

超先端材料超高速開発基盤技術プロジェクト(超超PJ)
最終成果報告会

スーパーナノコンポジット／アロイ材料の開発

2022年1月19日(水)

D I C株式会社
関根 均

DICの事業

“Value Transformation”
事業の「質的転換」による事業体質の強化

「社会への提供価値」を軸として新たに組織した
3つの事業部門を通じて、社会とお客様のニーズに
対応した製品を提供しています。

Packaging & Graphic



包装材料を通じて、
社会や暮らしに「安全・安心」を提供する

パッケージング & グラフィック

プリンティングマテリアル製品本部

パッケージ用インキ
ジェットインキ など

パッケージングマテリアル製品本部

ポリスチレン
フィルム など

Color & Display



表示材料を通じて、
社会や暮らしに「彩り」を提供する

カラー & ディスプレイ

カラーマテリアル製品本部

機能性顔料
天然系色素 など

ディスプレイマテリアル製品本部

液晶材料 など

Functional Products



機能材料を通じて、
社会や暮らしに「快適」を提供する

ファンクショナルプロダクツ

パフォーマンスマテリアル製品本部

水性・UV硬化型樹脂
電気・電子材料用樹脂 など

コンポジットマテリアル製品本部

自動車用コンパウンド・テープ
中空糸膜モジュール など

テーマの背景(市場面)

想定される出口：金属代替可能なエンプラ材料自動車部品

航空・宇宙分野、ロボティクス分野

社会への貢献：軽量化による省エネルギーの推進、スマート社会・SDGsへの貢献

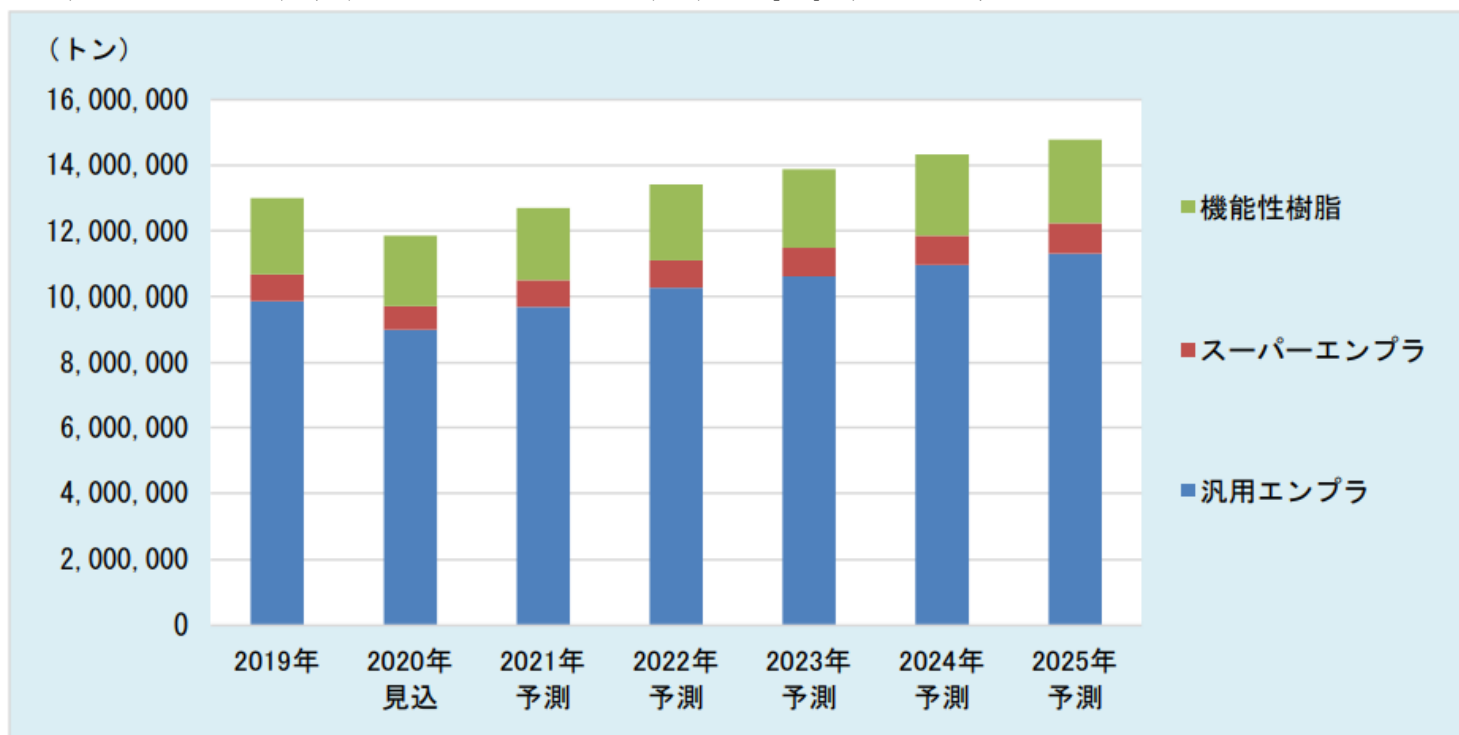
- 駆動系機構部品(トランスミッションギア、駆動モータ部品等)
- 制御部品(PCU等)、センサー周辺部材
- 冷却部品(配管、バルブやポンプ部品等)
- 電池周辺部材 等



成形材料に
要求される物性項目

- 耐熱性
- 高温剛性
- 優れた力学特性

汎用エンプラ、スーパーエンプラ、機能性樹脂の世界市場



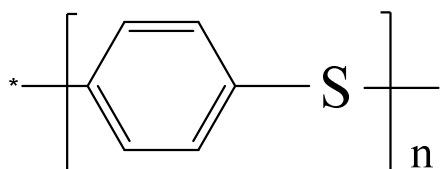
引用元：富士経済プレスリリース 第21031号

ポリマーブレンド開発の現状

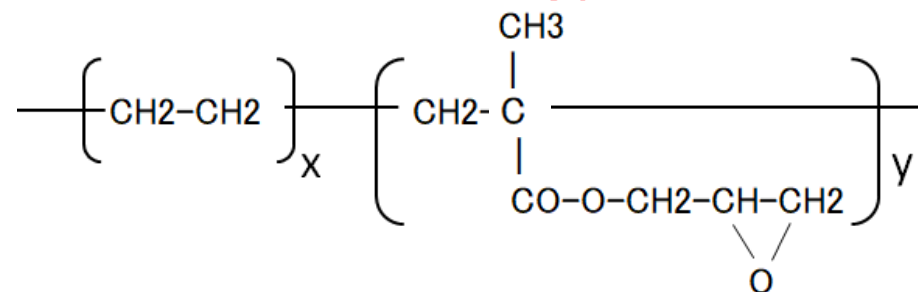
- ・ 押出-成形-評価に手間と時間がかかる。
- ・ 制御パラメーターが多く因子特定が難しい。

ポリマーブレンドの試作評価に機械学習・計測技術を駆使し、
製造条件を最適化⇒**経験と勘からの脱却** ⇒**開発の高速化に寄与**

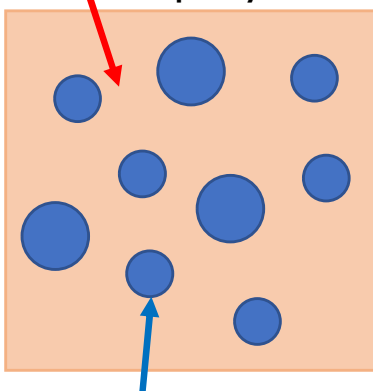
ポリフェニレンサルファイド(PPS)
: 耐熱性・高温剛性



変性ポリエチレン(m-PE)
: 耐衝撃性



Matrix polymer

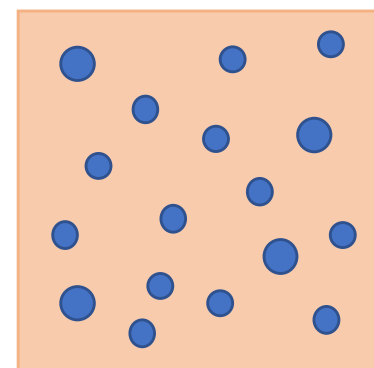


Dispersed polymer

High shearing



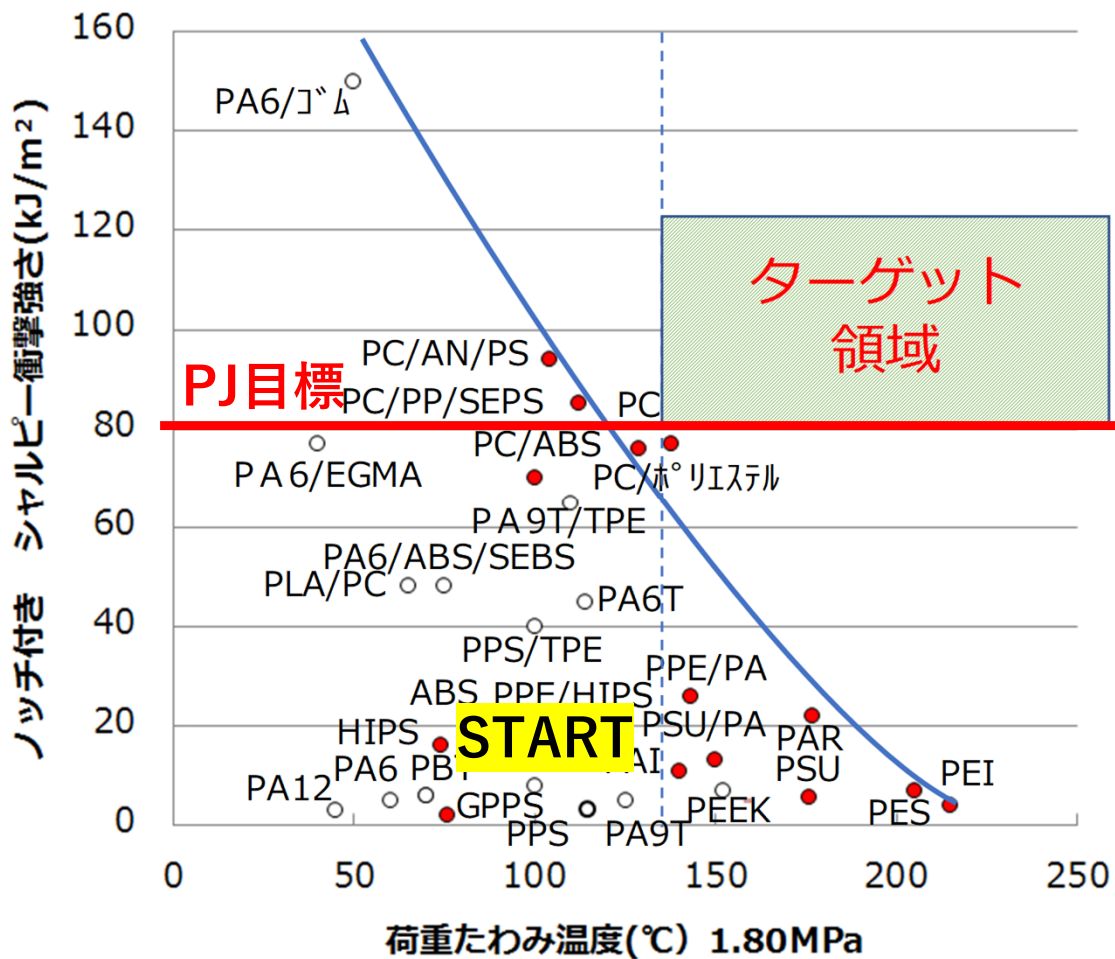
Well dispersed polymer



Improving physical properties

- 製品開発を高速化するスキームを構築
- 当スキームを活用し、耐衝撃性・高温剛性を両立するブレンド材を設計

各ポリマーの耐衝撃性・高温剛性の位置づけ



目標

- ① 高速開発スキームの確立
- ② 耐衝撃性の付与
シャルピー衝撃値80kJ/m²
- ③ 荷重たわみ温度140°C以上を達成する設計思想確立

■ 物性発現メカニズムの解明

⇒モデル材の検討で得たスキームの知見を展開

目標

① 高速開発スキームの確立

⇒プロセス・計算・計測技術を活用し、材料特性と成形条件の関係性を明確にし、最適条件を導き出す

② 耐衝撃性の付与

シャルピー衝撃値80kJ/m²

⇒試作プロセスに機械学習を導入、改良方針を策定

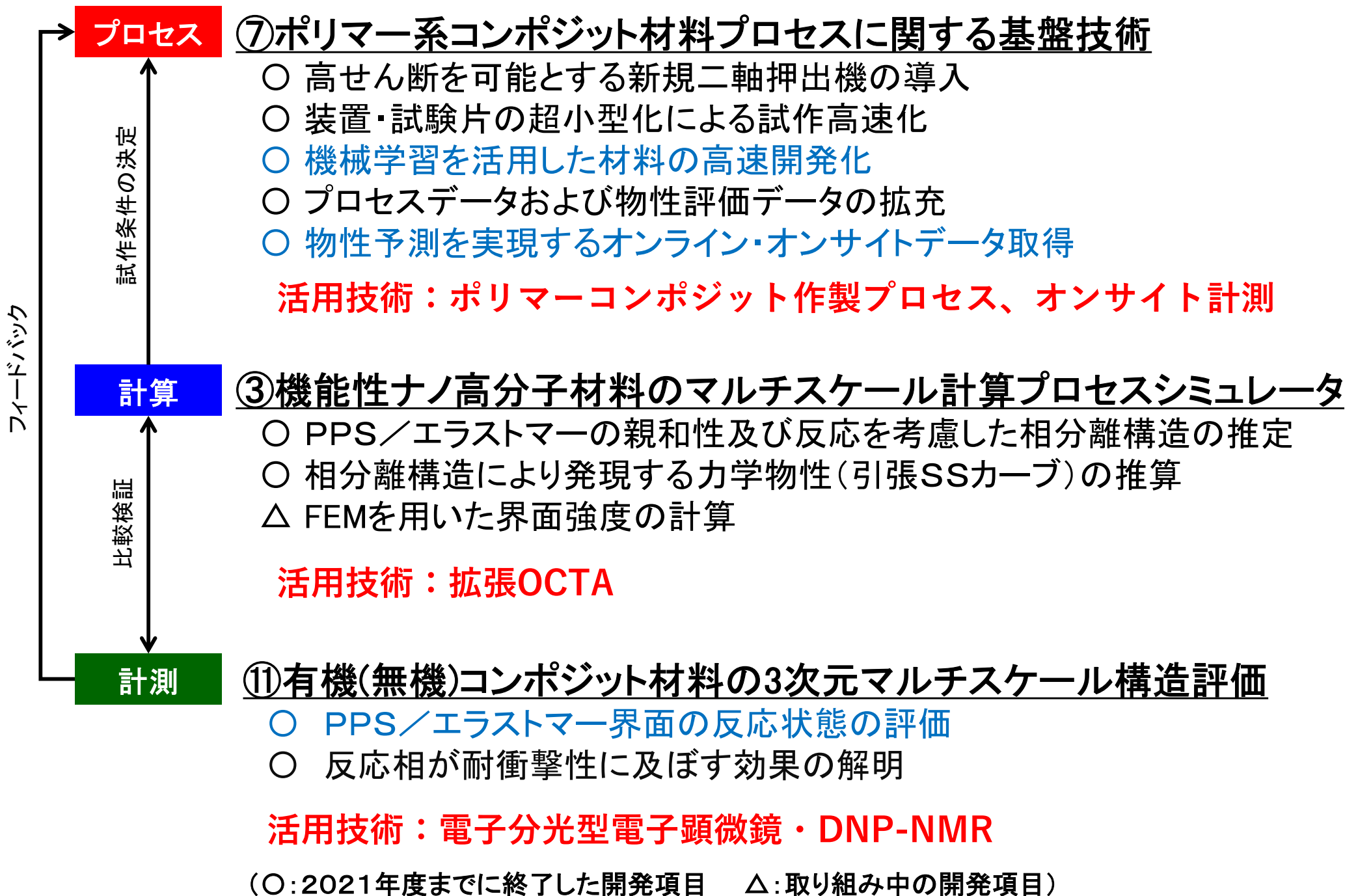
③ 荷重たわみ温度140℃以上を達成する設計思想確立

⇒モデル材での知見を活かし高速開発を実現 (PJ終了後元社で検討)

■ 物性発現メカニズムの解明

⇒計算・計測技術を活用し、界面・モルフォロジーを評価し考察

⇒モデル材の検討で得たスキームの知見を展開



開発成果の概要

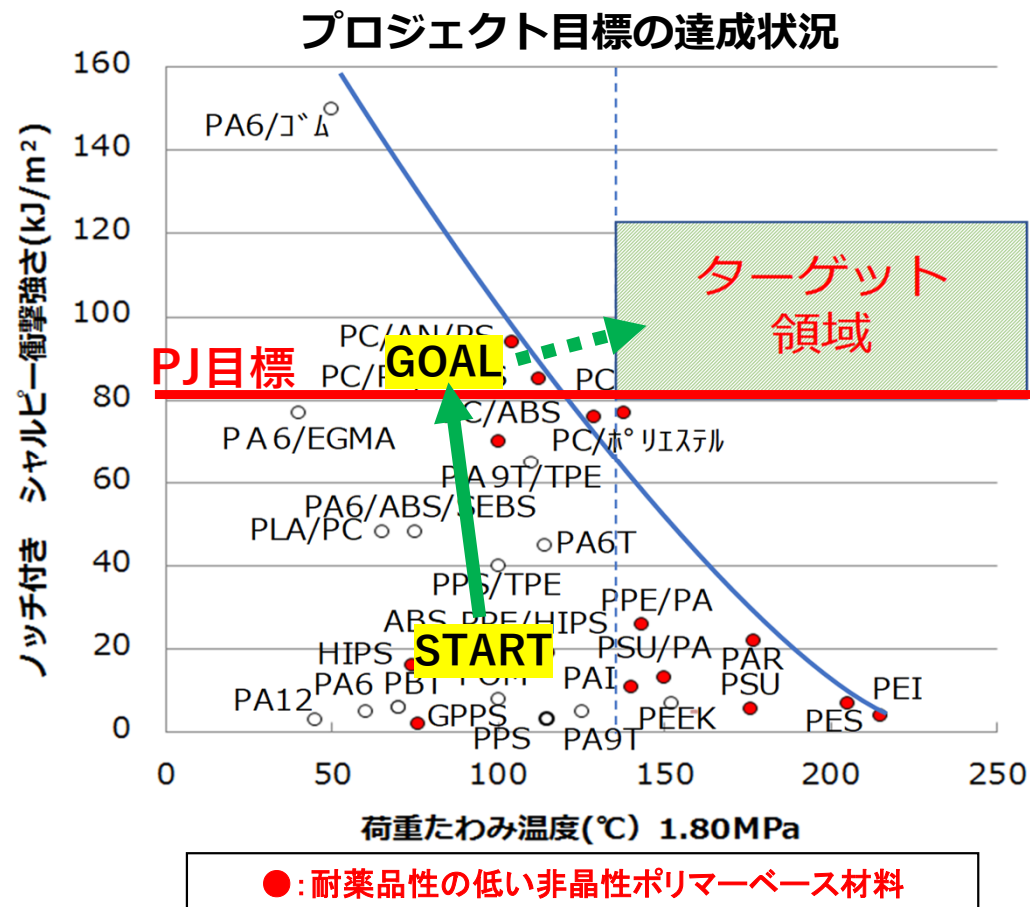
■ モデル素材の開発目標、物性値

目標：シャルピー衝撃値 80kJ/m^2 以上→ $76\sim 87\text{kJ/m}^2$
耐衝撃性向上に大きく寄与する押出条件を特定

■ 開発期間短縮

目標：1/20 → 1/8～1/32

機械学習やオンライン・オンサイト計測を取り入れたスキームの活用



■ 特許 2件

■ 学会発表 7件

- ・ 2018/9/20 化学工学会第50回年会 BB214 小型2軸押出機による試作プロセス高速化/広域化検討
- ・ 2018/11/26 プラスチック成型加工学会第26回秋季大会 F105
2軸押出機のせん断速度がPPS系ブレンド構造に及ぼす影響
- ・ 2020/3/16 化学工学会第85年会 H217 機械学習を活用したポリマーブレンド材の開発
- ・ 2020/9/25 化学工学会第51回秋季大会 T207 機械学習を活用したポリマーブレンド材の開発
- ・ 2020/12/1 プラスチック成形加工学会第28回秋季大会 機械学習を活用したポリマーブレンド材の開発
- ・ 2021/11/5 プラスチック成形加工学会第176回講演会 機械学習を活用したポリマーブレンド材の開発
- ・ 2021/12/1 プラスチック成形加工学会第29回秋季大会 C209, P26
高速二軸押出機を用いた PPS/エラストマーブレンド材の機械学習における製造条件最適化

■ 論文

S.Takada, Y.Takebayashi, et.al., "Machine Learning-Assisted Optimization of Polyphenylene Sulfide / Elastomer Blending Process Using High-Speed TwinScrew Extruder", Scientific Reports, 11, 24079 (2021).

開発期間短縮に関して

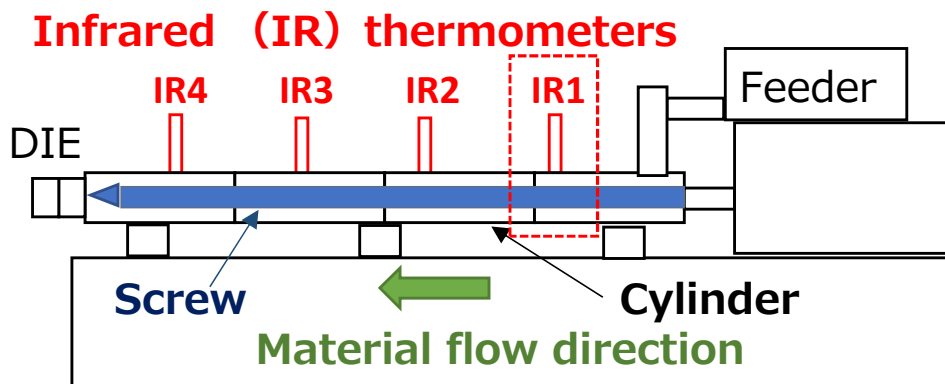
$$T_p / T_t = 1 / 8 \sim 1 / 32 \text{ (データセットの条件水準により変動)}$$

開発の流れ（従来の方式と超超プロジェクトで開発した方式（以降超々方式）の比較）



超小型高速二軸押出機

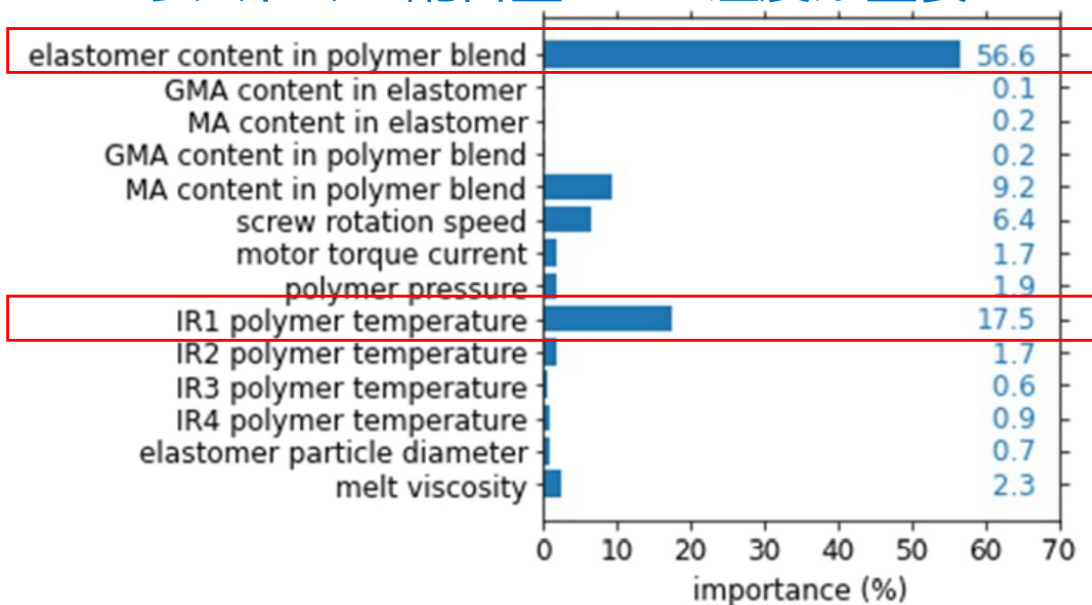
- ・ 超高せん断
- ・ 樹脂温度センシング



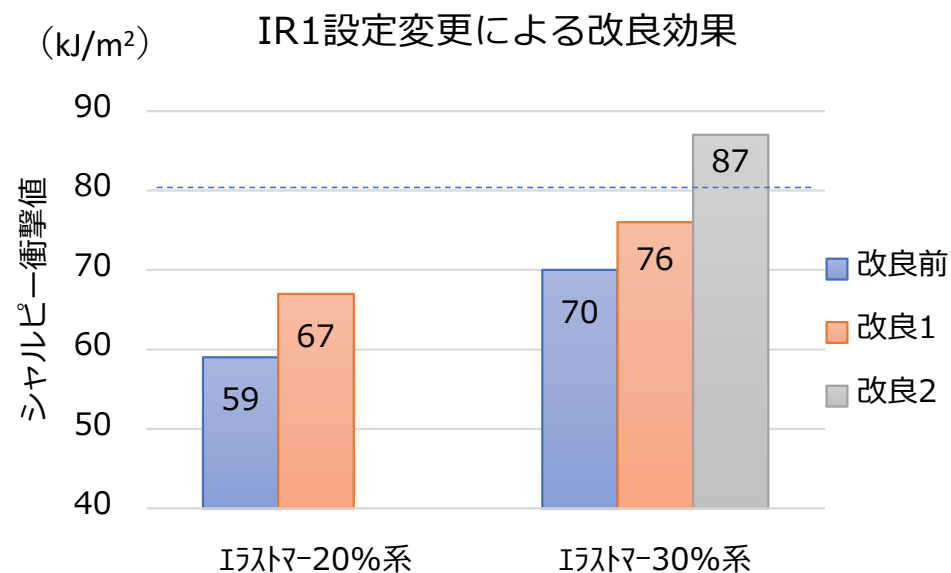
IR thermometers



130の試作結果から、
ランダムフォレストのImportance算出
→エラストマー配合量・IR1温度が重要



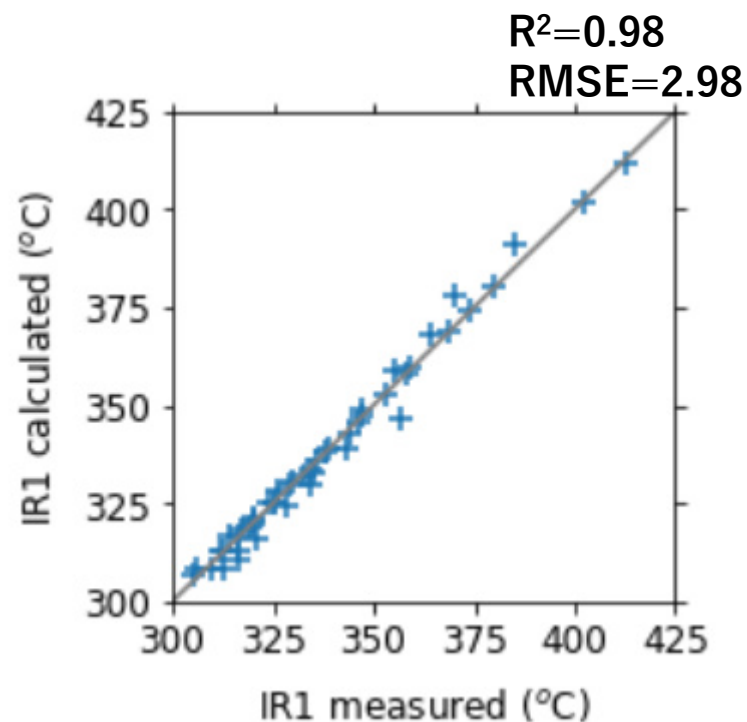
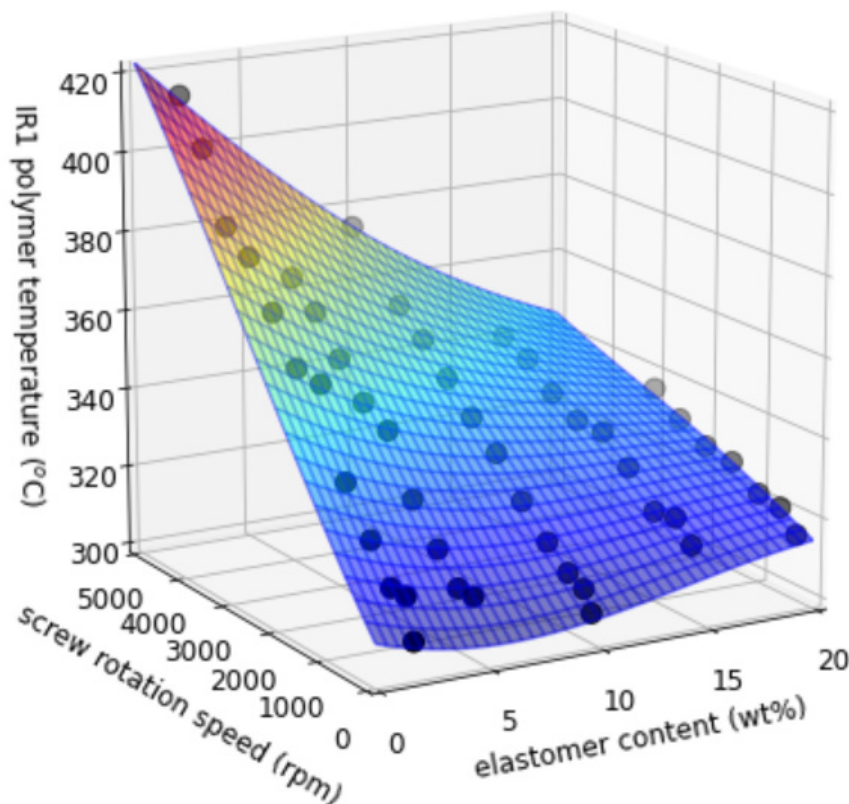
改良効果の検証
解析結果の妥当性を確認



IR1温度に対する
ランダムフォレスト
重要度算出結果

GMA 変性量	1.1%
エラストマー配合比率	13.4%
スクリュウ回転数	85.6%

⇒重要度算出の深堀り



スクリュウ回転数と樹脂温度の関連性は高い

樹脂温度の制御にはバレル設定温度の調整が考えられる

スクリュウ回転数とバレル設定温度の変更が、改良時の重要項目となる

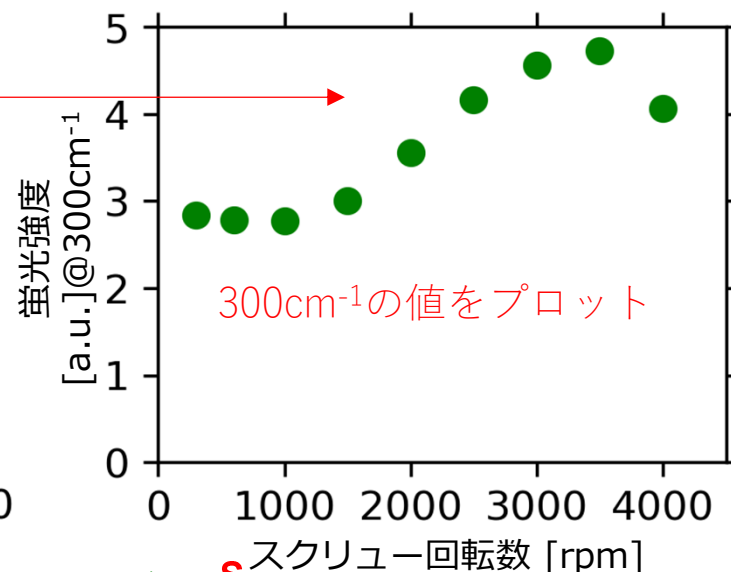
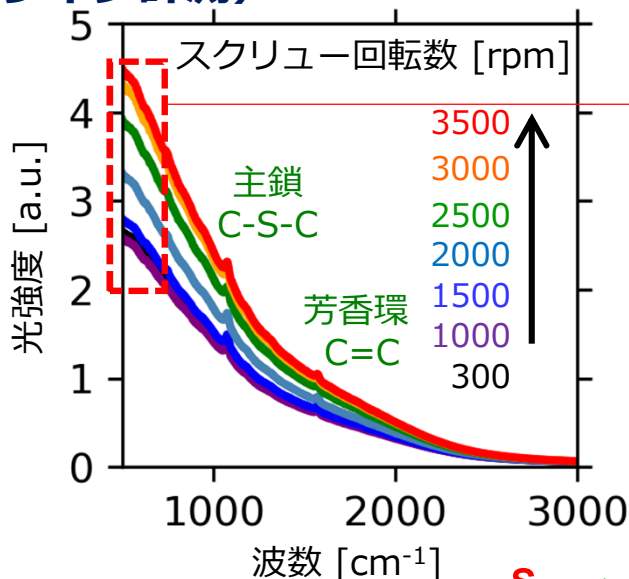
試料の熱劣化を非破壊で評価 (成形品のオフライン計測)

共同研究 AIST 依田 智、竹林 良浩

スクリュウ回転数と ベースライン強度の関係

熱反応による
蛍光物質の生成

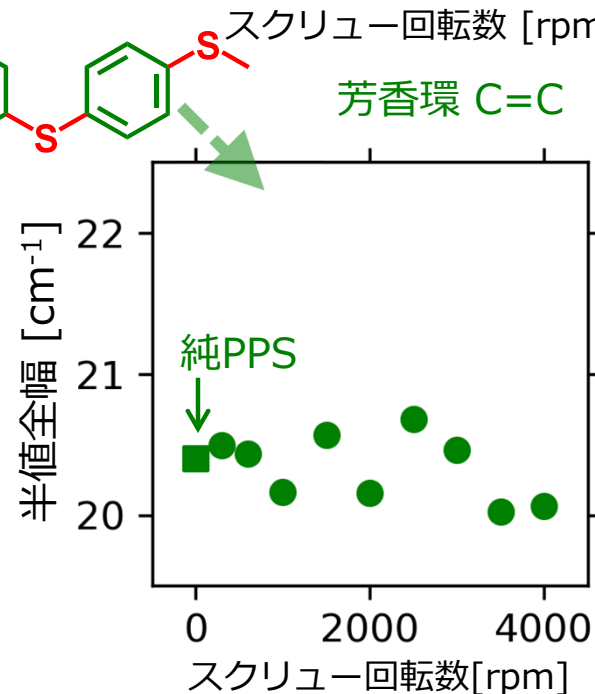
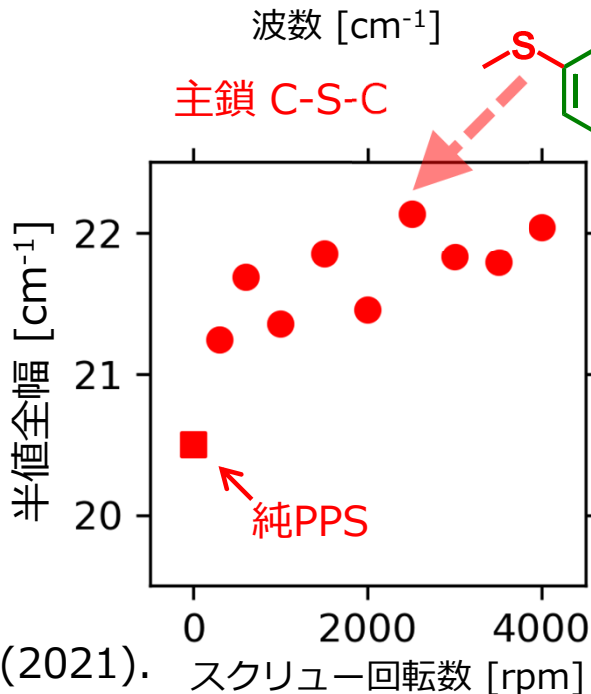
熱劣化の
非破壊評価



ラマンピークの線幅の変化

主鎖ピークの線幅が
広くなり、PPSの
結晶化度が低下

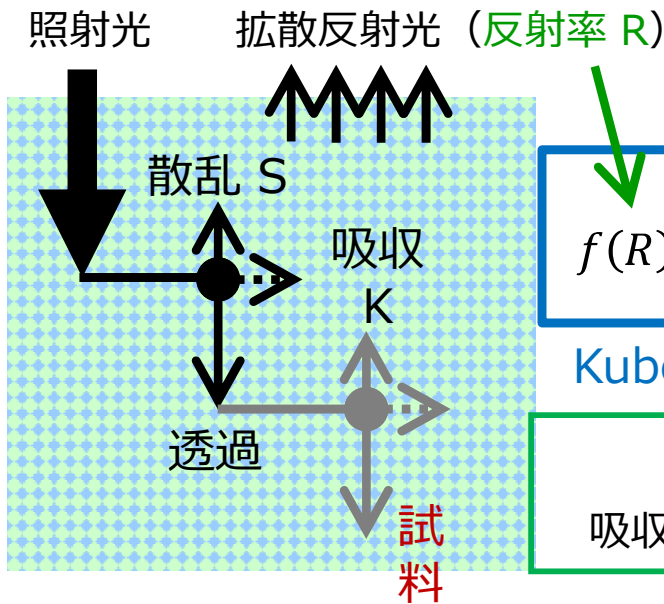
結晶性の
非破壊評価



竹林ら、化学工学会第86年会 O-224(2021).
溶融混練ポリマーの近赤外・ラマン分光分析

エラストマー分散径を非破壊で評価 (成形品のオフライン計測)

共同研究 AIST 依田 智、竹林 良浩

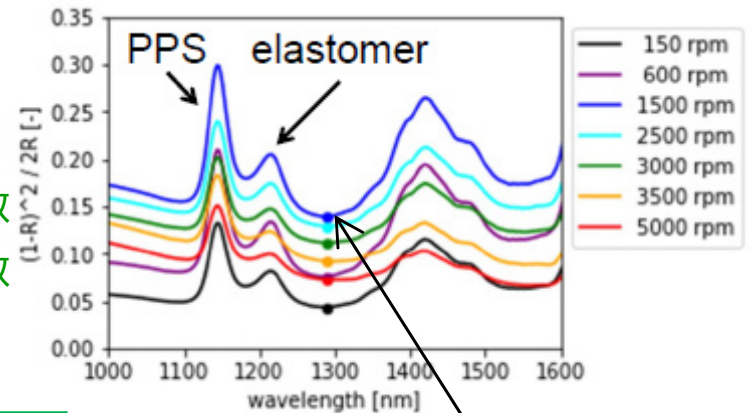


$$f(R) = \frac{(1 - R)^2}{2R} = \frac{K}{S}$$

Kubelka-Munk 関数

← 吸収係数
← 散乱係数

反射率 R の関数 f(R) から
吸収 K と 散乱 S の情報を取り出す



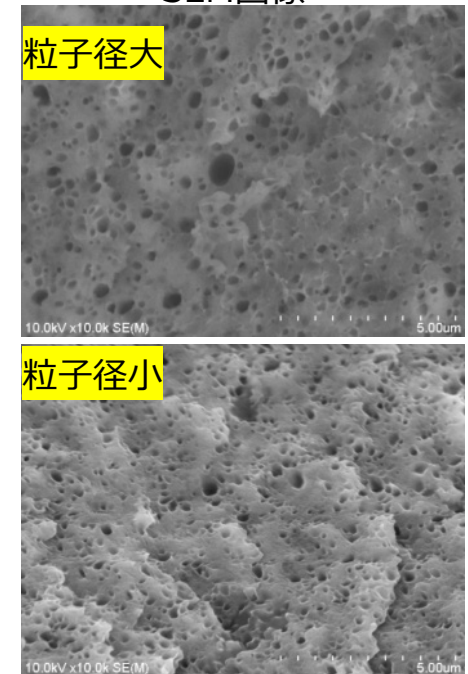
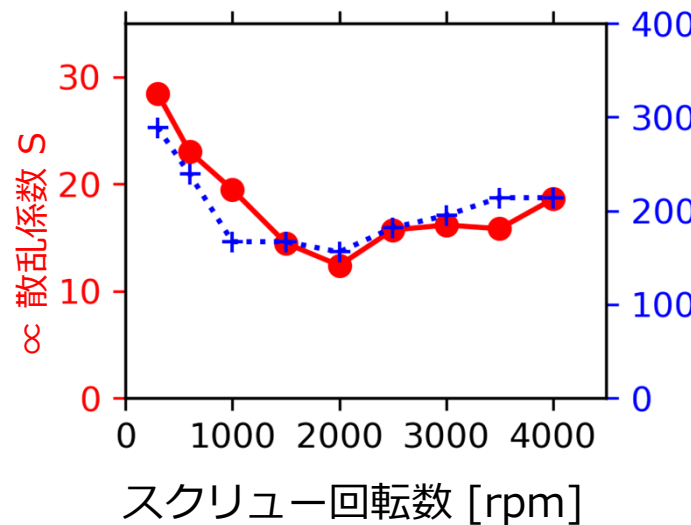
吸収バンドの谷間
@ 7750 cm⁻¹
SEM画像

散乱係数 S と分散粒子径の推移が同傾向を示す。



エラストマー分散径の
非破壊評価

f(R) のベースライン高さの逆数



竹林ら、化学工学会第86年会 O-224(2021).
溶融混練ポリマーの近赤外・ラマン分光分析

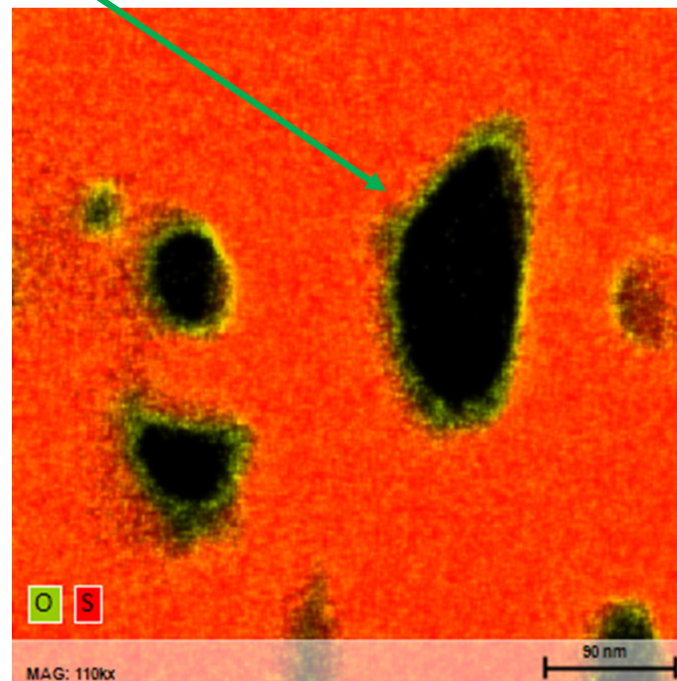
分散・モルフォロジーの分析

PPS中に分散したエラストマーの構造詳細を解析
ポリマーコンポジット材の破壊メカニズムを推測

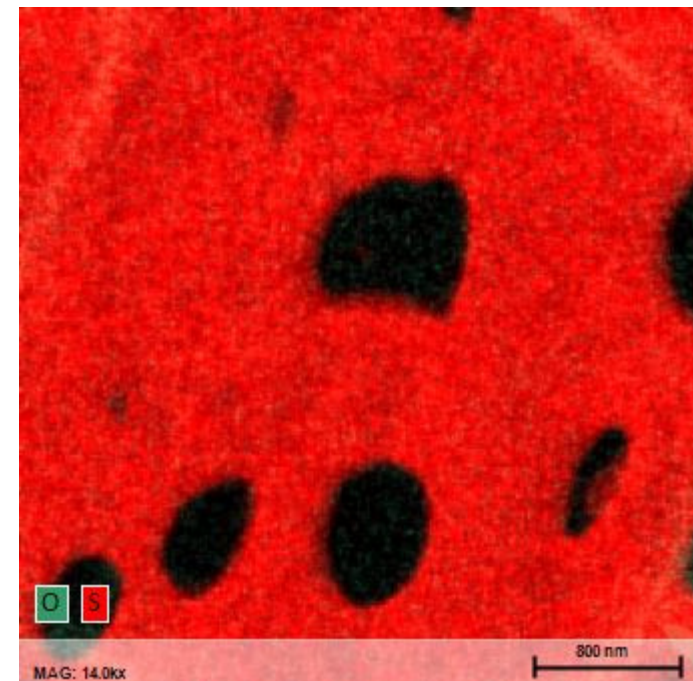
解析例

PPS樹脂／エラストマー界面のSTEM-EDS分析
ポリマー界面に酸素濃度の高い層を確認

変性エラストマー使用



未変性エラストマー使用



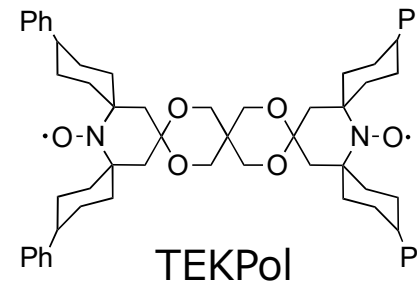
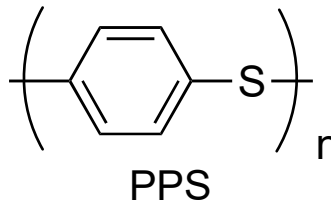
緑 : O
赤 : S

PPSポリマー末端・反応層のDNP-NMR分析

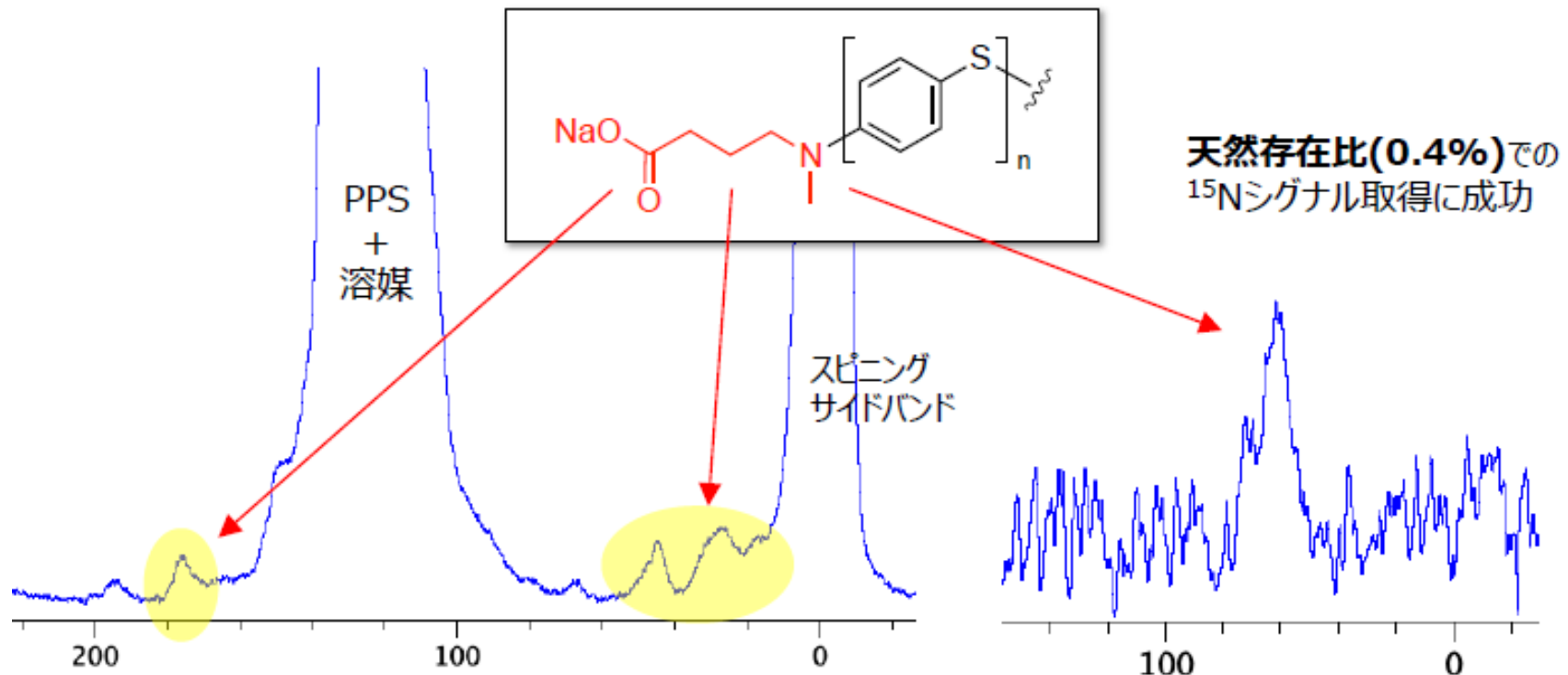
共同研究 AIST 田中 真司

PPS末端解析事例

Sample:
Sigma-Aldrich製 (182354)
平均分子量 ~10000

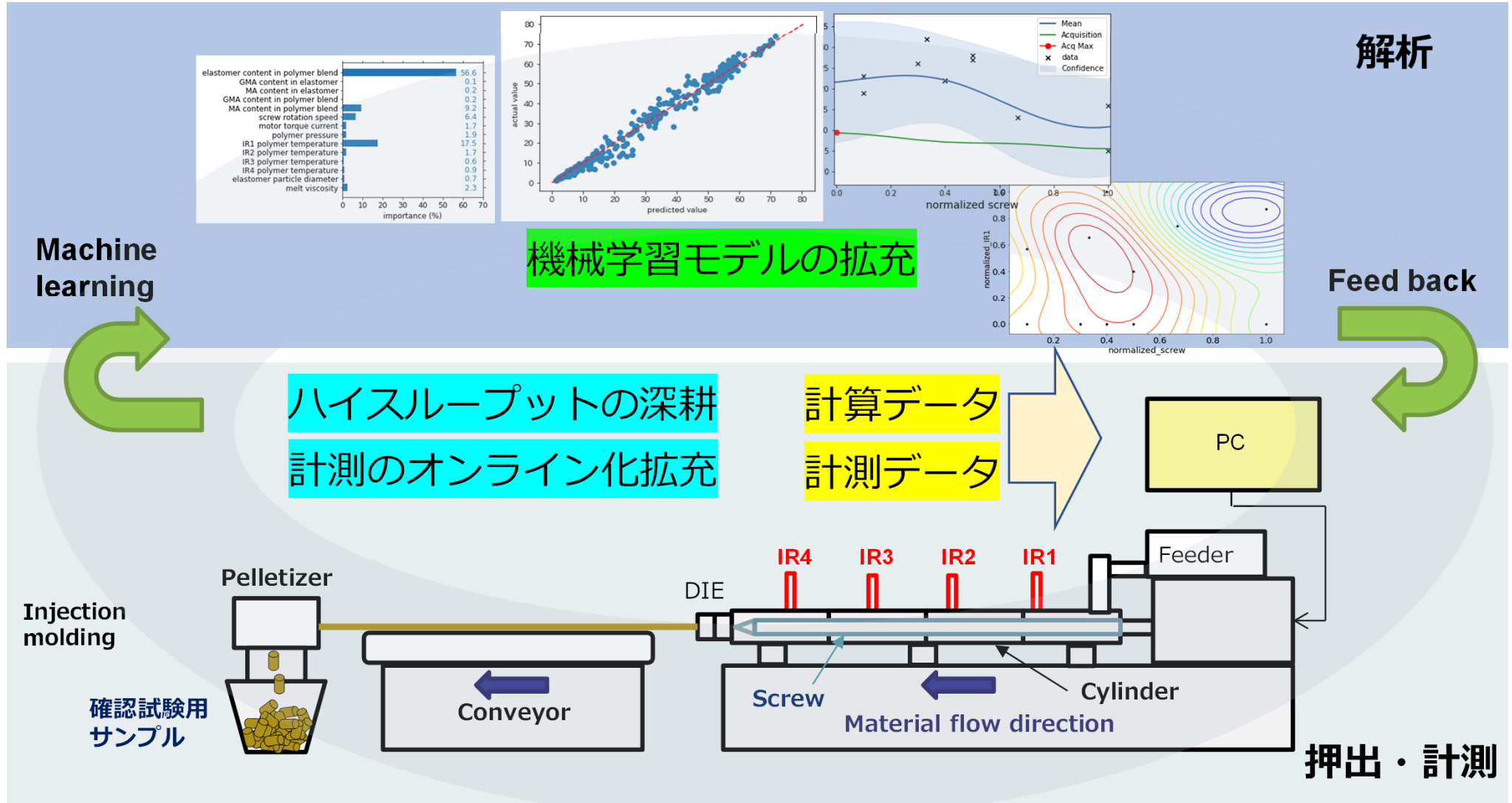


SSB = spinning side band
CN = 1-chloronaphthalene



- ・ 難溶性エンプラの前処理方法の確立
- ・ モデル材の解析による P P S ポリマー末端の構造解明

超超PJで培った開発スキームをもとに次世代材料開発を加速 生産現場のDX化へも展開



共同研究者

国立研究開発法人 産業技術総合研究所 (AIST)

竹林 良浩、小野 巧、森田 裕史、堀内 伸、田中真司、依田 智
阿多 誠介、陶 究、森本 崇宏、古屋 武

以上