

平成28年度 資源循環型ビジネス展開セミナー

炭素繊維の溶解再生技術 開発の現状と今後の課題

河添 宏

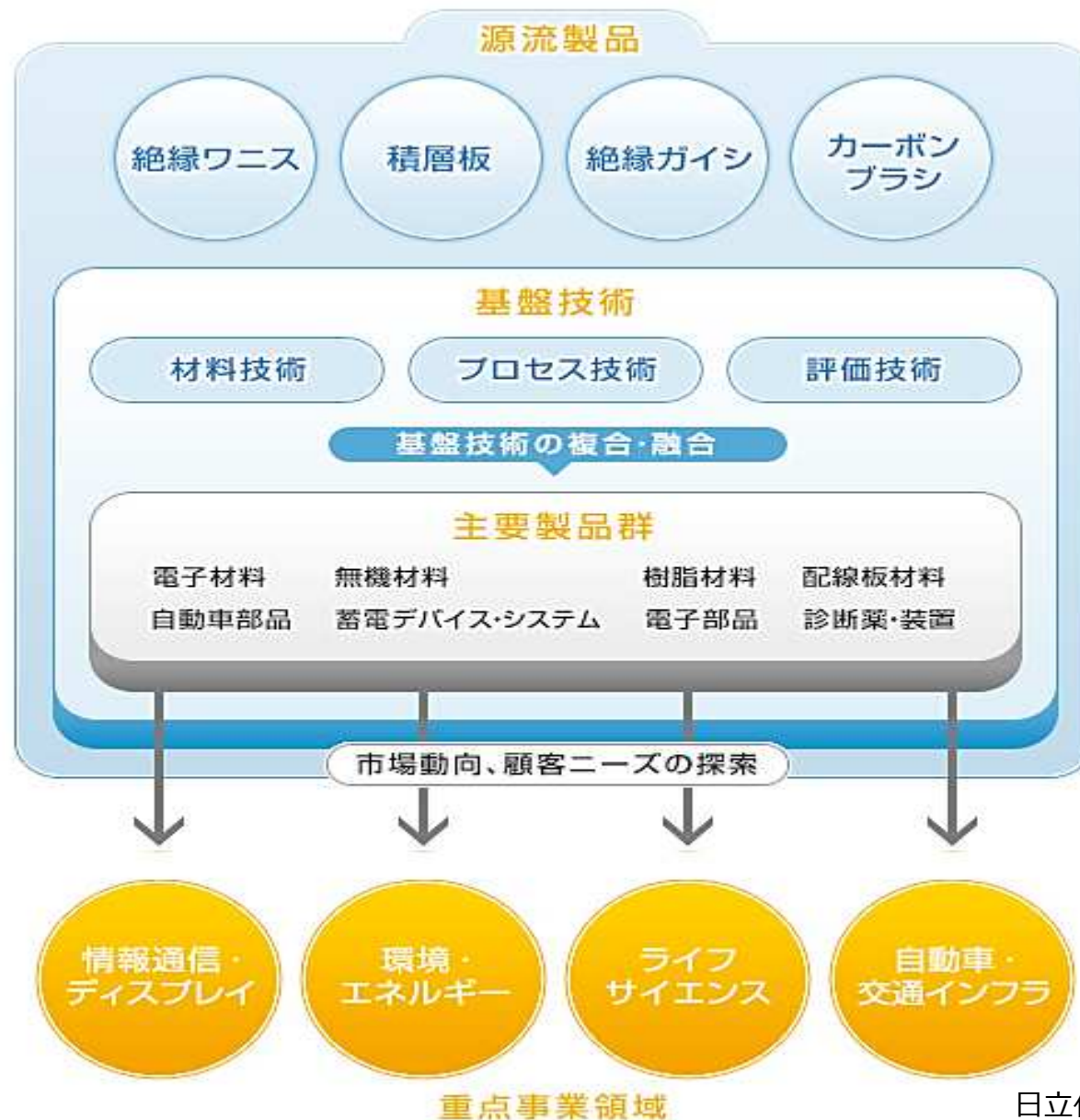
日立化成株式会社

イノベーション推進本部 新事業推進センター

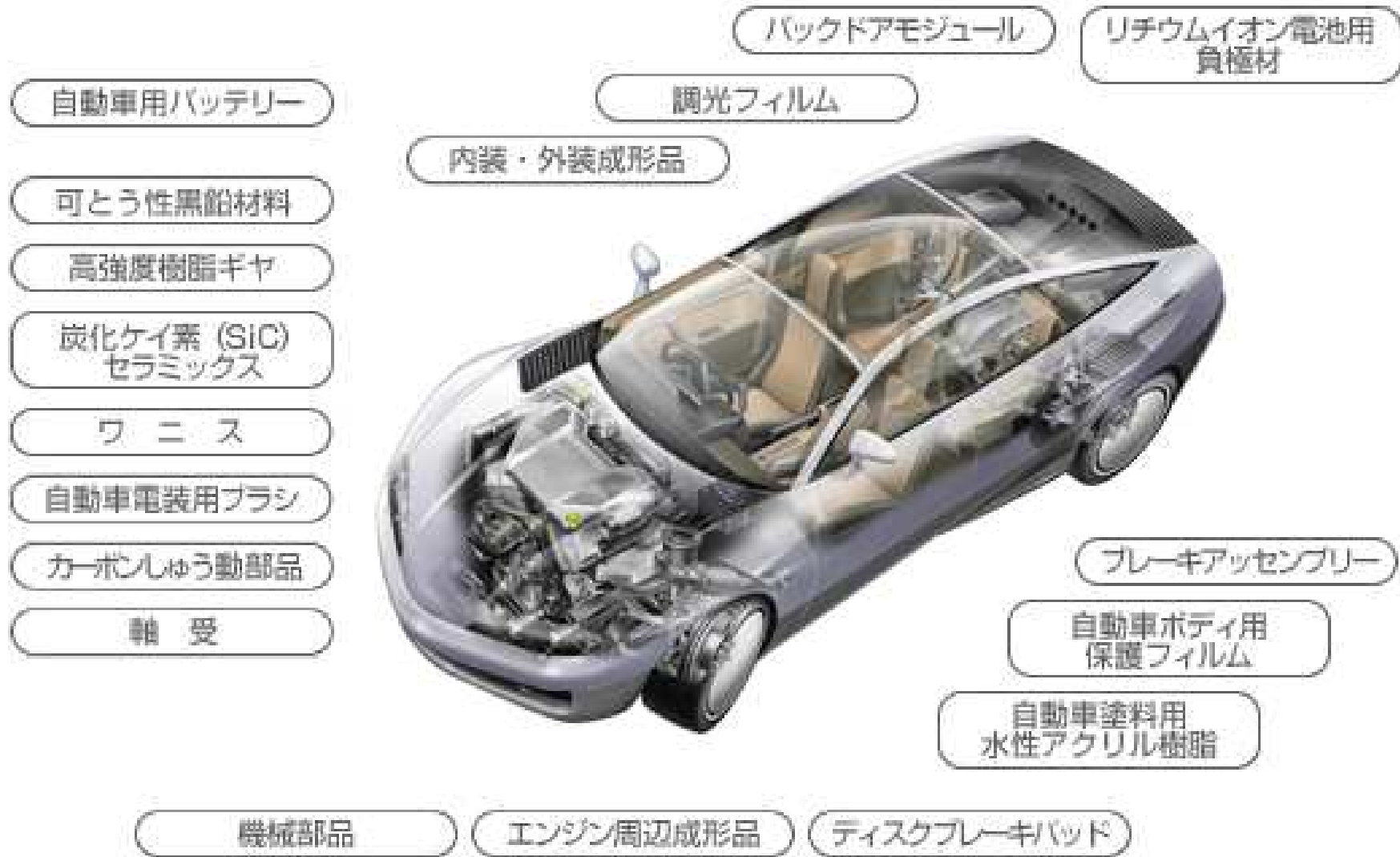
再生炭素繊維ビジネスグループ

1. 日立化成の紹介
2. 溶解再生技術の概要
3. 溶解再生炭素繊維の特徴
4. 量産検証装置の紹介
5. まとめ、今後の課題

設立	1962年10月10日
営業開始	1963年 4月 1日
資本金	155億円
単独売上高	3,233億円
単独従業員数	6,209人
事業内容	<ul style="list-style-type: none">・ 機能材料 電子材料、無機材料、樹脂材料、配線板材料・ 先端部品、システム 自動車部品、蓄電デバイス・システム、電子部品、他
連結売上高	5,465億円
連結従業員数	19,117人



日立化成の自動車用関連製品



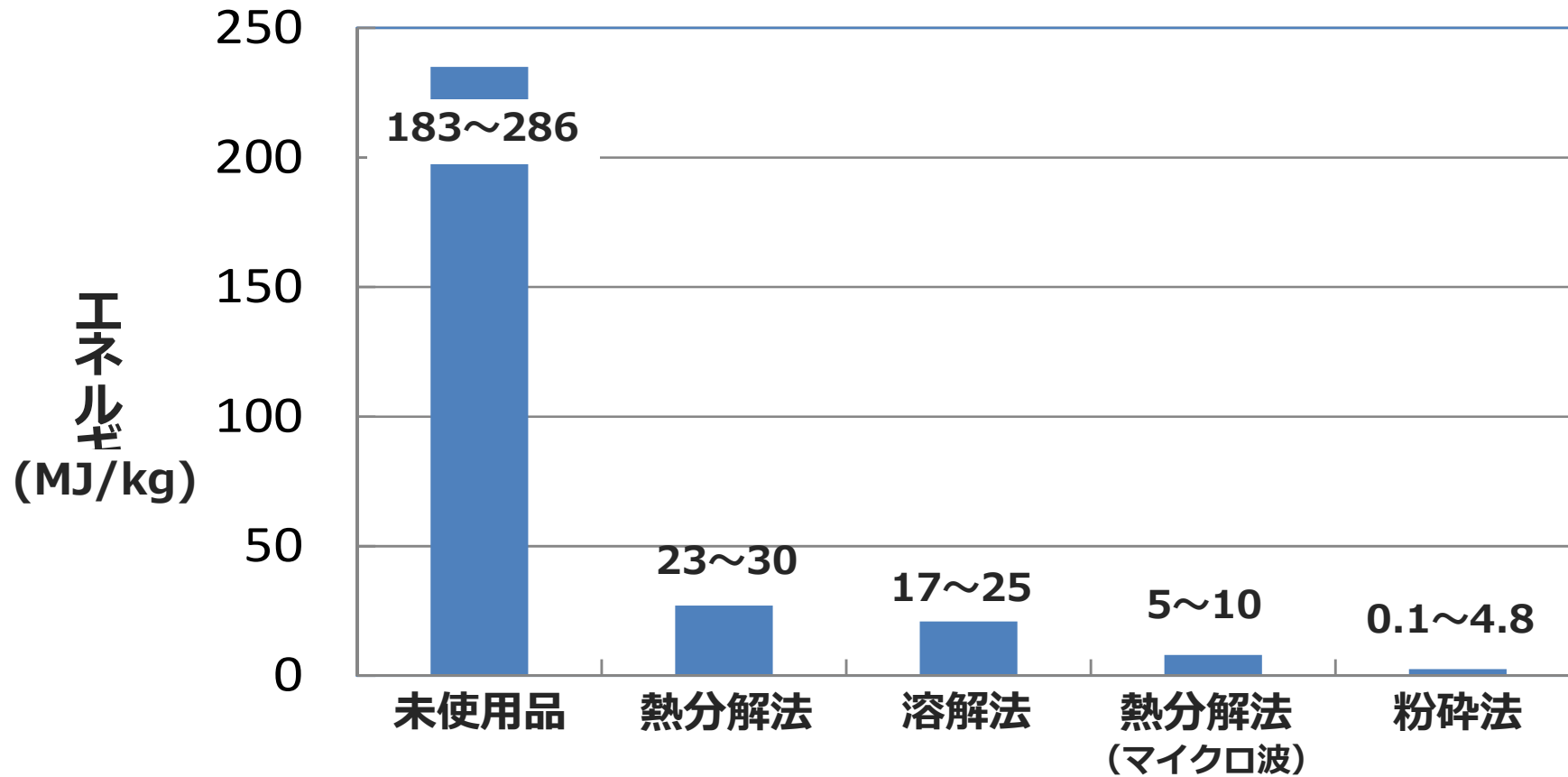
主な炭素繊維再生技術

プロセス	処理条件					回収物	主な実施者*
	温度	圧力	時間	触媒	溶媒		
熱分解法	500～600 °C	常圧	-	-	-	CF	ELG-Carbon、CFK Valley Stade Recycling、Carbon Conversions、Karborek、CFRI社、東レ/豊田通商、他
半導体分解法	400 °C	常圧	10 分	金属酸化物 半導体	-	CF	信州大学
水蒸気分解法	500 °C	常圧	30 分	-	-	CF	ファインセラミックスセンター
溶解法	80 °C	常圧	100 時間	HNO ₃	-	CF	東京工業大学
	90 °C	常圧	30 分	-	DMF H ₂ O ₂	CF 樹脂	中国科学院 寧波材料技術与工程研究所
	160～200 °C	常圧	2～6 時間	-	BZA	CF 樹脂	日立化成
電解酸化法	常温	常圧	1～3 時間 炭化処理要	アルカリ	-	CF 樹脂	アイカーボン、 八戸工業高等専門学校
亜臨界流体法	250～350 °C	5～10 MPa	10 分～ 2 時間	-	MeOH アセトン	CF 樹脂	静岡大学

* 各社HP、新聞等公開情報から抜粋

- 多くのプロセスが提案され、実用化検討が進められている
- 熱分解法が先行している現状

炭素繊維再生に必要なエネルギーの算出例



出典 : <https://compositesuk.co.uk/>
Composites Recycling – Where are we now?
13 Jul 2016

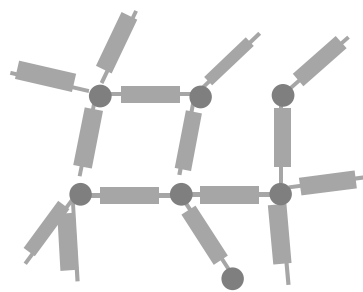
■ 炭素繊維再生に必要なエネルギー量は未使用品製造の1/10以下

溶解再生プロセス



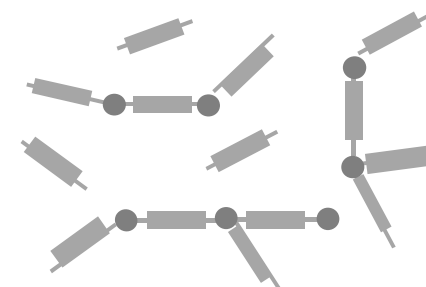
溶解の原理

- 熱硬化型樹脂
- 酸無水物



架橋した樹脂

処理液
エステル結合切断



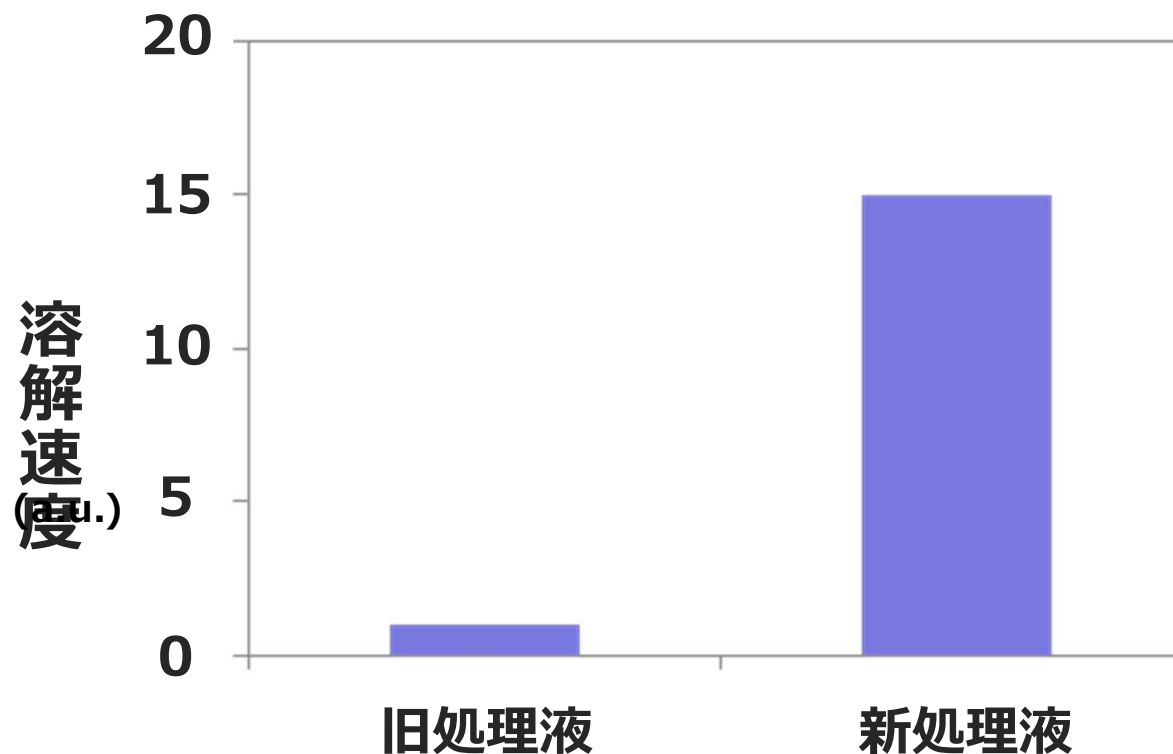
溶解できる程度に分解

- 樹脂を低分子化して処理液に溶解させて、樹脂分を含む処理液と炭素繊維とを分離する

弊社溶解再生技術開発の経緯

- 1999年 弊社製品(ユニットバス、プリント板等)のリサイクル研究開発を開始
- 2002年 GFRPのリサイクルの研究開発を開始、実験溶解槽の導入
- 2006年 CFRPのリサイクルの研究開発を開始
- 2006年 小型廃船のリサイクルライセンス契約締結
- 2008年 樹脂封止部材のリサイクルライセンス契約締結
- 2009年 実験溶解槽の導入
- 2014年 **新処理液の研究・開発を開始**
- 2015年 **量産検証用溶解再生装置（1号機）の導入**
- 2016年 **量産検証用溶解再生装置（2号機）の導入**
- 20XX年 量産プラント稼動

- 1999年、ユニットバス、プリント板のリサイクル研究に端を発する
2017年現在は、新処理液による量産検証を進めている



新処理液の溶解速度

- 新処理液は、旧処理液と比較し溶解能力が高い
→ 溶解速度が速く、常圧で溶解可能な樹脂種が多い

新処理液の溶解性能～適用可能な樹脂種

樹脂		溶解性
エポキシ樹脂	(酸無水物硬化) (アミン硬化) (フェノール硬化) EP	○
不飽和ポリエステル	UP	○
ポリウレタン	PU	○
ポリエチレンテレフタレート	PET	○
アクリロニリルブタジエン共重合体	ABS	○
ポリカーボネート	PC	○
ポリエチレン	PE	×
ポリプロピレン	PP	×
ポリフェニレンサルファイド	PPS	×
シリコーンゴム		×

■ 難溶解性樹脂に対する一層の溶解能力の向上が課題

1. 実験の目的

溶解再生処理が炭素繊維に及ぼす物理的、化学的影響を把握する。

2. 実験方法

- ① プリプレグ端材（高機能炭素繊維、汎用炭素繊維）に再生処理（溶解法、熱分解法）を施し、炭素繊維を分離する。
- ② 第3項に記載の評価を行い、未使用の炭素繊維と比較する。

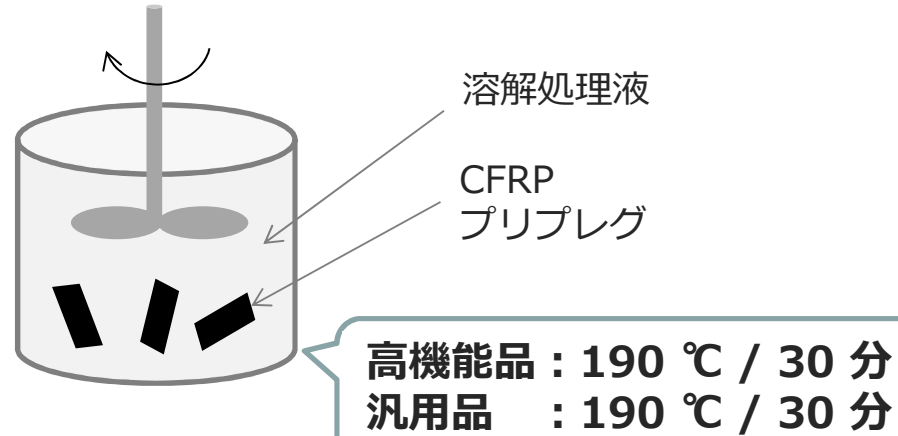
3. 評価項目

評価項目	評価法と使用装置	評価のポイント
外観	・ 走査型電子顕微鏡（SEM） JMS7800S（日本電子）	キズ、欠損、残留物等の異常の有無確認
引張強度、 弾性率	・ 引張試験（JIS R 7606） SL-6001（今田製作所）	機械的特性変化の把握
表面官能基	・ X線光電分光法（XPS） PHI 5000 VersaProbe II（アルバック・ファイ） ビーム径：φ200 μm、照射角：45°	表面の酸素濃度比率の把握

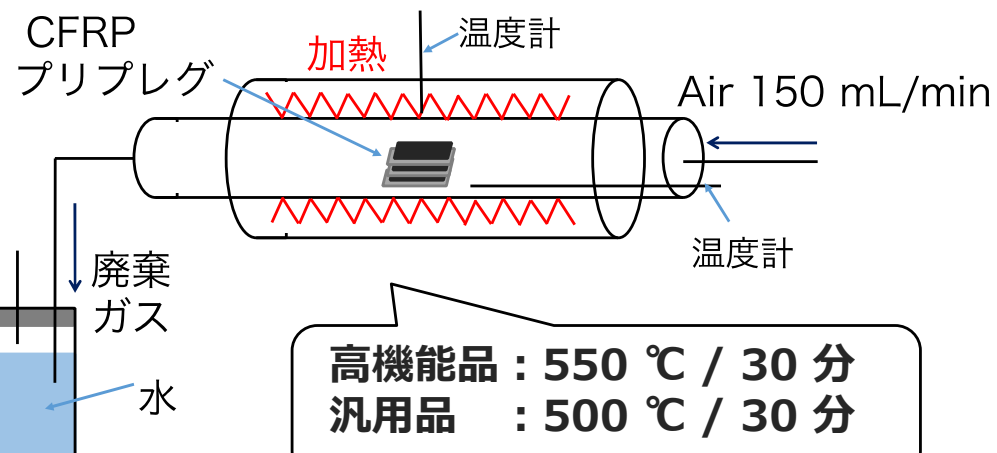
【名古屋大学大学院 工学研究科 材料システム研究室と共同で実施】

再生処理の実験方法

溶解法による再生実験



熱分解法による再生実験



単繊維引張試験 (JIS R 7606)

① 試験片作製



② 繊維直径測定

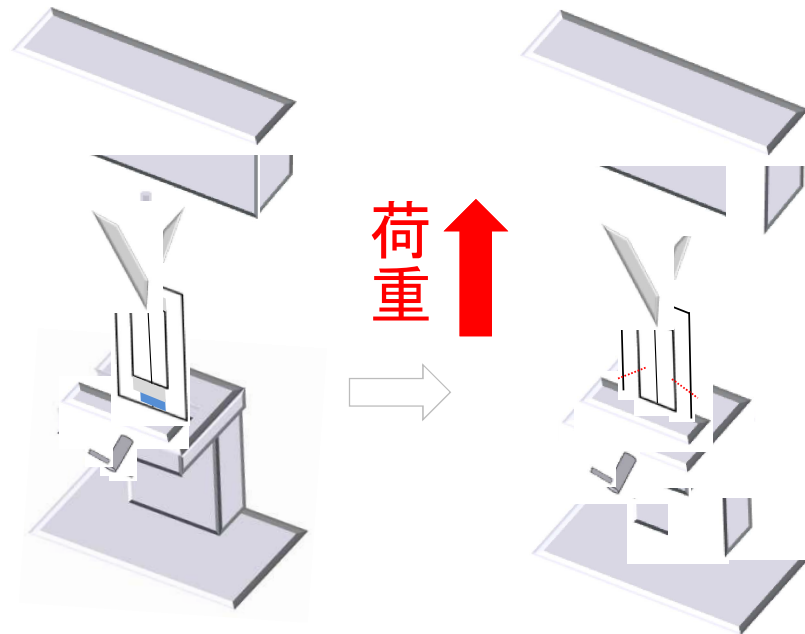
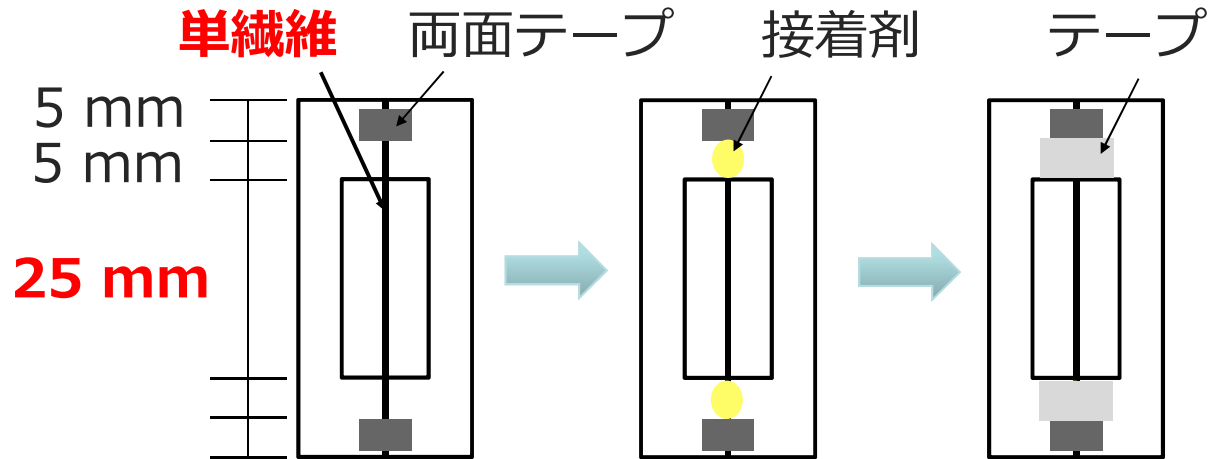
JIS R 7607

(D法：レーザー回折法)



③ 単繊維引張試験

JIS R 7606





1号機

- ・ 2015年導入
- ・ 顧客試作対応稼動中



2号機

- ・ 2016年導入
- ・ 大規模量産原理の検証用

量産検証プラント2号機の外観



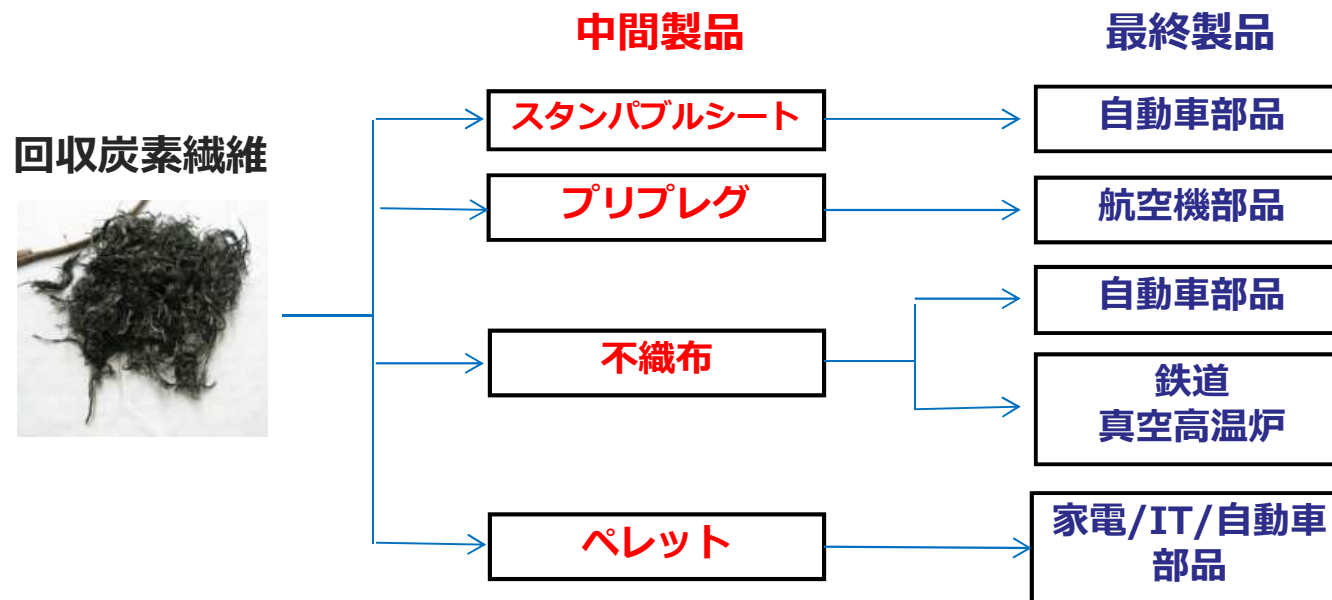
左正面



右正面

5. まとめ、今後の課題

1. 近年、各種の炭素繊維再生技術が提案され、実用化検討が活発に進められている。
2. 再生炭素繊維の特性は再生プロセスに依存する。溶解法で再生した炭素繊維は、樹脂残存物、強度劣化が少ない。
3. 再生炭素繊維分野は、量産性と高機能化技術確立の段階に入りつつある。ターゲットの見極めと製品仕様の最適化が重要となる。



再生炭素繊維のCFRPへの展開例