

過熱水蒸気を利用した炭素繊維の表面改質と繊維回収技術開発

一般財団法人ファインセラミックスセンター 上級研究員
和田 匡史

1. テーマ設定の背景

炭素繊維強化プラスチック（CFRP）は軽量かつ強度・剛性に優れ、近年その利用が拡大している。特に、輸送機器への適用は軽量化による燃費低減効果が大きいことから、多大な期待が寄せられている。その一方で、廃材は埋め立て処理されており、今後見込まれる需要拡大に向けて、高効率かつ低コストでCF（炭素繊維）が回収可能な技術の確立が強く望まれている。

過熱水蒸気は、沸点以上に加熱した乾いた水蒸気のことです。加熱効率に優れるとともに低酸素分圧下での処理が可能であることが知られています。CFRPの処理に過熱水蒸気を適用することで、CFの酸化劣化を抑制しつつ、効率的に樹脂除去できることが期待できる。さらに過熱水蒸気処理により、回収CF表面には、「樹脂との接着活性点」として作用する表面水酸基の形成も期待できる。これは回収CFの後処理工程の省略につながることから、CFRPを再製造するコストの削減に大きく貢献できる可能性がある。

以上より、過熱水蒸気を利用したCFRPからのCF回収とCFの表面改質を同時に達成可能な処理技術の確立を目指した。

2. 素形材分野との関連性

炭素系素形材の表面状態を制御し、自身の機械的強度の向上や樹脂に対する密着性の改善を可能にする技術として位置づけることができる。

3. 研究開発の成果

表面処理されていないPAN系バージンCFを供試材に用いて過熱水蒸気処理を行った結果、期待した通りにCF表面の水酸基量が増加し、エポキシ樹脂に対する密着性（界面せん断強度）が向上

した。さらに、過熱水蒸気にN₂あるいはCO₂ガスを添加して処理することにより、CF表面には水酸基のみならず塩基性官能基やカルボキシル基が導入されることを明らかにした。これらの官能基も樹脂との接着活性点として作用し、特にN₂添加による塩基性官能基の導入はエポキシ樹脂に対する密着性向上に大きく寄与することが明らかになった（図1）^{1),2)}。このように、過熱水蒸気処理により、CFの表面化学状態を制御可能であることが明らかにした。

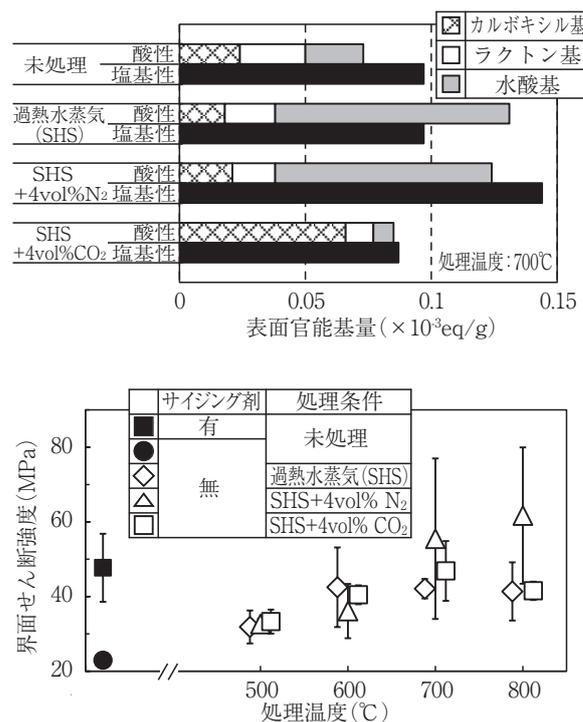


図1 過熱水蒸気処理による炭素繊維の表面改質効果

また、過熱水蒸気へのN₂あるいはCO₂ガスの添加により、CFの強度低下の抑制が可能であった。今回対象としたPAN系CFは、構造中には炭素以外に窒素が数%含まれており、水蒸気による酸化が生じるとCO₂やN₂が生成することから、過熱水蒸気へのこれらガスの添加はCFの水蒸気

酸化を低減する効果があると考えられる。さらに、 N_2 と CO_2 ガスを同時添加した過熱水蒸気中で処理することにより、引張強度が向上することを見出した²⁾。ここで、処理の有無や条件によらず、いずれのCFの破壊起点も表面近傍の開口き裂であった。したがって、同時添加処理による引張強度の向上は、処理によって繊維表面がごく僅かに酸化し、CF表面に存在する初期き裂の先端が鈍化したためと考えられた。

さらに、マトリックス樹脂が異なる種々のCFRPの過熱水蒸気中の樹脂分解挙動を評価し、繊維回収処理条件の最適化にも取り組んできた。このうち、最も多用されているエポキシ樹脂をマトリックス樹脂とするCFRPについて最適化を行った結果、バージンCFとほぼ同等の引張強度を有するリサイクルCFを得ることが可能であった²⁾。

以上、過熱水蒸気処理によって、CFRP廃材からの炭素系素形材であるCFの回収とその表面改質を同時に達成できる可能性を示した。

4. 訴求点

カーボンニュートラルの実現に向けて、自動車等の輸送機器由来の CO_2 排出量の削減は重要な技術課題の一つである。達成に向けて車体の軽量化が急ピッチで進められており、従来の鉄鋼系材料からCFRPへの置き換えが精力的に検討されている。一方で、現状、CFRP廃材の大部分が埋め立て処理されており、車両製造や廃棄も含めたライフサイクル全体として CO_2 排出量を削減するためには、CFRP廃材からリサイクルCFを有価な素材として取り出し、循環再利用する技術の確立が必要である。本研究においては、CFの回収のみならず、表面状態を制御して樹脂に対する密着性の改善を同時に一つのプロセスで達成することを目指すもので、他とは異なる独創的なアプローチで研究を推進してきた。これまでに、過熱水蒸気処理によりCF表面に官能基を付与し、樹脂との密着性改善に有効であることを明らかにしたが、これはリサイクルCF回収後の表面改質工

程の省略が可能になることを意味しており、CFRPの再製造コストの削減につながる。さらに、過熱水蒸気処理によってCFの引張強度の向上が可能であることも明らかにした。これは簡便な方法でCFを性能向上できることを示すものであり、CFRP全体の高性能化に貢献できる可能性がある。

一方、実用化に向けた取り組みとして、企業と共同で連続処理装置の開発にも取り組んできた²⁾。CFRP廃材樹脂部の分解時に生成する可燃性ガスを燃料に用いることで、大幅な燃費の削減が可能であり、CFの製造エネルギーに対して、大幅に小さいエネルギー消費量でリサイクルCFの回収が可能であることを明らかにしている。以上のように、過熱水蒸気を利用してCFRP廃材から高性能なリサイクルCFを高効率に回収する技術の道筋を示すことができた。

なお、ここまで示してきた過熱水蒸気処理による表面改質は、他の様々な炭素系素形材への展開が期待できる。フィラーの樹脂に対する密着性改善や電極用材料の高性能化など、幅広い産業応用につながることを期待される。

参考文献

- 1) M. Wada, K. Kawai, T. Suzuki, H. Hira, S. Kitaoka, "Effect of Superheated Steam Treatment of Carbon Fibre on Interfacial Strength between Fibre and Epoxy Resin", *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 85, 156-162 (2016).
- 2) 和田匡史, 中村寿樹, 北岡諭, "過熱水蒸気を利用したリサイクル炭素繊維回収と繊維表面改質", *炭素繊維・炭素繊維複合材料の未来*, S&T出版, pp.204-211 (2018).