

化学合成系生分解性プラスチックのコンパウンド化による 新規生分解性樹脂原料の開発

ICETT - 岡崎研究室 (ダイトーエムイー株)

主任研究者 日比野 猛

研究員 松岡 清司、竹中 誠吾
服部 忠史、有馬 南水

研究補助員 中野 純

作業員 山住小百合

開発期間：2002～2004年度

要約

近年、地球環境保全等の見地から生分解性プラスチックの実用化が期待されている。我が国のプラスチック総生産量は1,500万トン/年であり、生分解性プラスチックの市場規模はその10%、150万トン/年(2015年)と推測されている。しかし、実際に国内で生産された生分解性プラスチックは、現在約2,000トン/年にとどまっている。価格の問題も然る事乍ら、市場に出ている生分解性プラスチック原料は、従来のプラスチックと比較して加工性・機械的特性に劣っていることが、市場拡大を遅らせている原因の一つである。この問題を解決すべく、化学合成系の生分解性プラスチックを中心に、コンパウンド化することによって、加工性・機械的特性を向上させた新たな生分解性樹脂原料を開発する研究を行った。

1. 技術開発の目標

開発目標

インフレーション成型フィルム 成形厚 25 μ m において

(a) 引張強度 25Mpa 以上 (全方向)

(b) 引裂強度 80N/mm 以上 (全方向)

上記目標達成の為に、平成14年度は以下の(イ)～(八)の研究を実施した。

(イ) 第1段階として現在上市されている生分解性樹脂の公表データの収集、及び実測により機械的特性を把握する事を目標とした。単一原料では機械的特性のバランスが悪い生分解性樹脂が多く、基材となる原料又は改質原料として混合する樹脂を効率的に選定する為である。

特性把握の方法として、加工と特性の良否判別が容易な理由から、選定した生分解性樹脂をインフレーション成形でフィルムに加工し、その機械的特性を実測・評価した。

(ロ) 生分解性樹脂各単体の特性を把握した上で、基材となる樹脂及び改質樹脂を選定し、ドライブレンド方式(溶融又は溶剤の添加を伴わずに調整された自由流動性混合物)で混合し、成形、評価を行った。

(ハ) 混合物試作において目標値に近い配合を探し出し、新規開発設備の小型単軸混練押出機にてコンパウンド化した。これによりドライブレンド以上の機械的強度及び相溶化を目指す事を目標とした。また、押出機によるコンパウンド化には、軟化剤・熱安定剤・相溶促進剤等も効果的に使用する事が出来る。

2. 平成 14 年度実施内容及び結果

(1) ドライブレンド評価法

2 種類以上の生分解性樹脂をドライブレンドし、インフレーション成形機で加熱溶解、フィルム状に成形して機械的特性を調査した。

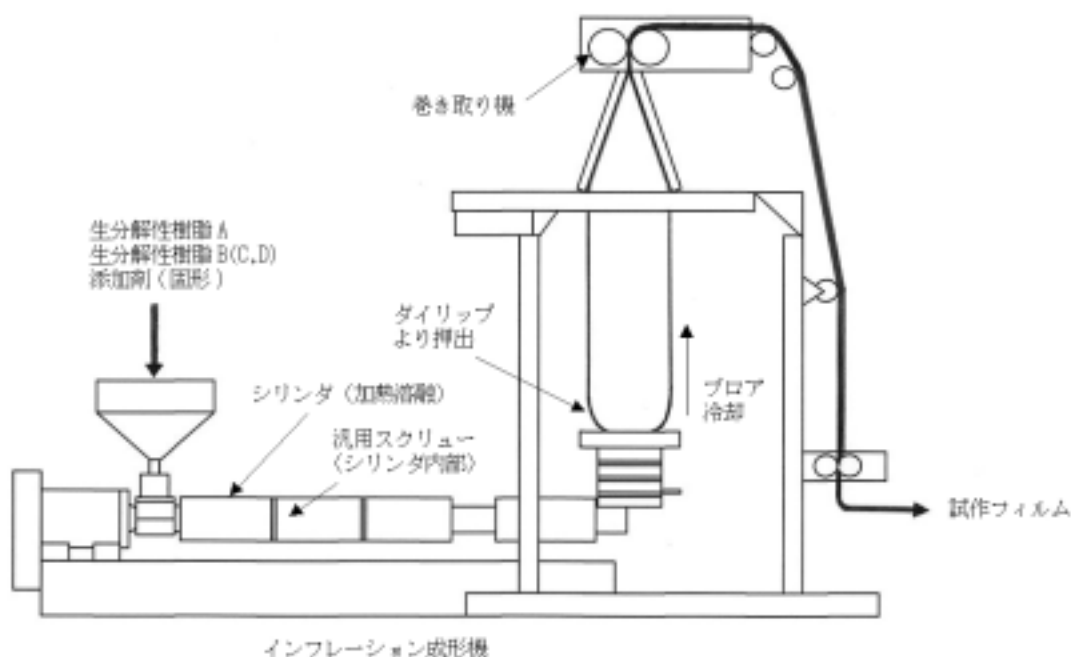


図1 ドライブレンド評価用成形機構成図

成形機のスクリュー回転数やシリンダ設定温度、冷却プロア周波数の設定は、使用原料の融点や流動性で条件が変わってくる為、試作混合物毎に可変させる。ダイリップより加熱して押出された原料の巻き取りをする、巻き取り機の回転数も原料の薄膜性に応じて速度を可変・調整した。

製作した試作フィルムは、引張り試験機で機械的強度を測定、評価した。また、機械的強度に優れた試作混合物のフィルムが成形できた際、その評価で粘着性があったり、成形安定性を欠く場合には、問題点に応じた添加剤を添加し、再成形・評価を行った。

(2) コンパウンド評価法

混合物試作で、機械的強度の目標値に近い特性を示す配合をベースに、ドライブレンド方式以上の機械的強度及び相溶化を目指し、新規開発の小型単軸混練押出機でコンパウンド化した。

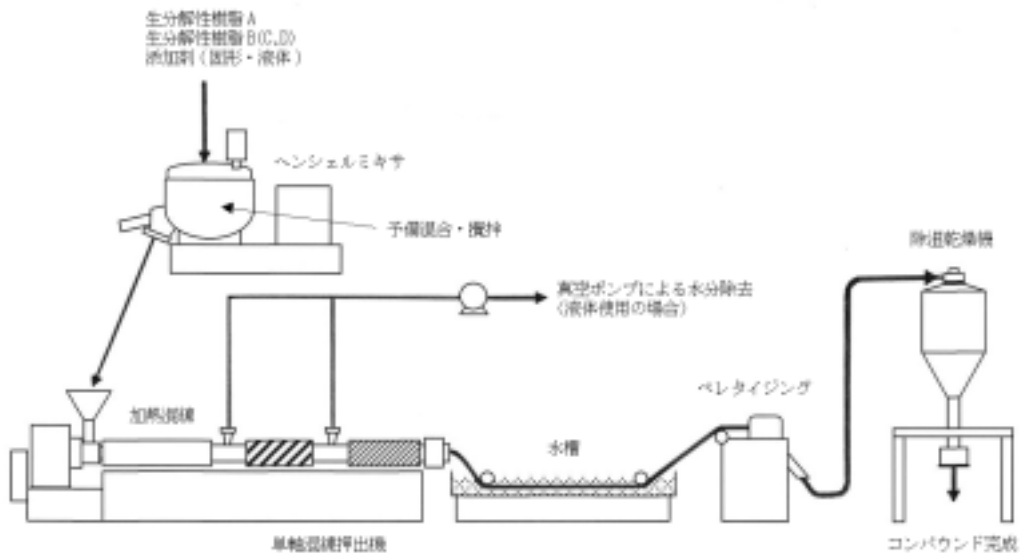


図2 コンパウンド製作用パイロットプラント構成図

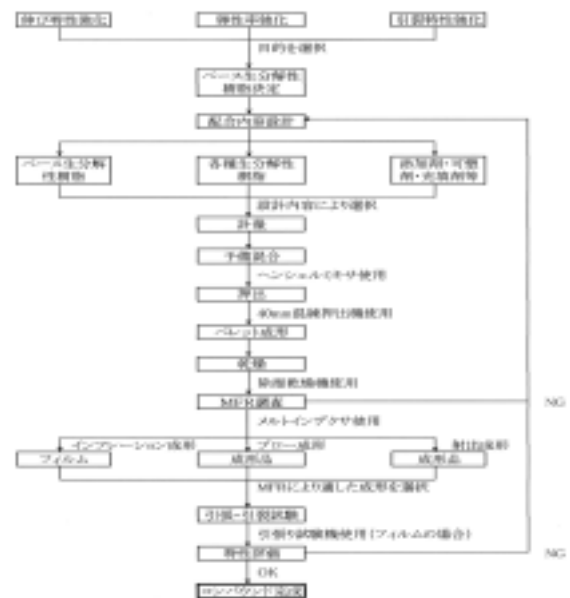
コンパウンド化の第1段階として、ヘンシェルミキサで予備混合を行う。均一なコンパウンドを製作する為には、加熱混練部への投入前に、原料が出来る限り均一に攪拌されている事が望ましい為である。液体の添加剤を混入する場合には、特に効果が高い。

次に、予備混合された原料を小型単軸混練押出機でコンパウンド化する。シリンダの設定温度、混練速度によって樹脂の均一性は変動する。液体の添加剤を使用した場合、水蒸気やその他の揮発成分が発生する際はベント孔より真空ポンプで除去する。これにより、コンパウンド内部からの気泡の発生及びストランド切れを防止する事が出来る。

冷却・ペレタイジング後、除湿乾燥機でコンパウンドに吸湿された水分を除去する。生分解性樹脂はその殆どが加水分解性である為、水分を吸湿したままでは分子量の低下を引き起こす。また、成形時に気泡の発生を起こす可能性がある。絶乾状態まで乾燥させて、評価を行った。

完成したペレット状の試作コンパウンドはメルトインデクサでMFRを測定する。測定数値が一定であれば、試作コンパウンドの相溶化が成功していると推測できる。MFRが判明する事により、その試作コンパウンドがどの成形方法に適しているかも判断出来る。

表1 コンパウンド評価法フローシート



(3) ドライブレンド評価法の結果と解析

配合毎の強度安定性が低いが、インフレーション成形時、最大値で下記の表の強度を示す配合を設計した。

	引張強度 (Mpa)	引裂強度 (N/mm)
縦	35.8	134.3
横	30.0	96.5

表2 引張試験結果(開発 No. ID - 004)

開発過程で、表2の数値以上の引張り強度を示す配合(開発 No. ID - 054)も設計したが、生分解性樹脂製フィルムの機械的強度で問題になっているのは主に引裂に対する強度不足であり、結果としては ID - 004 フィルムが引張・引裂ともにバランスが良く、汎用性の高いフィルムであると推測する。ドライブレンド評価法の測定値の為、同配合をコンパウンド化した場合は違った結果が出る可能性も残されている。

図3 - 1 引張強度比較

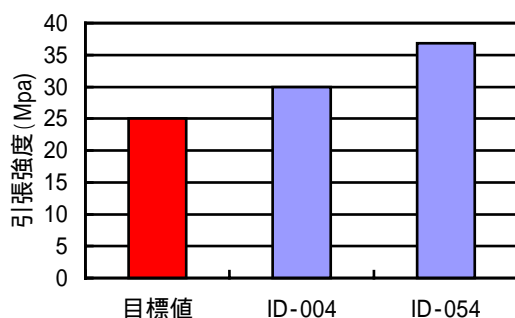
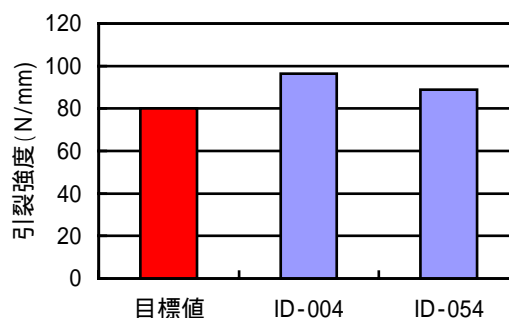


図3 - 2 引裂強度比較



(4) コンパウンド評価法による結果と解析

コンパウンドの試作は、1種類の配合の試作を行った。ドライブレンド評価法で安定した数値を示した ID-004 の配合のコンパウンド化を試みたが、稼動状態を安定させることが出来なかった。

最適な混練速度・原料供給速度の調整が不完全であり、原料が真空ポンプのベント孔より噴出してしまい、ベントアップ現象が起きてしまう。この現象を解決しなければ、液体添加物を混合する際、水分除去が不完全となる可能性がある。汎用の等間隔・低圧縮のスクリーであれば、原料の定量供給を行うことにより問題無く稼動するが、今回導入した小型単軸混練押出機のスクリーは混練及びせん断・圧縮を行う混練区間が2箇所設けてあり、ベント孔は各々の混練区間の開始点に設置してある。この混練区間の

抵抗が大きく、ベントアップ現象が起きてしまうのではないかと推測される。投入口側のベント孔はその点を考慮し、強制押込機を設置した為問題無いが、排出側のベント孔は噴出した原料を押し戻す機能を持たせていない。温度設定と原料供給速度を、より緻密に設定していくことで解決できると推測する。しかしその方法でベントアップ現象を解決できない場合は、スクリー構造の変更又は強制押込機の増設が必要と考えられる為、押出機の改造も今後の課題とする。

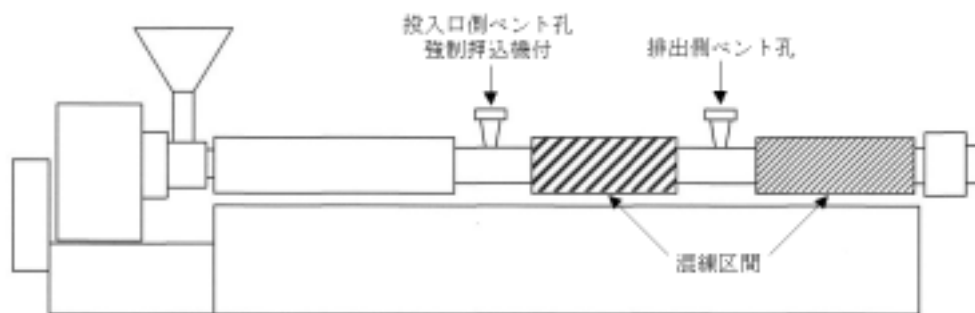


図4 小型単軸混練押出機構造図

(5) 平成14年度研究開発の成果

今回対象とした各生分解性樹脂の特性を把握し、まだ配合ごとの強度の安定性は低い
が、下記の当年度の目標値をドライブレンド評価法によって達成することが出来た。

インフレーション成型フィルム 成形厚 25 μm において

- (a) 引張強度 25Mpa (全方向)
- (b) 引裂強度 80N/mm (全方向)

インフレーション成型と平行して開発を進めたブロー成型は、開発に使用したブロー
成型機が汎用プラスチック用に最適化されていた事と、金型の冷却効率不足の問題によ
り、成形の出来具合は不十分であった。また、コンパウンド評価法も開発後半に計画・
実施したこともあり、十分な開発をするに至らなかった。

3. 今後の予定

最終目標である、インフレーション成形時、成形厚 25 μm において引張強度 30Mpa 以上、引裂強度 100N/mm 以上（全方向）の特性を持つ新規生分解性樹脂の開発を目指し、コンパウンド評価法を中心に開発を進めていく。コンパウンド評価法では、液体の添加剤を使用する為に小型単軸混練押出機のベントアップ現象の解決が必要と考えている。

コンパウンド化する生分解性樹脂は化学合成系の原料を中心に開発を進めていたが、ポリ乳酸（澱粉を乳酸に変性し、高分子化させた原料）に代表される天然物由来の生分解性樹脂も、コンパウンド化する事で扱い易くなる可能性がある事が今回の研究で判明した為、機械的強度の改質に有効であれば天然物由来の原料も研究開発対象にしていく。ポリ乳酸は単体では非常に扱いにくい樹脂だが、添加剤を使用することによって、扱いやすくなる可能性を秘めている。引張強度に関しては、化学合成系の生分解性樹脂よりも強靱であり、他の生分解性樹脂とコンパウンド化することで、より強靱でバランスの取れたフィルムを開発できるのではないかと推測される。従来の汎用プラスチックと同等の強度面、成形性を最終目標と想定する。また、ブロー成形や射出成形も開発原料の応用開発として取り組み、実用化を加速する研究開発を実施していく。