に適した温度制御ができるよう加熱方法を工夫した。その結果、まだ感触での知見であるが繊維物性及び品質のより安定した着色難燃繊維の得られることを確認できた。

表2-3-1 各種難燃繊維の延伸・捲縮条件及び繊維物性(強伸度特性及び捲縮特性)と既設品・開発品との比較

試験No	難燃レベル	色彩	繊維度(dtex)	投入規模	難燃剤	延伸・捲縮条件			カット長(mm)	強伸度特性				繊維束	
						延伸倍率	延伸速度(m/min)	スタックフィン圧(MPa)		強度(cN/dtex)	標準偏差	伸度(%)	標準偏差	捲縮率(%)	残留捲縮率(%)
1	低難燃	ブラック	6.6	中量	A	3.8	160	0.35	51	2.12	0.58	31.6	11.6	-	-
2		ホワイト		中量	A	3.8	160	0.35	51	2.43	0.59	56.7	18.3	-	-
3		ベージュ		中量	A	3.8	150	0.35	51	2.25	0.42	58.1	14.7	26.8	25.3
4		グレー		中量	A	3.8	160	0.35	51	2.01	0.16	44.6	15.4	-	-
5		ライトグレー		中量	A	3.8	165	0.35	51	2.51	0.30	53.8	18.0	-	-
6		ブルー		中量	A	3.8	160	0.35	51	2.01	0.23	56.5	13.8	-	-
7		ホワイト	3.3	ピーカー	S	3.4	45	0.15	51	1.86	0.4	52.5	21.0	-	-
8		ベージュ		中量	S	3.3	160	0.30	51	2.53	0.3	95.1	26.0	23.3	18.4
9		グレー		中量	S	3.3	160	0.30	51	3.15	0.5	64.4	15.3	-	-
10		ライトグレー		ピーカー	S	3.4	45	0.15	51	2.59	0.4	86.3	24.4	-	-
11	中難燃	ブラック	5.0	中量	A	3.9	160	0.23	51	2.52	0.2	33.4	4.7	-	-
12		ホワイト		中量	A	3.9	160	0.25	51	2.42	0.4	62.9	10.8	-	-
13		ベージュ		中量	A	3.9	160	0.25	51	2.12	0.3	47.6	15.8	29.4	18.6
14		ライトグレー		中量	A	3.9	160	0.25	51	1.95	47	46.7	10.2	-	-
15		ブルー		中量	A	3.9	160	0.25	51	2.09	0.4	62.8	27.2	-	-
16		ベージュ		中量	S	3.4	100	0.30	51	3.18	0.3	88.6	18.6	28.4	23.8
17		グレー	3.3	中量※	S	3.4	160	0.30	51	3.27	0.2	114.0	25.1	-	-
18		ブルー		ピーカー	S	3.9	45	0.15	51	2.44	0.7	68.6	13.9	-	-
19	高難燃	ホワイト	5.0	ピーカー	A	3.9	160	0.23	51	1.86	0.4	52.5	21.0	-	-
20		ベージュ		中量	A	3.9	160	0.23	51	1.81	0.3	30.3	7.2	29.4	27.4
21		グレー		ピーカー	A	3.9	45	0.15	51	3.07	0.3	64.8	17.8	-	-
22		ライトグレー		中量	A	3.9	160	0.23	51	3.16	0.5	67.4	13.4	-	-
23		ブルー		ピーカー	A	3.9	45	0.15	51	3.22	0.5	68.6	14.9	-	-
24		ベージュ	3.3	中量	S	3.4	160	0.25	51	3.00	0.2	91.2	24.7	29.2	22.3
25		グレー		中量	S	3.4	160	0.30	51	3.30	0.4	80.8	15.5	-	-
既存品及び開発品	高難燃	ブラック	5.0	既存	-	3.9	160	0.15	51	2.22	-	43.3	-	20.7	9.5
	中難燃	ベージュ	5.0	開発	-	3.9	160	0.15	51	2.42	-	48.9	-	-	-
		グレー	5.0	開発	-	3.9	160	0.15	51	2.58	-	66.0	-	18.9*	8.5*
	非難燃	ブラック	6.6	既存	無	3.8	170	0.15	64	2.96	-	99.1	-	22.9	12.0
	グレー	3.3	既存	無	3.4	170	0.15	51	3.11	-	99.4	-	23.1	10.6	

注) 投入規模がピーカーおよび中量※の場合は、既設1段延伸・捲縮装置を用い製造し、その他は新規導入多段延伸・捲縮装置を用い製造した。難燃剤Sを用いた品番はPET原料として新規導入の分離・洗浄装置を用いて生成したフレック原料を用いた。*印は、引張試験機を用いる旧法での値(2-3項参照)。

2-4 着色難燃繊維の難燃性評価技術の研究開発

1) 目的

繊維(繊維束および綿状態)の難燃性能評価に適する燃焼試験(45°燃焼試験D法(JIS L1091 D法(接炎試験))および高木化研法(繊維綿の試験))、並びに難燃繊維綿と非難

燃繊維綿とを混綿してニードルパンチを用いて得られた不織布シートの難燃性能評価方法として燃焼試験（酸素指数法（JIS L1091E法）、45°燃焼試験D法及び水平法燃焼試験（FMVSS 302法及びJIS D1201法）を行い、試験サンプル、試験方法および試作規模による違いを整理し、繊維及び不織布シートの難燃性能評価に適した方法を探索し、自動車用内装材・部品に適した難燃性評価技術の確立を目指す。

2) 結果及び考察

2-1) 45°燃焼試験D法による短繊維束及び不織布シートの難燃性能評価

図2-4-1にJIS L1091D法に準拠したスガ試験機(株)製45°コイル法燃焼試験器を示す。支持コイル内に試験片（短繊維束及び不織布シート）を挿入し、その試験片の

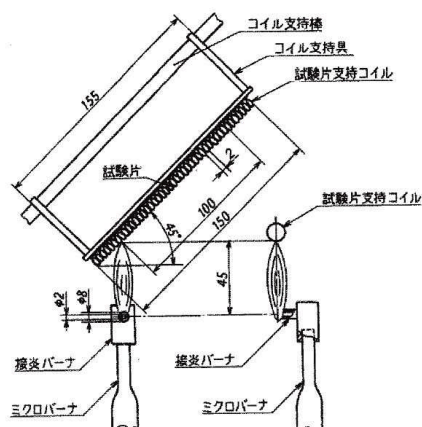


図2-4-1 45°コイル法燃焼試験器

表2-4-1 各難燃レベルの短繊維束及び各種配合比率の不織布シートの接炎回数

低難燃繊維			中難燃繊維			高難燃繊維		
短繊維束	不織布シート		短繊維束	不織布シート		短繊維束	不織布シート	
接炎回数	混綿比率	接炎回数	接炎回数	混綿比率	接炎回数	接炎回数	混綿比率	接炎回数
3.6	0%	2.2	4.0	0%	2.2	5.0	0%	2.2
	20%	2.6		20%	3.4		10%	3.0
	40%	3.0		40%	4.0		20%	3.2
	50%	3.0		50%	4.4		50%	3.6
	100%	2.8		100%	4.2		100%	4.6

※混綿に用いた非難燃短繊維束の接炎回数は2.8回

90%が燃焼する最小接炎回数を5回の平均値として求める。表2-4-1に各難燃レベル

における短繊維束及び不織布シートの接炎回数を示す。表より短繊維束と不織布シートの結果にほぼ相関が見られ、また不織布シートにおいて難燃繊維の混綿比率が増えるにしたがい接炎回数が多くなり、法遵守のための最適な配合比率が推測できるようになった。また、接炎回数により、低難燃、中難燃及び高難燃のおよそのレベル分けできることがわかった。

2-2) 水平法燃焼試験による不織布シートの難燃性能評価

自動車用内装部材は、水平法燃焼試験によって難燃性能は評価される。米国規格のFMVSS 302法および国内規格のJIS D1201法が一般に利用されている。これらの方法は試験片（不織布シート）を水平に固定し、一方に端から規程の炎で接炎させ、炎が一定の距離を伝播するのに要した時間を測定し、燃焼の程度を評価する。

今回の実験では、測定開始点まで燃え広がらないものが多く、この場合には、試料が溶融もしくは燃焼した面積を測定し評価した。図2-4-2の上を示すように着炎せずに火炎の大きさ程度の半円状に溶融するものが燃焼面積 200mm^2 ほどを示した。一方、試料に着炎して燃焼が進み、測定開始点まで炎が達したサンプルから測定開始点までの燃焼面積を測定すると、約 $800\sim 1000\text{mm}^2$ であった。図2-4-2下図に測定開始点を越えて約 2000mm^2 まで燃焼が進んだときの燃焼面積を示す。

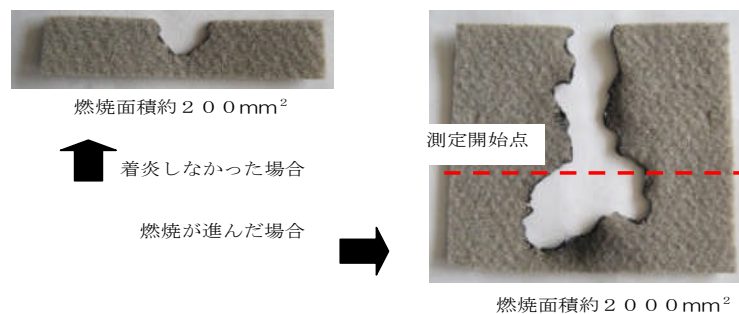


図2-4-2 燃焼結果と燃焼面積

2-2-1) 水平法燃焼試験（FMVSS 302法）における難燃性能評価

目付 $150\text{g}/\text{m}^2$ 、難燃繊維の各混綿率の試料を用い3回測定を行い、その平均値を図2-4-3に示す。図より、若干のバラツキは見られるが、難燃レベルの高い綿を混綿するほど燃焼面積が小さく難燃性の高まること、及び法令順守のための最適混綿率の存在が分かり、表2-4-1の 45° 法燃焼試験の結果とも相関することが分かった。また、開繊時の繊維方向の差（縦横）によって燃焼性が異なる結果も得られた。

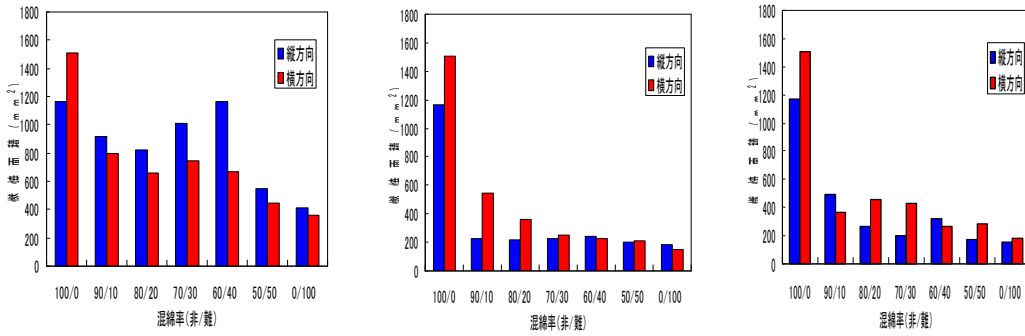


図2-4-3 各試料の燃焼面積（右から低難燃、中難燃及び高難燃の混綿シート）

2-2-2) 水平法燃焼試験（JIS D 1201法）における難燃性能評価

目付200g/m²の、難燃繊維の特定の混綿率での不織布試料を用い、20回測定を行い、測定点を越えた回数を表2-4-2及び燃焼面積に対する頻度数を図2-4-3に示す。

表2-4-2 各種難燃綿配合の不織布シートの難燃性評価結果

難燃綿の混綿率	測定点を越えた回数（回/20回測定）	
	縦方向	横方向
低難燃綿25wt%	1	2
低難燃綿50wt%	0	4
低難燃綿75wt%	0	4
中難燃綿30wt%	0	0
高難燃綿10wt%	0	3

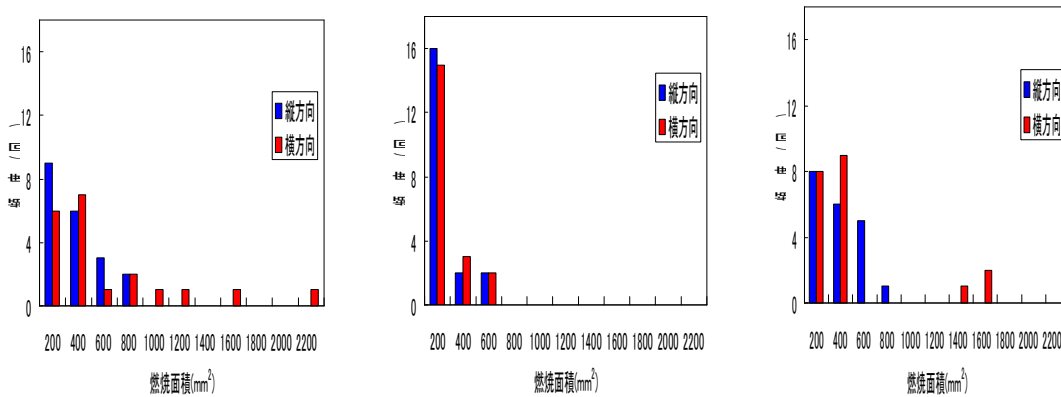


図2-4-2 各種難燃綿配合の不織布シートの難燃性評価結果

（右から低難燃綿75%配合、中難燃綿30%配合及び高難燃綿10%配合の不織布）

これらの結果から、各種難燃綿の最適配合の存在することがわかり、難燃性の高い綿を配合するほど、配合率が少なくてすむことを示している。この場合にも繊維化方向（縦横）の差が見られた。時たま広く燃え広がる場合があり、この傾向は低難燃および高難燃綿を配合した場合に見られる。これらのことは、綿自身の難燃性だけでなく、目付、混綿の均一性、開織の方向など別の要因によるものと思われる。別途、細物織度の難燃綿についても同じような実験を行い、同様の傾向を得ることができた。

2-3) 酸素指数法（JIS L1091E法）による難燃性能評価

試験片（不織布シート）を支持具に取り付け、試験片の上部に点火して、燃焼時間が3分以上、または着火後の燃焼長さが50mm以上燃えるのに必要な最低の酸素流量及び窒素流量を測定し評価する。表2-4-3には、それぞれの難燃レベルの繊維綿100%で作製した不織布シートを用いて測定した結果を示す。酸素指数は難燃性が高まるに従い大きくなり、

表2-4-3 各難燃レベルの不織布シートの酸素指数

繊維の太さ	非難燃	低難燃	中難燃	高難燃
通常織度	21.5	25.4	26.8	28.4
	22.7	26.2	27.2	28.3
細物織度	21.7	22.6	23.5	23.7

45° 燃焼試験及び水平法燃焼試験の結果を裏付けるものとなった。ただ、細物織度の難燃繊維の酸素指数は低目の値になった。

2-5 繊維束の捲縮性能評価技術の研究開発

1) 背景及び目的

捲縮（クリンプ）とは、一般には繊維がちぢれていることを言い、潜在捲縮、機械捲縮など様々な方法で繊維に捲縮を付与する。捲縮は、開織および混綿での作業性や、繊維綿のボリューム感、風合いなどの繊維の感性に与える影響が大きく、繊維の弾性率と深い関係にある。単糸を用いる JIS L 1015法を用いる捲縮特性の測定では、リサイクル PET を原料として得られた繊維では、サンプリングのバラツキが大きく影響し、信頼できるデータが得られない。安定したデータの得るための、簡便で信頼性のある捲縮性能評価技術の開発が求められている。

2) 結果及び考察

2-1) 引張試験機を用いる繊維束の捲縮性能の評価

JIS法での単糸の測定では、単糸繊度（テックス数）によって異なる初荷重（a）及び最大荷重（b）で2分間維持し初荷重に戻したとき（c）の単糸の長さから、図2-5-1に示した関係式より捲縮率、残留捲縮率および捲縮弾性率を求めることができる。

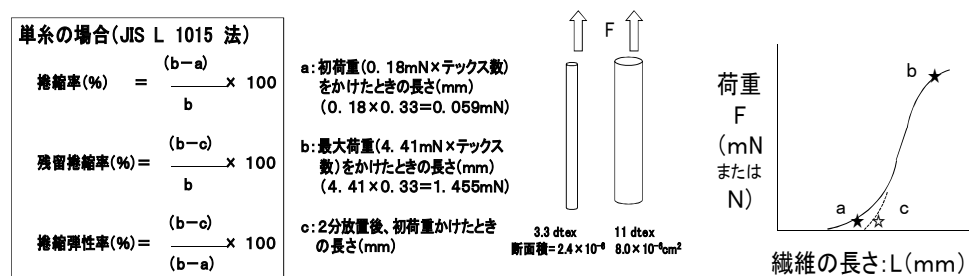


図2-5-1 JIS法での単糸の捲縮特性の測定方法

単糸を用いるJIS法について種々検討したところ、熟練者でないと信頼できるデータが得られないことがわかったので、単糸が1,000~2,000本束になった繊維束を用いて、JIS法に準じ、汎用の引張試験機を用いて、捲縮特性の測定を行った。

図2-5-2には、測定に用いたエアンドディー社製引張試験機、測定条件及び測定



図2-5-2 引張試験機、測定条件及び繊維束測定試料

前後の試料に用いた繊維束を示す。初荷重及び上限荷重は、単糸の本数及び単糸繊度に応じJIS法に準じて設定した。各種単糸繊度、難燃レベル及び色彩を有する短繊維束の捲縮特性（捲縮率、残留捲縮率および捲縮弾性率）の測定結果を表2-5-1に示す。

表2-5-1 JIS法と新規方法による捲縮特性の比較

単糸 繊度 (dtex)	難燃性	色彩	捲縮率 (%)		残留捲縮率 (%)		捲縮弾性率 (%)		目視
			単糸	繊維束	単糸	繊維束	単糸	繊維束	
6.6	非難燃	白	12.9	-	9.2	-	71.5	-	○
6.6	非難縁	黒	-	22.9	-	12.0	-	53.2	○
6.6	低難燃	白	12.5	26.8	10.7	25.3	86.6	94.6	◎
5.0	中難燃	白	16.6	29.4	14.2	18.6	85.8	63.2	◎
5.0	高難燃	白	17.0	29.4	12.7	27.4	74.8	93.1	◎
5.0	高難燃	黒	11.9	20.7	8.5	9.5	70.8	46.2	△
3.3	非難燃	グレー	-	23.1	-	10.6	-	45.3	○
3.3	低難燃	白	11.5	23.3	8.9	18.4	78.9	78.0	○
3.3	中難燃	白	11.1	28.4	8.0	23.8	78.9	85.2	◎
3.3	高難燃	白	8.5	29.2	6.5	22.3	76.7	76.4	◎

※ 単糸は JIS L 1015 化学繊維ステーブル試験方法 (財) ポーケン品質評価機構

JIS法(単糸)は、外部機関に依頼したものであり、JIS法と新規方法では、新規方法の方が捲縮特性は高めの数値となり、目視の結果とも良く一致した。

2-2) 風合試験による捲縮性能評価

捲縮率が大きくことなる(22%及び13%)繊維綿を用いて不織布シートを作製し、WARP(縦)、WEFT(横)方向についての曲げ等の力学量をKES-Fシステム(Kawabata's evaluation system for fabric)で測定し、風合評価(せん断、曲げ、圧縮)を行った。その結果、以下の知見が得られた。

(i) せん断特性：せん断かたさGはWARP及びWEFT共に、弱捲縮の方が大きく、せん断に対する抵抗が大きく、剛性が高いことが示された。ヒステリシスについては、WARP方向では差が少なかったが、WEFTでは弱捲縮の方が2HG及び2HG5ともに大きく、回復性が低いことが示された。この原因として、レギュラーの方がフレキシブルで自由度が高いため、元の形状に回復しやすいのではないかと推測される。

(ii) 曲げ特性：曲げ剛性Bは縦横の方向性に関係なく、捲縮性が弱い方が曲げ剛性Bが大きいことが分かる。これは、弱捲縮の方が糸の直線部分が多く、弾性が高いためであると

思われる。曲げの回復特性であるヒステレシスの幅2HB についても、弱捲縮の方が大きい値を示し、回復性が低くなった。

(iii) 圧縮特性：圧縮特性の線形性 LC に差は見られず、圧縮エネルギーWC はレギュラーの方が大きかった。圧縮のレジリエンス RC は弱捲縮のほうが大きく、回復性が低くなり、このため最大荷重時の厚さ TM は弱捲縮の方が大きかった。レギュラーの方が、ニードルパンチによって繊維が絡みやすいため、不織布としてのつぶれにくくなり、圧縮エネルギーが大きくなったと思われる。

2-6 着色難燃繊維の耐光（候）性評価技術の研究開発

1) 経緯および目的

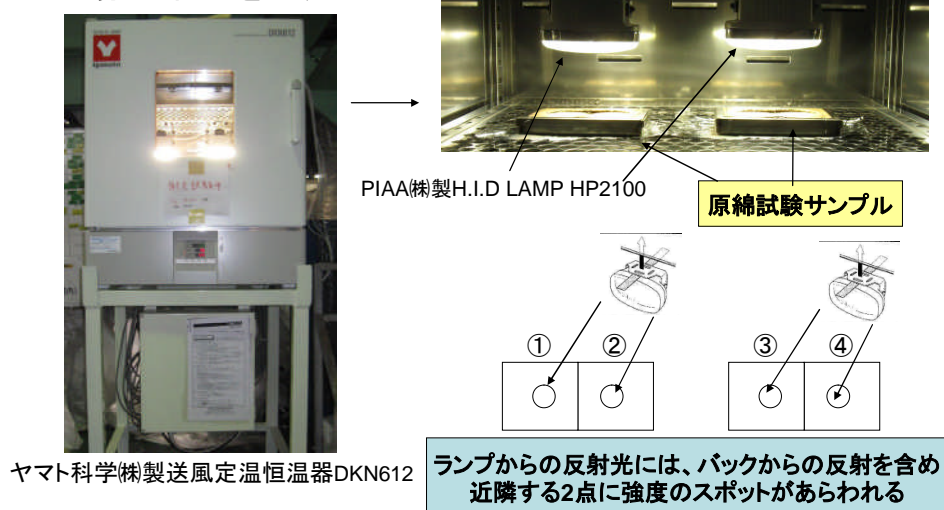
自動車の様々な部位に繊維製品（不織布シート）が使用されているが、日光が当たる部位、目につく表地、目につかない裏地など、それぞれの部位によって要求特性が異なり、不織布メーカーはそれぞれ独自に自動車メーカーの規格に合った耐光（候）性試験を行い対応している。一方、不織布シートの原料となる繊維綿については、ほとんどが不織布メーカーの試験に頼っており、必要に応じて太陽光や水銀灯に曝して良否を判断する程度である。そこで、一連の着色難燃繊維を開発するに当たって、繊維綿についても、独自の簡便な耐光（候）性試験方法を開発する必要性が生じた。そして、繊維綿の耐光（候）性試験結果と、不織布シートの紫外線フェードメーターおよびサンシャインウェザーメーター等による耐光性、耐候性試験を実施し、実用的な耐光（候）性試験結果との対比によって、実用に耐えうる耐光（候）性評価手法の開発を行う。

2) 結果及び考察

2-1) 繊維綿の簡易試験装置

PIAA製HIDランプキットHP2100（45W）を定温恒温器内に図2-6-2のように設置し、雰囲気温度90℃において、嵩密度が同じになるように開織した

(夏場の車内を想定)



場所	①	②	③	④
照度(ルクス)	190,000	73,300	62,300	208,000

図2-6-2 簡易耐光(候)候性試験装置

2-2) 不織布シートの耐光(候)性試験

不織布シートの耐光(候)性能を紫外線カーボンアーク灯及びサンシャインカーボン灯を用いた汎用の試験を下記の通り行い、前者の1例を図2-6-3(低難燃綿を用いた不織布シートの耐光性試験結果)及び後者の1例を図2-6-4(ベージュ細物単糸織度耐候性試験結果)に示す。

(i) 紫外線カーボンアーク灯式の耐光性試験(JIS法 B 7751)

耐光性試験は、スガ試験機(株)製オートフェードメーター(FAL-AU・H)を使用してブラックパネル温度63℃、相対湿度50%の条件で光照射を行った。また、コニカミノルタ製分光測色計(CM-3600d)を用いて耐光性試験後の試料表面の測色をし、色相の変化を評価した。耐光試験時間は、JIS L 0842「紫外線カーボンアーク灯光に対する染色堅ろう度試験方法」に定める、第3露光法による判定基準の4級、5級、6級、7級の条件に設定した。これは、ブルースケール(標準物)が標準退色するのに必要な時間を表し、それぞれ、およそ20hr、40hr、80hr及び160hrに相当する。

(ii) サンシャインカーボンアーク灯式の耐候性試験(JIS法 B 7753)

耐候性試験は、スガ試験機(株)製サンシャインウェザーメーター(S80HB)を使用してブラックパネル温度63℃、相対湿度50%RH、噴霧時間120分中18分の条件で光照射を行なった。また、耐光試験と同様に分光測色計(CM-3600d)を用いて試験後の試料表面を測色し、色相の評価を行った。

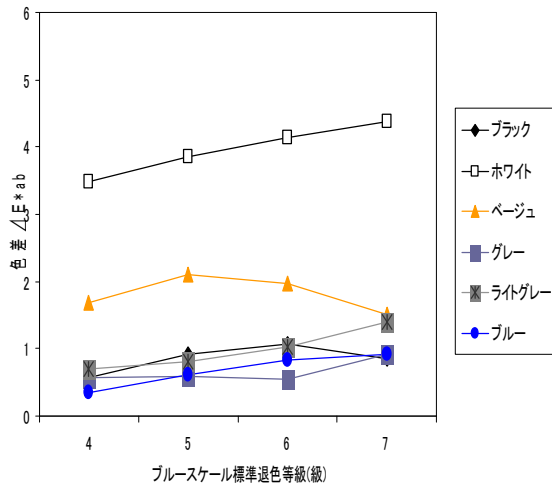


図2-6-3

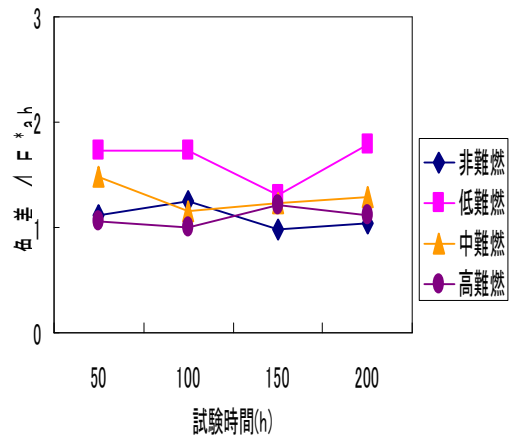


図2-6-4

2-3) 繊維綿及び不織布シートの耐光（候）性試験の結果並びにそれらの比較

繊維綿と不織布シートの耐光（候）性試験結果をまとめて表2-6-1に示すが、その結果から下記の知見が得られた。

- (i) 繊維綿の耐光（候）性試験からは、難燃剤 A（及び難燃助剤）を用いた難燃繊維綿は非難燃繊維と同レベルの耐光（候）性を示すが、難燃剤 P 及び S を用いた難燃繊維は耐光（候）性がかなり落ちる。ただし、難燃剤 P を用いる色彩ブラック品は最も良い耐光（候）性を示した。これはブラック顔料によって難燃剤 P の変退色が見掛け上現れないからと推察される。また、難燃剤 S を用いた繊維の ΔE^*ab 値の最大値は大きいだが、目視ではそれほど悪くない結果となった。これは明度が高くなる結果、 ΔE^*ab 値が大きくなったもので、目視での影響は少ないものと思われる。
- (ii) 不織布シートの耐光（候）性試験からは、非難燃繊維であっても色彩による影響が強くあらわれ、難燃繊維ではその差はさらに顕著となり、非難燃繊維に比べ僅か悪い結果となった。特に、ホワイトが悪い結果となったが、現実、特に問題となっていない。難燃繊維綿の場合には難燃剤 S が特に悪い結果となったが、不織布シートではそのような傾向は見られなかった。

表2-6-1 各種難燃繊維（繊維綿及び不織布シート）の耐(光)候性試験結果及び非難燃繊維との比較

試験No	難燃レベル	難燃設計		投入規模	繊維設計	繊維綿での耐(光)候性			不織布シートでの耐(光)候性					
		難燃剤系(種類)	色彩			耐光(候)性能			紫外線カーボンアーク		サンシャインカーボン			
						ΔE*ab 最大値	最大値までの時間 (hr)	目視	ΔE*ab 最大値	最大値までの時間 (hr)	ΔE*ab 最大値	最大値までの時間 (hr)		
既存	非難燃	無し	ブラック	既存品	6.6	-	-	-	1.1	160	1.8	400		
			ホワイト	既存品		-	-	-	1.8	40	2.8	200		
			ベージュ	既存品		3.5	350	◎	0.5	40	1.0	400		
			ベージュ	既存品		-	-	-	1.6	160	-	-		
			グレー	既存品		-	-	-	0.5	80	1.0	200		
			グレー	既存品		-	-	-	0.4	160	-	-		
			ライトグレー	既存品		-	-	-	0.8	40	1.0	1,000		
			ブルー	既存品		-	-	-	1.0	80	1.8	1,000		
			ベージュ	既存品		3.3	-	-	0.8	160	1.2	100		
			グレー	既存品		-	-	-	0.5	80	1.8	150		
1	低難燃	難燃剤A	ブラック	中量	6.6	-	-	-	1.0	80	3.2	400		
2			ホワイト	中量		-	-	-	4.2	160	5.2	200		
3			ベージュ	中量		3.5	300	◎	2.0	40	2.0	400		
3			ベージュ	中量		-	-	-	2.2	40	-	-		
4			グレー	中量		3.5	300	◎	1.0	160	2.3	1,000		
4			グレー	中量		-	-	-	1.0	160	-	-		
5			ライトグレー	中量		-	-	-	1.5	160	1.3	1,000		
6			ブルー	中量		-	-	-	1.0	160	2.2	1,000		
8			難燃剤S	ベージュ		中量	3.3	7.2	100	○	-	-	-	-
8				ベージュ		中量		-	-	-	1.0	160	1.8	50
9	グレー	中量		6.5	250	◎		-	-	-	-			
9	グレー	中量		-	-	-		0.8	80	1.5	200			
17	中繊維	難燃剤A+ 難燃剤	ベージュ	中量	3.3	-	-	-	1.6	80	-	-		
17			ベージュ	中量		-	-	-	0.8	160	1.5	50		
18			グレー	中量		-	-	-	0.5	80	1.4	100		
開発		難燃剤P+A	ベージュ	開発品	5.0	5.0	250	△	-	-	-	-		
			グレー	開発品		6.0	100	×	-	-	-	-		
22	高難燃	難燃剤A+ 難燃剤	ベージュ	中量	5.0	3.5	400	◎	-	-	-	-		
22			ベージュ	中量		-	-	-	1.0	40	-	-		
26		難燃剤S+ 難燃剤	ベージュ	中量	3.3	-	-	-	0.7	160	1.0	150		
27			グレー	中量		-	-	-	1.0	80	2.0	150		
既存		難燃剤P	ブラック	既存品	5.0	0.5	100	◎	-	-	-			

2-7 着色難燃繊維に関する基盤研究

1) 目的

着色難燃繊維に、高難燃性、高強度・高弾性率などの高機能性を持たせるため、着色顔料、難燃剤等の分散状態、配向状態、表面への析出状態等をSEM、TEM、ESCA、AFM等による微小観察および示差走査熱量計（DSC）によるガラス転移温度の測定等により、マトリックスPET樹脂中での分散状況やマトリックスPET樹脂の界面状態等を把握（モルフォロジー解析）すると共に、熱重量分析装置（TGA）による燃焼残渣（灰分）の測定により燃焼性能との関連を調べる。

2) 結果及び考察

繊維表面および断面の微小観察には、日立製作所製の走査型電子顕微鏡S-4800（SEM）を、元素分析にはS-4800付属のエネルギー分散型X線分析（EDX）を、微小熱量の測定にはRigaku社製示差走査熱量測定（DSC）を、熱重量変化にはRigaku社製熱重量分析（TGA）を、また難燃剤の特性把握には、JASCO社製フーリエ変

換赤外線吸収スペクトル（FT-IR）を用い、表2-7-1の試料について分析を行った。

表2-7-1 測定試料及びそれぞれの試料について行った分析

試料 No	試料	SEM		EDX	DSC	TGA	FT-IR
		表面	断面				
1	非難燃繊維（PETのみ）	○	○	○	○	-	-
2	顔料（白）ペレット	○	-	-	-	-	-
3	顔料（白）含有非難燃繊維	○	-	-	-	-	-
4	難燃剤Aパウダー	○	-	-	○	○	○
5	難燃剤A+樹脂	○	-	-	-	-	-
6	難燃剤A含有難燃繊維	○	○	○	○	-	-
7	難燃剤A顔料含有難燃繊維	○	-	-	-	-	-
8	難燃（助）剤Bパウダー	○	-	-	○	○	-
9	難燃剤P+樹脂	○	-	-	-	-	-
10	難燃剤P含有難燃繊維	○	○	○	○	-	-
11	難燃剤P顔料含有難燃繊維	○	-	-	-	-	-
12	難燃剤P+A含有難燃繊維①	○	-	-	○	-	-
13	難燃剤P+A含有難燃繊維②	○	-	-	○	-	-
14	難燃剤Sパウダー	○	-	-	○	○	○
15	難燃剤S含有難燃繊維	○	○	○	-	-	-
16	難燃剤S含有難燃繊維（未捲縮）①	○	○	-	-	-	-
17	難燃剤S含有難燃繊維（未捲縮）②	○	○	-	-	-	-
18	リサイクルPETフレーク	-	-	-	○	○	○
19	リサイクルPETペレット	-	-	-	○	○	○

各種難燃繊維の表面及び断面のSEM像観察により、繊維における欠陥の有無、大きさ、程度などの知見を得た。また、繊維の断面観察からは繊維中の難燃剤分散状態が確認できた。さらにEDXによる観察では難燃剤の存在を確認できた。これらの結果から繊維と添加剤の関係が可視化できた。また、各試料のDSC、TGAの結果から、その熱挙動及び耐熱性を確認することができた。その結果を表2-7-2にまとめた。

表 2-7-2 難燃剤及び難燃助剤の特徴

特徴	難燃剤 P	難燃剤 A	難燃剤 S	難燃助剤 B
難燃性	難燃性はリン濃度に依存し最も高い、少量で難燃性能が確保できる	P の次にリン濃度が高い、気相での難燃効果が期待できる。	Aの次にリン濃度が高い。	気相で難燃効果の発揮、難燃剤添加量の削減できる。
モルフォロジー	繊維表面に突起が見られ、内部にも粒子群が存在。	繊維表面は滑らかで僅かな亀裂、内部には僅かな粒子の存在。	繊維表面は滑らかで僅かな亀裂、内部には粒子の存在	繊維表面は滑らかで亀裂はない。内部での存在は不認知。
耐熱性	耐熱性高い	耐熱性低い	耐熱性高い	分解気化し易い
着色	赤（パウダー）	白（パウダー）	白（パウダー）	白（結晶）
耐光(候)性	悪い、 ΔE^*ab 値が高くなる。	良い。	若干悪い、明度： ΔL^* が上がる。	良い。

2-8 高機能性着色難燃繊維のラインアップ化技術の研究開発

1) 目的

昨今の急激な円高や、新興国での低コスト車の需要増に対応するため、ものづくりの現場は高付加価値化や低コスト化を一層求められている。一方、これまで難燃バックング材として広く用いられているハロゲン系難燃剤であるデカブロ（Deca-BDE）が米国において使用規制の方向にあり、自工メーカーも自主規制対象物質とする動きがある。これらの状況に対応するため、早期の実用化技術を目指す。本研究開発で試作したサンプルは川下ユーザーの要望に応じて優先順位をつけ、サンプル供給体制を構築し、評価が受けられるようにする体制を構築すると共に早期製品化を実現する。

2) 結果及び考察

ラインアップ目標数は、全部で22品目であったが、補完データとして必要な3品番を加えて、実績数は25品番となり、表2-8-1にそれらの性能と共にまとめた。原料、難燃系設計、顔料系設計、織度設計、紡糸条件（温度、吐出量、巻き取り速度等）、延伸・捲縮条件（温度、延伸速度、延伸倍率等）、さらには乾燥・熱セット条件（温度、コンベアー速度等）の調整及び制御によって、ほぼ目標とする繊維性能、捲縮性能及び耐光（候）性能を達成する道筋ができた。今後は、これらのデータを基に、コストを含めて個別顧客の要望する性能を有する製品を作り出すための摺り合わせが必要となる。既に、個別ユーザーとのキャッチ

ボールを始めており、良い感触を得ている。

表2-8-1 高機能性着色難燃繊維のラインアップ及び性能

試験No	難燃レベル	難燃設計		顔料設計		織度設計		難燃性能		織維性能		捲縮性能(束)		耐光(候)性能(綿)	
		難燃剤系(種類)	色彩	織度(dtex)	接炎回数	強度(cN/dtex)	伸度(GL%)	捲縮率(%)	残留捲縮率(%)	ΔE*ab 最大値	最大値までの時間(hr)	目視			
1	低難燃	難燃剤A	ブラック	6.6	3.4	2.12	31.6	-	-	-	-	-	-		
2			ホワイト		3.0	2.43	56.7	-	-	-	-	-	-	-	
3			ベージュ		3.2	2.25	58.1	26.8	25.3	3.5	300	◎	-	-	
4			グレー		3.0	2.01	44.6	-	-	3.5	300	◎	-	-	
5			ライトグレー		4.2	2.51	53.8	-	-	-	-	-	-	-	
6		ブルー	3.2	2.01	56.5	-	-	-	-	-	-	-			
7		難燃剤S	ホワイト	3.3	-	1.86	52.5	-	-	-	-	-	-		
8			ベージュ		4.0	2.53	95.1	23.3	18.4	7.2	100	○	-	-	
9			グレー		3.8	3.15	64.4	-	-	6.5	250	◎	-	-	
10			ライトグレー		3.8	2.59	86.3	-	-	-	-	-	-	-	
11	ブラック		4.0		2.52	33.4	-	-	-	-	-	-	-		
12	中難燃	難燃剤A +難燃助 剤	ホワイト	5.0	3.6	2.42	62.9	-	-	-	-	-	-		
13			ベージュ		4.0	2.12	47.6	29.4	18.6	-	-	-	-	-	
14			ライトグレー		3.6	1.95	46.7	-	-	-	-	-	-	-	
15			ブルー		3.6	2.09	62.8	-	-	-	-	-	-	-	
16			ベージュ		4.0	3.18	88.6	28.4	23.8	-	-	-	-	-	
17		難燃剤S +難燃助 剤	グレー	3.3	-	3.27	114.0	-	-	-	-	-	-		
18			ブルー		-	2.44	68.6	-	-	-	-	-	-	-	
開発			難燃剤P +A		5.0	4.0	2.68	45.5	-	-	-	-	-	-	
開発		ベージュ	4.8	2.42		48.9	-	-	5.0	250	△	-	-		
開発		グレー	4.6	2.58		66.0	-	-	6.0	100	×	-	-		
19	高難燃	難燃剤A +難燃助 剤	ホワイト	5.0	4.8	1.86	52.5	-	-	-	-	-	-		
20			ベージュ		4.4	1.81	30.3	29.4	27.4	3.5	400	◎	-	-	
21			グレー		4.6	3.07	64.8	-	-	-	-	-	-	-	
22			ライトグレー		4.6	3.16	67.4	-	-	-	-	-	-	-	
23			ブルー		4.6	3.22	68.6	-	-	-	-	-	-	-	
24		難燃剤S +難燃助 剤	ベージュ	3.3	4.0	3.00	91.2	29.2	22.3	-	-	-	-		
25			グレー		4.2	3.30	80.8	-	-	-	-	-	-	-	
既存			難燃剤P		ブラック	5.0	5.0	2.42	50.4	20.7	9.5	0.5	100	◎	-
既存			無し		ブラック	6.6	2.8	3.06	77.6	-	-	-	-	-	-
既存			無し		ベージュ	6.6	3.2	2.55	119.5	-	-	3.5	350	◎	-
既存	無し	グレー	3.3	3.2	3.13	99.4	23.1	10.6	-	-	-	-			

注) 難燃剤Sを用いるグレードには、新規導入比重分離・洗浄装置で精製したPETフレーク品を、それ以外は、従来から用いているPETフレーク品及びペレット品の併用品を使用した。

2-9 高機能性着色難燃繊維の応用

1) 目的

本研究開発技術で得られた繊維製品は難燃バックング材の塗付を必要としないため、環境負荷物質として規制が強化されているハロゲン系難燃剤レス化を達成できる。またバックング剤レスによって自動車の軽量化に寄与するばかりか、バインダー樹脂の混入を防ぐことができるため、自動車部品として使用した場合には、単一素材（ほぼ100%PET）製品にすることができる。このため、付加価値の高い反毛原料として再利用が可能であり、カスケードリサイクルにより半永久的な有価物として利用でき、循環型社会に貢献できるものである。そこで、ニードルパンチを用い、各種着色難燃繊維綿から自動車用内装品として利用できる不織布シートを作製し、難燃性評価試験、耐光(候)性評価試験および風合試験を行い、繊維綿物性との関係を明らかにすると共に、川下ユーザーの評価を受け、着色難燃繊維綿製品の開発に生かす。さらに、これらの知見を利用して、航空機、車両、船舶等のニッチ分野への展開の可能性を探索する。

2) 結果及び考察

実際の不織布シートの作製、燃性評価試験及び耐光（候）性評価試験の実施状況を表2-9-1に示す。難燃繊維の耐光（候）性試験が9件減で、非難燃繊維が6件増となった。これは、着色難燃繊維の耐光（候）性を評価するなかで、色彩の異なる非難燃繊維との対比が必要となり、それを優先したためである。耐光（候）性が20品番で2品番減及び難燃性が12品番で計画通りとなった。

表2-9-1 不織布シートの作製及び耐光（候）性及び難燃性評価試験の実施状況

色彩	非難燃	高難燃レベル				中難燃レベル				低難燃レベル			
	6.6dtex	5.0dtex		3.3dtex		5.0dtex		3.3dtex		6.6dtex		3.3dtex	
	耐光 (候)性	耐光 (候)性	難燃 性	耐光 (候)性	難燃 性	耐光 (候)性	難燃 性	耐光 (候)性	難燃 性	耐光 (候)性	難燃 性	耐光 (候)性	難燃 性
ブラック	○	済	-	-	-	×	-	-	-	○	-	-	-
ホワイト	○	×	-	-	-	×	-	-	-	○	-	×	-
ベージュ	○	×	○	○	○	済	○	○	○	○	○	○	○
グレー	○	×	×	○	×	済	×	○	×	○	×	○	×
ライトグ レー	○	×	-	-	-	済	-	-	-	○	-	×	-
ブルー	○		-	-	-	×	-	-	-	○	-	-	-

これらの実験を実施した結果、難燃繊維綿及び不織布シートの性能評価試験についての評価試験方法を確立することができた。今後、個別ユーザーの具体的な要求に合わせ、逐次、データ蓄積を進め充実する。着色難燃繊維綿のラインアップ資料及び不織布シートにおける評価データを基に個別ユーザーに展開している。自動車部品用については、耐光（候）性の悪い開発品から、耐光（候）性の良い試作品への切り替え検討が始まり、低難燃繊維については、自動車以外で防災頭巾用難燃繊維としての使用が具体化している。また、フィルター分野への展開を試み加工メーカーからの関心を得た。今後、必要に応じて依頼が来ることになっている。自動車用途よりも規格の厳しい航空機、車両、船舶等への応用展開については、今回、新規導入した比重分離・洗浄装置を用いて精製したPETフレーク品と難燃剤Sとの組み合わせが良い結果を示し、かつ難燃剤Sは分解による有害ガス生成物の発生が少ないことから、今後、この分野へのワークを進めたいと考えている。

最終章 全体総括

3-1 全体の研究開発成果

平成21年度は実施項目①、②、③、④及び⑦について実施し、実施項目④において JIS 法水平式燃焼試験装置を、実施項目③において多段延伸・捲縮装置を導入した。平成22年度には実施項目⑤、⑥、⑧及び⑨を追加し、実施項目①において比重分離・洗浄装置を導入した。実施項目①、②及び③については、平成21年3月末で終了した。その他実施項目については、前倒し事業において半年短縮し、平成22年9月末まで実施し、さらに乾燥・熱セット装置を導入し（成果は実施項目③にまとめた）、早期実用化を目指した。実施項目⑩については、研究開発委員会及び専門部会の開催をほぼ目標通り実施し、頻繁に個別打ち合わせを行い、情報の共有化及び方向性の確認を行って、研究開発の促進を図った。

本研究開発のターゲットとなっているリサイクル PET 原料を用いる高機能性着色難燃繊維（綿）は、主に自動車用内装材として用いられる不織布を製造するための中間原料である。そのため、リサイクル PET 原料の評価や、綿としての難燃性能、捲縮性能及び耐光（候）性能を評価する簡便な評価方法がなく、従来は経験や感触、またユーザー評価に任せていた。本研究開発では、これらの性能を評価できる簡便な方法を開発すると共に、混練紡糸法による難燃剤 A、P、S 及び難燃助剤の特徴を明確にして、新規な難燃剤及び難燃系を開発した。そして、新規開発した評価技術を用いて高機能性着色難燃繊維の開発促進及び製造技術の確立し、ユーザーのニーズに応えることができ、それぞれの製品の特徴を明確にしてユーザーである不織布メーカー又は繊維加工メーカーへ拡販する体制が構築できた。当該事業における当初目標を達成することができ、個別ユーザーとの対応においても高い評価を受けている。

3-2 研究開発後の課題及び事業化展開

1) 着色難燃繊維の出荷及びサンプルワーク状況

着色難燃繊維の出荷及びサンプルワーク状況を表3-2-1に示す。自動車用内装材用途では、難燃バックキグ材塗布製品（ハロゲン系難燃剤であるデカプロ使用品）が主に使用されているが、国際的なデカプロの環境問題及び自動車の軽量化から難燃バックキグレス品（本研究開発での難燃繊維）への切り替えが検討されている。このような状況下に既存品の黒色高難燃繊維が安定的に市場に浸透し、自動車市場の回復と共に順調に伸びている。また従来の開発品難燃繊維は、リーマンショック及び震災不況で伸び悩んでいるが、同時に変退色に対する改良が望まれ、試作改良品を市場にサンプルワークし対応してきた。サンプルワークの状況は、S社では、自動車用内装材として通常織度の高～中難燃タイプ、色彩はブラック、

ベージュ、ライトグレーで高捲縮、色ムラがないものという仕様、N社では、自動車用内装材として通常織度の中難燃タイプ、色彩はライトグレーで耐光性の良いものという仕様、及びD社では、自動車用内装材として通常織度の中難燃タイプ、色彩はベージュで耐光性の良いものという仕様である。また採用との結果はでてきていないが、感触は悪くない。一方、派生的効果として、F社において防災頭巾の中綿として、通常織度の低難燃タイプ、色彩はホワイトでまとまった数量で生産できることを条件にサンプルワークした結果、好評で納入の予定である。

表3-2-1 着色難燃繊維の出荷及びサンプルワーク状況 (単位: kg)

製 品	2008年	2009年	2010年	2011年8月末
既存品	31,530	63,520	52,290	25,310
開発品	3,990	13,640	14,330	5,045
試作品：自動車用内装材	0	0	1,360	345
試作品：防災頭巾	0	0	5,350	8,590

2) 研究開発後の課題及び事業化

(i) 技術的課題

本研究開発における製品の特徴は、難燃剤及び顔料を混練紡糸して、難燃剤及び顔料を繊維のマトリックス樹脂中に均一に分散させて、耐久性・耐光（候）性が向上した着色難燃繊維を作ることにある。繊維の太さは、5.0dtexで21 μ m ϕ 、3.3dtexで17 μ m ϕ であり、無機系難燃剤の平均粒径は4~8 μ mである。これを均一に分散させて、従来製品と同等以上の繊維物性を出すのは至難の業であった。このため、本研究開発では、新規多段延伸・捲縮装置及び温度制御のきく乾燥・熱セット炉設備を導入して、繊維の微細加工のできる生産ラインの構築と、比重分離・洗浄設備を導入してリサイクルPET原料の合目的高効率活用によるコストダウンと高品質化を目指した。さらに、製品の特徴を定量的に明確にするために難燃性能、捲縮性能及び耐光（候）性能を正しく評価できる技術開発にも注力し、従来品と同等以上の性能を有することを一般に理解できる裏付けデータも整備できた。

研究開発の目標を達成できたので、今後は、乾燥・熱セット工程に続く、カット及び梱包機を導入し、連続的な生産ラインも構築する必要がある。そのことによって、原料配合

→ハイブリット紡糸→多段延伸・捲縮→乾燥・熱セット→カット→高捲縮難燃短繊維→梱包までが、連続的に量産規模で行うことができ、開発効率が格段と上がり、ものづくり技術の作り込みや、量産規模のサンプルワークが可能となる。安定したより良い製品を提供するためのデータの蓄積も可能となる。

(ii) 事業化への取り組み

① 既存設備における取り組み

通常織度及び通常捲縮の低・中・高着色難燃繊維は既存設備で製造できる。自動車用内装材用途の既存品（黒色）及び開発品については、研究成果である PR データを基に弊社が有利になるように拡販を積極的に進め、試作品については耐光（候）性が向上できることを謳い、現在既存川下ユーザーとキャッチボール中である（3-2-1項参照）。また、自動車用内装材以外については、横展開による派生的成果として、低難燃・ホワイトの難燃繊維が頭巾用難燃綿として納入予定の段階にある。

② 新設生産ラインによる取り組み

生産設備整備が必要な細物織度及び高捲縮な低・中・高着色難燃繊維については、本研究開発で導入した多段延伸・捲縮装置、比重分離・洗浄装置及び乾燥・熱セット炉装置が設置されている新工場に、自己資本により、カット機及び製品梱包機を導入し、延伸から製品梱包までの連続生産ラインを構築し、稼働は来年を予定している。生産ラインが整い次第、本研究開発で得られた PR 資料を基に試作製品の販売活動を積極的に行う。

③ 自動車用内装材用途への展開

細物、高捲縮等のラインアップできる生産体制が構築されれば、i) 難燃バックングレスによる自動車の軽量化、ii) 環境に優しい難燃剤使用、iii) 混練紡糸による耐光（候）性・耐久性の向上、iv) 高捲縮、高弾性、v) 高強度、vi) PET 単一素材によるリサイクル性の向上という特徴を前面に出して積極的に市場に出ていく。ただし、安価な塩ビで対応しようと言う動きもあり、性能向上とコストダウンも同時進行で進める必要がある。

④ 自動車以外の横展開分野への展開

派生的成果として、試作品のホワイト低難燃綿が防災頭巾として納入予定であり、その他、家電用フィルターとしても興味をもたれているが、まだ実績に結び付いていない。このように、簡単に横展開できる分野については、生産体制の構築と共に広げて行きたい。

⑤ 航空機・車両・船舶分野への展開

自動車用内装材用途よりも、安全性において、より厳しい品質が要求される分野である。多種類の難燃剤系を開発することができ、その中にはこれらの分野への利用に適したものもある。これらの分野に必要なデータを取りながら特徴を明確にして展開を進めていきたい。ただし、綿メーカー単独での進出には限界があり、不織布メーカーや、部品加工メーカーの協力を如何にして得るかが課題である。

(iii) 特許・普及

研究開発の成果を確立するのは特許出願をして権利化する必要がある。サポイン事業以前に出願していた3件の特許のうち、難燃剤 P および難燃剤 A については補正・異議申し立てにより特許査定を得て権利化し、難燃剤 P および A の併用特許については愛知県の補助を受けて、米国及び中国に外国出願した。サポイン実施中の研究で得られた難燃助剤の特許については昨年サポインの補助を受けて出願した。また研究開発成果の普及については、日々の営業活動において顧客ユーザーに PR すると共に、中部経済産業局での低炭素化事業 PR への協力、サポイン展示会出展、ものづくり岡崎フェアでの展示、愛知県環境賞申請により銅賞を受賞及び展示への協力、周辺市町村への PR 及び工場見学受け入れ、小学校向け教材への協力等を行って広く社会に PR して促進を図っている。