

平成22年度戦略的基盤技術高度化支援事業

「ウッドプラスチックの超臨界微細発泡成形による
断面7層成形体の成形技術・金型技術の開発」

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 特定非営利活動法人JRCM産学金連携センター

目次

第1章	研究開発の概要	3
1-1	研究開発の背景・研究目的及び目標	3
1-2	研究体制	6
1-3	成果概要	6
1-4	当該研究開発の連絡窓口	9
第2章	研究成果	10
2-1	ポリ乳酸をベースレジンとしたウッドプラスチック素材の開発	10
2-2	ポリ乳酸をベースレジンとしたウッドプラスチックの超臨界微細発泡射出成形 用金型設計技術の確立	11
2-3	TPEをベースレジンとしたウッドプラスチックの素材開発	19
2-4	TPEをベースレジンとしたウッドプラスチックの超臨界微細発泡射出成形用金 型設計技術の確立	20
第3章	全体総括	22
3-1	成果の総括	22
3-2	知的財産権の取得状況	22
3-3	今後の事業化に向けた取組み	23
3-4	謝辞	24

第1章 研究開発の概要

1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

1-1-1 研究開発の背景

本研究開発は、平成21年度戦略的基盤技術高度化支援事業(補正予算事業)「ウッドプラスチックの超臨界微細発泡成形による断面7層成形体の成形技術・金型技術の開発」(以下、平成21年度事業と記載)の研究成果を受けて、平成22年度戦略的基盤技術高度化支援事業で採択された「ウッドプラスチックの超臨界微細発泡成形による断面7層成形体の成形技術・金型技術の開発」(以下、平成22年度事業と記載)であって、さらに同年度の経済危機対応・地域活性化予備費事業の研究加速枠(以下、予備費事業と記載)の採択により研究計画を前倒して実施したものである。(以下、平成22年度事業と予備費事業をあわせて本事業と記載)

平成21年度事業では、環境対応性で利点があり需要拡大が期待される一方、成形流動性が悪い等の問題を抱えていたウッドプラスチックに対し、表1-1の技術的課題に取り組み、機械強度を保ながら軽量化した複雑形状の成形品を安定的に供給するための基盤技術を確立した。CO₂を用いた超臨界微細発泡射出成形によりウッドプラスチック素材の流動性を向上させるとともに、成形凝固直前に金型をコアバック-コアプッシュ制御することにより、内層に微細発泡の発泡セルを形成し、断面構造が7層の「表面ソリッド層-微細発泡層-二次微細発泡層-大発泡層」成形体の成形が可能となった。さらに、発泡層内に発生した巨大発泡を抑制するための制御技術を開発することで、内層の微細発泡の発泡セル直径を1/10程度まで微細化した。

表1-1 平成21年度事業実施時の技術的課題と開発成果

技術的課題	開発成果
形状自由度が低い(押出成形の棒状の断面ソリッド成形品のみ)	射出成形により形状自由度の高い成形品が生産可能
木粉が熔融樹脂の流動を阻害するため流動性が極めて低い	CO ₂ を超臨界状態でウッドプラスチックに急速溶解することで熔融粘度を著しく低下させて従来成形品の2~3倍の流動長さとした
木調外観を得るために印刷、水圧転写、木材貼り合わせ等の二次加工が必要なため高生産コスト	木調外観を射出成形のみで実現し、さらに音響性能を改善、防振効果、芳香性持続効果を付加
成形品重量が重い ※超臨界微細発泡射出成形技術のみでは10%程度の軽量化にとどまる	超臨界微細発泡射出成形技術にコアバック-コアプッシュ技術を組み合わせることで20%の軽量化を実現
断熱性が悪い低い1層構造(ソリッド層) ※断熱効果は素材の熱伝導率に支配される	7層構造を実現 ※断熱効果は計5層の発泡層により熱伝導率が改善される
押出成形品の冷却過程で収縮が不均一のためそりが発生する	内層を微細発泡させて異常収縮を抑制しそり量を1/3に改善

1-1-2 研究目的

本事業では、平成21年度の開発成果をもとに、ベースレジンバラエティを拡大したウッドプラスチックを開発することで、基盤技術の裾野を拡大し、より事業性の高いビジネスモデルの確立することを目指した。ベースレジンには、①環境負荷の低減に寄与するため植物由来・生分解性ポリマーである「ポリ乳酸」、②弾力性に富み容易に変形可能な成形品を開発し新たな市場を開拓するため軟質の「熱可塑性エラストマー(TPE)」を選定した。

特定ものづくり基盤技術の種類としては、「主たる技術：(四)プラスチック成形加工に係る技術」、「従たる技術：(二)金型に係る技術」に分類される。特定ものづくり基盤技術高度化指針本文の、「(5)その他に関する事項」の「①川下製造業者の抱える課題及びニーズ」へ対応する。同指針には特定研究開発として、「(6)環境配慮型技術開発の方向性」の「①省エネルギーと環境保全に役立つ環境配慮型技術の実用化や、植物由来樹脂の結晶化を速める材料技術の研究開発」及び「②成形品重量を減らす目的や高剛性の品質を達成するためにCO₂を用いる超臨界発泡技術との組み合わせ技術の研究開発」が明示されている。この指針に明記されている環境保全に役立つ環境配慮型技術の実用化や、植物由来樹脂の結晶化を速める材料技術とCO₂を用いる超臨界発泡技術をウッドプラスチックに応用し、さらに高度化を図ることが本研究開発の狙いである。

1-1-3 開発目標

基盤技術の裾野を拡大し、バラエティ豊富なウッドプラスチック成形品を生産技術を確立するため、本事業の開発目標を以下のように定めた。

- ①環境負荷が極小である植物由来・生分解性ポリマー「ポリ乳酸」を適用し、完全生分解が可能な7層発泡成形体の生産技術を開発し、ウッドプラスチック廃棄後の環境負荷低減に寄与すること。
- ②軟質の熱可塑性エラストマー(TPE)を適用し、変形が自在で柔軟性に富んだウッドプラスチックの生産技術を開発し、建材やスポーツ用品等の新たな市場を開拓すること。
- ③成形時にウッドプラスチック特有のマレイン酸と乳酸による金型の腐蝕が問題となるため、耐蝕性のある特殊鋼と金型の表面処理技術を開発すること。

現行のウッドプラスチック用ベースレジンには石油由来であり、植物由来のポリ乳酸をベースレジンとしたウッドプラスチックは生産されていない。本事業では梱包資材としての強度は保ちながら完全生分解が可能なウッドプラスチック素材の研究を行った。

また、ベースレジンにTPEを適用することで、木調外観かつ軟質で弾力性に富み容易に変更可能な、「表皮ソリッド-内層多層発泡」の高付加価値成形品を成形し、新たな市場を開拓することを目指した。

表1-2 本事業の技術的課題と開発目標

技術的課題	開発目標
現行のウッドプラスチック用ベースレジンには石油由来であり生分解は不可能で、環境負荷が高い	植物由来・生分解性ポリマーであるポリ乳酸をベースレジンとし、木粉と一緒にベースレジンも完全生分解させる 加えて、発泡により生分解期間を短縮する
ベースレジンには硬質の熱可塑性プラスチックであり、軟質のウッドプラスチック射出成形品は開発されていない	ベースレジンにTPEとすることで、弾力性に富み、容易に変形可能なウッドプラスチック多層発泡射出成形品を開発する 衝撃吸収機能、保温機能、消音機能、消臭機能、抗菌機能も付与する
ウッドプラスチック特有のマレイン酸とポリ乳酸から発生する乳酸による複合腐蝕環境に対する金型の耐蝕性が未確立	マレイン酸と乳酸に対する耐蝕性のある特殊鋼と金型の表面処理を開発する

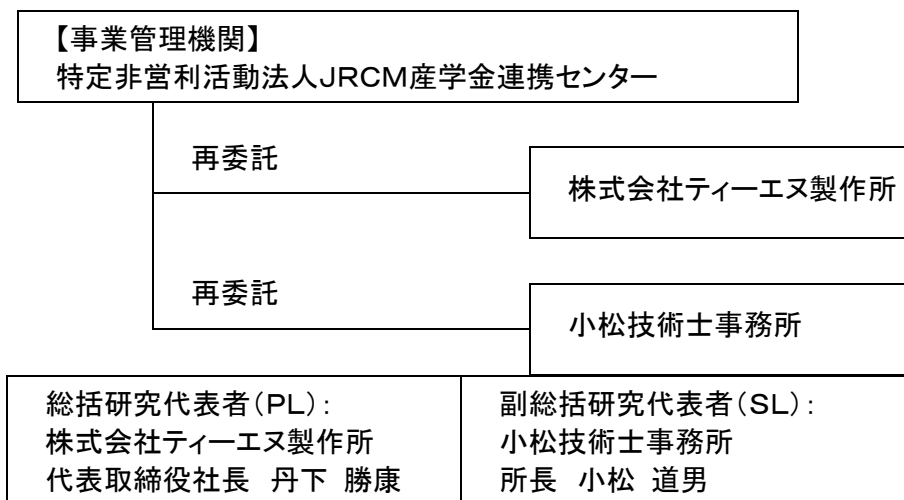
上述の開発目標に対し、具体的な対応を以下のように計画し、実施した。本研究は、途中計画変更はあったものの、大きな問題もなく推進され、当初想定された以上の研究成果を得ることができた。なお、当初の研究終了予定は、平成24年3月31日で計画していたが、前述の予備費事業の採択により、平成23年9月30日に前倒しとなった。当初研究計画の内容を規定に従って変更しつつ、新たな研究内容を追加することにより、加速的な研究成果を導くように研究開発を遂行し、外部アドバイザー等の助言を得ながら事業化の準備を並行して進めた。

表1-3 本事業の実施計画と実施結果(※は予備費事業での追加/削除項目)

実施計画	実施結果
①ポリ乳酸をベースレジンとしてウッドプラスチックの開発	
<株式会社ティーエヌ製作所> ・コンパウンド技術の開発 <小松技術士事務所> ・木粉の微細化技術・木粉前処理技術を開発	各種条件を検討し、ポリ乳酸コンパウンド技術を開発した。
②ポリ乳酸をベースレジンとしたウッドプラスチックの超臨界微細発泡成形用金型技術の確立	
<株式会社ティーエヌ製作所> ・試作金型3並びに試作金型4の開発 ・超臨界微細発泡成形射出成形技術の開発 <小松技術士事務所> ・耐蝕性特殊鋼と表面処理方法の開発 ・試作金型3並びに試作金型4の基本設計	試作金型3並びに4を開発した。また、マレイン酸と乳酸に対する耐蝕性がある特殊鋼と表面処理を開発した。 上記技術を用いてベースレジンにポリ乳酸を用い、完全生分解が可能なウッドプラスチック成形品を開発した。
③TPE をベースレジンとしたウッドプラスチック素材の開発	

<株式会社ティーエヌ製作所> ・コンパウンド技術の開発 ・WWPC ペレット造粒装置の開発(※) <小松技術士事務所> ・木粉の微細化技術・木粉前処理技術を開発 ・WWPC ペレット造粒装置の基本設計(※)	各種条件を検討し、ポリ乳酸コンパウンド技術を開発した。また、研究期間短縮のため、新たにWWPC ペレット造粒装置を開発し、株式会社ティーエヌ製作所内で木粉と樹脂のコンパウンドを可能にした。
④TPE をベースレジンとしたウッドプラスチックの超臨界微細発泡成形用金型技術の確立	
<株式会社ティーエヌ製作所> ・試作金型5(※)並びに試作金型6の開発 ・超臨界微細発泡射出成形技術の開発 <小松技術士事務所> ・試作金型5(※)並びに試作金型6の基本設計	前倒しによる研究期間短縮のため、試作金型5については製作を中止し、試作金型3を調整して使用することにより基礎データの採取・評価を行った。試作金型6については、評価項目を精査して集約することで、早期の研究終了を図った。上記金型及び技術を用いて、弾力性に富み、付加価値の高いウッドプラスチック成形品を開発した。

1-2 研究体制



1-3 成果概要

(1) ポリ乳酸をベースレジンとしたウッドプラスチック素材の開発

植物由来・生分解性ポリマーであるポリ乳酸をベースレジンとしたウッドプラスチック素材を開発するため、以下の3項目を検討した。

- ①粉サイズ、粉形状、粉碎方法を検討し、ポリ乳酸に最適化された木粉微細化技術を開発した。
- ②酸処理方法、攪拌方法を検討し、ポリ乳酸に最適化された木粉前処理技術を開発した。
- ③最適な混練手順、温度条件を検討し、低濃度マレイン酸処理が可能な混練方法を研究して、ポリ乳酸コンパウンド技術を開発した。

(2) ポリ乳酸をベースレジンとしたウッドプラスチックの超臨界微細発泡射出成形用金型設計技術の確立

ウッドプラスチック特有の木粉から発生するマレイン酸とカルボキシル基とポリ乳酸から高温加水分解により発生する乳酸による複合的な腐蝕環境による金型の腐蝕を防止するため、耐蝕性の高い特殊鋼と金型の表面処理技術を開発した。さらにその技術を適用し、ポリ乳酸をベースレジンとしたウッドプラスチックの成形用金型の設計技術を確認するため、試作金型3並びに4を製作した。

①既存耐食鋼材であるステンレス鋼の欠点である難削性、シボ転写性を改善させた3種類の鋼材を Ni, Cr, Mo, Cu, Nb 等の成分配合率を考慮した冶金手法を検討し、電気炉で各100kg程度を精錬し、特定の複合酸化環境に適した耐蝕性能を発揮する金型用鋼材を開発する。

・開発路線は、SUS630 系と SUS420J2 + N 系をベースとした。

・耐蝕性能は、経時変化比較法により優劣を判定した。

②上記で開発した耐食鋼に適した表面処理方法(プラズマCVD相当)を2種類開発し、特定の複合酸化環境に適したコーティング被膜を選定した。

③ポリ乳酸をベースレジンとしたウッドプラスチックの超臨界微細発泡コアバック-コアプッシュ射出成形金型の設計技術を確認するため、試作金型3(基本試験片)、試作金型4(複雑形状製品)を開発し、以下の課題を検討した。

1) 素材の流動特性、粘度特性対応

2) 超臨界流体溶解性対応

3) 気泡発生制御特性対応

4) 高排気性能ガスベント付与

5) 金型内高性能圧力センサー搭載技術

6) 金型内高性能樹脂温度センサー搭載技術

7) 金型内樹脂圧力-温度計測による射出成形機のコアバック-プッシュ制御システム対応

<試作金型3(基本試験片用金型)の開発>

試作金型3で確認した事項は以下の通りである。

1) ポリ乳酸WPCの流動特性の評価

2) 鋼材の耐蝕性の評価

3) コーティングの耐蝕性の評価

4) ポリ乳酸WPCのガス発生状況の確認

5) コアバック-コアプッシュによる7層発泡成形体の加工の確認

6) 金型内のポリ乳酸WPCの樹脂温度挙動と樹脂圧力挙動の評価

<試作金型4(複雑形状製品用金型)の開発>

試作金型4で確認した事項は以下の通りである。

1) 試作金型3で確認したポリ乳酸WPC樹脂特性に最適化された構造の搭載を確認

2) 川下ユーザーの商品戦略に合致したサンプル評価可能な梱包資材複雑形状製品の開発

(3) TPEをベースレジンとしたウッドプラスチックの素材開発

TPEをベースレジンとし、建材の高付加価値化に必要な弾力性に富み容易変形可能で、消音機能・保温機能・衝撃吸収機能を有し、抗菌機能・消臭機能を備えたウッドプラスチック素材を開発するため、以下の3項目を検討した。

- ①粉サイズ、粉形状、粉碎方法を検討し、TPE に最適化された木粉微細化技術を開発した。その際、消音機能・抗菌機能も考慮した。
- ②酸処理方法、攪拌方法を検討し、TPE に最適化された木粉前処理技術を開発した。
- ③最適な混練手順、温度条件を検討し、TPE と木粉のコンパウンド技術を開発した。消音機能・抗菌機能を低下させない混練方法を開発した。

さらに、予備費事業の採択により、研究期間を短縮するため、WWPC ペレット造粒装置の開発を行い、株式会社ティーエヌ製作所内で、木粉と樹脂のコンパウンド(混練作業)を可能とした。これにより、専門業者へ委託することで発生していた、業者の作業スケジュール、作業指示監督出張(大阪・浜松等)、素材輸送時間等の研究時間のロスから開放され、加速的な素材開発が可能となった。

WWPC ペレット造粒装置には、加熱筒内の樹脂温度を精密計測できるセンサーを複数配置し、焦げを発生を見地できる機能を搭載した。また、加熱シリンダーを常時水冷して過熱を抑止し、さらにシリンダー内に一定容量の窒素を大量供給し、酸素除去を図った。スクリー形状も木粉自身のせん断熱を抑制できる羽形状に最適化した。これらの工夫により、白色ウッドプラスチックの量産が可能な技術の確立を見出した。

(4) TPEをベースレジンとしたウッドプラスチックの超臨界微細発泡射出成形用金型設計技術の確立

TPE をベースレジンとしたウッドプラスチックの超臨界微細発泡コアバック-コアプッシュ射出成形金型の設計技術を確認するため、試作金型3並びに試作金型5(新たに開発した複雑形状製品)を用いて、以下の課題を検討した。

- 1)素材の流動特性、粘度特性対応
- 2)超臨界流体溶解性対応
- 3)気泡発生制御特性対応
- 4)高排気性能ガスベント付与
- 5)金型内高性能圧力センサー搭載技術
- 6)金型内高性能樹脂温度センサー搭載技術
- 7)金型内樹脂圧力・温度計測による射出成形機のコアバック-プッシュ制御システム対応

<試作金型3による基礎データの採取>

研究期間短縮のため、既に関与していた前述の試作金型3を調整して、基礎データの採取、評価を行った。試作金型3で確認した事項は以下のとおりである。

- 1)TPE・WPCの流動特性の評価
- 2)TPE・WPCのガス発生状況の確認

- 3)コアバkkerコアプッシュによる7層発泡成形体の加工の確認
- 4)金型内のTPE・WPCの樹脂温度挙動と樹脂圧力挙動の評価

＜試作金型5(複雑形状製品)の開発＞

建材を想定した複雑形状製品用の金型を開発し、以下の項目を確認した。

- 1)前述の試作金型3で確認したTPE・WPC樹脂特性に最適化された構造の搭載の確認
- 2)川下ユーザーの商品戦略に合致したサンプル評価可能な建材でかつ複雑形状製品の開発

1-4 当該研究開発の連絡窓口

特定非営利活動法人JRCM産学金連携センター

〒112-0012 東京都文京区大塚5丁目30-11-408号

Tel:03-5841-1507 / Fax:03-5841-7105

代表:理事長 小島 彰 / 連絡担当:産学連携推進部長 伊藤 瑛二

第2章 研究成果

2-1 ポリ乳酸をベースレジンとしたウッドプラスチック素材の開発

2-1-1 木粉微細化技術の開発

木粉サイズ、粉形状、粉碎方法を検討し、ポリ乳酸に最適化した木粉の微細化方法を確立した。射出成形におけるランナーやゲートを溶融樹脂が通過する際の流動確保及び外観品質の観点から、本研究における木粉は、以下の特性を備えていることが必要である。

①木種類 ②木粉サイズとばらつき ③木粉形状 ④色彩

一般に流通している木粉は、おがくずや破砕片として、主に固形燃料ペレットや押し出し成形用増量材として使用されているものである。これらの市販木粉では、木材種類は均質である保証はなく、木粉サイズも数mmクラスでのばらつきも大きすぎて、本研究で射出成形用プラスチックコンパウンドに使用するには明らかに不適當であった。

以下に本研究で検討した最適モードを示す。なお、木粉の粉碎手段は、粉碎器、ミル、石臼等で粉体化させることが可能である。木粉の生産量によって粉碎する装置のサイズや処理容量を選定する。

(1) 木種類

木粉の持つべき物性とコストの関係から、木種類は限定される。コストの観点からすれば、木材工場や製材所等の大量の木粉廃棄物から原材料の調達ができることが望ましい。芳香性とフラボノイド効果を期待するためには、特定木種類が必要になるが、原料木粉の調達には専門のルート確保が必要となり、必然的にコストが高くなる傾向がある。

(2) 木粉サイズとばらつき

射出成形用でランナー、ゲートを通過させるためには、木粉のサイズは、一定サイズ以下であることが必要であることがわかった。本研究では、基本サイズを実験で決定した。

(3) 木粉形状

木粉形状は、必ずしも球体である必要はないが、できるだけ長短比が一定比率以下であることが望ましい。長短比が限度を越えると射出成形時に木粉繊維がオリエンテーション(配向)を起こす可能性が指摘された。

(4) 色彩

木粉の色彩は、WPC成形品の外観品質に大きな影響を与える重要な事項である。一般に木粉は、特定温度より加熱により変色を発生し、さらに上昇すると黒変しはじめる。さらに温度が上昇すると明白な焼け焦げを発生し、炭化が著しくなる。色彩変化だけではなく、焦げ臭も発生し、成形品

に臭いが残存してしまう。色彩は、乳白色系からダークブラウン系まで、木材質によって第一義的に決定されるが、木粉を樹脂とコンパウンドする際の押し出し成形機での加熱工程によって酸化、炭化することによりさらに黒色に変色をする傾向にある。乳白色系のWPCペレットを生産するためには当初より白系の木材質を選定する必要がある。白系のWPCペレットであれば射出成形時に意図した焼けを発生させる手段によって木目調外觀の射出成形品を連続生産することが企図可能となる優位点があることがわかった。

2-1-2 木粉前処理技術の開発

木粉の主成分は、セルロースであり、親水基である水酸基が近接した分子構造を持っているものと考えられる。水酸基どうしが水素結合をすることによって木粉は凝集する傾向が高い。そこで、木粉をプラスチック中に分散させるための工夫が必要になる。

一方、ポリ乳酸や熱可塑性樹脂のほとんどは、疎水性であり、親水性材料と疎水性材料を均質攪拌することは困難である。そこで、木粉とポリ乳酸を結合しやすくするためには両者を結合促進させるためにカップリング剤を導入することが考えられる。

カップリング材の投入分量は、木粉の重量に対する比率で選定し、押し出し機シリンダーへの材料投入前にコントロールされた攪拌装置によりあらかじめ粉状態で練り合わせ、さらに押し出し機への投入は、分離しないようにして加熱シリンダー内の混練スクリューへ投入し、混合を図ることにより安定した品質のWPCを得ることができた。

2-1-3 ポリ乳酸コンパウンド技術の開発

ポリ乳酸と木粉の安定した品質のコンパウンドを開発するためには、最適な混練手順、温度条件を見出す必要がある。マレイン酸処理による木粉とポリ乳酸のカップリング処理を経た後のコンパウンド条件のベストモードを選定した。

①シリンダ温度 ②スクリュー回転数 ③ペレット裁断

2-2 ポリ乳酸をベースレジンとしたウッドプラスチックの超臨界微細発泡射出成形用金型設計技術の確立

2-2-1 WPC用耐食鋼材と表面処理の開発

木粉とポリ乳酸のカップリング剤、木粉に本来天然に含まれている酸成分並びにポリ乳酸から高温加水分解により発生する乳酸による複合的な酸環境によって金型の表面は腐蝕を発生する。この腐蝕は、深刻でありWPC射出成形で量産成形加工を継続するためには耐蝕性の高い特殊鋼と表面処理方法の開発が必要である。

そこで、既存耐食鋼材であるステンレス鋼の欠点である難削性、シボ転写性を改善させた3種類の鋼材を Ni, Cr, Mo, Cu, Nb 等の成分配合率を考慮した冶金手法を検討し、特殊鋼メーカーが保有する電気炉で精錬鍛造し、特定の複合酸化環境に適した耐蝕性能を発揮する金型用鋼材を開

発した。

(1) 腐蝕試験の方法

開発路線は、SUS630 系と SUS420J2+N 系をベースとした。耐蝕性能は、経時変化比較法により優劣を判定した。さらに開発した耐食鋼に適した表面処理方法(プラズマCVD相当)を2種類開発し、特定の複合酸化環境に適したコーティング被膜を選定した。

鋼材の開発に先立って、複合酸による腐蝕進行状況を定量的に把握するために、以下に示す耐酸性評価試験(ポリ乳酸の射出成形時の耐蝕性金型鋼の開発のための耐酸性評価試験)を実施した。この結果によってステンレス鋼に含有すべき耐食金属元素の特定と含有すべき量の基礎データを採取することを目的とした。試験鋼材種類は、いずれも試験片サイズは50×20×5mm、試験片数は6枚とした。

表2-1 耐蝕性金型鋼の開発のための腐蝕試験条件及び評価方法

浸漬環境	大気開放(脱気処理しない)、攪拌なし
試験液温度	80℃
試験期間	168時間 ※途中24、72時間で観察し、状況によっては打ち切り
試験セル 試料ホルダー	ガラス製フラスコ+冷却管、テフロン製網
試料配置	・1個の試験セル(1000mL)に各種1枚、計6枚の試料を浸漬 ・セル9個使用
試験後の洗浄	・流水ブラシ洗浄+アセトン(またはアルコール)洗浄(超音波使用可) ・腐蝕生成物の状況によって化学的脱スケール処理を行う
評価方法	・外観 ・重量変化(0.001g単位) (試験前、24時間後、72時間後、168時間後試験後、脱スケール後) ・腐蝕試験片については、同時に硬さ測定とミクロ組織観察を実施

。

表2-2 試験鋼材種類

名称	鋼材種	コーティング
試験片1	A	なし
試験片2	S55C	なし
試験片3	B	なし
試験片4	C	なし
試験片5	D	なし
試験片6	S55C	CrN窒化クロム

表2-3 腐蝕酸試験液比率

試験液1	木酢酸:マレイン酸:乳酸=x1:x2:x3
試験液2	木酢酸:マレイン酸:乳酸=y1:y2:y3
試験液3	木酢酸:マレイン酸:乳酸=z1:z2:z3

(2) 腐蝕試験結果

80℃に保持した恒温層に6試料を挿入して、24h、72hで取り出し、外観観察および重量測定し、最長 168hまで実施した。いずれの酸においても S55C およびコーティング材は腐蝕量は大きく、他の鋼材は重量変化がほとんどない。これらの中では A の腐蝕量が大きく、C はほとんど重量変化はなかった。B と D はその中間に位置していた。また、いずれも 24hで飽和してその後の浸蝕はない。腐蝕試験後の表面観察結によれば、いずれも表面の変色は観察される。a%の場合の重量測定結果、b%浸蝕試験における重量変化によれば、b%浸蝕液と同様に C は重量変化がなく浸蝕が起こらないことが判明した。他の A、B、D は C に比べると浸蝕が大きい。また、当然ながら b%の方が a%よりも浸蝕量は大きい。

以上の結果から、今回試験した植物由来の酸環境下では、 $C > D > B > A > S55C$ の順に優れた特性であり、A の耐蝕性が最も劣っていた。この理由として化学成分における特定元素量が高いことが原因であると考えられる。一般に合金鋼の耐蝕性は特定元素量によるといえる。

組織観察および硬さ測定結果としては、S55C はいわゆるフェライトパーライト組織であるが、他の供試材はマルテンサイト組織を呈しており化学成分からはごく自然な結果であった。硬さ測定結果によれば、A および D は HV300 以上の高い硬さを示した。

(3) 表面処理方法の選定

開発された合金鋼に対する表面処理方法として、以下の2系統のコーティング皮膜をあらかじめ想定し、コーティングを行った。

- ①CrN 窒化クロム ②TiN 窒化チタン

この結果、コーティング膜剥離強度には両者には大差がなく、処理コストは TiN の方が高いことがわかった。開発鋼材の母材の耐蝕性が予想以上に良好であったため、コーティングは安価である CrN で十分であると考えられる

(4) 金型材製作

ポリ乳酸の成形時の耐蝕性金型鋼の開発のために各種試験を実施し以下の結果を得た。

耐蝕性試験の結果、今回試験した植物由来の酸環境下では、 $D > B > C > A > S55C$ の順であった。これらの結果を参考にして、またDより安価な金型材として新たな化学成分を提案し、鋼塊から製造した。コーティングを処理する場合には CrN を推奨する。

以上の結果を考慮して、新金型材として以下の化学成分を提案した。

元素G1はX%以上 元素G2はY%以下

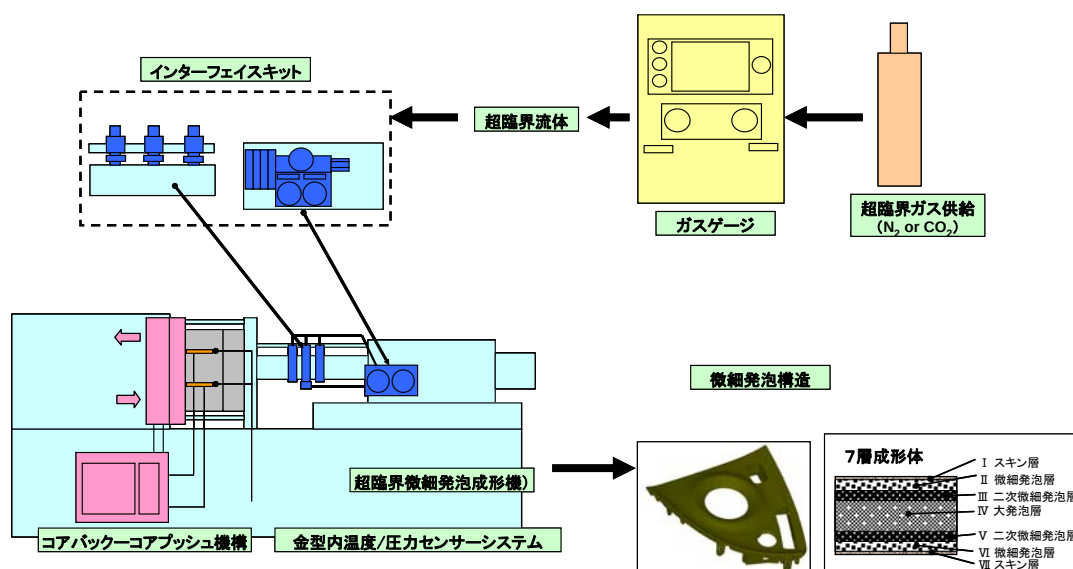
さらに、高価な元素であるG3をできる範囲で低減させる（G3はG2を下げた場合、強度を確保するために必要なために最低限添加する）上記試験結果を踏まえて、真空溶解により、金型材を製作した。そのようなコンセプトで化学成分を設計し、金型材を製造した。真空溶解炉を用いて真空鋼塊を製造した。化学成分は、狙い通りのものが得られた。鍛造、熱処理を実施し、所定の形状に仕上げた。

2-2-2 試作金型3の開発

ポリ乳酸WPCの射出成形特性と成形品物性を試験可能な試験片用金型を開発した。基本成形性能と成形品物性を定量化して評価できる体制を構築することが事業化までの時間を短縮するためには必要である。そこで、以下の仕様を内蔵した試作金型3を企画、設計、製作を行うこととした。

試作金型が備えるべき仕様要件は、次の通りである。

- 1) ポリ乳酸WPCの流動特性を評価できること
- 2) 鋼材の耐蝕性を評価できること
- 3) コーティングの耐蝕性を評価できること
- 4) ポリ乳酸WPCのガス発生状況を確認できること
- 5) コアバkkerコアプッシュによる7層発泡成形体の加工を確認できること
- 6) 金型内のポリ乳酸WPCの樹脂温度挙動と樹脂圧力挙動を評価できること



上記仕様要件を満たした具体的な施策金型3の技術仕様を以下に記載する。

表2-4 試作金型3の技術仕様

金型構造	2プレート構造射出成形金型 パーティング面コアバックーコアプッシュ構造 試験片に対するランナー・ゲート位置変更可能入れ子交換構造
ランナー方式	コールドランナー方式 サイドゲート構造
取個数	4個ファミリーモールド
試験片	A: 平板形状試験片 (大型) B: 平板形状試験片 (小型) C: ダンベル試験片 D: バー形状試験片 ※形状は、JIS 7139:2009 プラスチック材料試験片に準拠
金型サイズ	600mm×600mm×550mm
キャビティ材質	SCM440(クロムニッケル鋼) 2-2-1開発高クロムステンレス鋼(耐食試験用入れ子のみ)
コア材質	SCM440(クロムニッケル鋼)
金型温度制御範囲	+20～+90℃
金型温度制御方法	冷却水循環方式による制御
キャビティ内温度センサー	赤外線方式非接触温度計 1箇所 A～D各試験片にそれぞれ設置 サンプリング周期 1ms 双葉電子工業(株)製
キャビティ内圧力センサー	ストレインゲージ方式圧力センサー 1箇所 A～D各試験片にそれぞれ設置 サンプリング周期 1ms 双葉電子工業(株)製

試作金型3を用いた成形試作実験によりウッドプラスチック(木粉含有量10～70%。ポリ乳酸含有量30～90%)の射出成形加工試験を行った。CO₂及びN₂を超臨界状態で成形材料にミキシングさせて射出成形を行った。

コアバックさせない試験片断面には微細発泡層を含む3層構造が形成されていることが確認された。コアバックとコアプッシュを行うことにより、基本的に断面にはスキン層ー微細発泡層ー二次微細発泡層ー大発泡層の7層構造が得られることが確認された。これらの層の状態は、コアバック、コアプッシュのタイミング、樹脂温度ー樹脂圧力の関係、超臨界流体の濃度%によって複雑に変動することが確認された。

一方、流動長であるが、ソリッド状態に比較してN₂を超臨界ミキシングさせた場合には流動長さは、2～2.3倍長くなった。CO₂を超臨界ミキシングさせた場合には、流動長さは、2.7～3倍となった。

成形品重量は、N₂を超臨界ミキシングさせてコアバックさせずに成形した場合には、ソリッド成形

品に比較して10～12%の重量が軽量化されている。一方、N₂を超臨界ミキシングさせてコアバックさせた場合には、ソリッド成形品に比較して28～32%の重量が軽減されている。しかし、断面の発泡層の状態と強度の兼ね合いでどのような断面層の状態となっているかが軽量化と十分に検証されていなければ実用成形品にマッチングさせることは困難である。この課題については、実際の成形品の持つべき品質使用にマッチさせる必要がある。

コアバックとコアプッシュの金型内圧力波形と温度波形からの制御ポイントの最適範囲の明確化は、超臨界流体の混合濃度、飽和溶解度、樹脂のガラス転移点温度(T_g)、木粉コンパウンド量、ガスの臨界圧力(P_c)の相関になっていると考えられるが、これらを特定するためには、実験計画法等により変動範囲をあらかじめ想定して、試作実験を積み重ねる必要がある。

平面のそり量については、ソリッド成形品に比較して、CO₂またはN₂を超臨界ミキシングさせた場合は、そり量は、約1/3～1/4に軽減されていることが確認された。ガスの種類によるそり量の変化は、有意差はみられない。しかし、ガス濃度によっては、ガス濃度がある量よりも少ないとそり量は増加する傾向が確認された。

成形品の外観については、木調の外観が確認された。ゲートを中心として年輪状の意匠性も確認された。これは当初は全く想定していなかった現象である。木調の状態は、木粉コンパウンドの量によっても変動することがわかった。また、ガスの種類の選定によっても変動することがわかった。意識した木目調外観を得るためには、ゲート位置、射出速度、樹脂温度、成形品流動制御肉厚設計が相互に関連することがわかった。

芳香持続性については、明らかに両者の物性が得られていることは、官能検査で概略確認はできるが、香りの定量化には、ガス検知管式測定法か半導体センサー測定法によってある程度の定量化が可能である。半導体センサーによる計測を実際実施し、香りのサンプルによる差、経時変化による香りの減衰状態を定量化測定を実施した。

音響性能については、音の波長による音波伝達特性について、ソリッド成形品と7層発泡成形品について、大手音響機器メーカーA社の社内検査装置において高音領域遮断性能、低音領域透過性能についてそれぞれ定量評価実験を実施した。(計測結果は、同社機密事項につき掲載は見送ります)現在使用されている木製製品との比較により音響特性が良好であれば射出成形加工により安価に製品を生産できる可能性がある。

ポリ乳酸WPCから生ずる複合酸による鋼材の腐蝕を評価する方法として、試験片形状に対して今回2-2-1で開発したステンレス系鋼製の入れ子を製作し、実際の射出成形試験を行った。その結果、SCM(クロムモリブデン鋼)の腐蝕は、目視にて赤錆が発生する状況であったのに対し、開発高クロムステンレス鋼は赤錆は一切発生せず、顕著な防食効果があることが容易に確認された。

2-2-3 試作金型4の開発

試作金型3で成形条件と成形品の物性確認ができることを踏まえ、予備実験で得られた知見を盛り込んだ複雑形状製品用金型として試作金型4を開発した。試作金型4が備えるべき技術要件

は、以下の通りである。

要件1 試作金型3で確認したポリ乳酸WPC樹脂特性に最適化された構造を搭載すること

要件2 川下ユーザーの商品戦略に合致したサンプル評価可能な梱包資材複雑形状製品とすること

表2-5 試作金型4の技術仕様

金型構造	2プレート構造射出成形金型 パーティング面コアバックーコアプッシュ構造 ふた試験片裏面に流動制御肉厚変更対応 入れ子構造設置 ゲート位置変更入れ子構造設置
ランナー方式	バルブゲート方式 1点ゲート構造 空圧制御独立開閉制御 ホットランナー内内部加熱ヒーター近傍 樹脂流路多方向分流構造
取個数	2個取り 本体&ふた ファミリーモールド
試験片	梱包容器試験片(3次元形状含む) 天面板厚最大10mmまでコアバック可能
金型サイズ	460mm×450mm×513mm
キャビティ材質	SCM440(クロムニッケル鋼)
コア材質	SCM440(クロムニッケル鋼)
金型温度制御範囲	+20～+90℃
金型温度制御方法	冷却水循環方式による制御
キャビティ内温度センサー	赤外線方式非接触温度計 本体及びふた 各1箇所設置 サンプリング周期 1ms 双葉電子工業(株)製
キャビティ内圧力センサー	ストレインゲージ方式圧力センサー 本体及びふた 各1箇所設置 サンプリング周期 1ms 双葉電子工業(株)製

試作金型4で開発する試験片は、高度の木質感を有する梱包資材(梱包容器)を意図してデザインを行った。研究開発委員会における川下ユーザー企業よりのアドバイスにより、下記の機能を有する試験片であることが希望として提案された。

- ①断面発泡構造により衝撃吸収機能を有すること
- ②熱の出入りを遮断する断熱機能が良好であること
- ③振動を吸収できる機能が良好であること
- ④木質感が豊富であること
- ⑤可能な限り低コストであること
- ⑥一般ユースでは芳香性があること

これらの機能を満足し、市場化展開のためのサンプル出荷ができるモデルとして、上下一体セットの梱包容器を企画した。梱包容器デザインの主眼は、以下の仕様とした。

- 仕様1 試作金型3で確認したポリ乳酸WPC樹脂特性に最適化された構造を搭載すること
- 仕様2 任意形状に対応できる三次元曲面形状を有すること
- 仕様3 本体とふたが密閉できるフィット構造を有すること
- 仕様4 木質感を射出成形のみで獲得できるように樹脂流動を意図的に制御できること
- 仕様5 梱包物の大きさが金型製作仕様上、最大級となるようにすること
- 仕様6 顧客が商品開発をするためのイメージをし易い外観デザインとすること
- 仕様7 顧客が実際の商品を梱包して保管、運送、落下等の試験ができるようにすること
- 仕様8 生産コストが試算できる構造とすること

本試験片による梱包容器としての用途としては、多様な市場を想定している。実際の射出成形試験により、三次元局面形状を有するふた試験片においては、ゲートの配置と肉厚変更入れ子の組み合わせにより、射出成形のみによって木目調外観の射出成形品を得ることができていることが確認された。

さらに、木目を強調させるためにはペレット自身の色彩が白いことが必須であることもわかった。WPCペレット造粒時の過熱によってすでに黒変または黄変してしまっているWPCペレットでは木目調外観を得ることは困難であるか不可能であることもわかった。

熱遮断については、ソリッドWPC射出成形品に比較して、7層発泡成形品は、内部に空気または窒素または二酸化炭素の微細発泡層を重量比8～最大30%内包するので、明白な断熱効果を奏する。断熱効果は、発泡量と発泡層の厚みに依存する。梱包内容物が必要な保温性能にしたがってケースバイケースで発泡量と厚さを変える必要がある。

衝撃吸収性能についても発泡層の厚さと発泡量によって変動する。これについても梱包内容物の必要とする耐衝撃性を現物落下試験を行いながら確認をすることが必要になる。

材料コストについては、梱包する商品の性格によって使い分けが必要になる。梱包容器の最重要項目として耐衝撃性、保温性を挙げる場合には、木質を安価なグレードに木材とすることが必要であるが、木質外観品質は不要となる。

一方、高級食材や家庭用品意匠品の場合には、外観品質や芳香性が重要となるので、木質は特定木材を使用する必要がある。本研究では、このようにローエンドファンクション型とハイエンドファンクション型という相反するコスト形態の商品がターゲットとなっているので、いずれの特質を重視した商品開発であるのかを見極めて事業化アプローチをすることが重要であることがわかった。

本研究の終了時点では、これらの実務性能を評価できる梱包容器試験片となっているので、研究終了後の補完研究と事業化検討の中でユーザーへのサンプル出荷を通じた評価試験によってさらなる改良や実務データ採取を継続していく。

2-3 TPEをベースレジジンとしたウッドプラスチックの素材開発

2-3-1 木粉微細化技術の開発

TPEに最適化された木粉の微細化方法を開発し、木粉サイズ、粉形状、粉碎方法を検討した。基本的に、ポリ乳酸WPCの開発で検討した木粉部粉化技術と同じ対応でTPEに対する木粉微粉化は対応できた。

2-3-2 木粉前処理技術の開発

TPEに対する木粉前処理技術もポリ乳酸WPCで開発されたカップリング処理が適していることが実験によって確認された。しかし、TPEのコンパウンドにおいては、さらにいくつかの添加剤が介在したほうが良いことも調査によりわかった。さらに、TPEには、主要グレードとしてオレフィン系TPEとスチレン系TPEがあるが、予備混合試験でオレフィン系TPEは、木粉の特定温度近傍以上の温度で混合しなければコンパウンドできないことがわかったので、本研究では一方に絞った素材開発を行うこととした。

2-3-3 TPEコンパウンド技術の開発

TPEと木粉の安定した品質のコンパウンドを開発するためには、最適な混練手順、温度条件を見出す必要がある。木粉とTPEのカップリング処理を経た後のコンパウンド条件のベストモードは、次の通りである。

①シリンダ温度 ②スクリュウ回転数 ③ペレット裁断(※)

※ホットカット、コールドカットのいずれでも対応は可能

しかしながら、できあがったペレットの木粉とTPEの混ざり具合は、PLAとは異なり、目視レベルで混合のばらつきが顕著であり、成形品の品質も大きく変動するものと推察された。そこで、分散剤の混合によるコンパウンドを試みることにした。

分散剤としては公知文献ベースから一定物質の存在があり、複数のコンパウンドを試作した。その結果、B社の生産する物質が安定分散させることに効果があることを知見するに至った。この分散剤をWPCペレットの重量比に対する適切な範囲で混合させることによってコンパウンドすれば安定した品質のTPE-WPCペレットが連続生産できることができるようになった。

また、材料の自重切断による連続ペレット生産の中断を防止するために、特定物質を添加し、切断防止について試験を実施した。その結果、粘着促進剤を樹脂と木粉の重量比に対して適切なパーセンテージで混合させることにより自重切断を防止することができるようになった。粘着促進剤の由来については、日本製で来歴が明らかにされておりMSDSが発行されている素材を選定した。

2-3-4 WWPCペレット造粒装置の開発

研究開発の概要で述べたように、本研究は、前倒し事業によって、WWPCペレット造粒装置の開発が新たな研究項目として追加された。

これまでの木粉と樹脂のコンパウンド試験によれば、木粉はコンパウンド装置の局部過熱によってある温度を越えると焼け焦げが発生し、黄変や茶色に変色した素材しか製造ができず、国内市場調査並びに海外市場調査した結果、世界で流通しているWPCは全てこのような焼焦変色素材しか流通していないと判断される。そこで、木粉を焼け焦げさせず樹脂とコンパウンドできる射出成形用ペレット造粒装置を開発し、白色ウッドプラスチック素材(WWPC)量産技術を開発することに素材事業としての新たな可能性を見出すに至った。世界的なウッドプラスチック需要急増に対応し現在市場に流通していないWWPCの生産技術を早急に確立し、素材から7層発泡射出成形体までの一貫生産体制を構築、現在研究中のポリ乳酸、TPE素材のバラエティ豊富化を高度化、かつ研究時間の時間短縮を図ることが、時宜を得た研究開発の高度化が確実にできる。

自社内に木粉と樹脂のコンパウンド装置を設備することにより、時間的ロスを大幅に削減することができる為、研究開発期間を1年間前倒しする事が可能となる。WWPC専用の木粉—樹脂コンパウンド装置は、既存市販品での対応は不可能で、予備実験により得られた新たな知見を盛り込んだ専用装置を開発しなければならない。装置構成は要素技術を含み、かつ個々の機能が全体最適化されたシステム設計を行う必要がある。

2-4 TPEをベースレジンとしたウッドプラスチックの超臨界微細発泡射出成形用金型設計技術の確立

2-4-1 試作金型5の開発

TPE—WPC基本試験片用金型は、前倒し事業によってポリ乳酸WPC材料評価で開発された試作金型3を用い、以下のことを確認した。TPE—WPC素材について、試作金型3で確認すべき目的は次の通りである。

- 1) TPE・WPCの流動特性を評価できること
- 2) TPE・WPCのガス発生状況を確認できること
- 3) コアバック—コアプッシュによる7層発泡成形体の加工を確認できること
- 4) 金型内のTPE・WPCの樹脂温度挙動と樹脂圧力挙動を評価できること

この試験評価の結果に基づいて、試作金型5の開発を行った。試作金型5は、建材—複雑形状製品用金型を開発することを目的として当初計画が行われている。そこで、試作金型で確認すべき目的は次の通りとした。また、床材を想定した下記仕様の試験片と金型を企画、設計、製作することとした。

要件1 試作金型3で確認したTPE・WPC樹脂特性に最適化された構造を搭載すること

要件2 川下ユーザーの商品戦略に合致したサンプル評価可能な建材でかつ複雑形状製品とすること

表2-6 試作金型5の技術仕様

金型構造	2プレート構造射出成形金型 パーティング面コアバックーコアプッシュ構造 試験片に対するランナー・ゲート位置変更可能入れ子交換構造
ランナー方式	ホットランナー方式
バルブゲート構造	1点ゲート
取個数	2個取り
試験片	平板形状試験片(床材形状) 平板形状試験片(ダミー)
金型サイズ	550mm×450mm×475mm
キャビティ材質	SCM440(クロムニッケル鋼)
コア材質	SCM440(クロムニッケル鋼)
金型温度制御範囲	+20～+90℃
金型温度制御方法	冷却水循環方式による制御

試作金型5は、研究開発委員会でのアドバイザーの商品化に対する意見を参考にして、熱可塑性エラストマーが持つ軟質で変形自在な物理特性を生かしつつ、WPCであり、かつ超臨界微細発泡射出コアバックーコアプッシュ成形による断面7層発泡体の物性によって、木調外観意匠と衝撃吸収性、断熱性、芳香持続性、防音性を生かした建材をイメージして試験片デザインを行った。

試作金型5は、これまでの研究の総仕上げとなる金型でもあることから、これまでに蓄積してきた知見をフルに搭載して金型基本設計を実施した。試験片は、組み合わせによって大面積を占めるパネル材とすることができる。かかるパネル材は、白色系木質感を発揮するので木をイメージした建材にデザインすることができる。また、軟質で変形自在で、衝撃吸収可能な機能により、人体の接触や落下、転倒によるけがを防止することができるようになる効果もある。芳香持続性については、木質の選定によって芳香によるフラボノイド効果、殺菌効果、抗菌効果などを付与することもできる。

WWPCペレットは、射出成形時に再度の加熱により可塑化されることになるが、射出成形機の可塑化ユニット内での過温防止ももちろん必要であるが、意図した部分的過温を生じさせることにより、生地は白系木質で部分的に褐色系木質を表現することができ、樹脂の流動と超臨界流体の攪拌作用によって、天然木材の木目模様に類似する模様を発揮させることができるようになった。そもそも褐色系WPCではこのような木目調意匠を発揮することが困難であり、今回開発したWWPCペレットでは意匠性の高いデザイン開発が可能となる新たな知見を発見することもできた。

第3章 全体総括

3-1 成果の総括

本研究は、計画通りに推進され、当初想定された研究成果を得ることができた。前倒し事業の性格上、研究期間短縮となったが、大型機材は、大きなトラブルもなく期間内での完成にこぎ着けることができた。各種の企図された実証実験により期待された研究成果を得るためのデータ採取、基礎分析までは到達することができた。

次年度以降については、今回開発した基盤技術を事業化ステージに活用する補完研究を実施して参りたいと考えている。また、研究開発の期間中に下記の川下企業等へサンプル提供を実施し、商品化の可能性を検討して頂いている状況である。

表3-1 商品化の検討状況

企業名	所在地	対象製品	製品用途							
			木質感	音性能	軽量化	断熱	完全生分解性	耐衝撃	芳香性	軟質
A社	静岡県	音響機器筐体	○	○	○					
B社	兵庫県	梱包資材			○	○		○		○
C社	大阪府	雑貨	○		○	○	○		○	
D社	東京都	素材・ペレット	○				○			
E社	静岡県	建築資材	○			○		○	○	○

3-2 知的財産権の取得状況

本年度の研究に先立ってなされた知的財産権の取得状況は以下の通りである。特許出願に際してはアドバイザーよりの確な助言を得、また先行技術調査も必要に応じて実施し、権利化を見据えた特許等の出願に心がけた。また、特許発明の実施に際して、先行特許の存在の有無の調査も実施し、事業化に対する訴訟リスクの回避の相当な注意を払った。

＜出願並びに権利化された知的財産権＞

日本国特許 特許第4685990号

「木粉含有樹脂成形体及びその製造方法」

特許権者 小松道男

日本国特許出願 平成21年 6月29日「樹脂成形体」

出願人 小松道男

3-3 今後の事業化に向けた取組み

次年度以降は、補完研究を実施しつつ、以下のアクティビティを積極的に実施し、受注獲得へ向けて行動を起こすこととしている。

(1) サンプル出荷

当初計画した開発技術を下表に従って、サンプル出荷、ライセンス契約を実施するように取り組んでいく。また、研究実施の過程で接触のあった大手楽器メーカーA社(静岡県)、機械梱包資材製造販売企業B社(兵庫県)、工業用品販売商社C社(大阪府)、材料メーカーD社(東京都)、建築資材メーカーE社(静岡県)等に対してもサンプル出荷を行い、具体的な事業化の可能性を検討するものとする。

(2) 販売計画策定

開発された技術の販売スキームを確立し、商品カタログ、技術紹介ツール、営業マニュアルを早期に策定する。また、営業チームを㈱ティーエヌ製作所内に設置し、専用部署として受注活動を行うものとする。

(3) 情報発信

新聞(日本経済新聞、日刊工業新聞、化学工業日報等)、雑誌(型技術等)へ積極的にアプローチする。また、学会(プラスチック成形加工学会、日本木材加工技術協会、日本合成樹技術協会等)発表へも協力を行う。

<インターネット>

ホームページを作成し、開発技術や商品をネット上で発信する。

<見本市への出展>

国際プラスチックフェア(IPF2011,会期 2011年10月25日～29日、幕張メッセ)へ開発技術を出展する。来場予想者数は、65,000人である。(前回開催実績ベース)このほか、国内外の見本市、展示会へ出展を計画し、新規受注開拓へ取り組んでいく。

(4) 営業展開ツールの整備

開発された技術の市場での事業性を見本市、インターネットホームページ、学術文献等で周知を図り、事業化活動を行っていく。製品の科学的な物性評価については、京都工芸繊維大学の支援を仰ぎ、強度評価、ミクロ組織分析、成分評価、芳香性評価等を行っていく。

3-4 謝辞

本研究を推進するにあたり、アドバイザーとして各界専門家の皆様より貴重なアドバイスを頂戴しました。また、中部経済産業局産業部製造産業課総括係長吉田拓様並びに石川浩二ものづくり基盤技術専門官には研究実施に際し、実務的な角度よりの様々なアドバイスを賜りました。ご協力頂きました関係各位に対しましてここに謝意を表したく存じます。