

### 2.3.3.2 ケミカルリサイクルの官能性

(株)アイエスが、市中の回収PETをラボスケールおよびパイロットプラントで精製BHETを試作し、樹脂合成・ボトル成形を経て中身メーカーが官能試験を実施した。

サンプル仕様および結果を以下に記す。

- ・ラボスケール精製BHET品
- ・パイロットプラント精製BHET品
- ・ビューラー社実験と同じ代理汚染物質6成分各1000ppm、官能物質2成分各100ppmの8成分混合カクテルで汚染した後、解重合した精製BHET品

#### (1) ラボスケール精製BHET品

- ① 清涼飲料水・水：異味・異臭なし。
- ② アルコール：異味・異臭なし。
- ③ 醤油：異味・異臭なし。

#### (2) パイロットプラント精製BHET品

結果の詳細は2.3.4.2 添付資料 別表-1～別表-10を参照。

- ① 清涼飲料水・水：金属臭あり。(注-1)
- ② アルコール：異味・異臭なし。
- ③ 醤油：異味・異臭なし。

(注-1) 金属臭は定量分析で検出できなかったが、パイロットプラント設備の周囲に鋼材が大量にあり環境からの影響と推定している。

#### (3) 代理汚染物質8成分添加品

結果の詳細は2.3.4.2 添付資料 別表-11～別表-13を参照。

- ① 清涼飲料水・水：異味・異臭なし。
- ② アルコール：異味・異臭なし。
- ③ 醤油：異味・異臭なし。

### 2.3.4 結果と考察

今回の研究は、メカニカルリサイクル法でビューラー法と三井・ホソカワ法、ケミカルリサイクル法でアイエス法を評価した。

別表-1はアルカリ洗浄の評価、別表-2から別表-4はビューラー法の評価、別表-5、6は三井・ホソカワ法の評価、別表-7はケミカルリサイクル (BHET 法) の評価を示す。

いずれも、各工程の代理汚染物質の初期濃度、処理後の残留濃度および残存率を示す。残存率は、初期濃度に対する割合 (%) で表わす。

代理汚染物質の物性を以下に示す。

物質名	分子量	沸点 (°C)	CAS No	特性
トリクロロエタン (1,1,1-Trichloroethane)	133.4	74.0	71-55-6	揮発性・極性
トルエン (Toluene)	92.1	111	108-88-3	揮発性・無極性
クロロベンゼン (Chlorobenzene)	112.6	130	108-90-7	揮発性・極性
ベンゾフェノン (Benzophenone)	182.2	305	119-61-9	不揮発性・極性
フェニルシクロヘキサン (Phenylcyclohexane)	160.3	239	827-52-1	不揮発・無極性
ステアリン酸メチル (Methylstearate)	298.5	442	112-61-8	不揮発・極性

#### (1) アルカリ洗浄工程の評価

アルカリ洗浄工程後の平均残存率は、未洗浄の代理汚染物質初期濃度に対してトリクロロエタンで  $18 \pm 4\%$ 、トルエンで  $33 \pm 12\%$ 、クロロベンゼンで  $35 \pm 5\%$ 、ベンゾフェノンで  $55 \pm 3\%$ 、フェニルシクロヘキサンで  $88 \pm 13\%$ 、ステアリン酸メチルで、 $29 \pm 15\%$ であった。かなりバラツキのある結果となった。(2.3.4.1 別表-1)

この理由は、代理汚染物質がフレークに均一に吸収されていないこと、サンプリングの問題でバラツキが発生したことによると推定した。(2.3.4.1 別表-1)

以降の解析は、アルカリ洗浄した後の汚染フレーク濃度を初期濃度として論じることとする。

#### (2) ビューラー法の評価

予想されたように、揮発性物質は不揮発性物質に比較して、各工程の残存率は少なく効果的であった。揮発性物質、例えばトルエン、クロロベンゼンは、固相重合 6 Hr 後には検出限界の  $0.1 \text{ ppm}$  以下となった。

トリクロロエタンは、初期濃度が  $3.4 \text{ ppm}$  の低い汚染度で揮発性物質と同じ挙動を示し、溶融押出し工程まで  $30\%$  残留するが、固相重合 6 Hr 後には検出限界の  $0.1 \text{ ppm}$  以下となった。

一方、不揮発性物質、例えばベンゾフェノン、フェニルシクロヘキサン、ステアリン酸メチルのような物質は、溶融押出し工程まで、それぞれ初期濃度の  $71\%$ 、 $38\%$ 、 $47\%$  残留するが、固相重合 10 Hr 後の最終製品では  $1.1\%$ 、 $0.9\%$ 、 $1.1\%$  まで減少していた。このことは、固相重合工程が代理汚染物質の残留レベルを著しく減少させる必須工程であることを示していた。

下記の表に各工程およびその工程までのトータル残存率（下段の太字）を示した。

ビューラー方式、工程別残存率

	別加洗浄工程	押出し工程	結晶化工程	固相重合工程
トリクロロエタン	①	17.8%	29.4%	83.7%
	②		5.2%	4.4%
	③			25%
トルエン	①	33.3%	18.6%	72.4%
	②		6.2%	4.5%
	③			13%
クロロベンゼン	①	34.8%	26.7%	71.0%
	②		9.3%	6.6%
	③			19%
ベンゾフェノン	①	55.1%	71.4%	91.3%
	②		39%	36%
	③			65%
フェニルカハキサン	①	87.5%	38.3%	96.5%
	②		34%	32%
	③			37%
ステアリン酸メチル	①	28.8%	46.5%	98.4%
	②		13%	13%
	③			46%

①は、各工程単位の残存率を示す。

②は、アルカリ洗浄を含めた、その工程までの残存率を示す。

③は、フレーク洗浄後からのその工程までの残存率を示す。

今回の実験計画は第1に、より現実の処理設備に近い処理工程を再現したこと、第2にボトルに詰まった汚染物質がそのまま処理設備の工程に入った最悪のシナリオを想定したこと、第3に処理設備の汚染物質除去性能から、FDA規格値に適合可能な許容量をシミュレーションを行い解析した。

第1項、1000ppmに汚染されたボトルが回収されても、現実の処理設備で考えれば、「2.3.1.2 材質試験結果テスト-2」に示したようにPET樹脂に吸着した汚染物質は、固相重合10Hr後の最終ペレットで揮発性物質は、残存率0%、含有率0.1ppm以下に、不揮発性物質は残存率1.1%、含有率で1.9~2.9ppmとなることが分った。

第2項、最悪のシナリオは、汚染物質の入ったボトルが処理設備に入ることを想定した。2.3.1.2 材質試験結果テスト-1に示したように汚染物質は固相重合10Hr後の最終ペレットで揮発性物質は残存率0~0.44%、含有率でトリクロロエタンのみが0.3ppmでFDA基準をクリアしなかった。不揮発性物質は残存率1.1%、含有率3.3~6.7ppmで、低濃度域の第1項と

ほぼ同じ残存挙動を示すことが分った。

汚染物質を処理設備に入れない防衛策としては、①消費者は誤使用ボトルを排出しない、自治体はベール工程でキャップ付きボトルを排除する。②処理施設では解体、ラベル剥離工程までに排出し処理設備には入れない2点の配慮が必要である。

第3項、1000ppm汚染の現実性を検討すると、例えば「汚染ボトル0.5L、2Lが一本混入したとして、どの位の製品フレークに影響するか」を推定した。

混入した場合の影響についてPETボトル協議会は、すでに1995年に技術委員会報告として「WPR工程中に異常ボトルが1本(55g)混入した場合の製品フレーク中の分布状況」に下記に述べている。

- ① 製品フレーク中の着色フレークのコンタミ濃度は、製品300Kg生産時に最高120ppmであった。
- ② 製品フレークへの影響は、1800Kgから2200Kgまで影響が出た。  
(参照「異常フレークの混合率減衰曲線」)

また、実績として「各処理施設に塩ビボトルの混入発生時の影響」について聴取したところ、大型再生処理設備を有するA社から「過去に塩ビボトル(通常2L)が混入したときは、製品フレークの1200Kgから3600Kgに影響が出た。」と回答があった。一般的に大型再生処理設備のアルカリ洗浄は、400Kgレベルのバッチ洗浄を実施している例が多く、この場合は3ロットから9ロットにかけて影響を受けたことになる。影響の度合いとしては、初期ロットに混入が多く実験データでは約50%、その後、分散して徐々に混入率が少なくなっていく。

したがって、汚染物質混入のシミュレーションを行う場合は、高度に汚染されたボトルが1バッチ400Kgに集中して混入したと仮定するのが妥当である。

今回の実験で最も残留度の高いベンゾフェノンに十分汚染された2Lボトルが1本(60g)が工程に混入したと仮定すると、ベンゾフェノンのPET樹脂への吸収度0.381%(参考資料を参照)から、フレークの濃度(初期濃度)Cfは、2Lボトルで570ppb、0.5Lボトルでは290ppbとなる。

「2Lボトルの例」

$$Cf = 60g \times \frac{0.381 \times 10^{-9}}{100 \times 4.00 \times 10^3} = 571.5ppb$$

このレベルまで汚染されたフレークは、その後のメカニカル処理工程で汚染物質を除去するが、ベンゾフェノンの最終工程までの残存率1.1%の実験データから最終製品のPET樹脂ペレットで2Lボトル1本が混入した場合6.3ppb、0.5Lボトル1本場合3.1ppbとなる。

このように解析すると、FDA基準値の材質中最大濃度215ppbを十分クリアすることになる。

同様に計算すると下記表となる。

	吸着量%	2L ボトル1本	0.5L ボトル1本
ベンゾフェノン	0. 381	570 ppb	290 ppb
キシレン	0. 682	1023 ppb	511 ppb
トルエン	1. 300	216 ppb	975 ppb
エチレングリコール	0. 034	51 ppb	26 ppb

今回の1000ppm汚染(洗浄後で350~410ppm)は最悪のケースを遥かに越えた濃度であると言える。そこで今回の実験で残留率の高いベンゾフェノンが最終製品の材質中にFDA基準の215ppb残留したとして計算すると、下記式から2,052gのベンゾフェノンを吸収したPETボトルは、0.5Lで68.4本、2Lで34.2本混入まで許容されることとなる。

このような多数のボトルが回収PETボトルに混入することは考えられない。仮にあり得るとすれば産業廃棄物のケースが考えられるが、この場合は企業が責任を持って別途処理しており、一般廃棄物扱いの回収ボトルに混入することはない。処理バールのキャップ付きボトルの混入率を考慮すれば、十分クリアできる範囲と推定できる。

$$W = \frac{100 \times 400 \times 10^3 \times 100 \times 215}{0.381 \times 10^9 \times 1.1} = 2,052 \text{ g}$$

### (3) 三井・ホソカワ超洗浄法の評価

フレークで汚染物質の除去と固相重合を行なう所に特徴がある本超洗浄法は、工程の早い段階で、汚染物質の残存率を低下させることができる。固相重合7Hr後で揮発性物質、例えばトルエン、クロロベンゼン、トリクロロエタンは、検出限界の0.1ppm以下となった。一方、不揮発性物質、例えばベンゾフェノン、フェニルシクロヘキサン、ステアリン酸メチルのような物質は、溶融抽出工程までで、それぞれ初期濃度の0.61%、0.23%、1.3%まで減少していた。

下記の表に各工程およびその工程までのトータル残存率(下段の太字)を示した。

本方法も固相重合工程が代理汚染物質の残留レベルを減少させる有効性を示していた。

表1 三井・ホソカワ超洗浄法工程別残存率

		アルカリ洗浄工程	固相重合工程	押し出し工程
トリクロロエタン	①	17.8%	~0%	~0%
	②		~0%	~0%
	③			~0%
トルエン	①	33.3%	~0%	~0%
	②		~0%	~0%
	③			~0%
クロロベンゼン	①	34.8%	~0%	~0%
	②		~0%	~0%
	③			~0%
ベンゾフェノン	①	55.1%	1.24%	49.0%
	②		0.68%	0.33%
	③			0.61%
フェニルホルロン	①	87.5%	1.00%	23.3%
	②		0.87%	0.20%
	③			0.23%
ステアリン酸メチル	①	28.8%	2.92%	43.9%
	②		0.84%	0.37%
	③			1.29%

①は、各工程単位の残存率を示す。

②は、アルカリ洗浄を含めた、その工程までの残存率を示す。

③は、フレーク洗浄後からのその工程までの残存率を示す。

フレークの状態で行なう三井・ホソカワ法は、後の行程で異物の除去を行なう必要があるため、固相重合後でIV=0.838から押し出し工程後で0.779に下がることになった。IV降下を含めて固相重合を調整する必要がある。

以上のように両超洗浄したリサイクルPETフレークを30%使用して製造した500ml PETボトルの溶出試験の結果を2.3.2 溶出試験結果に示した。いずれもFDAの基準値の0.5ppb以下を達成しており、2.1.4.1 FDA 安全性指針で言う「摂取する汚染物質量は無視できる」範囲になっていた。

#### (4) ケミカルリサイクル (BHET法) の評価

2.3.1 材質分析結果のケミカルリサイクルから樹脂原料のBHET中に0.9ppmのベンゾフェノンが検出された以外は、いずれの物質も0.1ppm以下であった。

熔融重合樹脂、固相重合樹脂中の代理汚染物質6成分は、いずれも0.1ppm以下であり除去効果は、非常に優れていた。

参考資料

PET ボトル協議会

第 TM87040022 号 試験報告 「キシレンの吸着試験」 平成 6 年 6 月 13 日

第 46122097 号 試験報告 「疑似汚染物質の吸着試験」平成 6 年 4 月 27 日

テスト報告 「WPR 生産時のボトル分散性テスト」平成 7 年 11 月 28 日

三井化学エンジニアリング株式会社、ホソカワミクロン株式会社

「再生 PET フレークの超洗浄・固相重合技術開発」 平成 12 年 7 月 11 日

Recycling of Post-Consumer Poly(ethylene terephthalate) for Direct Food Contact Application

- a Feasibility Study Using a Simplified Challenge Test -

## 第3章 まとめ

### 3.1 マテリアルリサイクル

安全衛生性を確保する目的から多層構造ボトルとし、リサイクルPET樹脂をコア層に、その内外層をバージン樹脂で保護した2種3層ボトルを試作し評価した。技術的問題はないが外観（透明性、黄色味）、異物混入の問題が残った。検討結果をまとめると以下のとおりである。

#### (1) 安全衛生性

リサイクルPET樹脂が30%となる多層構成ボトルを想定すると、ボトルの最低肉厚を0.15mmと仮定しても内層のバージンPET厚みは約50 $\mu$ を確保できる。FDAでは1ミル（25.4 $\mu$ ）のバージンPETのバリア層を確保した場合、リサイクル樹脂中に混入した汚染物質は溶出しないとしているので安全性はクリアする。

#### (2) 品質特性

- ・透明性はリサイクルPET樹脂を固相重合することである程度まで解決する。しかし、b値はベール品質、再生処理の工程能力、再生樹脂にするまでの熱履歴によって決まるので、バージン樹脂と比較して劣る。
- ・異物混入は現在の国内最高レベルの再生処理設備で製造したリサイクル樹脂でも、ボトルにした時の異物混入は避けられない。回収PETボトルのソースコントロール、さらなる再生処理設備の改善が必要である。

#### (3) 官能性

当委員会では評価していない。内層バージンPET樹脂のバリア層があるのでバージンPETボトルと同等と推定する。

#### (4) 問題点

b値と異物をどう扱うかが焦点になるが、メカニカルリサイクルと同じ課題であるので次項で述べる。

### 3.2 メカニカルリサイクル

海外メカニカルリサイクル手法の評価としてSLW、PTI、URRC、ピューラー、国内の三井・ホソカワ法を検討した。この中でPTIは基礎物性、SLW、URRCはロングラン成形試験を行い、成形上の問題点も含めて評価した。

一方、FDAに準拠した代理汚染物質および官能性に影響を与える物質を添加した立ち会い実験をピューラー社で行った。その除去率からFDA指針の材質試験215ppb以下、溶出試験0.5ppb以下の判断基準で安全衛生性の評価を行った。

さらに、処理方式の異なる国内の三井・ホソカワ法についてもピューラー法との対比で、同様の試験を行った。



(1) 安全衛生性

汚染物質除去効果を評価する指標として、メカニカル処理して得られた再生PET樹脂中の材質試験をビューラー方式、三井・ホソカワ方式で評価した。

その結果、汚染物質1000ppm添加の場合、材質中濃度215ppb以下をクリアしない不揮発性物質（ベンゾフェノン、フェニルシクロヘキサン、ステアリン酸メチル）があった。

しかし、溶出試験ではFDAの指針0.5ppb以下が得られた。

今回の汚染物質1000ppm添加は極めて高濃度で、現実のリサイクル設備からシミュレーションすると、最も除去効果の低いベンゾフェノンでもメカニカル処理後の材質中濃度が6.3ppbとなるので安全と判断できる。

(2) 品質特性

マテリアルリサイクルで述べた事項は、そのままメカニカルリサイクルにも当てはまる。SLW、URRC法の再生樹脂を使用したロングラン成形試験結果は、いずれも1%レベルの異物発生とb値の低下があった。異物発生は、製品の安心性の点で致命的欠点に発展する要素があり慎重な対応が必要である。

(3) 官能性

官能2成分のサンプルボトルから閾値以上のTCAが検出された。

しかし、今回実験の添加量100ppmは極めて高い濃度での結果であり、初期汚染濃度と官能性に影響を及ぼさない製品閾値の相関について追試が必要である。

(4) 問題点

マテリアル、メカニカルリサイクル共通の問題点はb値と異物の混入である。

この問題は、原料ソースコントロールと再生処理システムに分けて考える必要がある。厳選した回収PETボトル、再生処理設備の異物除去改善、さらに両者の組み合わせた処方でメカニカルリサイクルし、ボトルに再生した時の品質がどうなるかが、今後の課題である。

(5) メカニカルリサイクル手法による優劣

4種類のメカニカルリサイクル法の評価で、技術の開示があったのはビューラー社と三井・ホソカワ社の2社であり、他の手法は開示がなく優位性の特定はできなかった。

基本的に各手法間で大きな差は出ないと判断している。

### 3.3 ケミカルリサイクル

今回は商業的に再商品化を計画しているアイエス社の精製BHETに解重合する方法を評価した。評価は精製BHETから樹脂合成、ボトル試作、材質・溶出・官能試験を実施した。

さらに、安全衛生性評価は、メカニカルリサイクルで行ったFDA準拠の代理汚染物質6成分各1000ppm、官能物質2成分各100ppmの混合系で汚染したフレークを解重合し、得られた精製BHETから樹脂合成、ボトル成形を行い材質・溶出・官能試験も実施した。

#### (1) 安全衛生性

材質試験では精製BHET段階でベンゾフェノン0.9ppmの検出はあったが、樹脂合成段階で検出限界の100ppb以下となり、FDA基準の215ppbを完全にクリアしていた。

さらに、ボトルの溶出試験でもFDA基準の0.5ppb以下をクリアしており、安全衛生性に関して信頼の高い手法と考えられるが、未だ100%安全とは言えない。

#### (2) 品質特性

バージンPETボトルと比較すると、試作レベルで厳密に判断した場合、かすかにb値は高く出ている。しかし、このことは商業プラントの樹脂で判断すべきで、ここでは言及しない。なお、マテリアル、メカニカルリサイクルで問題となった異物混入は皆無であった。

#### (3) 官能性

代理汚染物質を吸着させた再生フレークから解重合・再重合を経たボトルで官能試験を実施したがバージンボトルと有意差はなかった。

このことは、官能性においてもケミカルリサイクルは優位であることを示していた。

#### (4) 問題点

現在の評価段階は、パイロットプラントでの精製BHET製造、試作機での樹脂合成およびボトル成形である。今後、商業プラントでの解重合・樹脂合成、量産機でのボトル成形、中身メーカーでの充填適性・官能性等を含め包括的に評価しなければならない。上記に加え、未知の生成物が生成された場合を想定した判断指標として、一般毒性試験(急性、亜急性、慢性)、および特殊毒性試験(変異原生、発ガン性等)の必要性を検討し試験する必要がある。

# 1. メカニカルリサイクル

評価ステップ 評価の目的	第1ステップ 企画プロセス概要評価 事業の企画段階 実装室 机上での可能性が有る	第2ステップ 中規模、企業化への判断 要素技術の組み合せで事業(性)を計画 ベンチスケール、中試験規模、開発品 FDAガイドラインに沿った安全性評価	第3ステップ 商品(ボトル)として 事業体 本プラント、商業生産品 FDA no objection letter取得済み
プロセスレベル 事業性 安全衛生		ビューラー法 三井・ホノカワ法	SLW URRC、PTI (ビューラー法) (三井・ホノカワ法)
具体的プロセス			
樹脂の製造技術 品質 安全性	樹脂の再生ができる。	樹脂物性(IV調整、AA...) 色相:黄色が強い 代理汚染物質の残存率 1 % 出来上がった樹脂を評価	色相:黄色が強い IV調整可能 30% 合格
ボトルの成形技術 基礎評価 実用評価 安全衛生性	ボトル成形ができる。	「基礎評価」 成形性を外観、異物で評価、 ・30%プレンドでボトル成形 ・微少異物で不良率 1 % (・偏肉、白化、ボトル破裂) 材質試験	「基礎評価」 生産安定性を外観、異物で評価 ・微少異物で不良率1% ・ボトル品質 溶出試験 ・SLW品 「実用評価」 ・用途別ボトル実用評価
商品 安全性評価 官能評価 フレーバー選択性 市場受容性	官能検査合格	30%プレンド成形ボトル 溶出試験 官能検査 (醤油) (酒*) (清涼飲料*)	官能検査 フレーバー選択性 市場受容性
樹脂			プレンド対応 (30%) 成形可能 不合格 有意差なし 未実施
商品			官能検査 合格 合格 検査中 (合格) (合格) (合格)

\*官能検査でTCA汚染シミュレーションボトルでTCA異を検出(使用不可)

100ppm TCA汚染フレークを超過洗浄後 材質試験で0.1ppm以下、30%プレンドボトルの溶出試験で0.5ppb以下を達成したボトルでの官能評価。

2. ケミカルリサイクル - BHET 法 -

評価ステップ 評価の目的	第1ステップ 企画プロセス概要評価	第2ステップ 中規模、企業化への判断	第3ステップ 商品(ボトル)として
プロセスレベル 事業性 安全衛生性	事業の企画段階 実験室 机上での可能性が有る。 (株)アイエス社 (帝人 DMT 法2001年から評価開始)	要業技術の組み合せで事業(性)を計画 ベンチスケール、中試規模、開発品 FDA ガイドラインに沿った安全性評価 (株)アイエス社 精製 BHET はベンチスケール、樹脂は帝人、三菱化学で試作した。 ボトルは、東洋製罐の試験機で試作した。	事業体 本プラント、商業生産品 FDA no objection letter取得済み 日本ポリエステルリサイクル(株)
具体的プロセス			
モ ノ マ ー	製造技術 品質 安全性	BHET 純度 97.9 %	BHET 純度 82.4、94.5 % メカニカルに比較して良好 (ベンゾフェンで 0.1 %)
樹 脂	樹脂の製造技術 品質 安全性	樹脂合成ができる。 できる	微量異物 代理汚染物質残存率 合格(バージンと同等) 合格(検出下限以下)
ボ ト ル	ボトルの成形技術 安全衛生性	ボトル成形ができる。 できる	代理汚染物質残存率 厚生省370号試験 溶出試験 合格(検出下限以下) 合格(検出下限以下) 合格(検出下限以下)
商 品	安全性評価 官能評価 フレーバー選択性 市場受容性	官能検査が合格する。 合格(対照と差なし)	蒸留水でメタル臭検出 合格(異味、異臭なし) 合格(対照と差なし) 合格(対照と差なし)

## 第4章 PETボトル推進協議会、PETボトル協議会報告事項

### 4.1 PETCORE (PET Container Recycling Europe) 調査報告

#### 4.1.1 要旨

PETボトル協議会調査団が1997年にBrusselsで会見したPETCORE/Mr. Hanslerを今回はオランダの本拠に訪問し、Europe・日本のPETボトルリサイクルに関する状況認識の更新と問題点などについて意見交換を行った。

基本的なPETCOREの設立主旨（非営利団体でEurope各国のリサイクル体制の調整・確立と新技術の検討育成）は3年前と不変であり、マテリアルリサイクル・ケミカルリサイクル・各種新処理技術などの導入検討など抱えている課題は日本と同様であり、今後継続的な接触が必要である。

なお、日本・EUの現状資料を添付した。なお、前回訪問記録の平成9年11月PETボトル協議会発行「欧州 廃プラスチックリサイクルシステム調査報告」がある。

訪問日 : 2000年10月12日 (木)

訪問場所 : Parkhage, Jansweg 40 2011 KN, Haarlem, The Netherlands  
(Haarlem 駅より徒歩5分)

Tel: 31 23 542 5369      Email : [maggie@euronet.nl](mailto:maggie@euronet.nl)

Fax: 31 23 542 5371      Website : [www.petcore.com](http://www.petcore.com)

面談者 : Mr.Hank Hansler / PETCORE Director General

訪問者 : サントリー(株) 包装技術部                      大橋一郎  
          三井化学(株) ペット樹脂事業部              矢萩正義  
          東洋製罐(株) 環境対策室                      杉本 毅  
          (株)吉野工業所 環境対策部                      小杉昭和  
          三菱ガス化学(株) 芳香族化学品事業部      花俣和男

#### 4.1.2 組織と活動

- ・PETCOREの設立主旨はEuropeにおけるPET容器を取り巻く環境改善に効果的な機械・技術的開発促進を目的にし主旨は変わっていない。
- ・現在の参加メンバーは下記である（\*印は前回‘97年訪問以降加盟）。

Altoplast-Claropac (Switzerland)

Cobarr (Italy)

CONSTAR Europe (UK)

Continental PET Technologies (本社USA)

\*Schmalbach Lubeca (Germany)

Eastman Chemical B.V. (The Netherlands)

KoSa Gmbh & Co.KG (Germany : 旧Hoechstを含む)

Dupont Polyesters (UK & Switzerland : 旧ICIを含む)

INCA International (旧DOW)

Kulleborn & Stenstrom AB (Sweden)

\*Pechiney Emballage Flexible Europe (France)

PLM Plastics Division (Sweden)  
Ryttylan Muovi Oy (Finland)  
SASA (Turkey)  
Shell Chemicals Ltd. (UK & The Netherlands)  
Wellman PET Resins Europe (The Netherlands)  
Tetra Pak PET Packaging Systems S.A. (Switzerland)

(賛助メンバー)

BP-AMOCO (UK)  
\*Coca Cola Greater Europe (Belgium)  
\*Evian (France)  
\*Perrier Vittel (France)

- ・理事会・各委員会は最低年間6回、各委員会/委員長は：技術委員会 BP/Mr.A. Prisse, 交流委員会 Eastman/Mr.M.Linnig, 法規委員会 Lexum (PLM)/Mr.A.Linde, 幹事会 (4回/年)DOW/Mr.A.Ciotti が就任している。
- ・Spain では1年半前からPETボトルの回収が始まり、PETCOREのこれまでの実績を活かし、地方での回収方法・市民向け資料・品質等についてのコンサルタントを行い貢献している。

#### 4.1.3 PETボトル市場とリサイクル状況

- ・2000年のEuropeのPET回収量とその再利用リサイクルPET数量は均衡しており(約30万トン)、'96年にPETCOREが予測した量の3倍である。'97年に2003年ではMechanical recoveryの効率化により35万トンのリサイクル量と予測していたが、その時の予測より現状は約3年早い量となっている。  
その時のPETCOREの予測量 (Mr.Hansler個人としても)は周囲の予想より当時かなり多めであったが、それをも上回ったのはベンチャービジネス/Waste Companyが収益化しておりブーム化したからである。  
ドイツではここ2年、回収&選別を含み処理されたフレークが3DM/kg水準、今年は2.70DM/kgの価格で販売できており、このため、Waste Companyの処理コスト1.50DM/kgで利益が充分出ているためリサイクルが活発になったのが原因である。  
ちなみにSwissでは1.40CHF=1.70DM/kg, ベルギー1.20DM/kgである。Spainでは高い失業率で安い労働力が余っており、リサイクル事業が多くの職を提供している状況になっている。
- ・Europeでは現在のリサイクル市場が成り立つV-PETの市場価格の限界は1.80DM/kgと考えられている。V-PETとPCRの価格はリンクしており、V-PETは4年前3.15~3.40DM/kgだったが、現在2.40DM/kgで年末2.80DM/kgになると思われる。  
PCRはコストの関係でシート向けはフレークのみ作っており、テキスタイル向けはペレットである。
- ・PETCORE加盟地域ではPETボトルの市場が拡大し、特にItaly, Spainはミネラル

ウォーター市場が急激に拡大、ボトルが不足している。

Italy では好まれない色付きやPCR利用ボトルのミネラルウォーターを France から輸入する現象まで起こっている。

- ・V-PETはバンパー・繊維・シートなど用途別に品種を生産するが、リサイクルPETは可能な許容範囲の品質で再利用市場へ販売されているにもかかわらず、多くのPET用途で需要は多く、利用済ボトル回収PETの不足が発生している。  
5年前のEuropeの回収PETは25,000 t/yであったが、今年('00)は300,000 t/yと大幅に増加しているが、利用量は多くなお不足している。  
再生フレークは価格競争力もあり、品質も良好であるため、原料となるFranceの回収PETがItalyへ運ばれ、ItalyからGermanyへ行き、Franceへ運ばれるということまで起きている。
- ・急激に消費が拡大しているChina, Indiaでは輸入税が高く、US\$も高いため、PETをリサイクルしている。このため、Europeから相当量のPCRがフレーク、ペールで輸出されており、China向けには1.5DM/kgというのが相場であるが、バーゼル条約には適応していると考えられており、EuropeからはかなりのPCRが輸出されている。  
しかし、今後、中国等のWTO加盟により関税障壁が無くなるとV-PETの輸入量が増え、PCRの売り先としてのアジアの市場価値は下がり、Europe圏内でのBTBによるPCRの自己消化策が重要な課題になる。
- ・使用済みボトルはバーコード、カラー化によりリターンベンディングマシンにより識別回収も実施されている。

#### 4.1.4 BTBと Refillable Bottle

- ・日本ではBTBが大きなテーマになっているが、Europeの消費者はBTBをPCR利用の現実的な好ましい方法であると認識している。エネルギー効率の観点からはRefillable Bottleが好ましく、品質は実用上十分な品質となって来ており半年前の状況とはかなり違っている。
- ・今年Eastman Chemical社(Optysis)、Schmalbach社(Super Cycle)、URRC社(アルカリ洗浄)をBTBの開発として検討開始した。  
シャンプー(市場は小さい)・サニタリー・洗剤向けなど価格の低い分野であるため、競合するV-PETの価格の影響が大きいだが、品質上の使用可能量としては50%まで使用できる。Coca-Cola社はFood contactで25%まで使えるとしており、問題はコストに掛かっている。
- ・最近、ボトルの高機能化が起こっておりメカニカルリサイクルに障害を与える場合があるので注視し、それに対応できる処理方法の開発援助に努力している。  
現在のリサイクル処理方法としての主流はアルカリ洗浄と水洗浄による表面研磨、長時間洗浄が生き残っている。
- ・高機能ボトル生産のため、色々な技術が出て来ており、その影響か厚物のシートは色が濃くなっているがコンパウンド・パレット・ケビンボトル・自動車部品等への再利用が行われている。新規改良技術としてはドイツで色物を無色透明なPETのコンパウンドにする技術やイタリアでは特殊コンパウンドを改良押出し機でパイプにする技術を

PETCORE として援助している。

Swiss では強力なローター摩擦でアルミ・プラスチック・紙を選別する方法を Tetra Pack 社が開発しており、EREMA 社の開発した技術とも異なる。

EREMA Extrusion は Filtration Extrusion でシリコン、EVOH を分離している。Color Matrix 社はグリーンボトルを再溶解しクリアー化し、Polyols は PET などとも組合せてフォームか、ポリウレタンなどにも応用している。

Sorema 社はリサイクル処理システムを改良し 0.1 l/ビネガーボトルの処理に対応できる設備を実現化した。Sorter 社の MSS 法等あり、最近では Eastman Chemical 社 (Optysis) の技術などで勇気付けられ支援している。

- ・ Refillable Bottle は PETCORE の加盟地域では 4～5ヶ所 (ポルトガルの一部/Germany/Netherlands/スカンジナビア) で使用されており、Germany でもミネラルウォーター・炭酸飲料等に使用されている。

炭酸飲料では硝子の使用割合がまだ PET より少し多いが、PET と硝子の Refillable Bottle の 7.2% が Refillable Bottle として使用されている。

その再使用平均回数は 1.2 回である。社会的にはオーソライズされていないが実使用が先行しており問題にはなっていない。1 L 用のボトルで目付け 100 g と非常に重く、V-PET の総消費数量は Refillable Bottle の普及に伴う影響を少なからず受けている。

ただ、ミネラルウォーター業界はガラスから PET に移行しているが、品質に敏感であるため依然 V-PET のみである。(今回の市場調査では Refillable Bottle は Swiss, Netherlands で Coca Cola 社, Pepsi 社等の製品でその使用が見られた。1.5 L ボトルが中心でボトル底部横にサイクル回数が四角く刻印され、多いボトルで 1.8 回使用されているボトルもあり、炭酸飲料では 2 L も販売され始めている、500 ml は今のところ無い。)

#### 4.1.5 牛乳ボトル

- ・ PET の牛乳用ボトルはオランダで大・小型容量ボトル、スイスでは大手スーパーマーケットにて乳脂肪分 3.8%、1 L ボトルが普及しており、ドイツではサワーミルクのタイプで以前から使用されている (今回スイスの大手スーパーにて入手した牛乳 PET ボトルを持ち帰っている)。



## 4.2 乳用ボトルのリサイクル性評価

PETボトルの乳用への使用については、昭和60年代から検討依頼を打診していたが、平成11年7月に厚生省生活衛生局乳肉衛生課から「乳等の容器としてのPETボトルの使用について」検討が求められた。

乳等への衛生問題は（社）全国乳栓容器協会が窓口として進め、平成12年2月に「乳等のPETボトルに関する自主基準」が制定され使用PETボトル用樹脂の材質、溶出試験の整備を行った。

しかし、PETボトルが乳用に使用された場合のリサイクル性に関して、回収時の腐敗臭、リサイクル工場での環境および洗浄効果、再利用品への影響について検討を重ねて行く必要があり、以下の腐敗、洗浄試験を実施した。

### (1) 目的

40℃10日牛乳に浸漬したPETボトルフレークを大型工場を想定した洗浄試験（アルカリ洗浄）では残留乳成分は検出されず臭いもほとんど感じられなかった。

そのため、中小の再生工場を想定した簡単な水洗のみのモデルテストを追加した。

### (2) 結果

40℃－10日保存、乾燥は風乾で常温16時間

洗浄方法	脂肪酸 (%)				揮発性塩基窒素 (%)	臭い
	酢酸	プロピオン酸	酪酸	iso酪酸		
洗浄せず	0.003	ND	ND	ND	0.002	あり
アルカリ洗浄と水洗浄	ND	ND	ND	ND	ND	僅少
水洗浄のみ	ND	ND	ND	ND	ND	少

#### (注)

水洗浄条件：風乾試料 1g 当たり 3ml の精製水を加え常温で3分間激しく攪拌洗浄。  
(1回のみ)

臭い判定：技術委員会、乳栓協会の数名で官能試験し、赤ん坊の甘い牛乳臭を感じた。

上記結果のように、水洗にて臭いの主成分は洗浄されppmオーダーでの分析結果では検出されてはいないが、官能試験では牛乳臭が残っている。

以上から乳へのPETボトル使用は、現行の処理施設では、洗浄が十分行なえず乳の変敗による臭気が発生してサイクルシステム影響を及ぼす懸念が生じ、乳栓容器協会に対し、乳へのPETボトル使用を止めるよう依頼した。

今後、成形テスト、および乳業業界との対応を重ねリサイクルへの影響を更に詰める予定である。

平成12年度厚生科学研究（藤井班）報告書

“ボトルからトレイへ”のリサイクルについて

容器包装リサイクル法による  
使用済PETボトルの分別基準と再生工程に関わる  
再商品化された製品の食品衛生安全性について  
(模擬汚染による工程能力の検証)

平成13年3月31日

**PETトレイ協議会**  
(リサイクル特別委員会)

## 内 容

まえがき	1
第1章 使用済PETボトルからPETシート・トレイへの再生工程と その安全性について	1
第2章 模擬汚染による除去能力の確認試験	3
2-1 試験方法について	3
2-2 汚染に関わる代表的化合物の選定について	4
2-3 代表化合物による模擬汚染とモデル洗浄工程の除去能力について	6
2-4 再生原料から直接シートを製造する工程とその除去能力について	12
2-5 汚染物質を含むシートから食品への移行について	20
第3章 容り法下のマテリアルサイクルにおける汚染物質の除去能力について (総括的考察)	24
図3-1、図3-2	
第4章 使用済PETボトルからの再生樹脂を再び食品容器に使用するための条件 (自主規制基準への考え方)	27
4-1 模擬汚染試験における濃度と再生工場での汚染レベルとの比較	27
4-2 模擬汚染シートによる溶出試験結果とその考察	28
4-3 “ボトルツウトレイ”のリサイクルにおける自主規制基準の考え方	29
参考文献	
研究参加者名簿	

“ボトルからトレイ” へのマテリアルリサイクルについて  
(容器包装リサイクル法、の分別基準と再生工程に関わる  
使用済PETボトル再生樹脂の食品衛生安全性について)

まえがき

容器包装リサイクル法の施行により使用済PETボトルの再商品化が急速に進み、平成13年度の回収見込みは17万トン〔回収率40%〕といわれ、その大部分はマテリアルリサイクルにより再利用されることが期待されている。そして、ボトルから再生された原料樹脂（フレークまたはペレット）は、無延伸PETシートの原料として実生産に使用できる水準にあり、使用済ボトルからの再生原料を含むシートは、平成12年度で2万5千トンに達したと推定される。さらに、そのシートが鶏卵、苺、びわ、ぶどう、りんご、梨、キウイ、きのこなどの農産物（未加工の食材、皮付き・殻付きのものなど）の容器や緩衝底敷として使用されており、食品に直接に接触して使用されている。この場合、食品との接触条件が比較的にマイルドな条件で、常温または低温での貯蔵、流通であり、かつ短時間の使用で廃棄されるものが多いので安易に利用されている。

一方、使用済PETボトルからの原料樹脂に関する食品衛生安全性が確認できているか、否かについては疑問が残っている。再生原料を含む無延伸PETシート及びその成形品の大部分は、食品衛生法第10条の規格基準に適合であると見られるが、使用済PETボトルの回収から再生に至る各工程で何らかの汚染物質が混入した際の除去能力については、主務省庁並びに指定法人のいかなる資料にも示されていない。従って、ポリオレフィン等衛生協議会のポジティブリストにない物質が吸着・付着しているか、否かは不明であると考えられる。

そこで、欧米政府機関の再生プラスチックの食品用途への使用に関するガイドライン、安全性の確認方法を参考として、日本市場に存在する無延伸PETシート製造設備の化学物質の除去能力を検証して、原料樹脂に農薬などの家庭用の薬剤・化学品が吸着された場合に、それを含むシート及び製品の安全性のレベルを確認しておく必要があると考えられた<sup>1、2)、3)、4)、5)、6)。</sup>

本研究では、あらゆる化学物質を代表し得る性質をもつ6種類の純粋なケミカルで模擬汚染カクテルをつくり、模擬洗浄工程を経て、さらに日本で実用化されている無延伸PETシート製造装置を使用して、模擬汚染された製品をつくり、各段階でのカクテルの残存率を確認して、そのレベルと安全性を評価した。さらに100ppmレベルという過酷な条件で意図的に汚染した再生フレークからのシートが食品に接触して使用された場合を想定して、食品擬似溶媒4種類により溶出試験を実施してその安全性のレベルを確認した。

なお、本試験は平成11年度厚生科学研究報告書<sup>2)</sup>の確認試験として実施したものであり、研究全般にわたり同班のご指導により計画され、特にシート製造工程での製造試験では藤井、辰濃両先生に現場でご指導を頂いたことを付記する。

PETトレイ協議会