日時:2021年4月7日

場所:中川電化産業株式会社

樹脂の高度循環による低コスト化と品質・材料特性に関する調査研究

研究機関:2019年4月~2021年3月 (2年間)

三重大学大学院工学研究科 藤井義久

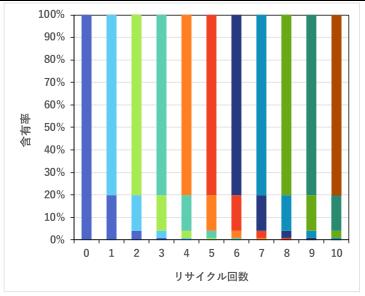


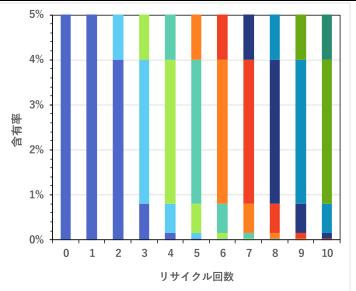
樹脂の高度循環による低コスト化に関する調査研究

○リサイクルによる初期材料の含有率計算(前回資料)

リサイクル率 [%]
20

	リサイクル回数										
ſ	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
0	100	20	4	0.8	0.16	0.032	0.0064	0.00128	0.000256	0.0000512	1.024E-05
1	0	80	16	3.2	0.64	0.128	0.0256	0.00512	0.001024	0.0002048	4.096E-05
2	0	0	80	16	3.2	0.64	0.128	0.0256	0.00512	0.001024	0.0002048
3	0	0	0	80	16	3.2	0.64	0.128	0.0256	0.00512	0.001024
4	0	0	0	0	80	16	3.2	0.64	0.128	0.0256	0.00512
5	0	0	0	0	0	80	16	3.2	0.64	0.128	0.0256
6	0	0	0	0	0	0	80	16	3.2	0.64	0.128
7	0	0	0	0	0	0	0	80	16	3.2	0.64
8	0	0	0	0	0	0	0	0	80	16	3.2
9	0	0	0	0	0	0	0	0	0	80	16
10	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	80





○試験片と実験内容

短冊形試験片

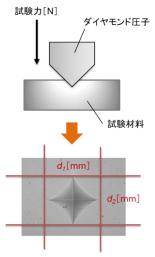
・バージン品:RC00

· 1 0 %混合: RC10

· 2 0 %混合: RC20

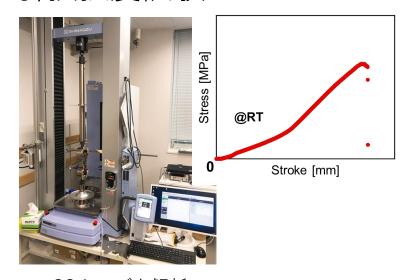
マイクロビッカース硬度試験





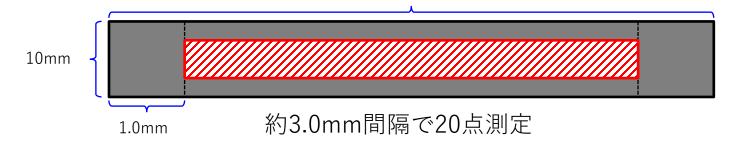
▶ ダイヤモンド圧子を押し込み、 試料表面に生じた四角形の圧痕の 対角線長さから硬さを算出する手法

引張強度試験



➤ SSカーブを解析 弾性率 破断エネルギーなど

○マイクロビッカース硬度試験



装置

マイクロビッカース硬度計 HMV-G31(島津製作所)

測定条件

窪みがない面

試験力 0.05kgf(490.3mN)

保持時間 10秒

長軸方向に伸びる筋状の模様が試料表面に見られたため、

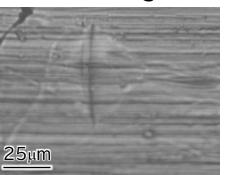
試料を45°傾けて、硬度測定を行った。

●硬度試験の条件設定

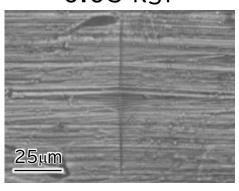
試験力

圧痕

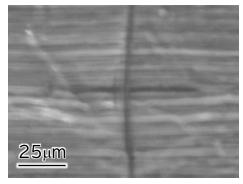
0.025 kgf



0.05 kgf



0.1 kgf



試験力0.1 k g f 以上では圧痕が大きく、

顕微鏡で圧痕全体を観察することができないため、

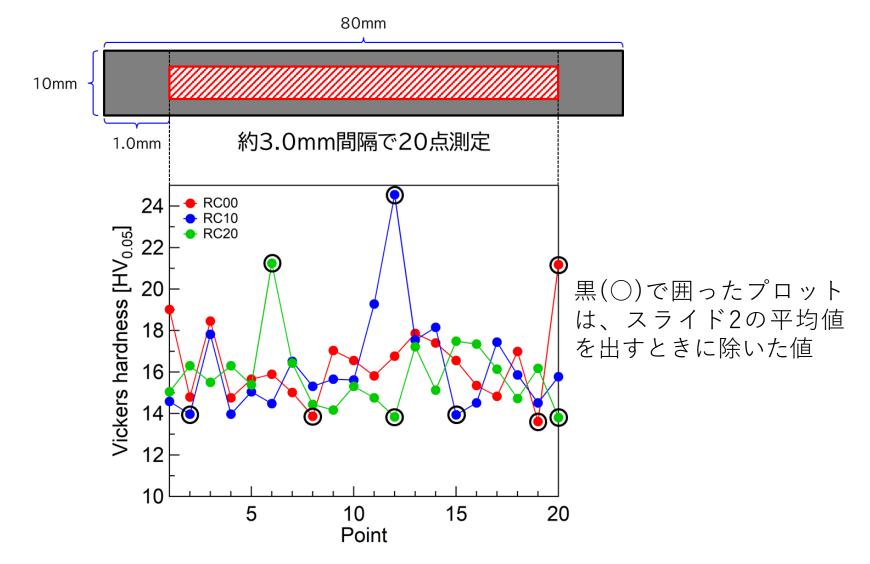
硬さを見積もることができなかった。

そのため、試験力を0.05kgfに決定した。

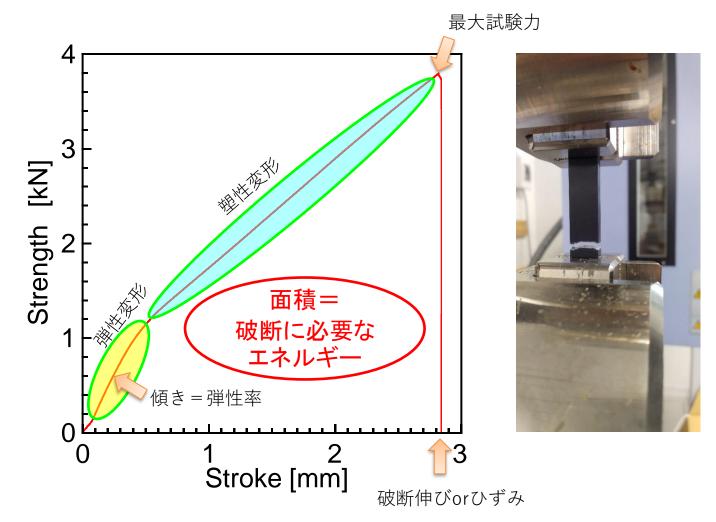
○硬度試験の結果

サンプル	RC00	RC10	RC20	
ビッカース硬さ [HV0.05]	16.4	16.0	15.8	
標準偏差	1.3	1.5	1.0	
変動係数	0.079	0.096	0.065	
圧痕	<u>25μm</u>	<u>25μm</u>	<u>25μm</u>	

○測定位置依存性(n=1のデータなので参考まで)



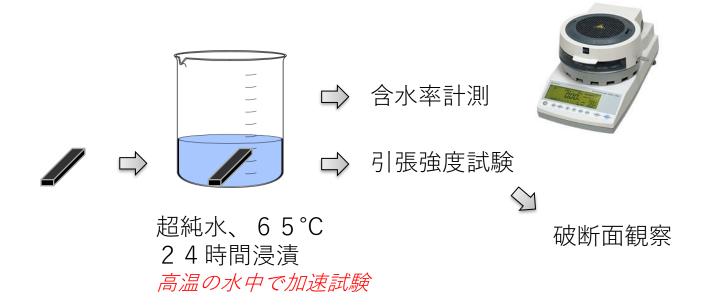
乾燥状態、室温で計測(引張速度1mm/min)



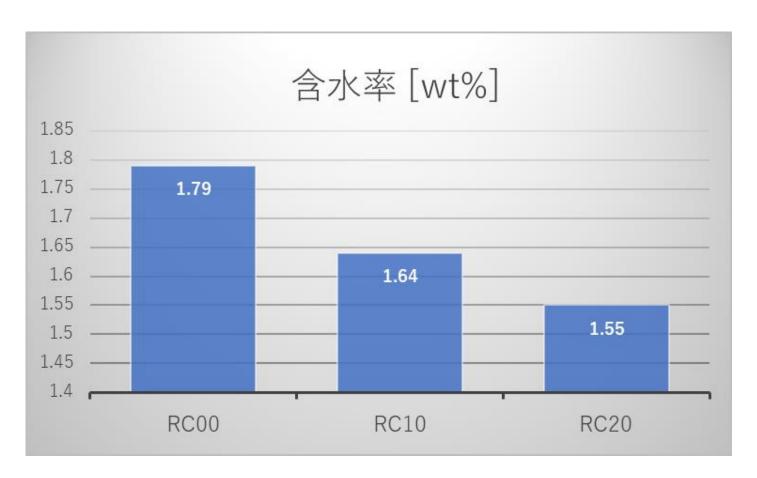
乾燥状態、室温で計測(引張速度1mm/min)

		弾性率 [GPa]	最大試験力 [kN]	破断エネルギー [J]	破断(伸び) [mm]	破断(ひずみ) [%]
	平均値	2.052	3.722	6.309	2.976	9.919
RC00	標準偏差	0.152	0.124	0.259	0.126	0.421
	レンジ値	0.270	0.218	0.464	0.251	0.835
	平均値	2.088	3.657	5.869	2.823	9.412
RC10	標準偏差	0.082	0.137	0.555	0.194	0.645
	レンジ値	0.149	0.267	1.110	0.385	1.283
	平均値	2.050	3.753	6.365	2.998	9.993
RC20	標準偏差	0.053	0.279	1.132	0.301	1.003
	レンジ値	0.106	0.517	2.085	0.571	1.905

○試験片の膨潤(含水率)評価(水分計MOC-120H)



○試験片の膨潤(含水率)評価(水分計MOC-120H)

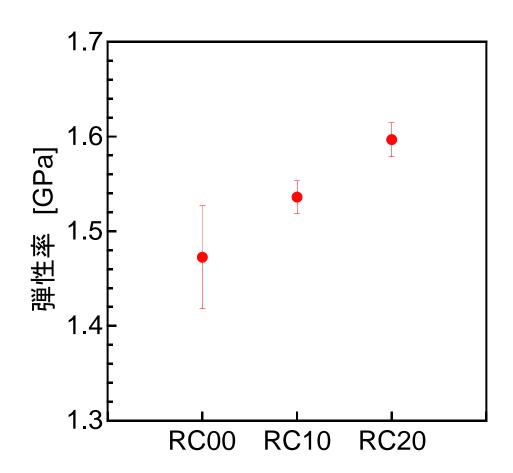


リサイクル材含有率が増加するほど含水率が低下 ⇒高機能化=アップサイクル

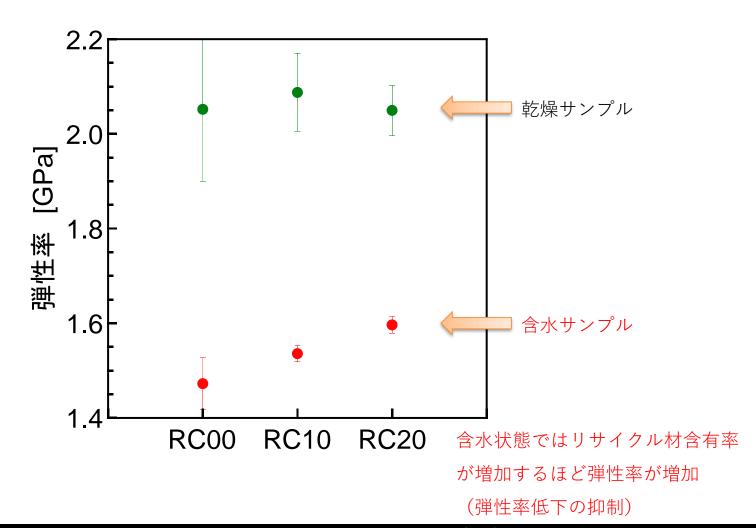
含水状態 (65°Cの水中に24時間浸漬)、室温で計測(引張速度1mm/min)

		弾性率 [GPa]	最大試験力 [kN]	破断エネルギー [J]	破断(伸び) [mm]	破断(ひずみ) [%]
RC00wet	平均値	1.473	2.484	4.589	2.936	9.787
	標準偏差	0.055	0.101	0.243	0.049	0.162
	レンジ値	0.109	0.196	0.466	0.091	0.302
RC10wet	平均値	1.536	2.490	4.270	2.753	9.176
	標準偏差	0.018	0.031	0.013	0.025	0.083
	レンジ値	0.033	0.057	0.025	0.049	0.163
RC20wet	平均値	1.597	2.602	4.755	2.918	9.727
	標準偏差	0.018	0.033	0.283	0.136	0.452
	レンジ値	0.032	0.066	0.533	0.248	0.826

~弾性率のリサイクル含有率依存性~



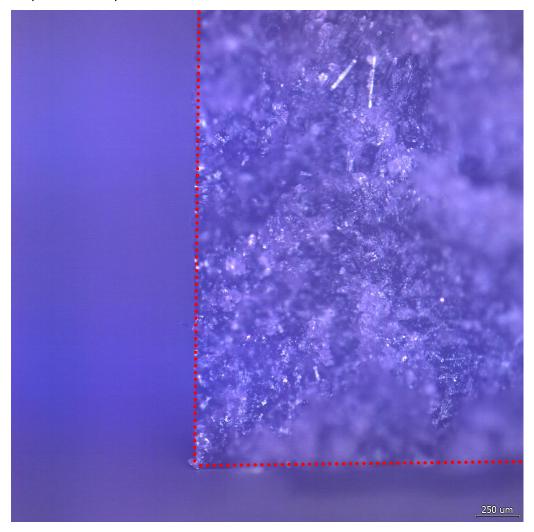
~弾性率のリサイクル含有率依存性~



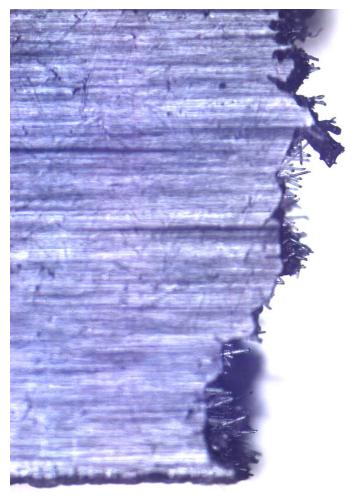
○破断面観察(RC00)



○破断面観察(RC00)

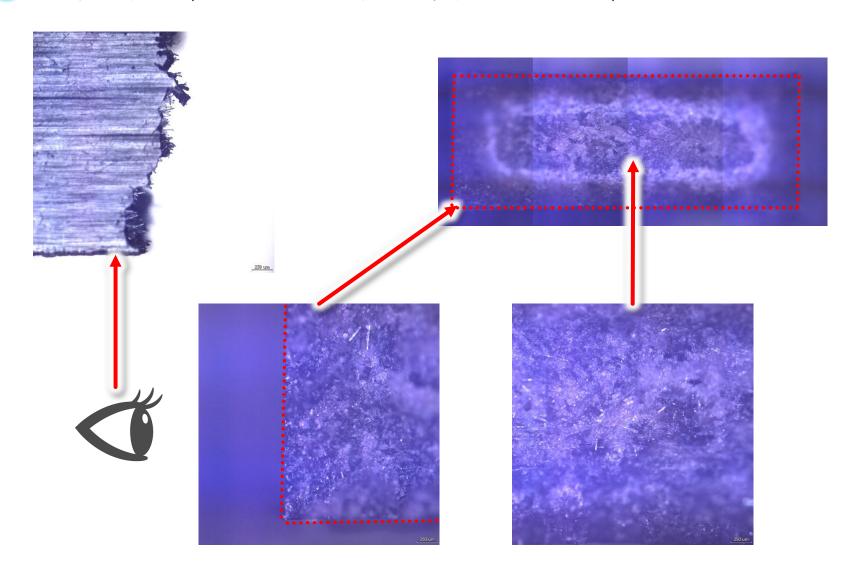


○破断面観察(RC00)

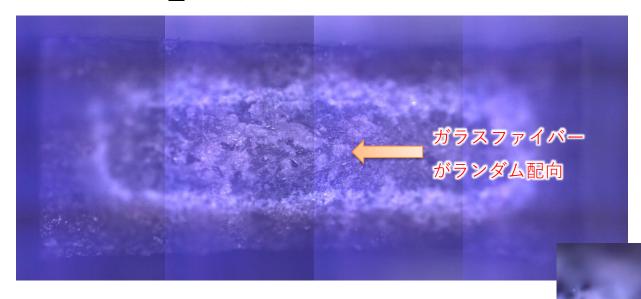


250 um

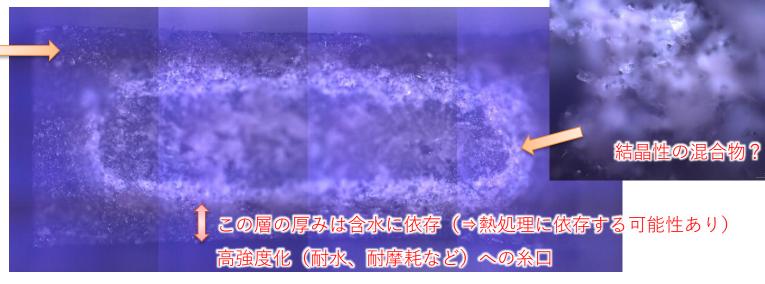
○破断面観察(リサイクル含有率依存性無し)



○破断面観察(RC10_wet)



ガラスファイバー が面に沿って配向



樹脂の高度循環による低コスト化と 品質・材料特性に関する調査研究

低コスト化:試算をお願いしたい

材料品質:バージン品と同等

材料特性:耐水性(低含水)の向上

⇒弾性率の改善

- ▶ 耐摩耗性の評価(摩擦・摩耗試験)
- ➢ 結晶性の評価(X線回折測定)

9 産業と技術革新の 基盤をつくろう



産業と技術革新の基盤をつくろう

2030年までに国内における新しいリサイクル技術の発展に挑む為に、新技術を積極的に取り入れ効率的で持続可能な技術開発を行い、廃プラスチックを中心とした環境問題に取り組む。

12 つくる責任 つかう責任



つくる責任 つかう責任

リサイクル率の大幅な向上に向けて、グループ企業内の 製品に対し、ステークホルダー企業と製造工程から一緒 に考える事が出来る環境作りを目指す。

17 パートナーシップで 目標を達成しよう



パートナーシップで目標を達成しよう

グループ内製品によるリサイクルだけでなく、原材料の供給元および製品の納入先の企業とともに、国内外を問わずリサイクル業界発展の為の持続可能なビジネスを展開できる体制を整備する。

プラスチック有効利用高度化事業

令和2年度概算要求額 18.3億円 (新規)

事業の内容

事業目的·概要

- プラスチックはその高い機能性から、社会生活の様々な場面で利用が 急速に進んだ素材です。しかし、需要増大に伴い、原料調達、製造、 加工及び廃棄処理の過程でのエネルギー消費、CO₂排出の増大や、 プラスチックごみによる海洋汚染が社会課題となっています。
- 特に近年は、上記課題の解決がSDGs等に代表される持続性向上に 資するため、プラスチックのリサイクルの徹底・素材の転換を求める機運 が高まっていることから、こうした対策を進めていく好機にあります。
- ●本事業ではこうした機運を捉え、回収されたプラスチックを高度なリサイクルを促進する技術基盤構築を通してプラスチックごみの資源効率や資源価値を高めると共に、海洋生分解性プラスチックの市場拡大のため、海洋生分解性プラスチック導入・普及を促進するための基盤構築を行います。

成果目標

● 令和2年度から6年度までの事業であり、プラスチックの高度資源循環技術及び植物由来の海洋生分解性プラスチックの社会実装・促進により、2030年までに690万CO₂トン/年の削減を目指すと共に、2020年代初頭には海洋生分解性プラスチックに係るISOへの提案を目指します。

条件(対象者、対象行為、補助率等)

交付金

NEDO

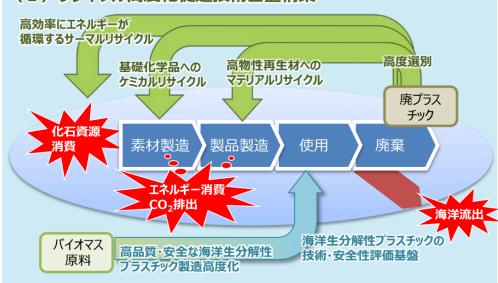


委託

国研、大学、企業等

事業イメージ

(1) リサイクル高度化促進技術基盤構築



(2) 海洋生分解性プラスチック技術開発基盤構築

(1) リサイクル高度化促進技術開発基盤構築

- 様々な廃プラスチックを汚れや複合品などの品質に応じて最適に循環させ、省エネルギー・ CO₂排出抑制を実現するための、高度選別・高物性材料再生・基礎化学品化・高効率エネルギー循環などの基盤技術を開発。
- 資源循環に関する知見・ノウハウの集約・提供、開発環境整備、人材育成を促進。

(2) 海洋生分解性プラスチック技術開発基盤構築

海洋生分解性プラスチックの海洋での生分解機構の解明を通し、技術・安全性の評価手法確立と国際標準化に加え、革新的な技術・新素材の開発を行い、知見・ノウハウの蓄積・提供、人材育成を通して技術開発基盤を構築。



中川電化産業株式会社との共同研究で目指すプラスチックの高度循環(リサイクル)は、キレイな(化学劣化していない)材料を用いて、混合することで性能が向上するアップグレードに挑戦して、社会のニーズに応える製品開発・材料設計を行う。

資源を無駄にしない<u>次世代リサイクル</u>を推進、 原材料の再生による工場内ゼロエミッション と高機能化に繋がるアップグレードサイクル を実現する。

共同研究に関するお願い

現在のテーマ:

「樹脂の高度循環による低コスト化と品質・材料特性に関する調査研究」を2021年5月31日まで延長

新テーマ:

「樹脂のアップグレードサイクルによる低コスト化と 品質・機能向上に関する調査研究」を 2021年6月1日から新規契約

<内容>

熱処理による結晶化制御 リサイクル量と機械特性の評価 射出成型温度・時間による材料強度と耐水性の検討 その他「樹脂材料の技術相談」

展望





アップグレードサイクルによる高機能化

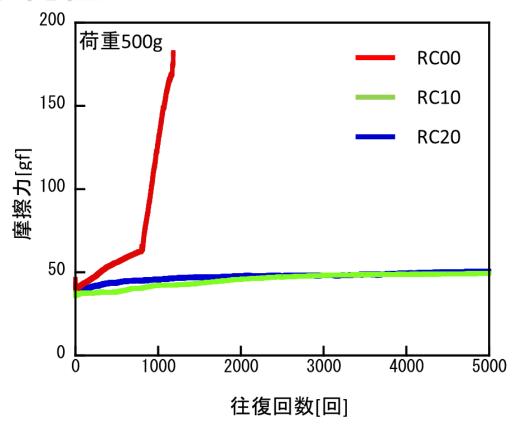
精密構造解析・物性物理学的アプローチによる性能向上

日時:2021年8月31日

内容:進捗報告

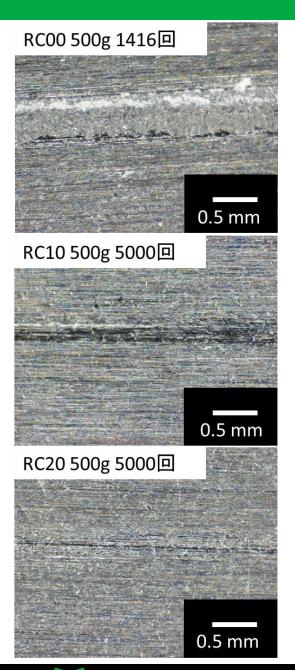
2021年4月~5月の追加実験の結果

耐摩耗性

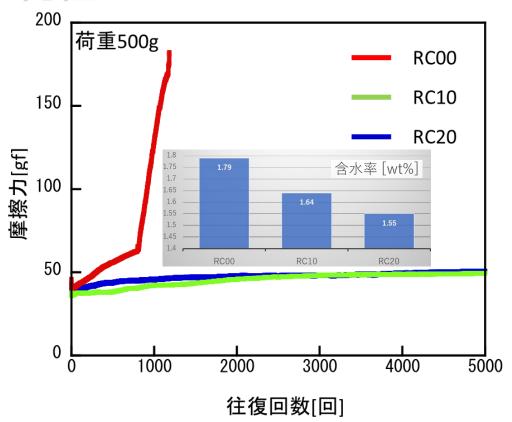


摩擦摩耗試験・摩耗痕観察の結果、 バージン品(RC00)と比較して、 再生材添加品(RC10, RC20)の耐摩耗性が、 飛躍的に向上している。

↑含水実験・弾性率計測の結果とも対応している

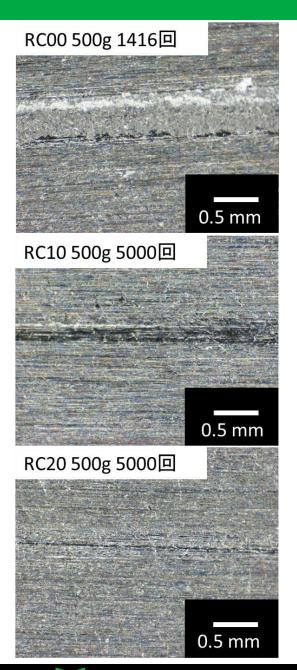


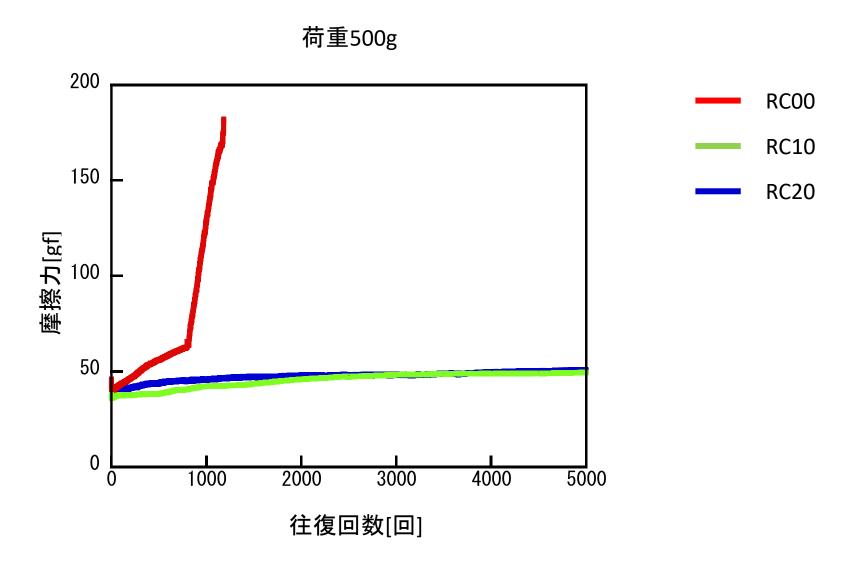
耐摩耗性

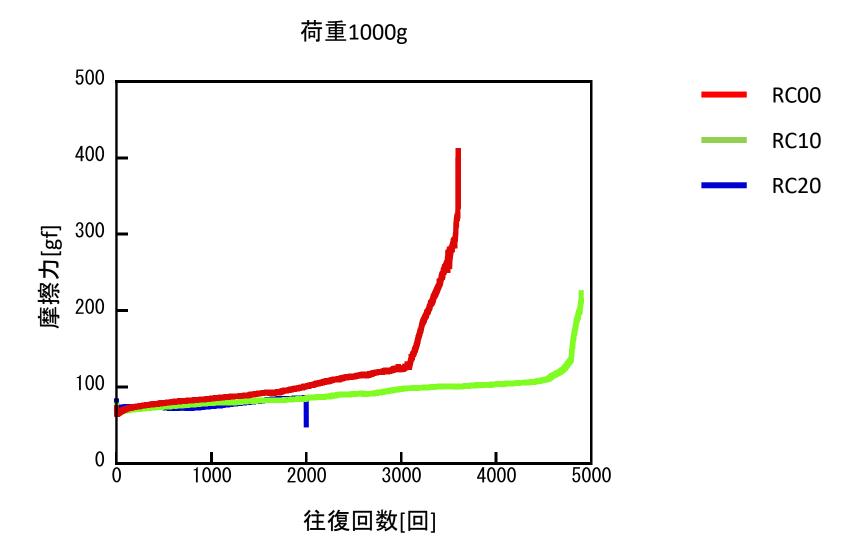


摩擦摩耗試験・摩耗痕観察の結果、 バージン品(RC00)と比較して、 再生材添加品(RC10, RC20)の耐摩耗性が、 飛躍的に向上している。

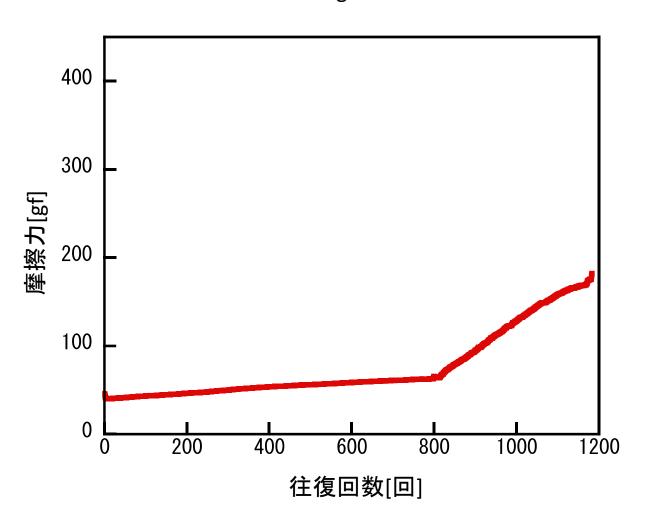
↑含水実験・弾性率計測の結果とも対応している



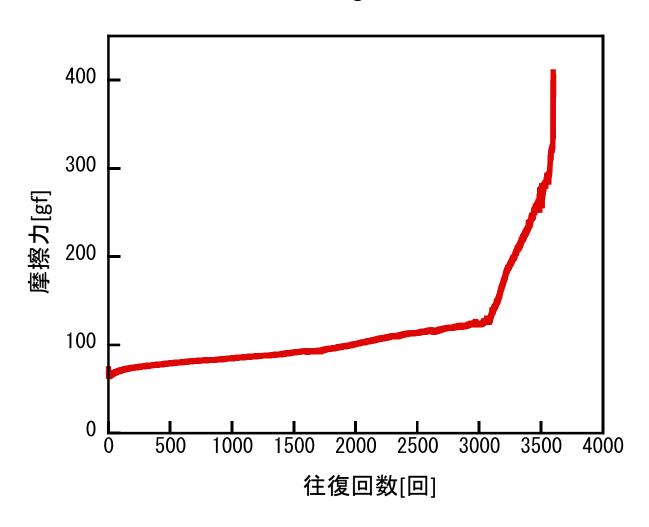


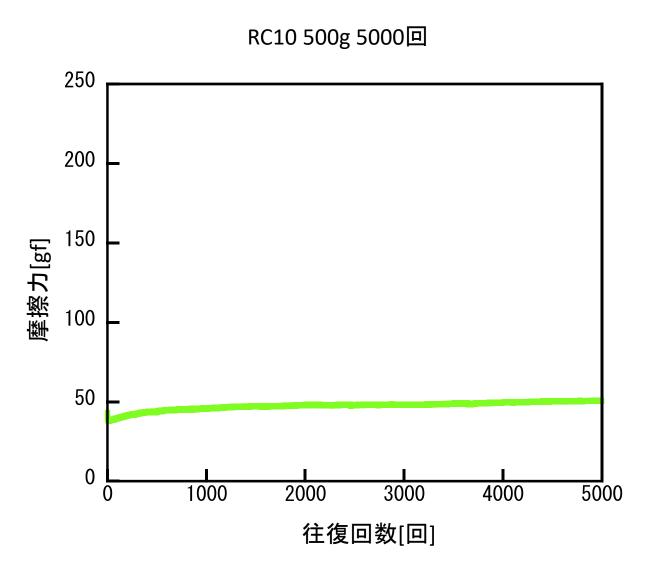


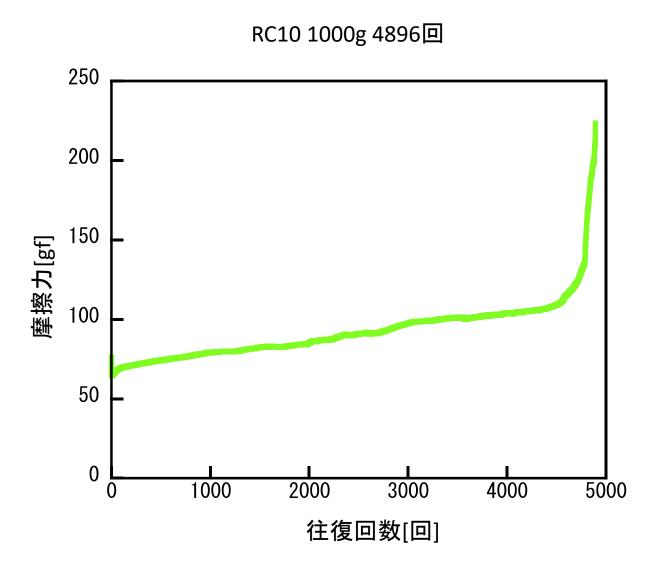
RC00 500g 1184回

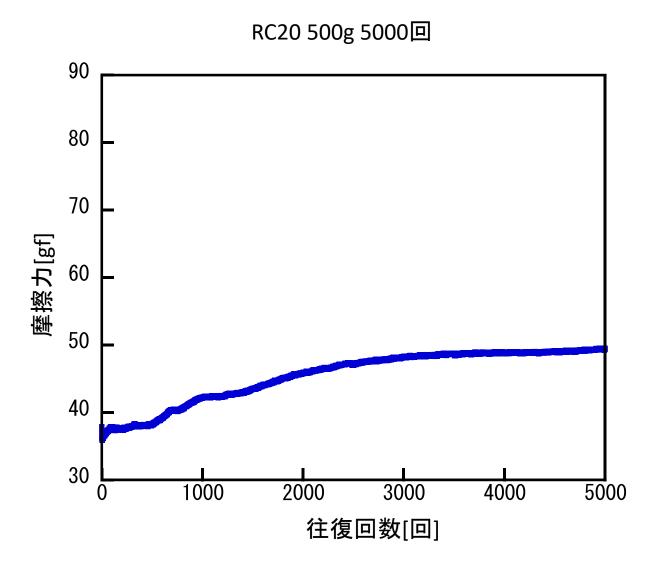


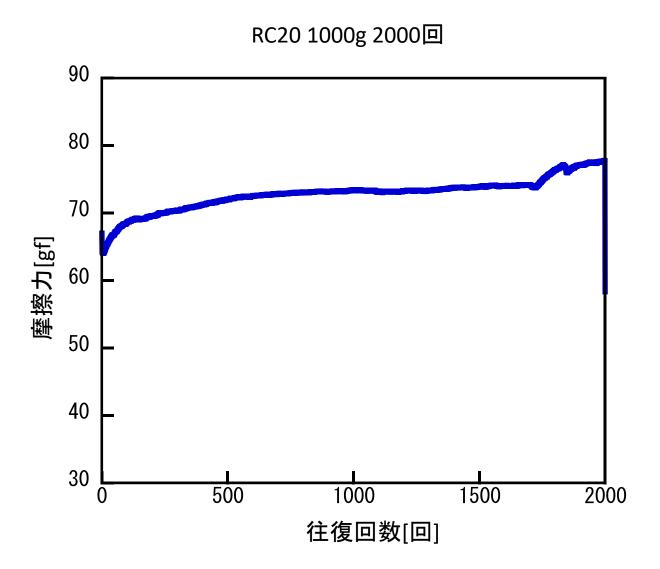
RC00 1000g 3603回

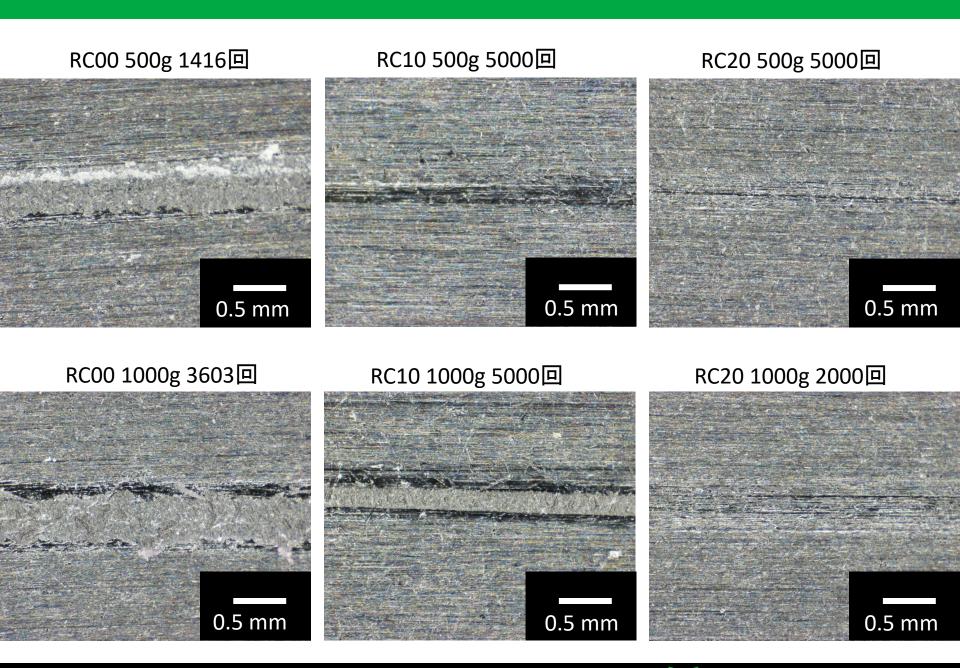






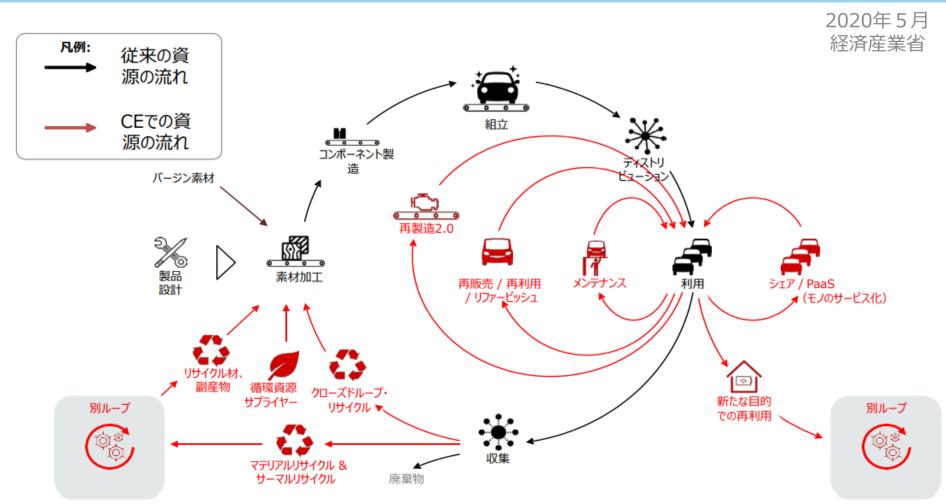






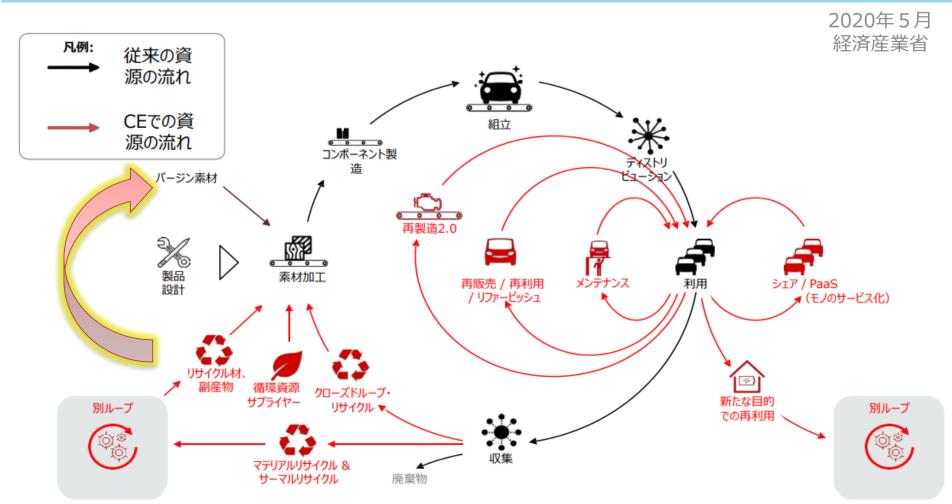
循環経済とは

- 線形経済:大量生産・大量消費・大量廃棄の一方通行※の経済
 - ※調達、生産、消費、廃棄といった流れが一方向の経済システム('take-make-consume-throw away' pattern)
- 循環経済:あらゆる段階で資源の効率的・循環的な利用を図りつつ、付加価値の最大化を図る経済



循環経済とは

- 線形経済:大量生産・大量消費・大量廃棄の一方通行※の経済
 - ※調達、生産、消費、廃棄といった流れが一方向の経済システム('take-make-consume-throw away' pattern)
- 循環経済:あらゆる段階で資源の効率的・循環的な利用を図りつつ、付加価値の最大化を図る経済



日時:2021年8月31日

内容:共同研究について

日時:2021年8月24日(追加)

『共同研究のお願い』(期間を9月からにしました)とと 『中小企業との共同研究スタートアップ促進事業申請書』 について

共同研究に関するお願い

現在のテーマ:

「樹脂の高度循環による低コスト化と品質・材料特性に関する調査研究」を2021年5月31日まで延長→誠にありがとうございました。

新テーマ:

「樹脂のアップグレードサイクルによる低コスト化と 品質・機能向上に関する調査研究」を 2021年9月1日から新規契約

<内容>

熱処理による結晶化制御 リサイクル量と機械特性の評価 射出成型温度・時間による材料強度と耐水性の検討 その他「樹脂材料の技術相談」

添付ワードファイルあり

メールへの回答

> 2. 但し、再ペレット化の部分についてですが、弊社で再ペレット出来る設備(ペレタイザー)を所持しておらず新規購入には費用が掛かるために再ペレット化せずに行いたいのですが如何でしょうか?【粉砕→(乾燥)→成形】

再ペレット化せずに、従前の方法で十分にリサイクル効果を発揮すると予想。 【粉砕→(乾燥)→成形】で引き続きお願いします。

> 3. 今後の研究を進めるにあたり、弊社で試験片を作製して藤井先生に調査いただく流れになると思いますが、スケジュール、必要試験片、試験片作製の条件等をまとめて提示していただければと考えます。

試料のスケジュールは御社の繁忙期でないときで問題ございません。 (こちらでお預かりして、測定できるときに実験するイメージです。)

必要試験片: 各条件で20本くらい。

試験片作製条件:混合比率=0%, 10%, 20%, (不要部分の割合次第)

型の温度=低温,高温,(相談)

バージンペレットと各段階のランナーも少量頂けますか?

> 5. 樹脂材は前回と同様のPA(ガラス入り)で深堀を進めていただければと考えますが、進捗状況良く余裕があれば他の材料(PBT等)での試験もお願いしたいと思います。

よろしくお願いします。 色んな材料で出来ることは可能性を示すために重要かと存じます。 リサイクルの効果も素材(素材の基礎物性)に依存する可能性もあると思いますの で、最適解が異なることも予想されます。 日時:2022年10月12日

内容:報告・まとめ・今後について

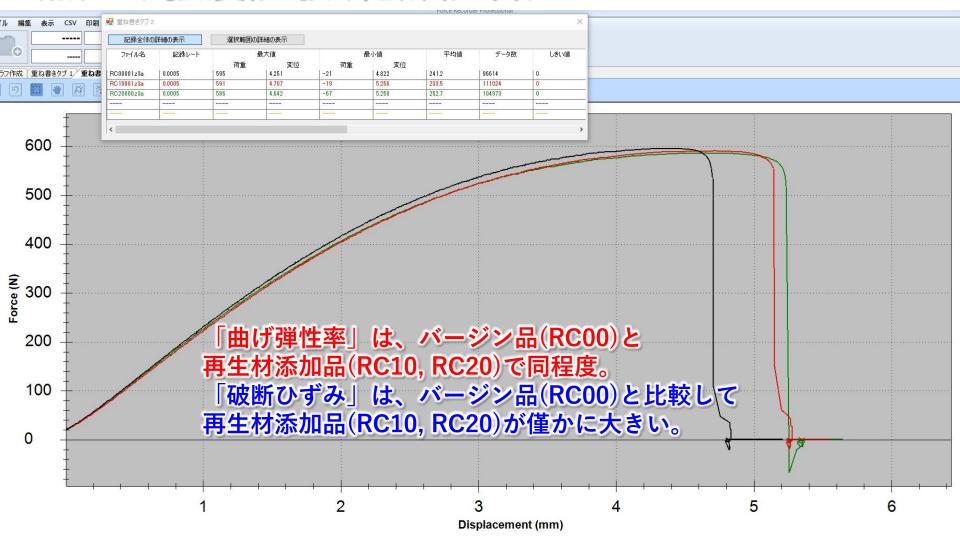
- -9月の報告内容
- ・まとめ
- 共同研究の継続の方向性

日時:2022年8月24日

内容:まとめ・報告

- ・曲げ強度試験(3点曲げ)
- ·結晶性試験(X線回折測定)
- ・まとめ
- 今後について

3点曲げ強度試験(乾燥試料)



↑引張試験から得られた結果と同じ傾向を示している。

X線回折測定に基づく結晶性の評価

試料 (RCシリーズ)
Rigaku
fill the state of the s

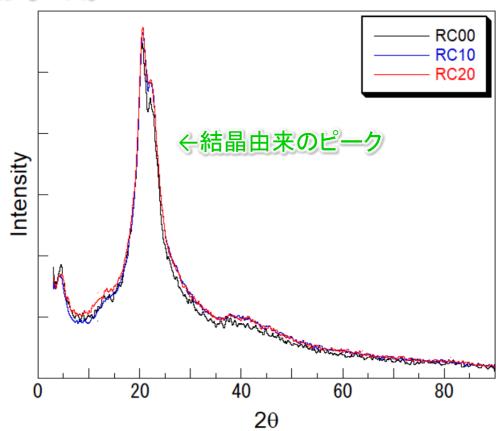
く測定条件> スキャンモード 20/0

X-ray: CuKα

40kV/30mA, 波長 $\lambda = 1.541 \, \text{Å}$

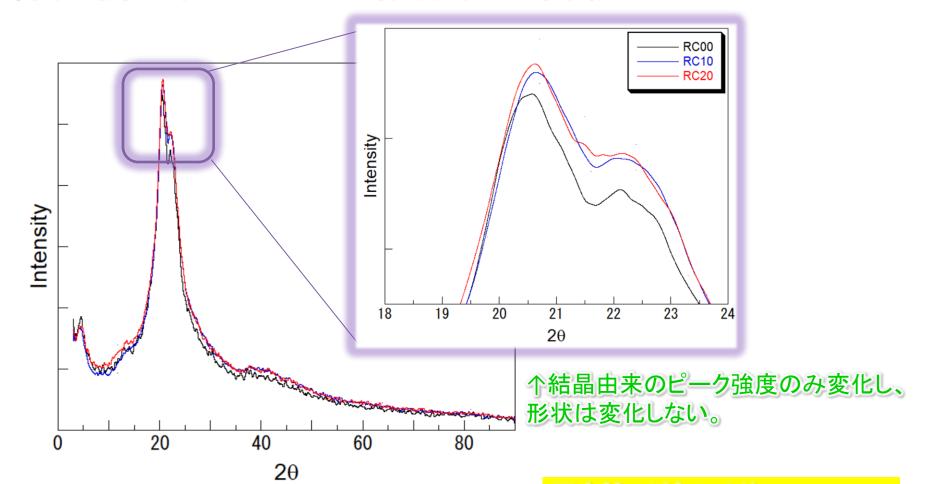
入射角度 $\theta = 3 \sim 90^{\circ}$

角度分解: 0.02°



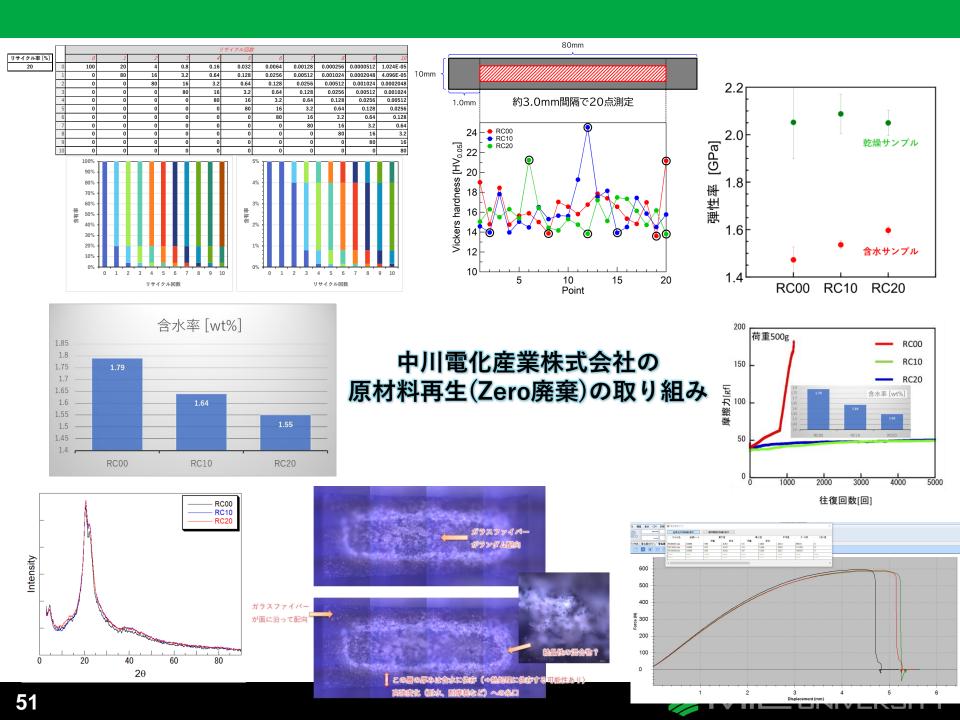
バージン品(RC00)と比較して、 再生材添加品(RC10, RC20)で結晶ピークが増大。

X線回折測定に基づく結晶性の評価



バージン品(RC00)と比較して、 再生材添加品(RC10, RC20)で結晶ピークが増大。

再生材の添加により、 結晶化度が上昇(熱処理の効果)



まとめ

- ○リサイクルによる初期材料の含有率計算 再生材添加20%の場合でも再生回数による影響は少ない。
- ○マイクロビッカース硬度試験 ビッカース硬度に再生材添加は影響を及ぼさない。
- ○引張強度試験(乾燥状態) *弾性率および破断強度・ひずみに再生材添加は影響を及ぼさない。*
- ○吸水量評価(含水率) *再生材添加量が増加するほど含水率は低下する。*
- ○引張強度試験(含水状態) *再生材添加量が増加するほど弾性率が増大(弾性率低下を抑制)する。*
- ○破断面観察 マクロな破断面に再生材添加は影響しない。

まとめ

- ○摩擦摩耗試験・摩耗痕観察再生材添加品の耐摩耗性が飛躍的に向上。
- ○曲げ強度試験曲げ弾性率に再生材添加は影響しない。
- ○X線構造解析(結晶性の評価) *再生材添加により結晶化度が増加。*

性能改善・向上は、再生材の 熱処理過程における構造変化 に由来している。

一般的に言われている劣化は 起きないが、射出成型過程 (温度&時間)によって変化 する可能性がある。

再生材添加による樹脂の品質・機能

(結晶構造は維持)

劣化

なし

保持

表面硬度 引張・曲げ弾性率 破壊強度・ひずみ 微視的な破断面 改善

耐水性 引張弾性(吸湿状態) 耐摩耗性 結晶性

再生材添加による品質・機能の劣化は観られず、 耐水性や耐摩耗性などの性能が向上(アップグレード)した。

前回議論した内容

検討可能です。

> 2. 但し、再ペレット化の部分についてですが、弊社で再ペレット出来る設備(ペレタイザー)を所持しておらず新規購入には費用が掛かるために再ペレット化せずに行いたいのですが如何でしょうか?【粉砕→(乾燥)→成形】

再ペレット化せずに、従前の方法で十分にリサイクル効果を発揮すると予想。 【粉砕→(乾燥)→成形】で引き続きお願いします。

> 3. 今後の研究を進めるにあたり、弊社で試験片を作製して藤井先生に調査いただく流れになると思いますが、スケジュール、必要試験片、試験片作製の条件等をまとめて提示していただければと考えます。

試料のスケジュールは御社の繁忙期でないときで問題ございません。 (こちらでお預かりして、測定できるときに実験するイメージです。)

必要試験片: 各条件で20本くらい。

試験片作製条件:混合比率=0%, 10%, 20%, (不要部分の割合次第)

型の温度=低温,高温,(相談)

前回議論した内容 検討可能です。

> 5. 樹脂材は前回と同様のPA(ガラス入り)で深堀を進めていただければと考えますが、進捗状況良く余裕があれば他の材料(PBT等)での試験もお願いしたいと思います。

よろしくお願いします。

毎んた材料で出来ることは可能性を示

色んな材料で出来ることは可能性を示すために重要かと存じます。 リサイクルの効果も素材(素材の基礎物性)に依存する可能性もあると思いますの で、最適解が異なることも予想されます。

中川電化産業株式会社の目指すプラスチックの高度循環は、 キレイな(<u>化学劣化していない</u>)材料を再生材として混合する ことで性能が向上しています。

社会のSDGsや環境への関心は極めて高いため、資源を無駄にしない次世代リサイクルを推進、原材料(ランナー)の再生による工場内ゼロエミッションと高機能・高性能化に繋がるアップグレードサイクルに取り組む価値は十分にあり、県内の多くの企業も御社をモデルケースにすると思われます。

共同研究について

継続テーマ:

「樹脂のアップグレードサイクルによる低コスト化と 品質・機能向上に関する調査研究」

2022年9月から(ご検討頂いた後、書類上)

<内容>

- ◆ これまでの検討から、再生材添加品の性能は、射出成型温度・時間に 依存することが予想されるため、成形条件ごとの品質試験。
- ◆ その他材料(PBT等)での評価。
- ◆ 樹脂材料に関する継続的な技術相談。

引き続き、御社を中心にして樹脂材料の諸問題について、東海地区の企業様と共同研究を展開させて頂けますと幸甚です。

日時:2022年9月21日

次の段階の共同研究の流れ



2 別原材料の リサイクル

必要とされる性能・品質検査 構造・物性を評価し、 リサイクル品としての基準を検討 安定・安心な製品製造

3 その他、材料に 関する技術相談

<2022/10/12の研究打ち合わせ後>

共同研究について

継続テーマ:

「樹脂のアップグレードサイクルによる低コスト化と 品質・機能向上に関する調査研究」

2022年9月から(三重大の事務から依頼)

追加について

外部アドバイザーの可能性:

実質的な研究費の維持と連続性を高めるために、大学教員が アドバイザーとして報酬を得ることが可能かどうか調べる。

今後の内容

PA(ガラス入り)での材料試験の結果に基づき、 他の材料(PBT等)での試験を実施する。

- ・管理の容易さからバージン材が安心
- ・今回のPBT中の再生材の最大導入率は50%
- ・実際のランナーの排出量を考慮すると35%が最適値
- ・最終締め切り2023年8月、その前に早めに結果報告
- ・不定期な経過報告
- *注意すべき点*
- ・ガラスファイバーの切断の影響
- ・熱履歴の効果
- <その他>
- ・中川電化産業株式会社の「Zero廃棄」への取り組みについて
 - >新聞、論文で発信
 - >分子素材工学セミナーでも紹介

新しい試料

10月28日拝受 (不在のため自分で確認できておらず、申し訳ございません。)

<使用樹脂材>

三菱エンジニアリングプラスチック(株)

製品名:NOVADURAN ノバデュラン PBT

グレード:5010GN2-30X2

<成形時の設定>

金型温調機:80°C設定

加熱筒ノズル〜後部:255、260、255、250、240°C

<試験片>

新材、35%、50%の3種類を各30本ずつ

新 材: PBT00RC 3 5 %: PBT35RC 5 0 %: PBT50RC

(仮呼称)

資源循環のメモ

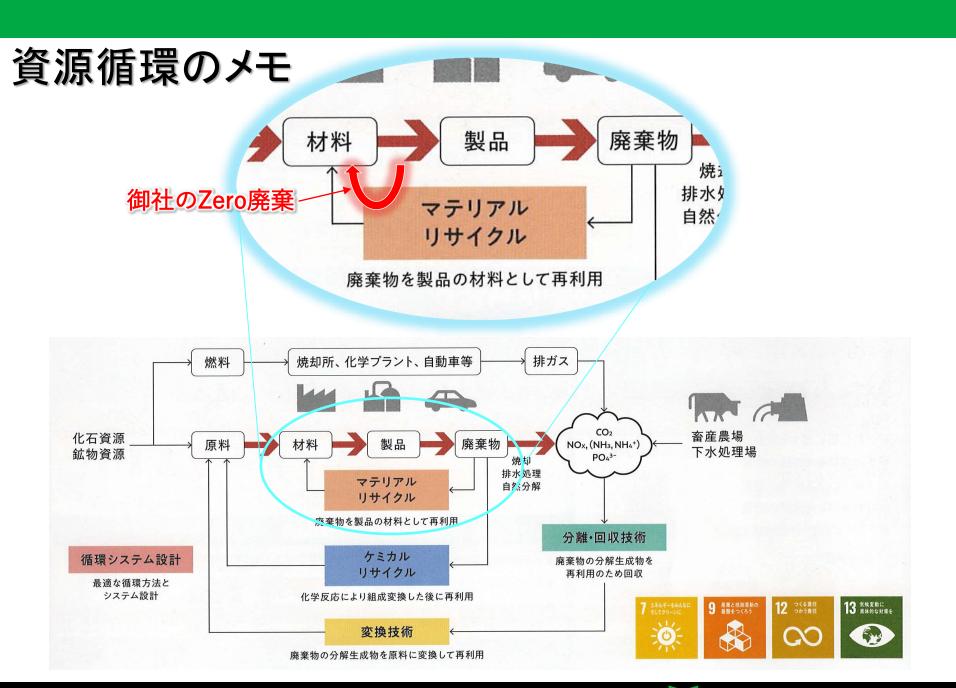
<中川電化産業株式会社の「Zero廃棄」の取り組みの位置づけ> SDGsにつながるカーボンニュートラルの一環 プラスチックの資源循環(3R+Renewable)の促進に貢献

リサイクルについての消費者マインドを心配していましたが、 現在では「プラスチックに係る資源循環の促進等に関する法律」により 社会体制の強化が先行し、義務化の流れが形成されている。

「3つのリサイクル」(有効利用廃プラ86%、未利用廃プラ14%)

- ・マテリアルリサイクル(21%) *再生利用*
- ・ケミカルリサイクル(3%) *原料&モノマー化*
- ・サーマルリサイクル(62%) *燃料化&エネルギー回収*

中川電化産業株式会社のZero廃棄は、マテリアルリサイクルの枠組み(特に、工場内リサイクルで極めてキレイなピュアリサイクル)



資源循環のメモ

- < 「**グリーンウォッシュ**」への対策(これから重要になると思われます)> 環境に配慮した、または、エコなイメージを連想させる「グリーン」と、 ごまかしや上辺だけという意味の「ホワイトウォッシュ」を組み合わせた造語。
 - ⇒環境に配慮しているように見せかけて、実態はそうではなく、 環境意識の高い消費者に誤解を与えるようなことを指す。
 - ⇒企業の意図しない、見落としがちな"非エコ"も対象とされることがある

例えば、リサイクルを実現するために用いた再生材をエネルギーをかけて生産、あるいは、再生ペレットの輸送にかかるコスト(CO_2 排出)を試算した場合に、トータルで CO_2 排出量が減っていない。ことや、企業として環境配慮を目的として、リサイクル業者に買い取ってもらった素材が非エコな事に使用され場合に、排出者としての責任を問題視される事案も増えてきています。

御社のZero廃棄の取り組みの強み:

- 1. 工場内でリサイクルが完結しているため材料の素性が明確(混ざりものZero)
- 2. 回収や輸送で消費するエネルギーが不要(余剰な負荷Zero)
- 3. 捨てるランナーの削減(廃プラスチックZero)

脱炭素への取り組みでは、トータルシステムとして環境配慮が必要とされていて、 大きな循環ではないが、社内の小さな循環であるため、情報開示にも対応可能。