

カキ殻粉末／PLA 複合材料の強度評価

高橋 智¹・木村 光平²

Strength Evaluation of Oyster Shell Powder/PLA Composite Materials

Satoshi TAKAHASHI¹ and Kohei KIMURA²

^{1,2}*Department of Mechanical Engineering, Faculty of Science and Engineering,
Ishinomaki Senshu University, Miyagi 986-8580, Japan*

Abstract

In this study, we present an evaluation data of strength properties of oyster shell powder/PLA composite materials. The oyster shell powders were made by two kinds of mill (from now called powder A and powder B, respectively). The powder A has size more than 180 μm , and the powder B has size less than 45 μm . The composite materials were fabricated by heating and kneading process with PLA resin pellets and oyster shell powders. Tensile properties of the composite materials were evaluated in specimens which varies in the powder size. In the tensile test, strength properties of the powder A/PLA composite materials stronger than the powder B/PLA composite materials. The experimental results suggest that oyster shell powders are useful as a reinforcement of the PLA resin, and a microfiller effect of the powder needs improvement of interface adhesive and the dispersibility.

1. はじめに

生分解性を有するポリ乳酸 (Poly Lactic Acid, PLA) 樹脂は、環境負荷の小さな材料として利用が広がっている。しかし、PLA 樹脂は石油由来の汎用樹脂と比べて機械的強度が劣ることから利用用途は制限されている。生分解性を維持しながら機械的強度を向上させる方法として、天然繊維や廃棄物を利用した複合材料化の研究が多く報告されている⁽¹⁻³⁾。著者らは、石巻地域の低利用資源の有効利用と生分解性樹脂材料の性能向上を目的とし、廃棄物であるカキ殻を配合した PLA 樹脂複合材料の試作と特性評価を行ってきた。これまでの研究⁽⁴⁾においては、回転刃を有した粉碎機 (ハイスピードミル) によって 200 μm 程度のカキ殻粉末を作製し、粉末への化学的処理、焼成処理が複合材料の機械的強度に及ぼす影響を評価してきた。さらなる強度向上のためには、母材樹脂との界面接着や分散状態を改善する必要がある。一方、炭酸カルシウムなどのフィラーの粒度は、複合材料の物性に大きな影響を及ぼすことが知られている。

本研究ノートでは、カキ殻粉末の微粉末化 (小サイズ化) とそれらを配合した PLA 樹脂複合材料の機械的特性を明らかにする。さらに実験過程によって得られた複合材料の製作方法や評価方法に対する知見について報告する。

2. 実験方法

2.1 実験材料

複合材料の母材としてペレット状の PLA 樹脂 (RECODE190; Zhejiang Hisun Biomaterials Co., Ltd) を用いた。カキ殻は国内で入手できる一般的な廃棄物を利用し、洗浄および煮沸による塩分除去を行った後、十分に乾燥し、ハンマーで粗く砕いたものを使用した。

2.2 カキ殻粉末の作製

本研究では2種類の異なる粉碎方法によりカキ殻粉末を作製し、ミニふるい振とう機 (MVS-1N; アズワン) を用いて、複合化に使用する粉末の選定を行った。1つはこれまでの研究同様、回転刃を有したハイスピードミル (MS-05; ラボネクト)

¹石巻専修大学理工学部機械工学科

²石巻専修大学大学院理工学研究科物質工学専攻

にて3分間粉碎し、目開き500 μm の篩を通過し、目開き180 μm の篩に残ったものを選定した。ここでは便宜上、粉末Aと呼ぶ。もう1つは、磁性ポット（ ϕ 120mm；日陶科学）、アルミナボール、ボールミル回転架台（AV-1；アサヒ理科製作所）で構成した乾式のボールミルにて粉碎を行った。アルミナボールは直径15mmと5mmを用い、それぞれのボールで2時間粉碎した。粉碎後、目開き45 μm の篩を通過した粉末を選定した。便宜上、粉末Bと呼ぶ。

2.3 複合材料ペレットの作製

図1にカキ殻粉末とPLA樹脂の複合材料化の手順を示す。予備乾燥したPLA樹脂ペレットにカキ殻粉末を加え、卓上型ニーダー（PBV-0.1；入江商会）を用い、180℃に加熱しながら5分間混練を行う。加熱混練によって得られた複合材料の塊をミルにて粗く砕き、簡易的な一軸押出機（Filabot EX2 Filament Extruder；Filabot社）によって直径2mm程度のフィラメント状に押出した後、長さ3mm程度にカットして複合材料ペレットを得た。なお本実験で使用した押出機の有効長さL/Dは12と短く、押出能力および混練能力が不足しているため、あらかじめニーダーにて混練を行い、ミルにて供給する材料のサイズ調整を行っている。

2.4 引張試験

複合材料の強度特性を評価するためJIS K 7161を参考にした引張試験を行った。試験片の作製は小型熱プレス機（AH-2003；アズワン）と金型（JIS K-7139型；アズワン）を用いた熱プレス法で行った。熱プレスの条件は、加熱板温度190℃で30分間加熱、成形圧力1.0MPaで5分間保持とした。除荷後はスポットクーラーにて金型を冷却し、金型温度が30℃以下になったところで試験片を取り出した。なお、作製した試験片の種類は表1に示す3種類である。引張試験は、万能材料試験機（AGS-X 10kN；島津製作所）を用い、粉末A/PLAと粉末B/PLA試験片各3本、PLA単体試験片2本の特性を評価した。試験速度5mm/minである。

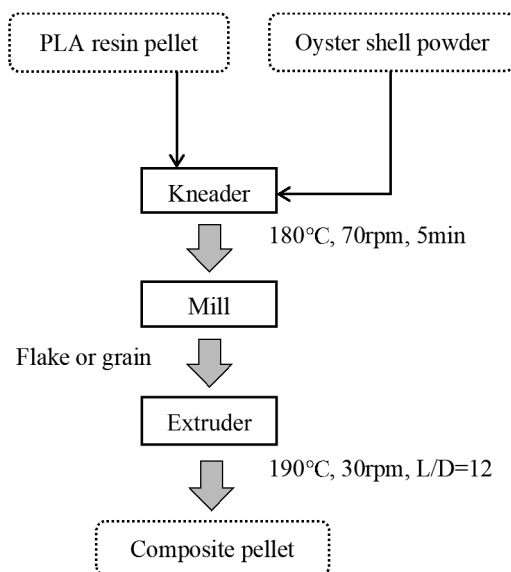


図1 複合材料化の方法

表1 試験片の種類

試験片名称	カキ殻粉末	PLA樹脂
PLA単体	—	100 wt%
粉末A/PLA	A粉末；10 wt%	90 wt%
粉末B/PLA	B粉末；10 wt%	90 wt%

3. 実験結果と考察

3.1 カキ殻粉末と複合材料の作製

新たに導入したボールミル装置により45 μm 以下の粉体（マイクロフィラー）を作製することができた。しかし、カキ殻粉末と磁性ポットおよびアルミナボールの親和性が良く、ポット内壁面に多くの粉末が張り付いてしまった。また、100 μm 以下のカキ殻粉末においては、ふるい振とう機による分級作業において凝集や付着など対策が必要であり、小サイズ化によって粉体のハンドリングが難しくなることがわかった。

3.2 引張試験による強度評価

図2は、引張試験の結果から算出した各引張試験片の応力－ひずみ線図である。なおPLA単体試験片は、試験片個々のばらつきが小さく定性的ならびに定量的にも同じことから代表値のみ示す。カキ殻粉末を配合した結果は、PLA単体と

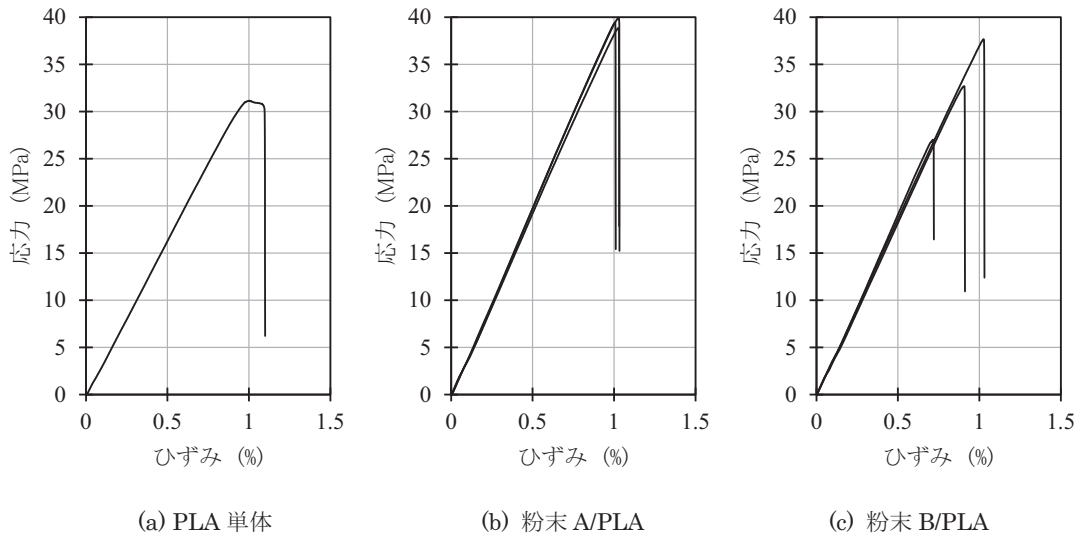


図2 各引張試験片の応力-ひずみ線図

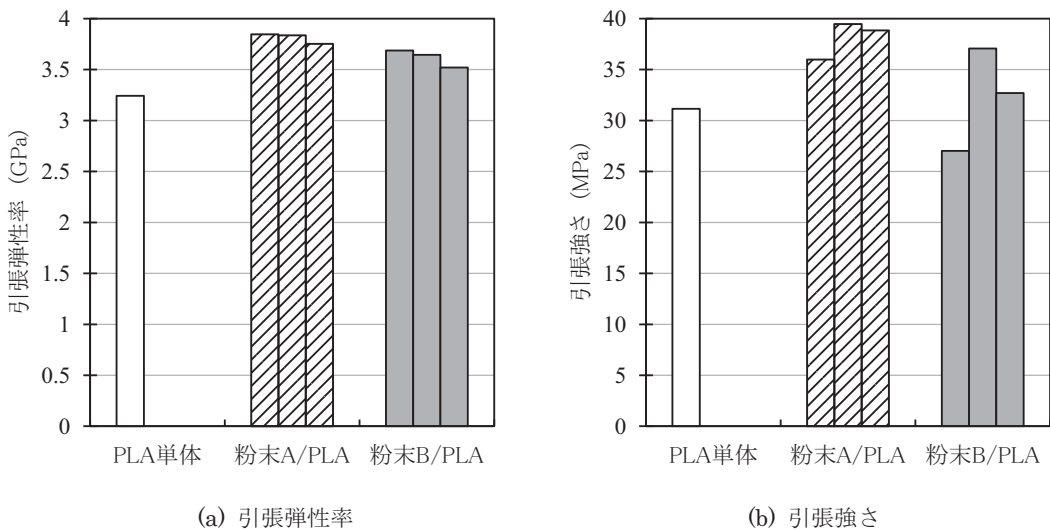


図3 各引張試験片の引張特性

比べて線図の傾きが大きくなっており、試験片の剛性が増していることがわかる。また、粉末 A/PLA の線図において非線形部分はほとんど無く、破断時においては脆性的に破壊していることが推察できる。図3は、応力-ひずみ線図を基にして得られた引張弾性率（ひずみ 0.05% から 0.25% 間の傾き）と引張強さ（最大応力）をまとめたものである。粉末 A/PLA と PLA 単体を比較すると、カキ殻粉末を配合した方が引張弾性率と

引張強さの値が大きくなっており、カキ殻粉末が強化材として作用していることがわかる。また、試験片個々のばらつきも比較的小さいことがわかる。一方、粉末 B/PLA においては、引張弾性率は PLA 単体よりも高い値を示したが、粉末 A に比べ強化材としての効果は小さい。また、引張強さのばらつきは大きく、PLA 単体よりも強度低下が起こる試験片も存在した。本実験では、粉末の小サイズ化（表面積の増加）による性能向上を

期待したが、実際には強度特性の向上は得られなかった。これらの結果は、カキ殻粉末の表面処理や分散性の改善を実施しなかったことが大きな要因と考えられる。すなわち、粉末の表面積が増加しても PLA 樹脂との界面接着性の向上は小さく、また $45\text{ }\mu\text{m}$ 以下の粉末は $180\text{ }\mu\text{m}$ 以上の粉末と比べて凝集が起きやすいといえる。引張強さの低下は、この凝集（分散性不良）によって生じる応力集中が原因と推察できる。

表面処理や分散対策を行っていないカキ殻粉末においては、 $180\text{ }\mu\text{m}$ 以上の粉末を配合した方が強化材として有効であるといえる。

4. まとめ

本研究では、PLA 樹脂に廃棄物であるカキ殻を配合した樹脂複合材料の試作を行い、主にカキ殻粉末のサイズの違いによる機械的特性を評価した。

新たに導入したボールミルにより、これまでよりも小サイズのカキ殻粉末を作製することができた。しかし、粉末の小サイズ化により期待される機能向上は得られなかった。本実験で使用したカ

キ殻粉末には表面処理や分散性の改善を施しておらず、小サイズ化（表面積の増加）によって、樹脂界面との接着性や凝集に起因した強度低下やばらつきが顕著に現れた。表面処理を施していないカキ殻粉末においては、 $180\text{ }\mu\text{m}$ 以上の粉末の方が強化材として有効であることがわかった。カキ殻粉末の小サイズ化による機能向上を得るためには、粉末の表面処理と凝集への対策を合わせて実施することが必要であることがわかった。

本研究は、平成 31 年石巻専修大学研究助成「カキ殻を用いた樹脂複合材料の物性評価に関する研究」を受けて実施した。記して感謝の意を表する。

5. 文献

- (1) 森浩司, 高木均, 材料, 58, 5, pp.362-367 (2009).
- (2) 西川康博, 長瀬尚樹, 福島清, 日本機械学会論文集 A 編, 73, 731 (2007), pp.782-787.
- (3) Krishnan A. Iyer, John M. Torkelson, Composites Science and Technology, 102 (2014), pp.152-160.
- (4) 高橋智, 日本機械学会東北支部第 54 期秋季講演会 (2018) no.112.