

【グループ・テーマ1 シーケンシャル・ユース・プロセス技術の開発】

サブテーマ名：1-2 超臨界流体加工による高分子固体のシーケンシャル・ユース
 小テーマ名：1-2-1 超臨界流体を利用した微細構造発泡法によるエンジニアリング・プラスチックの新機能付加部材の創製

サブテマリーダー(所属、役職、氏名)

京都大学大学院工学研究科 教授 大嶋 正裕

研究従事者(所属、役職、氏名)

京都大学大学院工学研究科 講師 長嶺 信輔、助手 瀧 健太郎

龍谷大学理工学部 准教授 中沖 隆彦

新生化学工業(株) 市場開発研究所 所長 山本 昌幸、久保 直人

滋賀県工業技術総合センター 専門員 山中 仁敏、主任技師 上田中 隆志

(財)滋賀県産業支援プラザ 主任研究員 志熊 治雄

研究の概要、新規性及び目標

①研究の概要

プラスチックを混ぜる、覆う、構造を変化させる、の3つ基本技術とCO₂ガス含浸がもたらす高分子物性の制御技術を融合し、高分子固体のシーケンシャル・ユースに貢献できる成形加工技術を開発する。具体的には、以下の項目を検討している。

- 1) エンジニアリング・プラスチックをはじめとする高分子へのCO₂の溶解度・拡散係数・粘度を正確に測定し、技術開発のための基本物性データベースとする研究
- 2) CO₂を高分子に溶解させ高分子鎖の移動度を増長し、粘度・ガラス転移温度・表面張力等の物性を制御し、常温での新規な塑性変形技術の開発
- 3) CO₂がプラスチックに溶解し、プラスチックを可塑化することを活かした減圧や応力印加による微細発泡体の製造など、材料のナノ・マイクロスケールでの多孔質化による軽量化・機能化の研究
- 4) CO₂の溶媒と特性を活かしたプラスチック表面の修飾・転写技術の開発
- 5) CO₂を利用した高効率薄肉微細マイクロモールド射出成形技術の開発

②研究の独自性・新規性

超臨界CO₂を利用してプラスチックを成形加工する技術の代表的なものの一つとして、マイクロセルラー発泡があり、実用化が日本の国内でかなり進んできた。本プロジェクトの推進者は、従来から超臨界CO₂を利用したマイクロセルラー技術の研究を世界に先駆けて行い、基礎データの充実やメカニズムの解明については、世界屈指の成果を上げてきている。本プロジェクトでは、従来のポリマー+CO₂系の知見を、プラスチックのシーケンシャル・ユースを目的に発展させ、マイクロセルラーのさらに先を行く技術の開発を目指したものであり、他に類のない独自の超臨界CO₂を利用したプラスチック成形加工プロセス技術の研究となっている。

③研究の目標(各フェーズ毎に数値目標等をあげ、具体的に)

フェーズⅠ 基礎研究

エンジニアリング・プラスチックへの超臨界CO₂の溶解度・拡散係数・粘度データベースのプロトタイプを作成する。

超臨界CO₂が溶解したことにより起こる可塑化効果を活かした、省エネルギーで高効率な射出成形・押出成形ならびに延伸成形の技術要素を発見・創出する。

超臨界CO₂を使った高分子の微細発泡技術として、再生樹脂とバージン樹脂の違いによる発泡特性の違いなど、その発泡原理を解明する。

ものを溶かすという溶媒と効果をもつ超臨界CO₂の特性をプラスチック成形に活かし、ナノコンポジットの創製や、可塑化効果を活かしたポリマー成型品の表面改質・修飾の可能性を検討する。

フェーズⅡ 応用・試作研究

超臨界CO₂の溶解度・拡散係数・粘度データベース化を進める。

フェーズⅠで見いだしたアイデアを元に、超臨界CO₂を活かした省エネルギーで高効率な射出成形・押出成形ならびに延伸成形を、現有の押出発泡装置・射出成形装置を改良し開発する。

フェーズⅢ 新産業の創出・技術移転

生産現場での実証、部材の製品の最終開発ならびに市場開発を行う。

研究の進め方及び進捗状況(目標と対比して)

[フェーズⅠ]

エンジニアリング・プラスチックに対してCO₂ガスを含浸し、溶解度・拡散係数・粘度などの基礎的なデータを取得した。そして、そのデータを生かした表面改質・修飾技術、微発泡制御技術、連通孔形成技術、射出成型技術を検討し、その技術原理を特許出願した。フェーズⅠの目標を達成した。

[フェーズⅡ]

フェーズⅠの基礎的な研究成果の中から、実用化に向けたプロセス技術として、CO₂ガスを含浸した樹脂ペレットは可塑化効果を生じることから、特殊な射出成型機を利用することなく、従来の射出成型機を利用して、高精度の射出成型技術を確立した。本技術は、例えば液晶裏面に配置する光拡散板で実施し、従来品より発光均一性がよいことがわかった。

また、CO₂ガスを含浸したプラスチック材料は、レーザー光を照射することにより、微発泡が生じ、レーザーマーキングできることがわかった。レーザー光照射によるマーキング技術は従来から存在するが、CO₂ガスを含浸させることにより、より鮮明なマーキング特性が得られることがわかった。本技術は、上記の技術と組み合わせることにより、射出成型後の製品ロットのマーキングを容易にするなどの効果も考えられる。フェーズⅡの目標を達成した。

主な成果

具体的な成果内容：

[フェーズⅠ]

熔融状態のプラスチックをCO₂で発泡させる場合の現象を解析し、きめ細かい気泡構造をもつ発泡体を作るための要因を明確にした。また、再生プラスチックを利用する際には、粘弾性特性の変化に細心の注意を払いながら、操作温度を変化させることにより発泡体を作り得ることを明らかにした。さらに高分子を積極的にブレンドすることにより、粒子包含構造や連続構造など新規な構造をもつ発泡体を作れることを見出し、特許出願した。さらに、CO₂を含浸させガラス転移温度を室温以下にし、常温で圧縮・塑性加工をできる技術を開発し、特許出願した。CO₂とアルコールの混合液の相図関係を利用し、可塑化効果をさらに促進させた手法としてPEGによる疎水性プラスチックの表面親水化改質法の発明、カーボンナノチューブのプラスチック表面への注入法を発明し、それぞれ特許出願した。

[フェーズⅡ]

CO₂ガス含浸はボンベガス圧でよいことを検証した。また、CO₂ガス含浸量についても少量でよいことを確認した。つまり、CO₂ガス含浸した樹脂ペレットと未含浸樹脂ペレットを混合しても同様の効果が得られることがわかった。また、可塑化効果により、射出成型品の性能向上を実現するだけでなく、射出成型機の省エネルギー化も実現できることがわかった。

CO₂ガス含浸プラスチック材料へのレーザーマーキングは、従来の未含浸プラスチック材料に比べて、非常に鮮明に印字加工できるだけでなく、レーザー波長を選択することにより、プラスチック材料内部にマーキングすることも可能である。

特許件数：16

論文数：10

口頭発表件数：68

研究成果に関する評価

1 国内外における水準との対比

当該研究において、研究代表者が、国内外の学会において多々招待講演を依頼されることや、発泡原理の研究をまとめた論文が学会の論文賞を受賞していることから明らかなように国内外において本プロジェクトにおいて実施している研究、その成果に対して高い評価を得ている。

2 実用化に向けた波及効果

安全で安価に有機溶媒を代替でき可塑化効果をもつCO₂を使った成形加工技術が確立できれば、高効率で環境負荷の少ない成形プロセスであるため多大の波及効果をもつ。従来、超臨界CO₂を利用する抽出等の高圧技術は、高圧装置が、コスト高になり、装置の投資に対してどれだけの付加価値のあるものができるかという対費用効果が問題視されてきた。しかし、プラスチックの成形装置は、もともと高温・高圧であり、プラスチックに溶かしてCO₂を利用するため、従来とは変わらない装置で実現できる技術となる点、ならびに研究の成果から、ボンベ圧(6MPa)で消費設備として利用できる技術として提案できることから十分実用化の価値がある。

残された課題と対応方針について

射出成形技術やレーザーマーキング技術は、再現性の確認やフィージビリティスタディを行い、実用化に向けた装置開発作りを検討していく。

	J S T負担分(千円)							地域負担分(千円)							合計
	H14年	H15年	H16年	H17年	H18年	H19年	小計	H14年	H15年	H16年	H17年	H18年	H19年	小計	
人件費	175	2,898	7,420	7,672	8,634	8,688	35,486	10,775	23,200	9,000	8,130	10,820	12,820	74,745	110,231
設備費	11,072	12,315	31,900	3,105	8,752	6,050	73,195	0	0	0	0	0	0	0	73,195
その他研究費*	282	2,967	10,047	4,004	6,830	4,077	28,207	2,842	4,691	3,120	10,334	6,074	2,830	29,891	58,098
旅費	5	395	902	1,070	1,057	907	4,335	818	562	1,901	367	402	428	4,478	8,813
その他	19	907	1,096	2,024	2,040	1,542	7,629	2,518	30	0	127	1,156	2,180	6,011	13,640
小計	11,553	19,482	51,365	17,875	27,313	21,263	148,852	16,953	28,483	14,021	18,958	18,452	18,258	115,125	263,977

代表的な設備名と仕様 [既存(事業開始前)の設備含む]

J S T負担による設備：超臨界二酸化炭素反応・発泡システム、磁気浮遊式天秤、超臨界表面改質反応システム一式、PVT測定装置一式、拡散定数測定用高温セル、ポリマー監視用窓付プレート、流体加圧シリンジ装置、流体加圧自動制御装置、走査型電子顕微鏡(SEM)一式、オートグラフ一式、高温・高圧粘弾性測定装置、オートクレーブ、加熱プレス、照射型反応改質装置、高圧マイクロリアクター、レーザー顕微鏡用電動ステージ、レーザー電動ステージ、CO₂レーザーマーカ装置、画像解析式粒度分布測定システム

地域負担による設備：射出成形機、金型、

※複数の研究課題に共通した経費については按分する