

# リサイクルプラスチック材料の品質向上に関する研究(第1報)

菅原吉規

## Study on improving the quality of recycled plastic material ( I )

Yoshiki SUGAHARA

リサイクルプラスチック原料の熔融特性を簡易的に評価するため、試料を一定の条件で熱プレスすることで扁平化し、その面積から熔融粘度を推定する方法について検討した。JISに規定された熔融粘度測定法であるMFRと比較して、十分な精度で測定できることが分かった。生産現場で利用されているリサイクルプラスチック材料に対して、MFRとの相関を調べたところ、一部乖離がみられた。

### 1. はじめに

プラスチック成形加工企業では、生産工程内で排出される端材の回収・再利用(リサイクル)が一般におこなわれている。しかし、リサイクルプラスチック材料は、加工による不純物の混入や過熱による分子量の低下などにより通常の原料よりも品質が劣り、ロットごとにばらつきがあり、原材料の性状がはっきりと分かっていないため、製品の品質管理が難しいという課題がある。このため、加工前の段階で材料の性状を知ることは、生産性の向上には重要である。本研究ではリサイクルプラスチック材料の熔融粘度を、成形加工前に簡便に分析する手法の検討を行った。

### 2. 実験

#### 2. 1 簡易測定法の概要

今回検討した簡易測定法の概要を示す。一定量のプラスチック材料を融点以上に加熱して、平板ではさみプレスする(図1)。

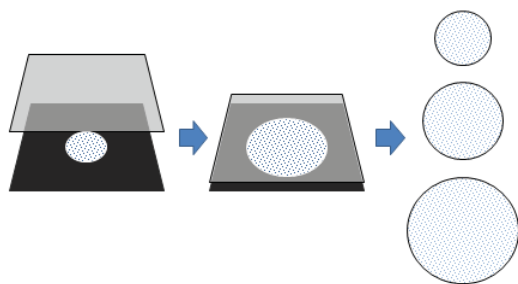


図1 試験概要図

すると加熱された試料は熔融しながら挟まれた平板の間を広がってゆくが、このとき試料の熔融粘度が高ければあまり広がらず低ければより大きく広がることになる。一定時間経過後に取り出して冷却し、せんべい状になった試料の面積を測定する。この面積の大小から熔融粘度を推定するものである。今回対象樹脂としてはポリプロピレン(以下PP)を選択した。

#### 2. 1. 1 簡易測定法の条件

今回の簡易測定法において検討した条件は温度・試料供試量・圧力・加圧時間の4点である。

温度は、JIS K 7210「プラスチック-熱可塑性プラスチックのメルトマスフローレイト (MFR)及びメルトボリュームフローレイト (MVR) の試験方法」におけるPPの測定温度である230℃とした。

リサイクルプラスチック原料は、熔融粘度の調整などの理由により素性の異なるペレットが混合されている場合がある。試料供試量は試験結果にブレンドのばらつきが影響しないだけの十分な量を用いる必要がある。仮に精度±3%、信頼水準95%を満足しようとする、統計上一回の試験で約40gのペレットを供する必要がある。これを踏まえて試料供試量は50gとした。

圧力は当所所有のホットプレス装置においてもっとも緩やかな条件となるプレス上部構造物の自重のみ(35.4kgf)とした。

#### 2. 1. 3 加圧時間の検討

今回の簡易測定法において、加圧時間は熱劣化を防ぐ意味では短い方が望ましい。しかし、プレス後に得られる試料は大きな面積となった方が試験における感度が高くなるため、ある程度時間を長くとの必要がある。また、試料への熱供給がプレス両面からの伝達以外にないため、ここでもある程度の時間が必要となる。簡易測定法における最適な加圧時間を求めるため、日本ポリプロ株式会社製PP MA3 (MFR11)を用いて0.5~10分まで加圧時間を変えて試験を行い、試料の均一性、気泡の状態等から最適な加圧時間を求めた。

#### 2. 2 簡易測定法の妥当性評価

今回考案した簡易測定法が測定法として成立するためには、再現性があることと、既存の熔融粘度測定法との相関性があることが必要である。熔融粘度が既知のPPを用いて比較測定することにより妥当性評価を行った。

##### 2. 2. 1 再現性評価

熔融粘度が異なるPP5種について、(日本ポリプロ株式会社製、品番及びMFRを表1に示す。)1種あたり5回試験を行

い、これを試験日を変えて2回、計10回試験を行った。

表1 試験に供したPPの品番とMFR

品番	EA9	BC6C	MA3	BC03B	BC06C
MFR	0.5	2.5	11	30	60

### 2. 2. 2 既存測定法との相関性評価

試験に供したPPの公称MFR値と簡易測定法により得られた試料の投影面積との相関関係を検討した。

### 2. 3 ブレンドペレットにおける熔融挙動の評価

リサイクルプラスチック原料は、異なるペレットが混合されている場合がある。このとき、ブレンド後に熔融混練・再ペレット化されていれば均一化されているため問題はないが、単純にペレットを混ぜ合わせただけでは製造装置によっては材料の十分な混合ができず不良発生の原因となりうる。そこで、熔融粘度が異なる材料を混合したときの熔融挙動を簡易測定法で評価した。

#### 2. 3. 1 試験方法

妥当性評価に用いたPPのうちBC03B (MFR30)とEA9 (MFR0.5)を1:4、2:3、3:2、4:1、の割合で混合した試料について、簡易測定法により測定・検証を行った。

### 2. 4 リサイクルプラスチックの分析

県内事業者より射出成形品の原料として使用しているリサイクルプラスチック原料について、同一仕様かつロット違いサンプル提供を受けた。提供されたリサイクルプラスチック原料について、ロット違いによる熔融粘度のばらつきを検証と、簡易測定法による測定結果との比較を行った。

#### 2. 4. 1 MFR測定

県内事業者より提供されたロット違いのリサイクルプラスチック原料5種について、メルトインデクサによりMFRを測定した。測定条件はJIS K 7210に準拠した(230℃、2.16kgf)。

#### 2. 4. 2 簡易測定法による測定

今回開発した簡易測定法により、ロット違いのリサイクルプラスチック原料の測定を行った。

## 3. 結果・考察

### 3. 1 簡易測定法

#### 3. 1. 1 加圧時間の検討結果

簡易測定法において加圧時間を変えた場合の測定結果の一例を図2に示す。

加圧時間が短いとペレット形状が残っており、熱伝達が不十分なことが原因で試料が部分的に未熔融であることや気泡の残留が確認された。これらの影響がサンプル上から認められなくなる限界の時間は5分でありこの時間を加圧時間と定めた。

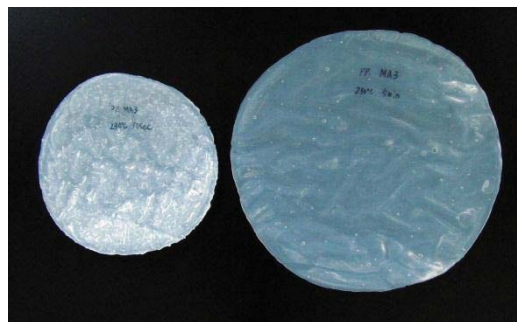


図2 加圧時間検討サンプル(左0.5分、右 5分)

## 3. 2 簡易測定法の妥当性結果

### 3. 2. 1 再現性

簡易測定法によって得られたサンプル(図3)について、品番ごとの最大・最小・平均面積、変動係数(以下C.V)、5回毎に日を変えて行った試験間の差を以下に示す(表2)。

表2 簡易測定法における試験結果(投影面積)

品番	EA9	BC6C	MA3	BC03B	BC06C
最大(cm <sup>2</sup> )	181	280	444	495	645
最小(cm <sup>2</sup> )	175	271	427	485	622
平均(cm <sup>2</sup> )	178	275	436	490	637
C.V(%)	1.13	1.09	1.03	0.67	1.04
試験間差(%)	1.86	1.87	1.20	0.16	1.53

MFR測定法においては、測定値の最大値と最小値の差が15%を超えた場合再測定することとなっている。今回の簡易測定法における最大値と最小値の差は最大3.8%であり測定法として使用できる精度を満たしていると考えられる。

繰り返し精度を求めため試験日を変えて行った試験間の差は0.16~1.53%だった。測定法自体が単純であることもあり測定法の安定性が確認できた。



図3 簡易測定法サンプル(左EA9、右BC03B)

### 3. 2. 2 既存測定法との相関

MFR値と簡易測定法測定結果との相関性を見るため、横軸にMFR値、縦軸に簡易測定法の測定結果をとったグラフを図4に示す。

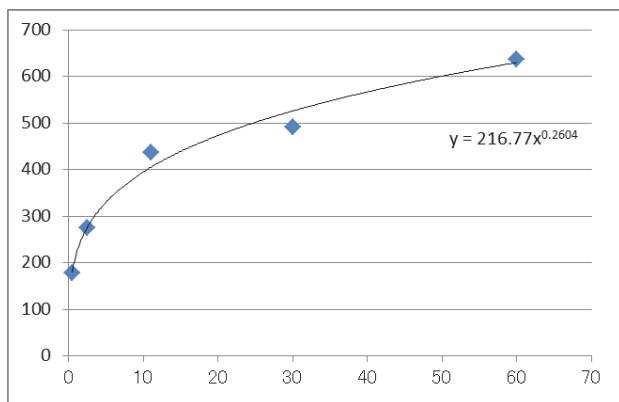


図4 MFR値と簡易測定法測定結果との関係

低MFR側では鋭敏だが、高MFR側ではMFR値の差に比べて面積の差が小さく鈍感であることが分かった。今回の簡易測定法は一定量のサンプルを押し潰すことにより測定をしている。測定する試料の熔融粘度が低いと試料はより広がって単位面積当たりの荷重が小さくなる。このため、高MFRサンプルでは差が小さくなっていると考えられる。

熔融粘度が低い試料をより精度よく測定するためには、試験時の荷重を少なくするなどの調整が必要であると考えられる。

### 3. 3 ペレットブレンドの影響

#### 3. 3. 1 ペレットブレンド材料の簡易測定結果

熔融粘度が異なる2種のペレットを混合した場合の簡易測定法による測定結果を表3に示す。

表3 ペレットブレンド時の簡易測定法測定結果

サンプル名	EA9 100%	EA9 80% BC03B 20%	EA9 60% BC03B 40%
面積(cm <sup>2</sup> )	178	239	321
C.V(%)	1.13	0.66	0.57
サンプル名	EA9 40% BC03B 60%	EA9 20% BC03B 80%	BC03B 100%
面積(cm <sup>2</sup> )	404	457	490
C.V(%)	0.83	0.73	0.67

C.Vは0.57~0.83%と単一材料と同等であり、熔融粘度が異なるペレットの混入があっても十分な精度が得られるものと考えられる。

ペレットブレンド時の簡易試験法測定サンプルを図5に示す。



図5 ペレットブレンド時の簡易測定法サンプル

単一材料の場合(図3)は滑らかな真円状であるのに対して、ペレットブレンドの場合は縁に凹凸が見られる。これは試料の場所によって熔融粘度に差があるため、粘度の低い部分が流れだしてしまうためと考えられる。この現象を活用すればリサイクルプラスチック材料が(ロット内では)均一な組成か、ペレットブレンドされたものか判別することが可能になると考えられる。ただし、材料の熔融粘度を比較する場合、真円であれば試料同士を重ね合わせるだけで面積の比較(=熔融粘度の比較)が簡単にできるが、凹凸が多いと比較は難しくなる。

### 3. 4 リサイクルプラスチックの分析結果

#### 3. 4. 1 MFR測定

リサイクルプラスチック原料5種のMFR測定結果を表4に示す。

表4 リサイクルプラスチックのMFR値

サンプル名	A	B	C	D	E
MFR	4.72	6.33	6.87	7.52	11.7
C.V(%)	2.28	2.55	2.58	2.45	8.36

同じ製品を製造するための原料であるが、バージン材とは異なり、ロットの違いによって熔融粘度に2倍以上の差がみられる。事前に熔融粘度を測定することに十分な意義があると考えられる。

#### 3. 4. 2 簡易測定法による測定

リサイクルプラスチック原料5種の簡易測定法による測定結果を表5に示す。

表5 リサイクルプラスチックの簡易測定法結果

サンプル名	A	B	C	D	E
面積(cm <sup>2</sup> )	282	289	334	309	334
C.V(%)	1.67	2.19	1.59	2.81	3.10

C.Vはバージン材では0.67~1.13%であったが、リサイクルプラスチック原料では1.59~3.10%と若干ばらつきが大きくなった。これは、リサイクルプラスチック原料が不均一であ

ることの影響ではないかと考えられる。

簡易測定法とMFR測定とのC.Vを比較するとサンプルDを除いて簡易試験の方が小さかった。一回の試験に供する試料重量が大きく、試料のばらつきが緩和されることによるものと考えられる。

### 3. 4. 3 MFRと簡易測定法の比較

リサイクルプラスチック材料におけるMFR値と簡易測定法による測定結果との相関性を見るため横軸にMFR値、縦軸に簡易測定法測定結果をとったグラフを図5に示す。

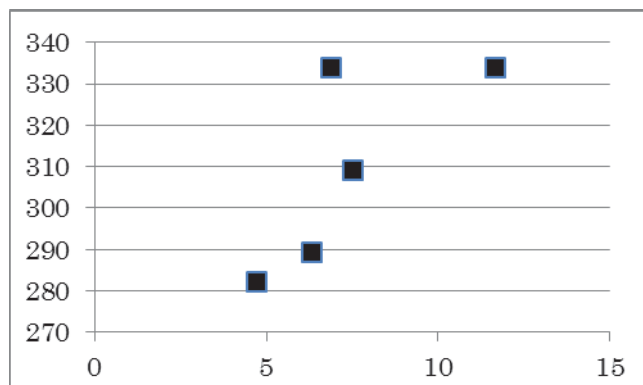


図5 リサイクルプラスチック材料のMFR値と簡易測定法における測定結果との関係

サンプルCについてMFR値と簡易測定法測定結果との間に乖離がみられた。MFR測定・簡易測定法ともにばらつきは小さく、それぞれの試験に問題があったとは考えにくい。このため試料固有の性質と考えられるが、原因の究明には至らなかった。

## 4. まとめ

リサイクルプラスチック原料の溶融特性を簡易的に評価する方法を考案した。バージン材料における繰り返し精度は1%程度と高い信頼性が確認できた。既存の溶融粘度測定法であるMFRと比較したところ、溶融粘度が高いほど鋭敏で増加し、低くなるほど鈍感となる傾向が見られた。溶融粘度が異なる2種の材料をブレンドした場合、測定サンプルの縁に凹凸が現れ、ブレンドの有無が確認できる可能性が示唆された。リサイクルプラスチック材料に対してMFRとの相関を調べたところ、一部乖離が認められた。

### 【謝 辞】

本研究を実施するにあたりリサイクル材料の提供にご協力いただいた県内企業様に心よりお礼申し上げます。

### Abstract

I devised a method of evaluating in a simple manner the melting characteristics of recycled plastic raw materials. Repeatability in virgin material was confirmed and high reliability about 1%. Tend to be insensitive as it becomes lower as sensitive as the high melt viscosity was compared with the MFR is a melt viscosity measured existing methods was observed. When blended the two materials having different melt viscosities, potential unevenness appears on the edge of the sample can be confirmed whether the blend is suggested. High correlation was confirmed was investigated the correlation between MFR for recycling plastic material, some divergence was observed.