

# 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2報)

菅原吉規

## Study on Improving the Quality of Recycled Plastic Material (II)

Yoshiki SUGAHARA

昨年度の研究において、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、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。本年度は生産現場での利用を可能とするためにより安価で汎用的な機器を用いて同様の試験が可能となる方法の検討を行った。再現性については若干の低下が見られたが、試験法として十分な生後が確保できた。

### 1. はじめに

リサイクルプラスチック材料は、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。

当所では昨年度、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い、一定の知見を得た。しかし、生産現場で活用するためにはより安価な機器で試験を可能とする必要があることが示唆された。

本研究では昨年度考案した簡易測定法をより汎用的で安価な機器のみで実施可能とするべく検討を行った。

### 2. 実験

#### 2.1 簡易測定法の概要

簡易測定法の概要を示す。測定対象となるプラスチック材料を一定量採取し融点以上に加熱して、平板ではさみプレスする(図1)

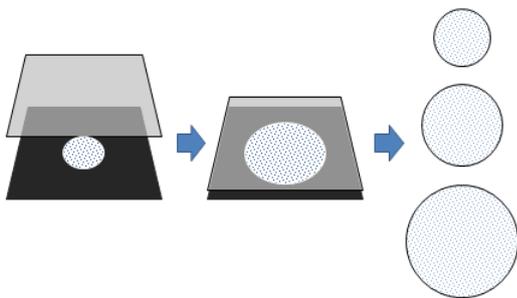


図1 試験概要図

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。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。一定時間経過後にせんべい状になった試料を変形させな

いよう取り出して冷却し、試料の投影面積を測定する。この面積の大小から熔融粘度を推定するものである。

#### 2.1.1 測定法の変更点

昨年度の簡易測定法(以下従来法)においては実験装置として丸東製作所製ホットプレス装置を用いて加熱および加圧を行った(図2)。ホットプレス装置は上面・下面ともにヒータを装備しており温度を精密に制御できる。またプレス機構についても上下面の平行度を高度に保つことができる構造となっており再現性の高い試験が行えるものである。その分高価であり生産現場への導入は簡易とは言えないものとなる。



図2 ホットプレス装置

そこで、本研究では熱源は汎用品として入手が容易でより安価であるホットプレートを用いることとし、上面は単純に金属の平板とした。加圧については金属板の上に規定量の重しを乗せることとした(以下改良法)(図3)。この方法では熱源が下面のみとなり上面からの加熱がなくなってしまう。このままでは試料全体を熔融させるための熱量が不足して試料の熔融に時間がかかり再現性に影響を与える可能性がある。そこで試料の上面から加圧するための平板を一定の厚み(10mm×2)のアルミニウム板としをホットプレート上で余熱しておくことで上面からも補助的に加熱することとした。



図3 改良法で使用したホットプレート

### 2. 1. 2 加圧時間・圧力の検討

従来法において、加圧時間および圧力は5min、35.4kgfという条件で行った。そのうち圧力はプレス上部構造物の自重であり検討の余地がなかった。今回検討する試験方法では試料の上に人力で圧力をかける(重石を載せる)ことから圧力はより小さいほうが試験としての操作性がよくなる。しかし、圧力が小さいと試料の広がり小さくなり測定の感度が低下してしまう。改良法において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) を用いて加圧時間および圧力を変えて試験を行い、試料の均一性、形状等から最適な加圧時間と圧力を求めた。

### 2. 2 簡易測定法の妥当性評価

改良法の再現性と、既存の熔融粘度測定法との相関性を検証するため、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 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出荷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の提供を受けた。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の検証と、簡易測定法による測定結果との比較を行った。

#### 2. 3. 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. 3. 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 加圧時間および圧力の検討結果

改良法において圧力を加えるという行為は試料の上に当該重量の重しをのせるということであり、加える圧力は小さいほど試験操作がより簡便なものとなる。しかし、圧力が小さいと試料の広がりが小さくなり測定感度が低くなる。これを加圧時間を長くすることで補うこととし試料を作成した(図4)。結果、投影面積のばらつきが若干大きくなり(C.V.4.2%) 試料の真円度が損なわれる結果となった。この測定法では試料の形状が真円に近い形状でないと試料同士の面積の比較が難しくなってしまう。試験操作の利便性を犠牲にしても圧力を高くするべきであることが分かった。このことから加圧時間5min、圧力30kgfと定めた。



図4 加圧時間検討サンプル(10min、10kgf)

#### 3. 2 簡易測定法の妥当性結果

##### 3. 2. 1 再現性

改良法によって得られたサンプルについて、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 改良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> )	165	252	367	439	577
最小(cm <sup>2</sup> )	152	235	338	412	540
平均(cm <sup>2</sup> )	156	245	356	421	555
C.V(%)	2.31	2.19	2.18	1.96	1.83
試験間差(%)	1.34	0.46	0.57	0.03	0.18

表3 従来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

従来法で同様の測定を行った場合の結果（表3）と比較すると全体として試料の投影面積が小さくなった。これは、加熱量と圧力の減少によるものと考えられる。C.V値についても若干増加した。しかし測定法として使用できる精度は満たしていると考えられる。

繰り返し精度を求めめるため試験日を変えて行った試験間の差は0.03~1.34%で従来の簡易試験法と差異はなかった。

### 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5に示す。

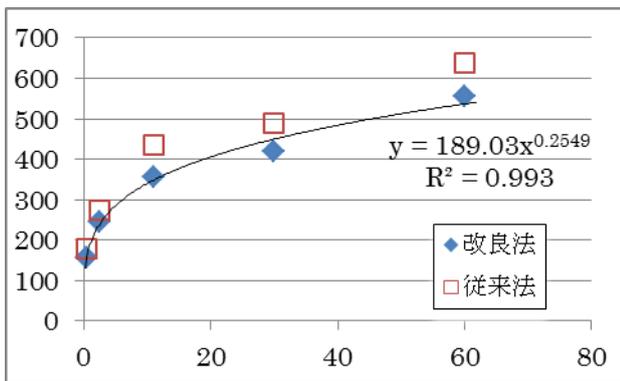


図5 MFR値と改良法および従来法との関係

従来法と同様に累乗近似でよく一致するとなった。このことから低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る。

近似曲線の決定係数が0.993と高いことから熔融粘度が未知の試料であっても近似曲線に当てはめることで推定が可能であると考えられる。

## 3. 3 リサイクルプラスチックの分析結果

### 3. 3. 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	4.54	4.56	4.92	4.96	5.04
C.V(%)	1.40	1.83	1.60	1.41	1.39

ロット間の熔融粘度の差が小さく、品質管理が行き届いていることがうかがわれる。

### 3. 3. 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改良法結果

サンプル名	A	B	C	D	E
面積(cm <sup>2</sup> )	239	239	247	255	250
C.V(%)	1.40	0.61	0.95	1.22	0.83

C.Vはバージン材の1.83%~2.31%に対してリサイクルプラスチック原料が0.61%~1.40%とよりばらつきが小さい結果となった。改良法では従来法と比較して手作業が占める部分が多いため試験操作の慣れが影響したものと考えられる。

改良法とMFR測定との比較すると改良法の方がばらつきが小さくなっておりMFRと比較してもそんなに再現性が得られていると考えられる。

### 3. 3. 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6に示す。

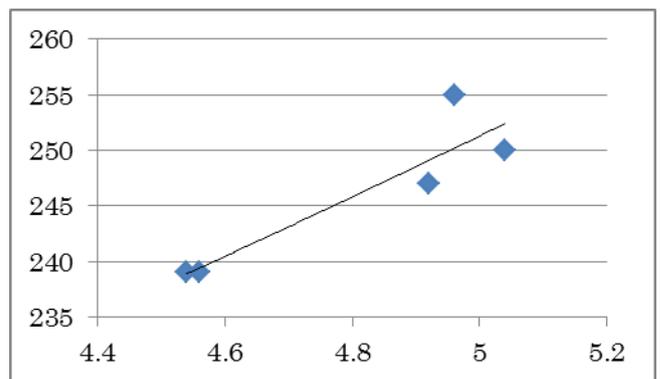


図6 リサイクルプラスチック材料のMFR値と改良法における測定結果との関係

サンプルD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が、乖離は簡易測定法におけるCV値の範囲内に収まっており十分な精度と考えられる、今回の試料ではロット間の熔融粘度の差が少なかったため、明確な相関性が得られるほどの測定とはならなかった。

#### 4. まとめ

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方法として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を昨年度考案し高い信頼性が確認できた。本研究では生産現場での利用を可能とするためにより安価で汎用的な機器を用いて同様の試験が可能となる方法の検討を行った。

熱源は汎用品として入手が容易でより安価であるホットプレートを用い、加圧については金属板の上に規定量の重しを乗せることとした。再現性については従来法と比較して若干の低下が見られたが、試験法として十分な精度が確保できた。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、明確な相関は得られなかった。

#### 【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。