

# 使用済自動車由来廃プラスチックと廃炭素繊維による電磁波シールド材料の創成

## －混練時における炭素繊維切断メカニズムの解明と長繊維混練のための条件検討－

木村 太郎\*1 齋田 真吾\*1 西田 治男\*2 河済 博文\*3 脇坂 港\*4 土田 保雄\*5

### Development of the Electromagnetic Wave Shelter Material Using ASR (Automobile Shredder Residue) Plastic and Carbon Fiber

#### - Effect of the Kneading Factors on the Length of Carbon Fiber -

Taro Kimura, Shingo Saita, Haruo Nishida, Hirofumi Kawazumi, Minato Wakisaka and Yasuo Tsuchida

著者らは、ASR（廃自動車破砕残渣）由来樹脂から付加価値の高い素材を創出する事を目指して、炭素繊維を混練することで電磁波遮蔽能の付与や強度向上を試みている。しかしながら、樹脂に混練する際に炭素繊維が切断され繊維長が大幅に短くなるという現象が見出され、炭素繊維の機能が十分に発揮されるか懸念される。そこで、混練条件の検討、及び炭素繊維切断メカニズムの解析を行い、長炭素繊維の混練を可能にする条件検討を行った。

#### 1 はじめに

廃棄自動車は、処分場においてシュレッダーにかけられ、有価金属や主要プラスチック部材は回収されてリサイクルに用いられる。しかしながら残った ASR（廃自動車破砕残渣）は付加価値が低く有効なリサイクルを行うことが出来ていない。ASR には一定量の樹脂成分が含まれているが、様々な素材の混合物であったりゴミや不純物が混入していたりする為、焼却以外の用途が限られていた。この様な現状において、(株)サイムは比重選別やラマン光選別を組み合わせることによって、ASR 由来混合樹脂を成分別、グレード別に選抜し、より付加価値の高い樹脂材料とする技術を確立している。

本研究では、ASR 由来の分別樹脂を用い更に付加価値の高い素材を創出する為に、廃炭素繊維を混練させることを試みている。炭素繊維の混練により、機械的強度の向上や電磁波遮蔽特性の付与が期待され、今後の IoT・AI 社会でニーズが高まると予想される電磁波シールド素材への応用が可能になると考えた (図 1)。

検討の過程において、炭素繊維を樹脂に混練すると繊維が大幅に短く切断される現象が明らかとなった。炭素繊維長が極端に短くなると、補強効果や電磁波遮蔽能が発現しにくくなるのが懸念されるため<sup>1)</sup>、切断が起きにくい混練条件を把握する必要がある。そこで本文では、モデル試験により炭素繊維の切断メカニズムを解明し、適切な混練条件を確立することを目指した。また、得られた知見を基に ASR 由来樹脂に炭素繊維を混練し、長繊維の混練が出来ることを実証した。

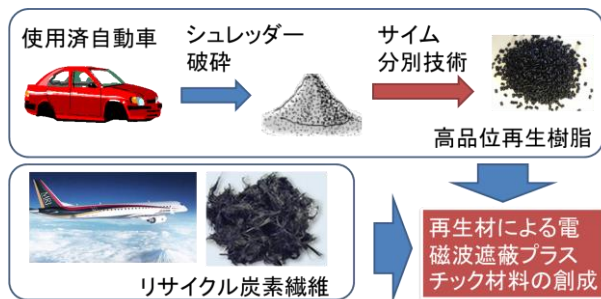


図1 ASR由来樹脂と炭素繊維による高機能材料の創成

#### 2 実験方法

##### 2-1 炭素繊維混練モデル実験

小型2軸押出機（ラボプラストミル2D15W 東洋精機）を用いてポリプロピレン（PP）への炭素繊維混練実験を行った。バージンPPペレット（ノバテックPP MA3H）を一定速度で投入し、炭素繊維（1 mmカット吉野）を0.1 gずつ投入した。特に記載がない場合は加熱温度200 °C、2軸スクルー回転速度10 rpmとした。

##### 2-2 炭素繊維の定量、炭素繊維長分布の評価

炭素繊維含有ペレットを白金パンに入れ、熱分析装

\*1 化学繊維研究所

\*2 プラス-N

\*3 近畿大学産業理工学部

\*4 九州工業大学大学院生命体工学研究科

\*5 (株)サイム

置 (TG/DTA6300 エスアイアイ・ナノテクノロジー) を用いて窒素気流下650℃で樹脂のみを分解除去した。得られた残渣を回収し、電子顕微鏡で炭素繊維を観察した。一定視野内の炭素繊維の長さを漏れなく計測し、平均繊維長、繊維長分布を算出した。

### 2-3 X線CTによる樹脂中の炭素繊維観察

高分解能X線CT (SKYSCAN2214 ブルカー・ジャパン) を用いて炭素繊維含有PPペレットの画像観察を行った。

## 3 結果と考察

### 3-1 スクリュー回転数・温度の炭素繊維鎖長への影響

炭素繊維の混練実験を行い、スクリュー回転数、温度を変えて、樹脂に混練された炭素繊維の長さを評価した。図2に示すように、バージンPP樹脂を連続的に投入しているところに、スポットで少量(0.1g)の炭素繊維を投入するものである。出てきた樹脂ストランドのうち、炭素繊維が含まれる黒く着色した部分を採用し、炭素繊維の長さ分布を計測した。なお、樹脂中の炭素繊維の濃度は最大1%前後であった。

図3に二軸のスクリュー回転速度を変えた場合の炭素繊維長分布を示す。回転数10rpmと100rpmで比較するといずれも炭素繊維長は数平均繊維長で250 $\mu$ m程度となり特に差は見られなかった。回転数を上げた方でせん断力が上昇し炭素繊維長が短くなると予想していたが、この範囲内では変わらないことが判明した。但し、より回転数を下げると繊維長が長くなる可能性はあると考えられる。

次に、加熱温度を変えて検討した結果を図4に示す。200℃、215℃、230℃で比較すると温度が上がるほど炭素繊維長は長くなる傾向が見られた。30℃の上昇で平均繊維長が1.4倍長くなったことになる。これは、温度が高い方が樹脂の流動性が増加するため、炭素繊維にかかるせん断力が低下するためと考えられる。

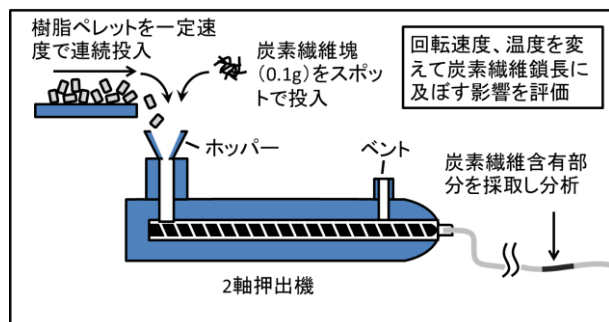


図2 混練時の回転数、温度の評価実験

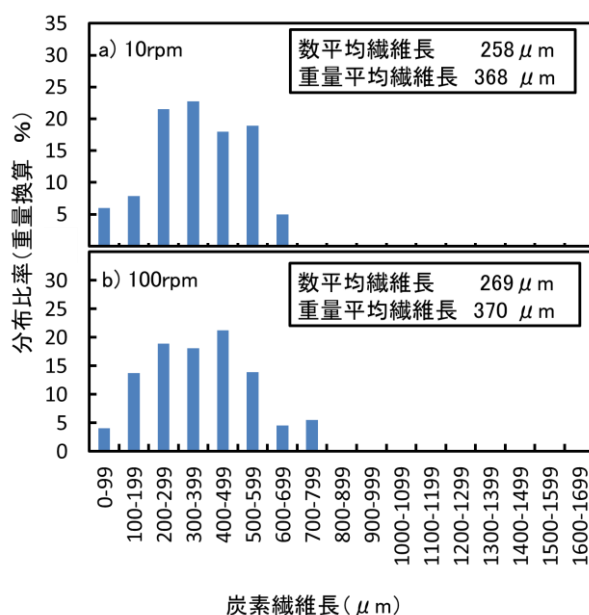


図3 スクリュー回転数を変えた際の炭素繊維長分布の比較

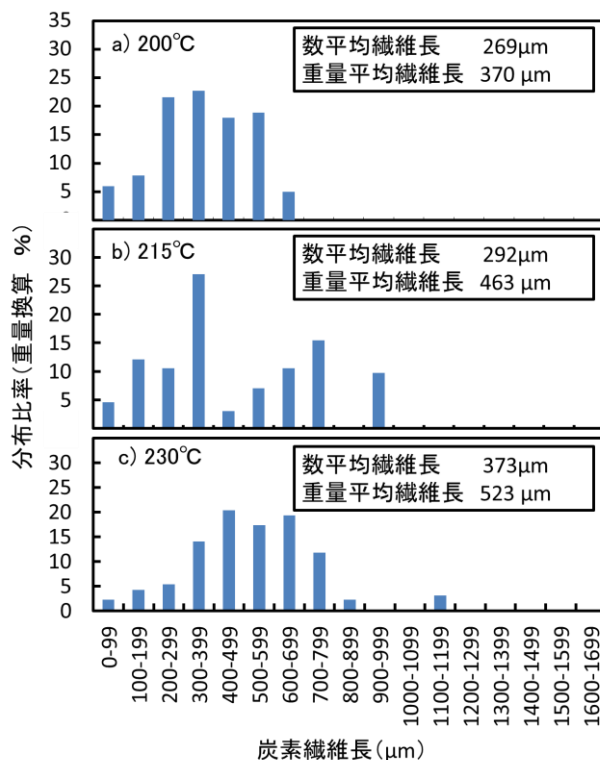


図4 加熱温度を変えた際の炭素繊維長分布の比較

### 3-2 二軸押出機中の切断挙動の解明

装置内の混練過程においてどの部分で炭素繊維の切断が起きているのか知るために以下の実験を行った(図5)。まず、バージンPP樹脂ペレットを投入しながら少量の炭素繊維を断続的に投入した。次に炭素繊維がスクリュー全域にいきわたったところで装置を止

めて、スクリーを引抜いた。スクリーの末端から先端までの各部所で混練途中の樹脂を採取し含まれている炭素繊維の長さを計測した。

表 1 及び図 6 に部所毎の平均繊維長の推移を示す。これは、投入された原料炭素繊維 (1.3 mm 程度) が二軸混練装置内を進むにつれて、短繊維化していく過程を示すものである。これによると、炭素繊維長はまずホッパー直下で大きく減少した。ホッパー直下は樹脂が十分に加熱溶解していないため炭素繊維へのせん断力が強くかかり切断が起きやすいと推測される。また、せん断部とフライト部の比較を行うと、繊維の切断はフライト部ではあまり起こらずせん断部で起きることが明らかとなった。従って、炭素繊維をなるべく切断しないためにはせん断部を含まないスクリー形状とした方が望ましいと考えられる。

### 3-3 炭素繊維投入箇所の影響

上記の結果を踏まえ、炭素繊維をホッパーではなくベントから投入することを試みた (図 2)。炭素繊維をホッパーから投入すると、十分に加熱されていない樹脂から強いせん断力を受けるが、ベントから投入することで樹脂から受けるせん断力を抑制出来ることが期待される。また、スクリーのせん断部を通過しない出口付近から炭素繊維を投入することも切断抑止に寄与すると思われる。実際にベントから炭素繊維を投入した場合の樹脂中の炭素繊維長分布を図 7 に示す。これによると 500  $\mu\text{m}$  以上の繊維が多く残っており、切断が抑制されていることが明らかとなった。図 3 (a) は、炭素繊維の投入箇所がホッパーであること以外は図 7 と同じ混練条件であるが、これと比較すると明確に長い炭素繊維が存在している事がわかる。また平均繊維長も数平均繊維長 725  $\mu\text{m}$ 、重量平均繊維長 909  $\mu\text{m}$  と図 3 (a) のホッパー投入時に比べて 2.4 倍以上長くなっていた。図 8 (a), (b) に回収した炭素繊維の SEM 画像を示すが、ホッパー投入 (a) に比べてベント投入 (b) の方が、長い炭素繊維が多く存在することが分かる。

### 3-4 炭素繊維混練樹脂の高分解能 X 線 CT 観察

図 9 に炭素繊維混練樹脂ペレットの高分解能 X 線 CT 画像を示す。(a) はペレットの押出方向に対する直径全体が写るように撮影したものであり、(b) はその一部を更に拡大して撮影した画像である。これによると炭素繊維は互いに凝集することなく、流れ方向に配

向した状態で混練されていることが明らかとなった。なお、図 9 (b) の球状の構造は気泡である。

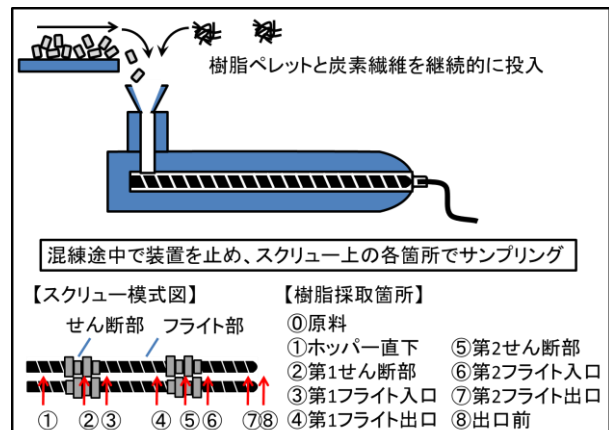


図 5 混練装置内の切断挙動の解析実験

表 1 混練装置内各部位での平均炭素繊維長

	数平均炭素鎖長 ( $\mu\text{m}$ )	重量平均炭素鎖長 ( $\mu\text{m}$ )
①原料	1255	1287
①ホッパー直下	684	814
②第1せん断部	524	738
③第1フライト入口	397	535
④第1フライト出口	412	553
⑤第2せん断部	399	461
⑥第2フライト入口	271	392
⑦第2フライト出口	301	377
⑧出口前	338	426

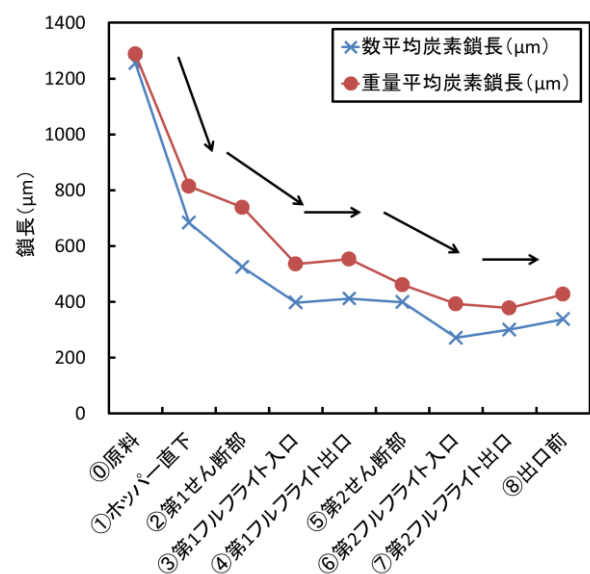


図 6 混練装置内での炭素繊維長の推移



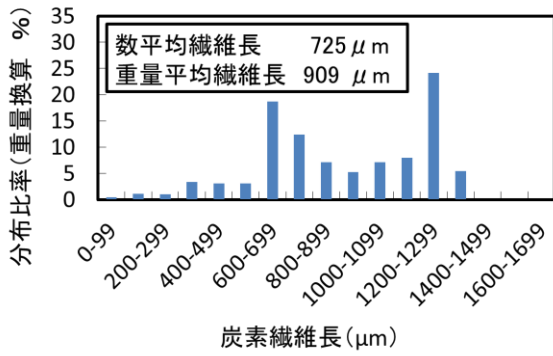


図7 炭素繊維をベント投入した際の繊維長分布

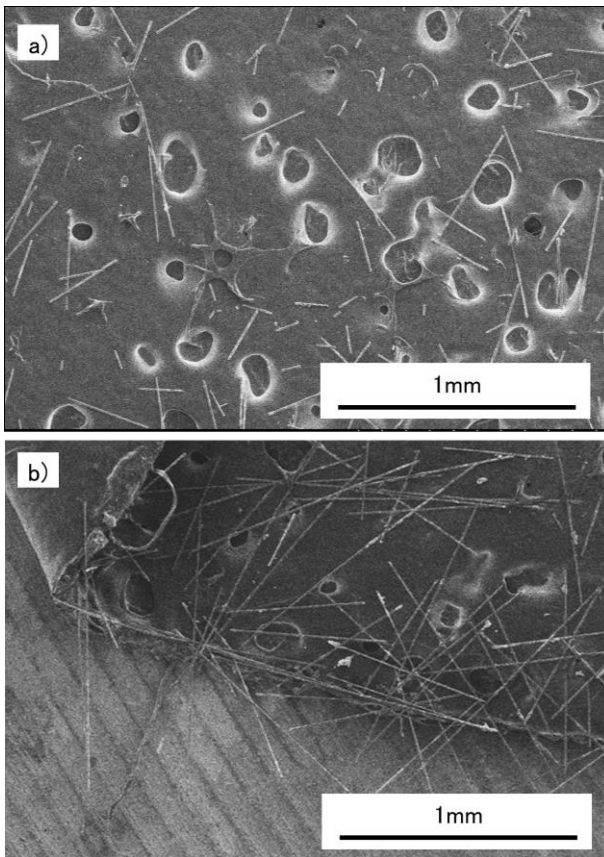


図8 樹脂中から回収した炭素繊維の SEM 画像. 混練温度 200 °C, スクリュー回転速度 10 rpm, 炭素繊維ホッパー投入 (a), ベント投入 (b)

### 3-5 ASR 由来樹脂への炭素繊維の混練

得られた知見を参考に混練条件を改良し、(株)サイムにおいて ASR 由来樹脂への炭素繊維の混練を行った。比重分別した ASR 樹脂に 30 wt%の炭素繊維を混練した結果、諸条件の改良により 200 μm 前後であった数平均繊維長が 300~500 μm まで長繊維化することに成功した。

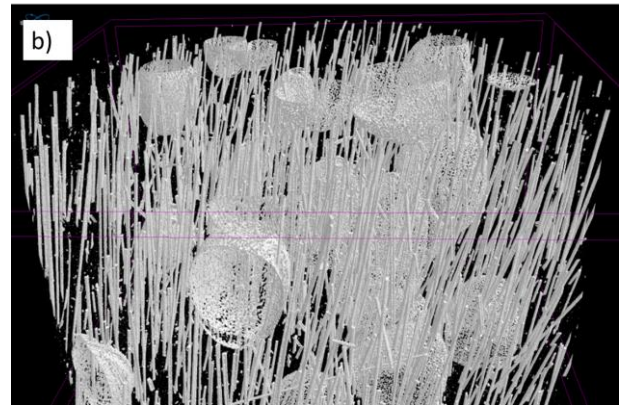
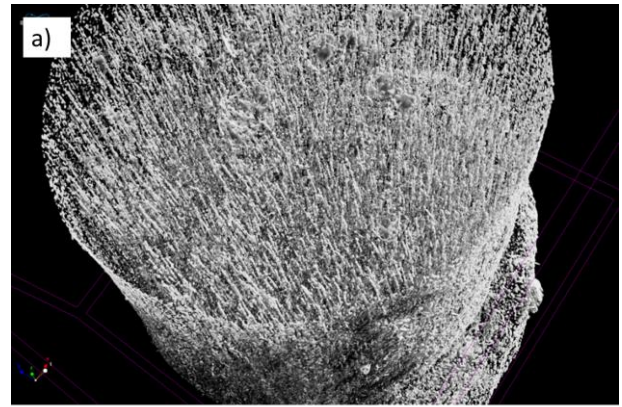


図9 炭素繊維混練樹脂ペレットの高分解能 X 線 CT 画像. 全体像 (a), 拡大像 (b)

### 4 まとめ

炭素繊維の樹脂への混練において、諸条件を変えることで炭素繊維の切断挙動は大きく変わることが明らかとなった。更に得られた知見を元に炭素繊維の切断メカニズムを理解することで、長繊維混練を可能にする条件確立を行うことが出来た。本研究が、これまで活用が困難であった ASR 樹脂の更なる高機能化、高付加価値化に寄与することを期待する。

### 5 謝辞

本研究の一部は公益財団法人福岡県産業・科学技術振興財団 I S T 研究開発 F S 事業により実施した研究の成果である。

### 6 参考文献

- 1) 西田 治男ら：繊維学会誌，77(5)，pp. 231-237 (2021)