

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4955980号
(P4955980)

(45) 発行日 平成24年6月20日 (2012. 6. 20)

(24) 登録日 平成24年3月23日 (2012. 3. 23)

(51) Int. Cl.

F I

C O 8 J 3/22 (2006. 01)

C O 8 J 3/22

C O 8 J 3/12 (2006. 01)

C O 8 J 3/12 C E P Z

B 2 9 B 9/12 (2006. 01)

B 2 9 B 9/12 Z B P

B 2 9 B 7/92 (2006. 01)

B 2 9 B 7/92

B 2 9 K 1/00 (2006. 01)

B 2 9 K 1:00

請求項の数 1 (全 13 頁)

(21) 出願番号 特願2005-311978 (P2005-311978)
 (22) 出願日 平成17年10月26日 (2005. 10. 26)
 (65) 公開番号 特開2007-119559 (P2007-119559A)
 (43) 公開日 平成19年5月17日 (2007. 5. 17)
 審査請求日 平成20年7月3日 (2008. 7. 3)

(73) 特許権者 000005821
 パナソニック株式会社
 大阪府門真市大字門真1006番地
 (74) 代理人 100087767
 弁理士 西川 恵清
 (72) 発明者 菅原 亮
 大阪府門真市大字門真1048番地 松下
 電工株式会社内
 (72) 発明者 斉藤 英一郎
 大阪府門真市大字門真1048番地 松下
 電工株式会社内
 (72) 発明者 山口 裕
 大阪府門真市大字門真1048番地 松下
 電工株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 植物繊維樹脂複合組成物の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

植物から得られるリグノセルロース繊維であって、含水率が10～30％に調整されたものを圧縮して粒状化した植物繊維圧縮ペレットを準備し、この植物繊維圧縮ペレットと、ポリ乳酸を含む樹脂ペレットとを、リグノセルロース繊維の比率が10～80％であるように混合し、連続式混練機で混練して植物繊維樹脂複合組成物を得ることを特徴とする植物繊維樹脂複合組成物の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、植物繊維と他の物質とを混合するのに好適であると共に、燃料等としても使用できる植物繊維圧縮ペレットを用いて、一般成形品の材料として使用される、樹脂組成物中にリグノセルロース繊維を強化材として含有する植物繊維樹脂複合組成物を製造する方法に関するものである。

【背景技術】

【0002】

従来より、プラスチック分野において、塩化ビニルやポリプロピレンなどの樹脂と木粉とを複合させることが広く行われてきた。木粉は成形品を木質部材に近い風合いに変化させる目的で用いられる他、増量剤としても用いられている。

【0003】

木粉を樹脂に均一に混合するためには、木粉をできるだけ粉碎し、細かいメッシュを通過するものを用いることが行われている。粉碎前の木チップや木繊維を用いると、嵩が大きいと所定の量を含むことが難しく、また、連続式の混練機に定量的に供給することが難しく、大量生産するために木粉を用いている。

【0004】

一方、近年地球温暖化など、環境問題に対する関心が高まるにつれ、プラスチック分野に関しても石油由来の材料だけでなく、低エミッションかつカーボンニュートラルな植物由来成分の分解物を重合してなる樹脂に注目が集まってきている。中でも、植物由来成分の分解物の一種である乳酸を重合してなるポリ乳酸は、結晶性を有し、他の植物由来樹脂と比較して物性の高い樹脂の一つであり、大量生産も可能でコストも比較的低いために有用性が高い。

10

【0005】

しかし、ポリ乳酸は、結晶化速度が遅く、一般的な射出成形、押出成形では結晶化が徐々にしか進まないという難点があり、そして、後工程としての熱処理（アニール処理）を行い、結晶化を進行させても、既存の熱可塑性樹脂に比べると、耐熱性、機械的特性が低いために、広く普及するに至っていない。このため、既存の熱可塑性樹脂に比べて、耐熱性、機械的特性が同等以上の、ポリ乳酸を主成分とする組成物及びその成形品が求められていた。

【0006】

樹脂の耐熱性、機械的強度を向上させる手法として、従来ではガラス繊維などの無機繊維を添加するのが一般的であった。しかし、廃棄時に燃焼処理を行い熱エネルギーを回収するサーマルリサイクルを行う場合には、ガラス繊維が不燃物であるために、燃焼炉を傷めたり、燃焼効率が低くなるという問題があった。また、焼却後の残差が多くなるという問題点もあった。このため、樹脂にガラス繊維などの無機繊維を添加することが低エミッション性の面で有効ではない。

20

【0007】

また、ポリ乳酸以外の一般の樹脂についても、補強材としてガラス繊維を用いる代わりに別の繊維で強度を向上させようとの検討が行われている。このため、植物繊維の添加による強化が検討され始めている。強化材として植物繊維を用いた複合材料が特許文献1と特許文献2に提案されている。この場合、植物繊維の比率が向上するにつれて、弾性率が向上するため、強度を向上させるためには植物繊維を高比率で樹脂と複合させる必要があった。

30

【0008】

しかし、植物繊維を高比率で樹脂と均一に複合することは困難であった。植物繊維と樹脂ペレットとの嵩比重と形状が大きく異なるため、混合時に分離してしまう。また、繊維同士が絡み合い、ダマを作ってしまうために均一に混合することが非常に難しい。

【0009】

このため、植物繊維と樹脂とを混合して連続式の混練機で混練する場合は、植物繊維の比率が10%程度以下でないと、樹脂と均一に複合できなかった。

【0010】

植物繊維と樹脂とを均一に混合するためには、混練以外の方法（植物繊維を樹脂の溶液またはエマルジョンに含浸後、プレス成形するなど）などはあるものの生産性が低かったり自由な形状に成形できないという問題があった。

40

【0011】

また、混練方法としては樹脂を繊維化して、植物繊維と混抄することにより混合した後、連続式の混練機で混練する方法や、バンバリーミキサなどで樹脂ペレットと植物繊維とをバッチ式で混合する方法が知られているが、非常に煩雑で生産性が低かった。

【0012】

そこで、射出成形・押出成形が可能で、効率よく製造できる植物繊維樹脂複合組成物が求められていた。

50

【0013】

また、植物繊維の廃材が発生した場合、これを燃焼させることは古くより行われてきた。しかし、嵩が大きいと、体積当たりの重量が小さく、発生する熱エネルギーも小さかった。このため、熱回収を行うことができず、サーマルリサイクルを行うことが困難であった。

【特許文献1】特開平5-92527号公報

【特許文献2】特開2002-69208号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0014】

10

本発明は、かかる事由に鑑みてなされたものであり、その目的とするところは、まず、体積当たりの重量が大きく、ダマにならずに他の物質と混合するのに好適であると共に、場合によっては燃料等としても使用できる植物繊維圧縮ペレットを用いて、樹脂中に植物から得られるリグノセルロース繊維を強化材として含有し、高い機械的特性を有すると共に、均一で生産性の高い植物繊維樹脂複合組成物の製造方法を提供することにある。

【0015】

また、樹脂がポリ乳酸である場合、既存の熱可塑性樹脂と同等以上の耐熱性、機械的特性を有する植物繊維樹脂複合組成物の製造方法を提供することを目的とするものである。

【課題を解決するための手段】

【0016】

20

本発明の植物繊維樹脂複合組成物の製造方法は、植物から得られるリグノセルロース繊維であって、含水率が10～30％に調整されたものを圧縮して粒状化した植物繊維圧縮ペレットを準備し、この植物繊維圧縮ペレットと樹脂ペレットとを混合し、連続式混練機で混練して植物繊維樹脂複合組成物を得ることを特徴とするものである。

【0018】

前記植物繊維樹脂複合組成物にあつては、リグノセルロース繊維の比率が10～80％であると共に、樹脂ペレットの組成がポリ乳酸を含むことが好ましい。

【0019】

成形品は、上記植物繊維樹脂複合組成物を金型温度70～120℃で成形して成ることを特徴とするものである。

30

【発明の効果】

【0020】

本発明の植物繊維樹脂複合組成物の製造方法は、リグノセルロース繊維に含まれるリグニン、ヘミセルロースやペクチン等の非晶性の成分やセルロースのうち結晶性の低い部分が、繊維に含まれる水分と圧縮による発熱により可塑化し、圧縮により繊維同士が圧着するものである。また、植物繊維圧縮ペレットは、体積あたりの重量が大きく、ダマにならずに樹脂ペレットとの混合に好適であると共に、セメント等との混合にも好適である。また、嵩比重が高いため、燃焼させる場合に体積当たりの重量が大きく、発生する熱エネルギーも大きくなる。このために熱回収を行うことが可能で燃料等としても使用できるものである。

40

【0021】

また、樹脂を繊維化して、植物繊維と混抄することにより混合した後、連続式の混練機で混練する方法や、バンバリーミキサなどで樹脂ペレットと植物繊維とをバッチ式で混合する方法などの、煩雑で生産性が低い方法などではなく、生産性の高い連続式混練機で繊維の比率に関わらず均一な植物繊維樹脂複合組成物を製造することができるものである。また、これを成形した成形品は、リグノセルロース繊維が樹脂組成物の強化繊維として作用しているため、繊維の比率が高まるにつれて弾性率が向上し、機械強度が優れたものとなるものである。さらに、リグノセルロース繊維は、ガラス繊維を複合する場合と異なり、可燃物であるので、植物繊維樹脂複合組成物を廃棄物として焼却処理する際に発生する残渣の量が少なくなるので、効率の良い廃棄物処理が可能となる。また、廃棄後のリサイ

50

クルを考慮すると、リグノセルロース繊維は燃焼により熱量を発生し、高効率で熱回収を行うことができ、サーマルリサイクルが容易となるものである。

【0022】

また、繊維の比率を高めた植物繊維樹脂複合組成物を均一に連続式混練機で効率よく製造することが可能で、植物から得られるリグノセルロース繊維の比率が10～80%であるように混合することが可能である。これを成形した成形品は、リグノセルロース繊維がポリ乳酸での強化繊維として作用しているため、繊維の比率が高まるにつれて、弾性率が向上し、機械強度が優れたものとなる。さらに、これを成形した成形品は、リグノセルロース繊維がポリ乳酸での強化繊維として作用していると共に、ポリ乳酸を結晶化させた場合、耐熱性、高温時の機械強度が優れたものとなる。

10

【0023】

成形品は、リグノセルロース繊維がその表面の微細な構造によって、ポリ乳酸の結晶核剤として作用し、結晶化を促進するものである。また、リグノセルロース繊維がポリ乳酸の強化材として作用するため、金型温度を70～120℃の範囲内で成形することで徐々に冷却することができ、結晶化が進み、金型から取り出すことが難しかったり取り出す時に変形したりすることが無くなるものである。また、成形品は、リグノセルロース繊維が樹脂組成物の強化繊維として作用していると共に、結晶核剤として作用するため、熱処理（アニール処理）を行うこと無しに、結晶性が向上し、この結果として、植物繊維樹脂複合組成物の成形品の耐熱性、高温時の機械強度が優れたものとなる。また、ポリ乳酸は石油由来の材料でなく、トウモロコシやサツマイモなどから得られるデンプンや木本植物などから得られるセルロースを原料とし、乳酸発酵して得られる乳酸を脱水縮合して得られるので、低エミッションかつカーボンニュートラルな植物由来成分の分解物を重合してなる樹脂を有効に、且つ、既存の熱可塑性樹脂と同等以上の耐熱性、機械的特性を有する植物繊維樹脂複合成品として活用することができる。

20

【発明を実施するための最良の形態】

【0024】

以下、本発明を実施するための最良の形態を説明する。

【0025】

本発明の実施の形態において、植物から得られるリグノセルロース繊維の含水率を10～30%に調整した後に、圧縮して粒状化することにより植物繊維圧縮ペレットを形成している。

30

【0026】

植物から得られるリグノセルロース繊維は嵩が大きく、樹脂と複合するために、1～50mm程度に切断を行うと、嵩比重は0.05～0.2程度となり、一般の樹脂ペレットの嵩比重（0.5～1.0程度）と大きな差があり、混合時に樹脂ペレットが下、繊維が上と分離してしまう。また、繊維同士が絡み合い、ダマを作ってしまうために均一に混合することが非常に難しい。このため、リグノセルロース繊維と樹脂とを連続式の混練機で混練することが困難であった。

【0027】

本発明で用いるリグノセルロース繊維としては、その主成分がセルロースとリグニンとからなるものが使用可能である。具体的には、ケナフ、亜麻、ラミー、大麻、ジュート等の麻類植物の靱皮から採取される繊維、マニラ麻やサイザル麻等の麻類植物の茎又は葉の筋から採取される繊維や、木材繊維が挙げられる。これらの繊維は、セルロースとリグニンの他、ヘミセルロースやペクチン等の成分で構成されている。

40

【0028】

ここで挙げた繊維のうち、麻類植物の繊維は、結晶性で強度の高いセルロースの比率が60%以上と木材繊維の30～50%より高く、繊維としての強度が高い。また、これらの植物からは、レッティングと呼ばれる浸水処理及び物理的な解繊処理により、長さが20mm以上、直径が30～200μmの繊維が容易に得られる。これらの繊維は長さが1～20mm、直径が10～30μmの単繊維細胞から構成されている。パルプ化等の化学

50

処理によって、単繊維化することができる。

【0029】

本発明で用いるリグノセルロース繊維は、上記いずれかの処理で得られる繊維が用いられる他、繊維状又は紡糸処理により糸状にされたものであればよく、これらに限定されるものではない。

【0030】

圧縮して粒状化する方法は、種々の方法がある。代表的な方法は、孔の開いたダイに繊維を押し込み圧着し、円柱状となったものを切断して粒状化する装置によるもので、その圧縮方法にはローラー方式、ピストン方式、スクリュウ方式などがある。ローラー方式には平面のダイを有するフラットダイ方式、円筒状のダイを有するリングダイ方式がある。また、他に、プレス機で圧縮して切断により粒状化する方法などがあり、特に限定されるものではない。

10

【0031】

ここで、リグノセルロース繊維の含水率を10～30％に調整した後に、圧縮することにより植物繊維圧縮ペレットを成形することができる。リグノセルロース繊維に含まれるリグニン、ヘミセルロースやペクチン等の非晶性の成分やセルロースのうち結晶性の低い部分が繊維に含まれる水分と圧縮による発熱により可塑化し、圧縮により繊維同士が圧着するものである。

【0032】

植物から得られるリグノセルロース繊維の含水率が10％未満の場合は、水分が少ないため、繊維が可塑化せず、繊維同士が圧着しない恐れがあり、30％を超える場合は、繊維は可塑化するものの、過剰な水分が存在するため、圧縮されても固着しにくく、ぼそぼそ（バラバラ）の状態となる。また、植物繊維圧縮ペレットの用途によっては、繊維の含水率を10～30％に調整するほか、バインダーとなる成分を添加してもよい。ここで、バインダーとなる成分としては、デンプン、ポリビニルアルコールなどの水溶性樹脂、ポリ乳酸エマルジョンなどの樹脂エマルジョンを挙げることができる。

20

【0033】

孔の開いたダイに繊維を圧縮して粒状化する場合、ダイの孔の口径やダイの厚さは繊維の状態、成形するペレットの形状や嵩比重によって、適宜選定される。ダイの孔の口径が小さくなり、ダイの厚さが厚くなるに従い、圧縮が強くなるために、嵩比重の高いペレットを成形することができる。成形するペレットの嵩比重は用途によって選定することができる。

30

【0034】

植物繊維圧縮ペレットは、樹脂ペレットとの混合に好適であると共に、セメント等との混合にも好適である。また、嵩比重が高いため、燃焼させる場合に体積当たりの重量が大きく、発生する熱エネルギーも大きくなる。このために熱回収を行うことが可能で燃料等としても使用できるものである。

【0035】

本発明において、植物繊維圧縮ペレットと樹脂ペレットとを混合し、連続式混練機で混練することにより植物繊維樹脂複合組成物を製造することができる。ここで、樹脂ペレットを溶融し、植物繊維圧縮ペレットを混練する連続式混練機には、繊維と樹脂組成物が均一に分散され、均一な複合組成物ができるという特徴がある。連続式混練機としては、一般的な押出機、例えば、一軸押出機、二軸押出機などの装置を用いることができる。

40

【0036】

そして、この方法により、樹脂を繊維化して、植物繊維と混抄することにより混合した後、連続式の混練機で混練する方法や、バンバリーミキサなどで樹脂ペレットと植物繊維とをバッチ式で混合する方法などの、煩雑で生産性が低い方法などではなく、生産性の高い連続式混練機で繊維の比率に関わらず均一な植物繊維樹脂複合組成物を製造することができる。

【0037】

50

本発明で製造された植物繊維樹脂複合組成物は、繊維の比率を高めることが可能である。これを成形した成形品は、リグノセルロース繊維が樹脂組成物の強化繊維として作用しているため、繊維の比率が高まるにつれて弾性率が向上し、機械強度が優れたものとなる。

【0038】

樹脂ペレットについては一般的な押出機で押出可能な樹脂であれば特に限定されない。具体的には、ポリエチレン、ポリプロピレン、塩化ビニル、ABS樹脂などの汎用樹脂やエンジニアプラスチックなどの熱可塑性樹脂やフェノール、エポキシ樹脂などの熱硬化性樹脂で粒状のものを挙げることができる。

【0039】

植物繊維圧縮ペレットと樹脂ペレットとの混合方法については、タンブラーなど低速で回転して混合する方法、高速回転ミキサーなど高速で回転して混合する方法、連続式混練機に、植物繊維圧縮ペレットと樹脂ペレットとを別々に直接供給する方法など、特に限定されない。

【0040】

混練後、直接押出成形することが可能であると共に、押出によりペレット又は繊維に加工した後、射出成形などの方法で、成形品を製造することができる。成形方法としては、リグノセルロース繊維を含有する溶融した樹脂組成物を金型を用いて成形する方法であれば、特に限定されないが、具体的には、上述した押出成形、射出成形の他、プレス成形、真空成形、圧空成形、ブロー成形、発泡成形などの方法を挙げることができる。

【0041】

本発明の植物繊維樹脂複合組成物には、リグノセルロース繊維と樹脂以外の成分、例えば、難燃剤等の添加剤、充填剤などを含有させても良い。

【0042】

リグノセルロース繊維は、ガラス繊維を複合する場合と異なり、可燃物であるので、植物繊維樹脂複合組成物を廃棄物として焼却処理する際に発生する残渣の量が少なくなるので、効率の良い廃棄物処理が可能となる。また、廃棄後のリサイクルを考慮すると、リグノセルロース繊維は燃焼により熱量を発生し、高効率で熱回収を行うことができ、サーマルリサイクルが容易となる。加えて、リグノセルロース繊維は、有機物であるために、加水分解処理や微生物処理や発酵処理等により、エタノールや水素といった種々の化学物質への変換も可能であり、ケミカルリサイクルも可能となる。

【0043】

本発明にあっては、植物繊維圧縮ペレットと、組成にポリ乳酸を含む樹脂ペレットとを、植物から得られるリグノセルロース繊維の比率が10～80%であるように混合し、連続式混練機で混練することにより植物繊維樹脂複合組成物を製造することができる。上記の方法により、繊維の比率を高めることが可能で、植物から得られるリグノセルロース繊維の比率が10～80%であるように混合することが可能である。これを成形した成形品は、リグノセルロース繊維がポリ乳酸での強化繊維として作用しているため、繊維の比率が高まるにつれて、弾性率が向上し、機械強度が優れたものとなる。

【0044】

さらに、これを成形した成形品は、リグノセルロース繊維がポリ乳酸での強化繊維として作用していると共に、ポリ乳酸を結晶化させた場合、耐熱性、高温時の機械強度が優れたものとなる。ポリ乳酸を結晶化させて成形する方法は限定されないが、溶融させた植物繊維樹脂複合組成物を、ポリエチレン、塩化ビニル、ABS樹脂等のように、金型を水で冷却する通常の冷却により固化させて成形した後、ポリ乳酸の結晶化温度（およそ100℃）から結晶化温度より40℃高い温度の範囲内の温度（100～140℃）で熱処理して結晶化させる方法を挙げることができる。

【0045】

さらに、本発明にあっては、植物繊維圧縮ペレットと、組成にポリ乳酸を含む樹脂ペレットとを、植物から得られるリグノセルロース繊維の比率が10～80%であるように混

10

20

30

40

50

合し、連続式混練機で混練することにより得た植物繊維樹脂複合組成物を金型温度70～120℃で成形品を成形することができる。

【0046】

トウモロコシやサツマイモなどから得られるデンプンや木本植物などから得られるセルロースを原料とし、乳酸発酵して得られる乳酸を脱水縮合して得られるポリ乳酸は結晶性を有するが、結晶化速度が遅い特徴がある。

【0047】

溶融させた植物繊維樹脂複合組成物を、ポリエチレン、塩化ビニル、ABS樹脂などのように、金型を水で冷却する通常の冷却により固化させて成形した場合、結晶化速度が非常に遅いため、成形品の結晶化度は非常に低い。ポリエチレンなどは溶融した樹脂組成物を冷却すると、融点付近で凝固すると共に結晶化する。しかし、ポリ乳酸の場合、急速に冷却した場合は結晶化せず、ガラス転移温度以下の温度で凝固するが、非晶（ガラス）状態を保つ。このため、リグノセルロース繊維がポリ乳酸での強化繊維として作用しても、ポリ乳酸の結晶化度が低いままでは耐熱性、高温時の機械強度は向上しない。

【0048】

上記の植物繊維樹脂複合組成物を成形する際に、金型温度が結晶性のポリ乳酸の結晶化温度の上下30℃程度の範囲（70～120℃）の温度で成形している。

【0049】

ポリ乳酸に植物から得られるリグノセルロース繊維を10～80%の比率で含有させることで、リグノセルロース繊維がその表面の微細な構造によって、ポリ乳酸の結晶核剤として作用し、結晶化を促進するのである。

【0050】

また、成形品を成形する際に、金型温度が結晶性のポリ乳酸の結晶化温度の上下30℃程度の範囲内の温度で成形することによって、徐々に冷却されるため、結晶核剤の存在により結晶化が進むのである。

【0051】

結晶化温度の上下30℃の範囲内の温度で成形すると高温であるため、成形品はまだ軟らかく、金型から取り出すことが難しかったり、取り出すときに変形することが考えられるが、本発明ではポリ乳酸に植物から得られるリグノセルロース繊維を含有させているので、リグノセルロース繊維がポリ乳酸の強化材として作用するため、結晶化温度の上下30度の範囲内の温度で成形しても、金型から取り出すときに変形することが無くなるものである。

【0052】

さらに、こうして成形された成形品は、リグノセルロース繊維が樹脂組成物の強化繊維として作用していると共に、結晶核剤として作用するため、ポリ乳酸の結晶性が高まり、この結果として、植物繊維樹脂複合組成物の成形品の耐熱性、高温時の機械強度が優れたものとなる。ポリ乳酸の場合、金型温度が85～115℃であると、結晶化速度が速くなるため、さらに好ましい。

【0053】

成形条件としては、射出成形においてはスクリー部温度が樹脂融点（約170℃）から樹脂融点より40℃高い温度の範囲内の温度が好ましい。スクリー部温度が低すぎると、ショートが発生したりして成形が不安定になったり、過負荷に陥りやすく、また成形温度が高すぎると熱分解が起こって、得られる成形品の強度が低下したり着色したりするため、好ましくない。

【0054】

ポリ乳酸はL-体、D-体の光学異性体を有しており、D-体とL-体の混合比率により結晶性が変化する。本発明においては、ポリ乳酸の結晶性が高い方が好ましい。ポリ乳酸の場合、結晶性の指標となる融解熱が、リグノセルロース繊維を含有させる前の段階で10J/g以上であるポリ乳酸を用いると、リグノセルロース繊維が結晶核剤として作用し、植物繊維樹脂複合組成物の結晶性が高まり、この結果として、植物繊維樹脂複合組成

10

20

30

40

50

物の成形品の耐熱性、高温時の機械強度がさらに優れたものとなるものである。

【0055】

10 J/g 未満のポリ乳酸を用いると、リグノセルロース繊維が結晶核剤として作用しても、植物繊維樹脂複合組成物の結晶性が低く、本発明の効果が相対的に低くなる。

【0056】

上述した融解熱は結晶化した樹脂組成物を加熱しながら、熱分析(DSC)することによって測定することができる。また、結晶化温度も溶融した樹脂組成物を冷却しながら、熱分析することによって測定することができる。

【0057】

植物繊維樹脂複合組成物中のリグノセルロース繊維の重量比率は、10～80%とすることが好ましい。リグノセルロース繊維の重量比率が10%未満では、結晶核剤としての作用のため、結晶性が向上するが、補強効果が少なくなり、成形金型から取り出す時に変形しやすくなる恐れがあり、また、10%未満の場合は、植物繊維圧縮ペレットを用いることなしに連続式の混練機で混練できるため、植物繊維圧縮ペレットを用いる利点が少ない。さらに、80%を超えると、リグノセルロース繊維とポリ乳酸との結合が弱くなり、良好な特性を得ることが困難となる恐れがある。

【実施例】

【0058】

以下本発明を実施例によって具体的に説明する。

【0059】

(実施例1)

ケナフ茎部の外皮部分となる靱皮から得られたケナフ繊維束(平均径82 μm)を切断機で長さ5 mmに切断した。この繊維の含水率を17%に調整した後、ローラー及び平面のダイを有するフラットダイ方式の「ディスクペレッター」(不二パウダル(株)製F-5)に投入した。ダイの孔の口径は5 mm、ダイの厚さは20 mmとした。ディスクペレッターを運転し、内部の一对のローラーが回転しながら繊維をダイの孔に圧縮し、直径5 mm、長さ6～8 mmの円柱状の植物繊維圧縮ペレットを作成した。この含水率を8%に調整した後、容積1000 cm³の円筒容器に入れて嵩比重を測定した。また、二軸押出機((株)池貝製GTφ110)に付属するホッパーとスクリーフィーダーを用い、装置の輸送量設定を1000 g/分と設定して、実際に植物繊維圧縮ペレットが1分間に排出される重量を10回計測した。

【0060】

(比較例1-1)

ケナフ茎部の外皮部分となる靱皮から得られたケナフ繊維束(平均径82 μm)を切断機で長さ5 mmに切断した。この繊維の含水率を8%に調整した。これを実施例1と同様に、嵩比重とスクリーフィーダーから排出される重量とを計測した。

【0061】

(比較例1-2)

実施例1と同じ長さ5 mmに切断したケナフ繊維束の含水率を8%に調整した後、実施例1と同様に、ローラー及び平面のダイを有するフラットダイ方式の「ディスクペレッター」(不二パウダル(株)製F-5)に投入した。ダイの孔の口径は5 mm、ダイの厚さは20 mmとした。ディスクペレッターを運転し、内部の一对のローラーが回転しながら繊維をダイの孔に圧縮したが、ペレット状のものは排出されず、繊維そのままが排出された。これを実施例1と同様に、嵩比重とスクリーフィーダーから排出される重量とを計測した。

【0062】

(実施例1及び比較例1-1、2に関する特性評価及び結果)

繊維の含水率を17%に調整した実施例1では、植物繊維圧縮ペレットが作成できた。これに対して、繊維の含水率を8%に調整した比較例1-2では、植物繊維圧縮ペレットが作成できなかった。

【0063】

また、嵩比重とフィーダーからの排出量を測定した。その結果を表1に示す。

【0064】

【表1】

	実施例1	比較例1-1	比較例1-2
嵩比重	0.60	0.09	0.11
フィーダー排出量の最大値(g/分)	1019	1120	1092
フィーダー排出量の最小値(g/分)	988	899	895

10

【0065】

実施例1で作成できた植物繊維圧縮ペレットは、嵩比重と一般の樹脂ペレットの嵩比重と近い値となった。また、実際に押出機に付属するホッパーとスクリューフーダーとを用い、定量的に送ることができるか否かを検討したところ、フィーダーからの排出量は設定値に比べて±2%以内の範囲に収まった。これに対して、比較例1-1、2では嵩比重は0.1程度と低く、また、繊維同士が絡み合い、ダマになりやすいという特性を持っていた。このため、フィーダーからの排出量も±10%の範囲を超えてばらついていた。

【0066】

以上より、本発明の植物繊維圧縮ペレットは、体積当たりの重量が大きく、ダマにならずに樹脂ペレットなどの物質と混合するのに好適であると考えられる。また、燃焼させる場合、体積当たりの重量が大きく、発生する熱エネルギーも大きくなるため、熱回収を行うことが可能で、燃料等としても使用できると考えられる。

20

【0067】

(実施例2)

実施例1で得られた植物繊維圧縮ペレットとポリエチレンのペレット(商品名:ノバテックHJ-490、メーカー:日本ポリエチレン(株))を共に乾燥させた後、二軸押出機((株)池貝製GTφ110)に付属するホッパーに、繊維比率が20%となるよう、植物繊維圧縮ペレット10kgとポリエチレン40kgとを高速回転ミキサー(360rpm・2分間)で混合して投入した。スクリューフーダーで二軸押出機(シリンダからダイに至る温度を140℃に設定)に供給し、混練後ストランドを押出し、水冷した後ペレット化した。混練速度は50kg/hとし、60分かけて押出しを行った。

30

【0068】

押出開始の10分間と終了間際の10分間に押し出された植物繊維樹脂複合組成物のペレットを、それぞれシリンダ温度140℃、金型温度30℃、金型での保持時間60秒で射出成形し、ASTM規格測定用サンプルを作製し、熱処理を行わないそのままの状態、曲げ弾性率の測定と色調の比較を行った。

【0069】

(比較例2)

実施例2で用いた植物繊維圧縮ペレットの代わりに、比較例1-1の長さ5mmに切断したケナフ繊維束を用いた他は、実施例2と同様に、混練、押出及び成形、測定を行った。

40

【0070】

(実施例2及び比較例2に関する特性評価及び結果)

評価結果を表2に示す。

【0071】

【表 2】

	実施例2		比較例2	
サンプリング時間	押出開始10分	終了間際10分	押出開始10分	終了間際10分
曲げ弾性率(GPa)	3.1	3.2	1.9	3.5
色調	茶色	茶色	薄い茶色	濃い茶色

【0072】

植物繊維圧縮ペレットを用いて作成した実施例2では、曲げ弾性率及び色調において、押出開始から終了まで大きな差が無く、均一な材料が作成できた。これに対して、植物繊維をそのまま混練した比較例2では、ホッパーの段階から繊維と樹脂ペレットが分離していく傾向になり、作成した植物繊維樹脂複合組成物のペレットを成形した試験片で色を比べると色調が大きく変化した。押出開始時は繊維比率が少ないため、色が薄く、時間が経つにつれて繊維比率が多くなり、色も濃くなった。曲げ弾性率は強化材としての繊維の量と相関があると考えられ、押出開始時に曲げ弾性率が低く、時間が経つにつれて高まる傾向が見られた。この減少も、色調と同様に繊維比率の変化によるものと考えられる。植物繊維圧縮ペレットと樹脂ペレットとを混合し、連続式混練機で混練することにより、バラツキが小さく、均一な植物繊維樹脂複合組成物が得られることが明らかになった。また、これを成形した成形品は、リグノセルロース繊維が樹脂の強化繊維として作用しているため、弾性率が向上し、機械強度が優れたものとなった。

【0073】

(実施例3)

実施例1で得られた植物繊維圧縮ペレットとポリ乳酸のペレット（商品名：レイシアH-100J、メーカー：三井化学、融解熱42J/g、融点170℃、結晶化温度105℃）を共に乾燥させた後、二軸押出機（（株）池貝製GTφ110）に付属するホッパーに、繊維比率が40%となるように、植物繊維圧縮ペレット20kgとポリ乳酸30kgを高速回転ミキサー（360rpm・2分間）で混合して投入した。スクリューフーダーで二軸押出機（シリンダからダイに至る温度を170℃に設定）に供給し、混練後ストランドを押出し、水冷した後ペレット化した。混練速度は50kg/hとし、60分かけて押出しを行った。

【0074】

得られた植物繊維樹脂複合組成物のペレットを、それぞれシリンダ温度170℃、金型温度100℃、金型での保持時間60秒で射出成形し、ASTM規格測定用サンプルを作製、熱処理を行わないそのままの状態、曲げ弾性率（ASTM D790）の測定を行った。

【0075】

(比較例3-1)

実施例3で用いた植物繊維圧縮ペレットの代わりに、比較例1-1の長さ5mmに切断したケナフ繊維束を用いた他は、実施例3と同様に混練、押出を行おうとしたが、スクリューフーダーで繊維が詰まり、混練を中止した。

【0076】

(比較例3-2)

比較例1-1の長さ5mmに切断したケナフ繊維束と実施例3で用いたポリ乳酸のペレットを共に乾燥させた後、バッチ式の双腕式ニーダに繊維比率が40%となるように、繊維2kgとポリ乳酸3kgとを投入し、170℃で混練した。混練後ロールでシート状にした後、切削によりサイコロ状の植物繊維樹脂複合組成物のペレットを作成した。計50kgの植物繊維樹脂複合組成物のペレットを作成するのに360分費やした。得られた植物繊維樹脂複合組成物のペレットを実施例3と同様に成形、評価した。

【0077】

10

20

30

40

50

(実施例 3 及び比較例 3-1、2 に関する特性評価及び結果)

植物繊維をそのまま混練した比較例 3-1 のように、繊維比率が 40% と高い場合には、連続式混練機で混練することができなかったのに対して、植物繊維圧縮ペレットを用いて作成した実施例 3 では、均一な植物繊維樹脂複合組成物のペレットを作成することができた。

【0078】

バッチ式の双腕式ニーダで混練した比較例 3-2 でも、均一な植物繊維樹脂複合組成物のペレットが作成でき、その曲げ弾性率も 8.5 GPa と実施例 3 の 8.6 GPa と同等であった。しかし、同重量を混練し、ペレット化するのに、比較例 3-2 では実施例 3 の 6 倍の時間がかかった上、操作も極めて煩雑であった。

10

【0079】

植物繊維圧縮ペレットを用いることで、連続式混練機で均一な植物繊維樹脂複合組成物が効率よく得られることが明らかになった。

【0080】

(実施例 4)

実施例 3 で得られた植物繊維樹脂複合組成物のペレットを、それぞれシリンダ温度 170℃、金型温度 100℃、金型での保持時間 60 秒で射出成形し、ASTM 規格測定用サンプルを作製、熱処理を行わないそのままの状態、熱変形温度 (ASTM D648: 荷重 0.45 MPa) の測定を行った。

【0081】

(比較例 4-1)

実施例 3 で得られた植物繊維樹脂複合組成物のペレットを、それぞれシリンダ温度 170℃、金型温度 30℃、金型での保持時間 60 秒で射出成形し、ASTM 規格測定用サンプルを作製、熱処理を行わないそのままの状態、熱変形温度 (ASTM D648: 荷重 0.45 MPa) の測定を行った。

20

【0082】

(比較例 4-2)

比較例 1-1 の長さ 5 mm に切断したケナフ繊維束を用いた場合、比較例 3-1 で混練できなかったため、均一に混練可能なように繊維比率を 4% として、植物繊維圧縮ペレット 2 kg とポリ乳酸 48 kg とを用いて、実施例 3 と同様の条件で混練し、均一な植物繊維樹脂複合組成物のペレットを得た。これを実施例 4 と同様の条件で成形し、ASTM 規格測定用サンプルを作製、熱処理を行わないそのままの状態、熱変形温度 (ASTM D648: 荷重 0.45 MPa) の測定を行った。

30

【0083】

(実施例 4 及び比較例 4-1、2 に関する特性評価及び結果)

植物繊維樹脂複合組成物の配合条件、成形品の成形条件、及び評価結果を表 3 に示す。

【0084】

【表 3】

	実施例 4	比較例 4-1	比較例 4-2
繊維比率	40%	40%	4%
混練に用いる繊維形状	植物繊維圧縮ペレット	植物繊維圧縮ペレット	繊維そのまま
射出成形時の金型温度	100℃	30℃	100℃
熱変形温度	153℃	58℃	83℃

40

【0085】

実施例 4 の成形品は、リグノセルロース繊維がポリ乳酸の結晶核剤として作用し、射出成形時の金型温度を 100℃ としていることで、ポリ乳酸の結晶性が高まると共に、強化

50

繊維として作用して高温時の強度が向上しているために、同配合の比較例 4-1 に比べて、熱変形温度が大幅に向上した。比較例 4-1 は、リグノセルロース繊維が強化繊維として作用するが、急冷して成形しているためポリ乳酸の結晶性が低く、熱変形温度は 60℃ 以下と、リグノセルロース繊維を混合しないポリ乳酸そのものの熱変形温度（60℃ 以下）からほとんど向上しないものであった。

【0086】

また、比較例 4-2 のように、植物繊維圧縮ペレットを用いずに、繊維そのままを用いて連続式混練機で均一な植物繊維樹脂複合組成物が得られる場合の繊維比率は、植物繊維圧縮ペレットを用いた場合に比べて、大幅に低くなった。この場合の成形品の熱変形温度はポリ乳酸そのものの熱変形温度に比べて向上するものの、実施例 4 との差は大きかった。

10

【0087】

このようにポリ乳酸を樹脂として用いた場合、植物繊維圧縮ペレットと生産性の高い連続式混練機で混練し、ポリ乳酸の結晶化温度付近の金型温度で成形することによって、成形品の耐熱性、高温時の機械強度が向上することが明らかになった。

フロントページの続き

(72)発明者 上野 晃
大阪府門真市大字門真1048番地 松下電工株式会社内

審査官 繁田 えい子

(56)参考文献 特開昭52-101202 (JP, A)
国際公開第03/084726 (WO, A1)
特開2002-069303 (JP, A)
特開2005-145028 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C08J、B29B