

研究トピックス

マイクロ波加熱を用いた強化プラスチック の分解およびリサイクル

～風力発電ブレードの分解に挑戦!～



Degradation and Recycling of Glass Fiber Reinforced Plastics Using Microwave Heating

～ Challenge to Degradation of Wind Power Generation Blades! ～

崇城大学工学部ナノサイエンス学科 池永 和敏

Department of Nanoscience, Faculty of Engineering, Sojo University

Kazutoshi Ikenaga

〒860-0082 熊本県熊本市西区池田 4-22-1

e-mail: ikenaga@nano.sojo-u.ac.jp (ikenaga7113@gmail.com)

1. 「起」承転結（はじめに、に変えて）

令和 5 年は、筆者のマイクロ波加熱による廃棄プラスチックの分解リサイクルの研究が始まって18年目であり、奇しくも 7 月 20 日に定年退職の満 65 歳を迎える年でもあった。これまで、マイクロ波を効果的に用いてペットボトル（PET 樹脂）をモノマーに解重合する研究、並びに熊本震災のバスタブ、ガラス繊維強化プラスチック（GFRP）製の廃棄複合材料の水平リサイクルを目指した研究を主に続けていた。

秋田県の風力発電担当部署の荒川氏が 6 月上旬に筆者の研究室を訪問して、風力発電の材質 GFRP の分解リサイクルについて、内容調査および研究室見学の依頼があった。筆者としても風力発電についての知識は講義で解説できる程度の内容であったので、実際の設置・運用・解体・埋立についての情報は喉から手が出るほど貴重なものであった。その面談では、風力発電設備は設置から 20 年で寿命を迎え、GFRP 製のブレードのほとんどすべてが解体・埋立されることの説明を受け

たときには大変驚きを禁じ得なかった。洋上風力発電も含めて、風力発電は日本における再生可能エネルギープラントとして未来のスマート電力社会を支える最有力設備であることは、良く知られていることである。風力発電の役割を終了したブレードなどが単なる埋立対象物であることは、設置する側も極力避けたい事案であり、リサイクルについて調査・模索していたことは、よく理解できた。十分な説明と研究室の見学および研究協力企業である株式会社堀甲製作所（熊本県上天草市）の GFRP 作製見学を含めて、秋田県からの訪問は終了した。

秋田県内にて 8 月に解体・埋め立て予定の風力発電 15 基からのサンプル供与許可を取り付けるために、8 月 16 日に Web を介して発電事業者の株式会社ユーラスエナジーホールディングスの加山氏に GFRP の加圧マイクロ波分解および水平リサイクルの重要性について力説した。その甲斐あって、8 月下旬にブレードの薄い部分が送られてきた（図 1 a）。さらに 9 月下旬には、厚み

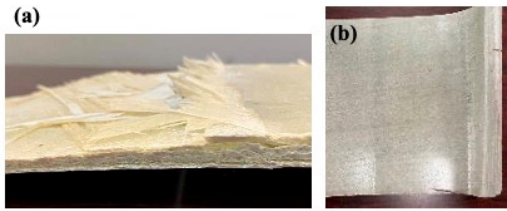


図 1. (a) ブレードの薄い部分、(b)厚みがある部分

がある部分が送られてきた(図 1 b)。筆者にとって未知の GFRP 製品であり、極めて欲しかったサンプルが入手出来た。風力発電ブレードのマイクロ波分解がスタートした。

2. 起「承」転結：常圧マイクロ波分解

この「承」では、各種装置を駆使して実施した 18 年間の研究成果の中の常圧マイクロ波分解について紹介したいと思う。熊本工業大学に赴任して以来続いていた有機金属化学の研究遂行に大きな壁を感じていた筆者は、偶然に読んだ「マイクロ波の有機合成への利用—電子レンジによる分子のクッキング—」(化学と工業、2003 年 3 月号) からマイクロ波(電子レンジ)の効能が啓示され、気づいたときには、近くの家電量販店より電子レンジを購入して、ペットボトル(ポリエチレンテレフタレート:PET)のマイクロ波酸化反応をドラフト内で行っていた。実験中に電子レンジ用のポリプロピレンの容器の底が溶けて穴が空き驚いた。結果は予想以上の約 70%の PET が酸化反応よりテレフタル酸へ分解されたことが分かった。マイクロ波との運命的出会いの一幕であった。その後、電子レンジを用いた「PET の酸化チタン触媒分解反応」の発見で飲料水容器メーカーとの共同研究が始まった。並行して、スチレンで架橋された不飽和ポリエステル の 3 次元樹脂を含むガラス繊維強化プラスチック(GFRP)の分解実験にも着手していた。しかし、日本国内の 4 グループがすでに先進的かつ先導的研究が展開されていた(表 1)。それらの

表 1. GFRPの分解リサイクル技術の比較

項目	超臨界流体法[1]	亜臨界流体法[2]	超臨界メタノリシス[3]	常圧溶解法[4]	マイクロ波分解法
研究機関	産総研・熊本県産業技術センター・静岡大学	パナソニック	山口大学・山口県産業技術センター	日立化成	堀甲製作所 崇城大学
触媒	無	KOH	DMAP	アルカリ金属塩	アルカリ金属塩
溶媒	水	水	メタノール	アルコール類	ベンジルアルコール：エチレングリコール 80:20
温度	380℃	230℃	275℃	200℃	200℃
時間	30分	4時間	6時間	12時間	3時間
圧力	高圧	22MPa	11MPa	常圧	常圧
熱源	通常	通常	通常	通常	マイクロ波
前処理	粉碎	粉碎	粉碎	無	無

分解は高温、高圧、触媒、長時間反応が必要であることから、筆者らは中間的な簡便分解を目指して、常圧マイクロ波を用いて探索を開始した。

実験では、現在、実験に使用できない電子レンジ(東芝株式会社製、ER-B2)を用いた。200mL の平底丸型ガラスコップに 0.530g の GFRP 片、1.10g のリン酸三カリウム水和物および 10.0g のベンジルアルコールを入れて、突沸防止のために、5 分間照射して止めて合計 24 回、累計 120 分間照射した。冷却後、クロロホルム 50mL により、樹脂分解物を溶解して残渣としてガラス繊維が 0.161g 得られた。クロロホルム溶液から溶媒をすべて留去した後に 0.41g の樹脂分解物が得られた[5]。次に、 μ -Reactor (四国計測工業株式会社製) および 1500W マルチモード装置(マイクロ電子製)を使用して、スケールアップを目指した実験を実施した(図 2)。リン酸三カリウム触媒を用いたベンジルアルコールとエチレングリコールの混合溶媒の加溶媒分解反応では、エチレングリコールにより触媒の溶解性が向上して効果的に働いたことから分解率が上昇したと予想した(図 3)[6]。

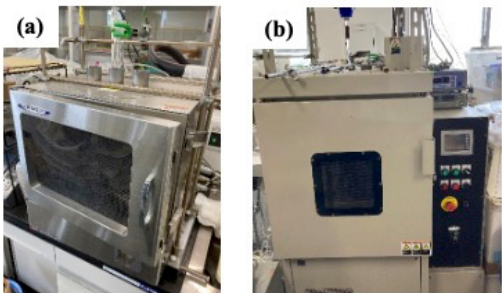


図 2. (a) μ -Reactor (四国計測工業株式会社製) (b) 1500W 装置 (マイクロ電子株式会社製)

3. 起承「転」結：無触媒加圧マイクロ波分解

Discover SP (CEM 社) を用いた酸化チタン触媒の分解反応では、予期しなかった急激な圧力上昇で装置が停止した。触媒の存在が原因であると考え、触媒を完全に使用しない無触媒で実験したところ、トリエチレングリコール (TEG) の場合に、ほぼ 100%の分解率が得られた。なお、前出のアルカリ触媒反応では、触媒を除く水洗作業が極めて煩雑であることから、無触媒分解加圧反応へシフトすることにした。また、TEG を使用した分解条件の比較では、加圧マイクロ波条件が圧倒的な結果であった(図 3)。マイクロ波加熱により分子間の衝突頻度因数が増加して、さらに加圧条件下では

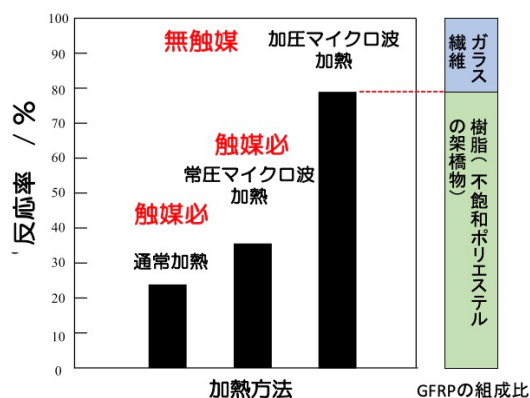


図3. トリエチレングリコールを用いたGFRPの3時間分解反応

亜臨界に類似した状態が形成されることから、分解率が劇的に上昇したと予想した。2014年のJEMEAシンポジウム(11月16-18日、高知大学)では、椿先生(現九州大学)所属の研究室訪問の機会があり、デモ機器のInitiator (Biotage社)と出会うことになった。キャビティが横に付いていることから、その内部の掃除が簡便な特徴をもった装置であった。その時期に日本海事検定協会の調査研究を受けることになり、シングルモードのInitiator+8およびMonowave300(アントンパール社)を用いて無触媒加圧条件の探索を勢力的に行った(図4)。装置特異性によりInitiator+8を用いた反応においてのみ、無触媒加圧マイクロ波分解が初めて確認された。一方、Monowave300を用いた反応では、無触媒でも圧力上昇で装置が止まった。なお、水のみを用いたPETの無触媒加圧分解には好成績を示した[7]。2015年12月には、現在、進めている分解反応の原型として、架橋反応性を持つエチレングリコールモノア릴エーテル(EGMA)による加溶媒分解が完成していた。その水平リサイクルの戦略は、GFRPの3次元ポリエステルをEGMAのエステル交換反応で小分子の樹脂分解物へ加圧マイクロ波促進分解を行い、その後、樹脂分解物に導入されたEGMAのアリル基を手がかりに、不飽和

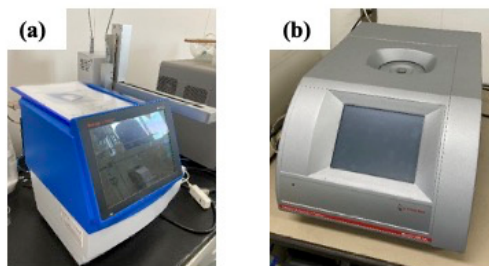


図4. (a) Initiator+8 (Biotage社) (b) Monowave300 (アントンパール社)

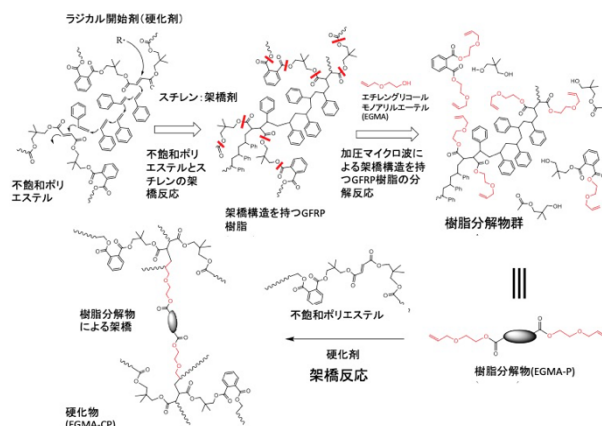


図5. EGMAを用いたGFRP樹脂の分解および架橋反応による再硬化(再生GFRP)の戦略

ポリエステルと架橋反応が進行してGFRPの再生を実施することであった(図5)[8]。その翌年の4月中旬に熊本大地震が発生して筆者の研究室の機能は完全停止した。壊滅した研究室から助け出したInitiator+8が「地震の瓦礫には多くの廃棄バスタブがあるよ。分解は簡単だよ。」と囁いたと思った瞬間、被災地の熊本県の益城町の瓦礫仮置き場に集められた廃棄バスタブを見ていた。地震からの自分自身の復帰と研究・研究室のリスタートを掛けた廃棄バスタブの分解リサイクルが始まった。西原村から頂いた震災廃棄バスタブをグラインダーでカットしてInitiator+8の中で分解した。しかし、樹脂含有率が通常より低い約60%であり炭酸カルシウムのフィラーが混ざっていることから、分解は極めて難しかった。多数の実験の結果、図6の分解過程で、樹脂分解率100%が達成できる12時間加圧マイクロ波の場合は、EGMA由来のアリル基の存在率が激減した。

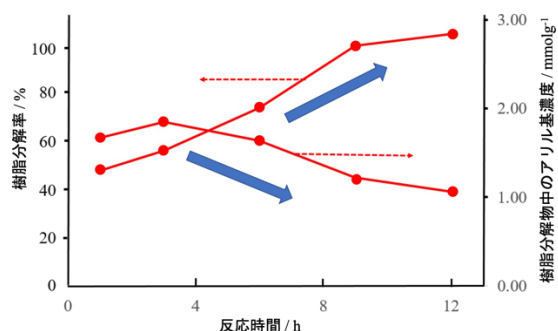


図6. 樹脂分解率と樹脂分解物中のアリル基濃度の経時変化

一方、分解率が約50%の6時間においては、アリル基の存在率はピークに達した。分解率は不十分であるが、樹脂分解率の再使用のために6時間照射を実施することにした。得られた樹脂分解物を使用して不飽和ポリエステルとの再生GFRPを作製して、スチレン架橋のスタンダード物との3点曲げ試験の比較を行った

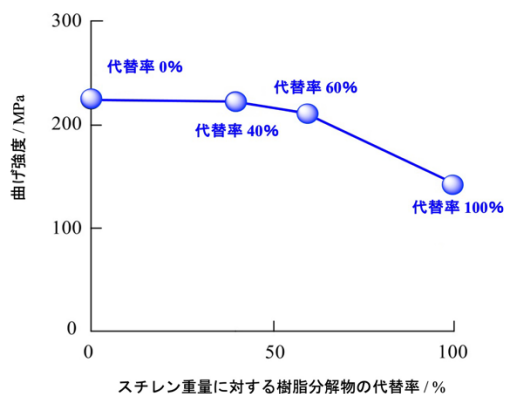


図 7. 再生GFRPの3点曲げ強度試験

ところ、スチレン架橋剤の代替物として樹脂分解物を40%前後使用できることが分かった(図7) [9-11]。

4. 起承転「結」：風力発電のブレード分解への挑戦

COP28 (UAE、ドバイ) において、歴史的な合意の「化石燃料からの脱却」が盛り込まれ、火力発電の代替としての風力発電などの再生可能エネルギーの重要性が益々高まった。すなわち、今後、約20年間のサイクルで風力発電の建設・稼働・解体・埋め立てが数多く始まる。そのような中で、北九州市響灘北緑地の10基の解体がNHK番組の「解体キングダム」のターゲットに取り上げられた。番組の流れは、①ブレードの解体②支柱の解体(鉄)③ブレードの破砕④リサイクルであり、長年続けてきた筆者のGFRPのマイクロ波分解の研究が④リサイクルにおいて紹介された。10月16日(月)の11時頃から撮影が始まり、今回のMC、建築アイドルの伊野尾慧さん(Hey! Say! JUMP)の問いかけで、緊張している筆者のセリフを引き出した。以下、番組内の研究室訪問の荒筋である。伊野尾さんがGFRPの専門家の筆者を訪ねて、電子レンジで温めた紅茶を飲むところからGFRPの分解の話が始まった。電子レンジと同じマイクロ波を使用するInitiator+8を紹介して、特殊なアルコールが入っているチューブ反応器にGFRPサンプル片を伊野尾さんが入れ、Initiator+8に装着して反応が開始した。調理番組のように？、すでに用意していた4時間反応後のチューブ反応器をセットして、終了後のシーンへ移った。伊野尾さんへチューブ反応器を渡すと、「なんかトロトロ、...、分解されて、溶けて...」と、分解結果にとっても感動したようだ。それを受けた「...黄色いゲル状に変化した。その後、不純物を除くと...」のナレーションが入り、回収した白色のガラス繊維

をピンセットで摘んで「すごえ」と感嘆！(伊野尾さん)。「化学の力でバラバラにしました。」(筆者)、さらに再生GFRPの強度も確認しながら、18年間の研究があったから、「実用化に向けて頑張らなきゃいけないと。」(伊野尾さん)、さらに「挑戦したいと思っています。」(筆者)と今後の進展へのエールを頂き取材が新幹線と共に、終了した(図8) [12]。

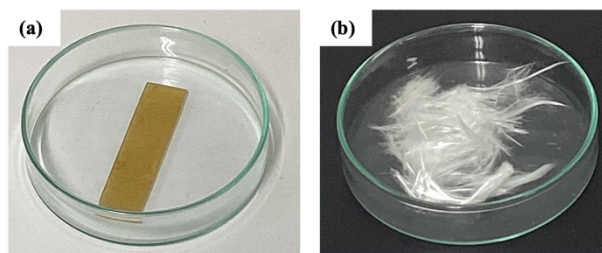


図 8. 解体キングダムに登場したアイテム (a) 再生GFRP (b) 回収ガラス繊維

この原稿を書いている12月21日深夜の今でも思い返すと、夢のような2時間足らずの取材でした。マイクロ波の効能は多く知られているが、環境問題の解決に役立つツールとして、今後大きく貢献するイメージがうまく伝わるように規定の台詞を超えたアドリブを入れた番組内容になった。現在、筆者の大学研究生活最後の12月に、株式会社ユーラスエナジーホールディングスとの共同研究の風力発電ブレードのマイクロ波分解実験が順調に進み始めた(おそらくは「解体キングダム」効果と考えているが、もちろん証拠は全く無い)。特許出願を念頭に置いて、筆者は2023年の師走を本当に疾走している。このマイクロ波を用いる技術が風力発電のGFRPのリサイクルに役立つことを願って、この研究トピックスを閉じる。

5. 謝辞

39年間の大学研究生活では、九大時代の恩師、関連学会での研究者・関係者の方々から数限りない支援とエールを多大に頂いた。特に、18年前より始めたこの研究には、約30人の学部生、大学院生、マレーシアの交換留学生が携わり鋭意に研究を進めてくれた。また、日本海事検定協会、熊本県、肥銀キャピタル株式会社、肥後銀行、並びに株式会社堀甲製作所(現在も共同研究者)より、資金援助を受けた。関連するすべての方に深く感謝申し上げます。

6. 参考文献

- [1] 菅田 孟、永岡昭二、大竹勝人、佐古 猛、高分子論文集、 **58** (2001) 557-563.
- [2] 中川尚治、井東達雄、日高優、ト部豊之、吉村毅、ネットワークポリマー、 **29** (2008) 158-165.
- [3] A. Kamimura, Y. Akinari, T. Watanabe, K. Yamada, and F. Tomonaga, *J. Mater. Cycles Waste Manag.*, **12**(2010) 93-97.
- [4] 柴田勝司、ネットワークポリマー、 **28** (2007) 247-256.
- [5] 発明者：池永和敏、特許第 4531855 号.
- [6] 池永和敏、堀江正二郎、二子石修、プラスチックスエージ、 **57** (2011) 77-81.K.
- [7] K. Ikenaga, T. Inoue, K. Kusakabe, *Procedia Engineering*, **148** (2016) 314 – 318.
- [8] https://www.biotage.co.jp/newsletter/news_160531/、池永和敏、バイオタージ・ジャパン ニュースレター、2016 年 5 月 31 日号.
- [9] K. Ikenaga, H. Nagamitsu, T. Kikukawa, K. Kusakabe, *IOP Conference Series Materials Science and Engineering* 458:012034, 2018.
- [10] 畠中稔活、池永和敏、寺本幸平、河邊侑誠、森平嵐、日本電磁波エネルギー応用学会論文誌、 **3** (2019) 24 – 31.
- [11] 池永和敏、S&T 出版、リサイクル材・バイオマス素材配合プラスチック技術、第 4 章第 3 節 マイクロ波を利用するガラス繊維強化プラスチックの水平リサイクル、2023 年.
- [12] NHK 総合 1 「解体キングダム」 巨大風車 10 基を解体せよ! 2023 年 11 月 1 日 19:57 オンエア、<https://www.nhk.jp/p/ts/JM3P4YLR7K/episode/te/Z527W5NQXV/>.