

Technical Report DS No.: DS 516 565	Version: 01/05/30 Page 42 of 5	B
	Dept. Int. Code: Ref. Nr. 00-476	

6. SSP Pilot Plant Run

The 4 SSP trials were performed between October 11. and 16, 2000

The crystallization and the solid state polycondensation trials were carried out in the pilot crystallizer OTWR-16 with nitrogen. The target was to simulate the residence time and the product temperature analogous to the continuous crystallization and SSP process.

The trial procedure of the pilot batch crystallization and SSP in the apparatus OTWR-16 is given below :

Evening 19.00:	The pilot plant was prepared during the night with nitrogen to get a level of 10 ppm O ₂ in the OTWR-16 cycle. The nitrogen cleaning loop consists of filter, platinum catalyst, gas dryer and filter.
5.30 h	Start up of pilot plant, heating of loop to 175°C
7.45 h	Start feeding and crystallization of product
8.15 h	Sample after crystallization
	Increasing of temperature to 215°C
10.15 h	Sample after 2 h SSP
12.15 h	Sample after 4 h SSP
14.15 h	Sample after 6 h SSP
16.15 h	Sample after 8 h SSP
18.15 h	Sample after 10 h SSP
	Discharge of product from OTWR-16 and cooling in OTWG-30 cooler
18.30 h	Cooling finished and the product was put into the final bin
	Trial finished

The procedure was repeated for all 4 materials.

A summary of running conditions can be found in attachments 2a – 2i.

Pellet properties after 10h SSP Material 1 :

- I.V. : 0.817
- Color : L = 87.41; a = -0.29; b = 5.66; yellowness = 11.16

Pellet properties after 10h SSP Material 2 :

- I.V. : 0.837
- Color : L = 86.71; a = -0.36; b = 6.28; yellowness = 12.37

Pellet properties after 10h SSP Material 3 :

- I.V. : 0.830
- Color : L = 86.72; a = -0.13; b = 5.93; yellowness = 11.88

QSK	Filename: 添付資料.DOC	01/05/30	RL 23.7	Form. 1
-----	--------------------	----------	---------	---------

Technical Report	Version: 01/05/30 Page 43 of 5	B
DS No.: DS 516 565	Dept. Int. Code: Ref. Nr. 00-476	

Pellet properties after 10h SSP Material 4 :

- I.V. : 0.811
- Intermediate I.V. : 0.704 (crystallized)
 - 0.710 (2h)
 - 0.746 (4h)
 - 0.769 (6h)
 - 0.791 (8h)
- Color : L = 87.47; a = -0.33; b = 5.82; yellowness = 11.43

7. Customer Samples

Small samples (200g) were taken and packed in glass containers to measure contaminant concentration. Samples were taken before extrusion, after extrusion, after crystallization and after 2, 4, 6, 8, 10 hours of SSP.

A detailed sample plan is in attachment 5.

The solid stated product was packed into a PE bag in a steel drum.
The net weight of all the samples and final products sent was 280 kg.

The samples were shipped to the following address:

PET Bottle Recycle Suishin K.K.
c/o. Mr. Masayoshi YAHAGI
366, O-machi Ichikawa-shi
272-0801 Chiba
Japan

8. Conclusions

All products could be processed with standard running conditions. There was no difference in processability. Differences in product properties were small and do not correlate with the level of contamination, indicating that flake variations and not the contaminants have caused the differences. This is consistent with previous decontamination trials at Buhler.

The relatively large IV drop in the pretest is assumed to be due to a blocked degassing line. After the problem was corrected, the IV drop in the challenge test was much smaller.

The larger IV drop in the pretest compared to the challenge test is the reason for the offset between the IV increase curves. However, both lines are essentially parallel and show therefore the same reactivity.

The reactivity of the material is lower than that of European or US sources previously tested by Buhler. This is attributed to the different catalyst technology used in Japan.

The recycled product has some yellowness. This is already present in the flakes. Discoloration under heat was found to be low, indicating good surface cleaning of the washing process. The sodium content was high, possibly caused by extensive washing conditions.

QSK	Filename: 添付資料.DOC	01/05/30	RL 23.7	Form. 1
-----	--------------------	----------	---------	---------

2.1.4.4 添付資料-2 ビューラー社の試験結果報告(2)

JPBA Challenge Test Result

Date : 10/00

Pretest		IV	L	a*	b*	Y	bulk density g/l	H2O ppm	delta b* (ground 1mm)
Flake			75.59	-0.31	1.29	2.73	406	6015	3.56 to 3.95 = 0.39
	thick flakes (neck)	0.729							
	thin flakes (wall)	0.765							
Extruded pellet	0	0.667	62.7	0.13	5.19	13.77	770		
Crystallized pellet			84.96	-0.06	4.38	9.04			
SSP h	2	0.653							
SSP h	4	0.696							
SSP h	8	0.737							
SSP h	12	0.782							
SSP h	16	0.802							

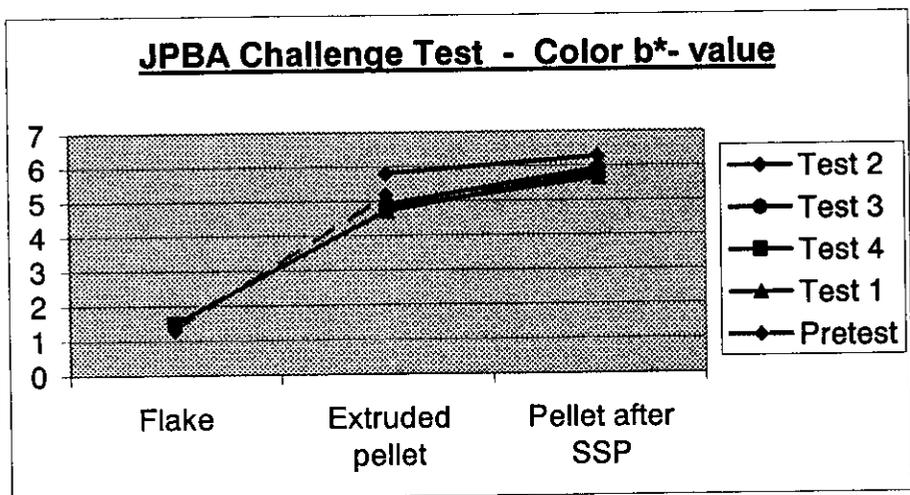
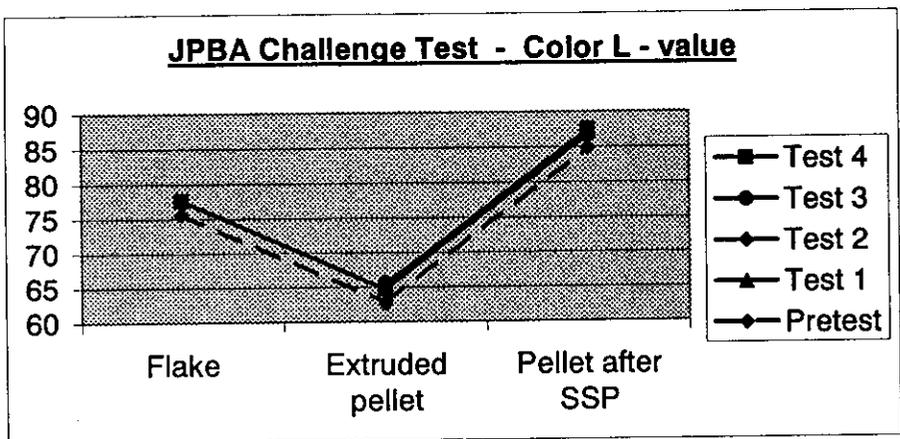
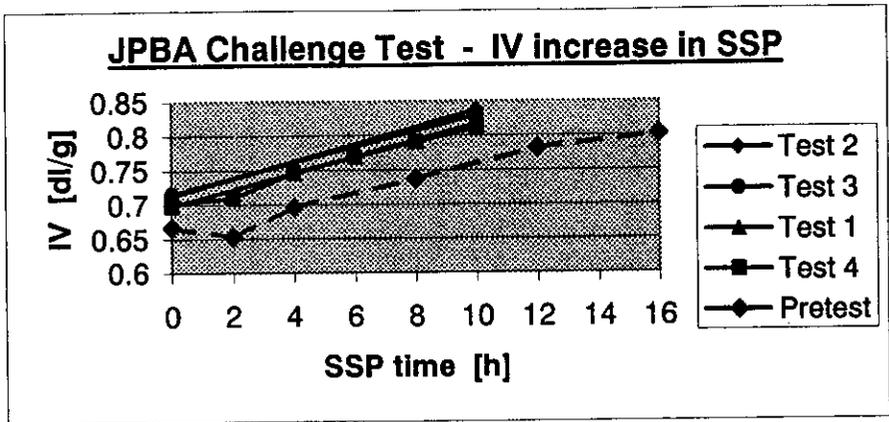
Test 4		IV	L	a*	b*	Y	H2O	Sodium [mg/kg]
Flake			77.61	-0.34	1.49	3.07	5400	24.8
	thick flakes (neck)	0.725						
	thin flakes (wall)	0.747						
Extruded pellet	0	0.701	64.67	0	4.71	12.12		
Crystallized pellet		0.704						
SSP pellet after t=	2	0.71						
SSP pellet after t=	4	0.746						
SSP pellet after t=	6	0.769						
SSP pellet after t=	8	0.791						
SSP pellet after t=	10	0.811	87.47	-0.33	5.82	11.43		

Test 3		IV	L	a*	b*	Y
Extruded pellet	0	0.716	65.58	0.22	4.92	12.72
SSP pellet after t=	10	0.83	86.72	-0.13	5.93	11.88

Test 2		IV	L	a*	b*	Y
Extruded pellet	0	0.713	64.97	0.21	5.81	15.05
SSP pellet after t=	10	0.837	86.71	-0.36	6.28	12.37

Test 1		IV	L	a*	b*	Y
Extruded pellet	0	0.698	65.4	-0.07	4.8	12.14
SSP pellet after t=	10	0.817	87.41	-0.29	5.66	11.16

Pellet after SSP für Grafik



2.1.4.5 参考資料

再生PETフレークの超洗浄技術

1. はじめに
2. 日本国内におけるPETボトルのリサイクル状況と今後の予測
3. 超洗浄技術開発の必要性
4. 「超洗浄」技術開発の内容と結果
5. まとめ

2000年mm月dd日

MCEC 三井化学エンジニアリング株式会社

1. はじめに

ゴミの資源化及び、資源の有効利用を目的とした容器包装リサイクル法(容器包装に係る分別収集及び再商品化の促進等に関する法律)が1997年4月より施行され、清涼飲料、醤油、酒類用PETボトルについては、繊維、カーペット、梱包材料、建築資材、等、様々な製品にリサイクルされるようになった。

しかし、現状においては下記理由から、食品用PETボトルとしての再利用は実現できていない。

- (1) 回収PETボトルに故意または誤って混入した化学汚染物質の除去方法が未確立であり、食品衛生上の安全性が保証できていない
- (2) PETは成形により分子量が低下するため、現状の再生PETによるボトルは強度が不足する

「超洗浄技術」は、これら要因を取り除き食品用途ボトルに再利用可能とすべく開発した技術であり、

- (1)「超洗浄」(狭義) 混入した化学汚染物質を食品衛生上問題ないレベルまで除去する技術
- (2)「フレーク固相重合」 ボトル成形に必要な分子量に回復させるための技術

から構成されている。技術開発に当たっては、三井化学エンジニアリング(株)が「超洗浄」プロジェクト統括、及び狭義の超洗浄を、ホソカワミクロン(株)がフレーク固相重合を、担当した。

2. 日本国内におけるPETボトルのリサイクル状況と今後の予測

PETボトルは1973年に米国で開発され、わが国では1977年にしょうゆ用に初めて使用され以来、清涼飲料水、酒類のボトルに使用が開始された。軽く、強く、中味も見え、取り扱いやすく安全、また、キャップにより再封性があり、持ち歩きに便利、等の理由から多くの消費者に受け入れられ、特に1996年から使用開始された500ml以下の小型ボトルの普及が生産量を大きく伸ばした。

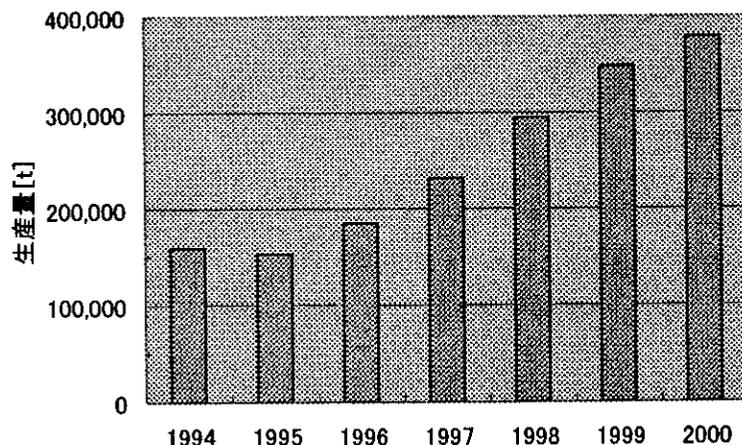


図1. PETボトル生産量推移実績及び予測(第2種ボトル; PETボトル協議会資料)

一方、このような急速な需要の増加は、特にかさ張るボトルであり、廃棄物処理の立場からは深刻な問題になってくる。ボトル本体がPET(ポリエチレンテレフタレート)樹脂の単一素材で作られ、ボトル単体として他のボトルから分別して集めやすく、再生商品も広い用途で再利用できる特性を備えていることから一般の家庭廃棄物の処理と一緒に焼却、埋め立てにゆだねるのではなく、リサイクルによって解決を図るという考え方が定着してきている。

しかし、リサイクル率は1999年度で23%に過ぎず、用途も現状では非食品用途に限られており、織

維63. 6% (ユニホーム、カーペット等)、シート29. 0% (卵パック、プリスターパック等)、ボトル0. 4% (洗剤ボトル等)、成型品等7. 0% (植木鉢、結束バンド等)等となっている。

再商品化されている第二種ボトル(醤油、酒類、清涼飲料)は全ペットボトル樹脂の約95%を占めていること、並びに図2. に示すように2003年からは既存用途ではカバーしきれない収集量が予想されている現状からすると、「食品用ボトル」へリサイクルする技術開発が必要不可欠となる。

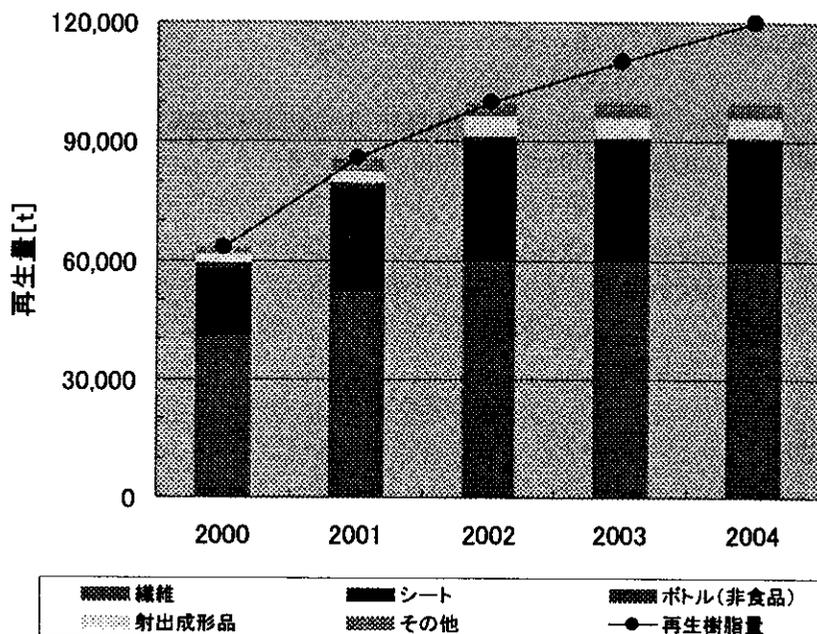


図2. 再生樹脂量及びその用途の予測 (PETボトルリサイクル推進協議会資料)

3. 超洗浄技術開発の必要性

再生PET樹脂の利用拡大の観点から見た再商品化施設に求められる条件をまとめると、次の3条件が必要十分条件となる。

- (1) 食品安全衛生性を確保すること
- (2) IV値アップにより必要物性を確保すること
- (3) 異物レベルを更に下げること

このうち異物については、メカニカルな分離で対応可能と考え、あとから機種選定等を行う事とし、ケミカルな対応が必要な食品安全衛生性とIV値アップにしぼって「超洗浄」の研究開発を行うこととした。

ここで、食品安全衛生性の確保とは、消費者により故意又は誤って使用済みPETボトルに混入される化学汚染物質で汚染されたボトルが混入しても安全衛生性を保障することを含む。

また、弊社はPETボトル協議会の協力の元でWPRの設備改善・改良、YPR、NPR、TPR、YPR2と非食品用途用の大型高品質プロセス開発・設計建設を行ってきていることから、これらの再商品化施設の別施設としてではなく、既施設を出来るだけ活用した延長線上で「超洗浄」を検討することとした。

なお、本研究開発は、新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の平成10年度即効型提案公募事業として行ったものである。

4. 「超洗浄」技術開発の内容と結果

「超洗浄」とは、狭義の意味の超洗浄技術と固相重合技術を総称する。

4.1 超洗浄

次の4段階の手順により、有効な洗浄方法の探索、洗浄効果に対する種々の因子の影響を調べた。

- 第一段階 使用済みPETボトルに、消費者が故意又は誤って混入する化学汚染物質を想定し模擬汚染物質を選定した。
- 第二段階 模擬汚染物質の汚染レベルを確認した。
- 第三段階 ビーカースケールテストにより下記3方法の洗浄効果を確認した。
 - ・アルカリ洗浄による加水分解法
 - ・高温窒素による加熱拡散法
 - ・水蒸気による過熱拡散法
- 第四段階 第三段階で有効性を確認した方法を組合わせて、パイロットスケールテストにより洗浄効果を確認した。テスト原料には汚染フレーク100%試料及び、より実態に近づけた希釈試料を使用した。

検討結果は以下の通り。

- (1) FDAの指針¹⁾に準拠した汚染条件、模擬汚染物質による模擬汚染テストの結果、汚染度には、試料形態(表1参照)、汚染物質の組合せが影響することが判った。クロロホルムのようなPETへの浸透性の高い物質を含む組合せでは、混合した全ての物質の汚染度が高くなる。

表1. 模擬汚染物質と汚染テスト結果

汚染物質	無極性揮発物質	極性揮発物質	無極性不揮発物質	極性不揮発物質	毒性塩類
モデル化合物	トルエン	クロロホルム	リンダン	ベンゾフェノン	ステアリン酸亜鉛
組成[%]	42.5	42.5	5.0	5.0	5.0
汚染度[ppm]					
フレーク	83,000	97,600	3,650	3,650	608
ボトル(密栓)					
ジュース銘柄	40,000	59,200	2,540	2,690	23
炭酸銘柄	43,300	62,000	2,950	3,810	71
ボトル(開栓)	18,000	34,300	1,650	1,970	27

- (2) アルカリ洗浄洗浄効果にスケール差が確認された。また、汚染フレークを希釈した試料の方が高い洗浄効果が得られた。前者については、パイロットスケールの方がビーカースケールより攪拌強度が大きく、固液界面の更新が良好なため、後者については、除去された汚染物質の洗浄水中での濃度が低く、再付着しないため、と推定している。
- (3) ステアリン酸亜鉛をモデル化合物とする塩類は、蒸気圧がないため高温窒素洗浄法や溶融脱揮のような加熱拡散では除去できないが、PETへの浸透深さが浅いため、表面を加水分解するアルカリ洗浄で100%近く除去可能である。一方、溶剤、農薬系化合物は浸透深さが深いた

め、アルカリ洗浄のみでは除去不十分となるが、加熱拡散で100%近く除去できる。従って、全ての汚染物質に対応するためには、アルカリ洗浄と加熱拡散の組合せが必須であると考えられる。

- (4) 残留汚染物質濃度は、アルカリ洗浄と高温窒素洗浄の2段階で食品衛生上問題ないレベルまで低減できることが判った。しかし、ボトル用PETに対する、極めて低い固形異物含量の要求レベルを考慮した場合、溶融脱揮の工程を濾過と組合わせて、汚染物質の除去をより高度なものとするとともに固形異物除去のために組み込む必要があると思われる。

汚染フレーク 100%

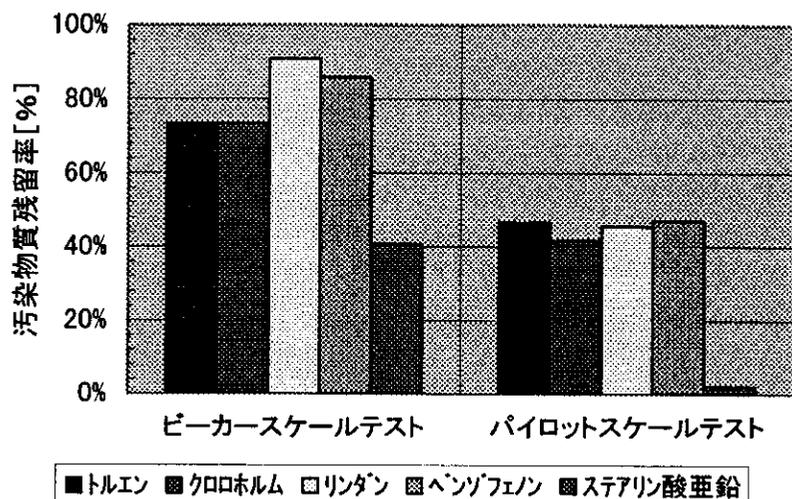
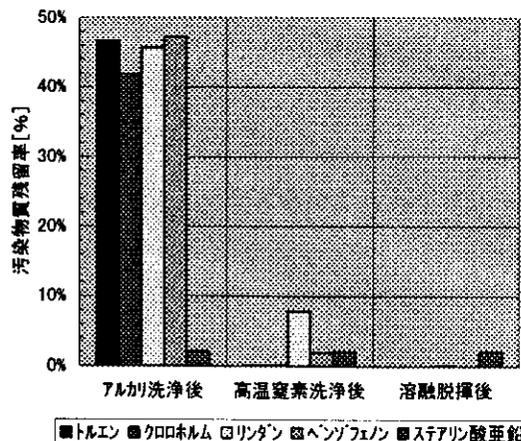
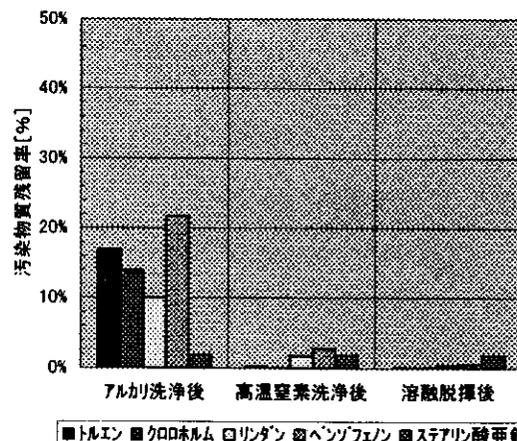


図3. アルカリ洗浄におけるスケール効果

汚染フレーク 100%



汚染フレーク 1000ppm



洗浄前汚染物質濃度 [ppm]

トルエン	クロロホルム	リンダン	ベンゾフェノン	ステアリン酸亜鉛
30,000	43,000	2,300	1,800	1,100

洗浄前汚染物質濃度 [ppm]

トルエン	クロロホルム	リンダン	ベンゾフェノン	ステアリン酸亜鉛
30	43	2.3	1.8	1.1

図4. パイロットスケールテストにおける汚染物質除去効果

4.2 フレーク固相重合

フレークはその形状のためにハンドリング上の困難を伴う。これを解決する機構を組み込んだオリジナル実験プラントを構築し、固相重合速度に対する種々の因子の影響を調べた。

実験プラントは、原料ホッパー、定量供給装置、予熱機、ホッパーリアクター、冷却機から構成されるパイロットスケールの連続固相重合装置である。

検討結果は以下の通り。

- (1) 再生PETの固相重合において、フレーク固相重合の方がペレット固相重合と比較して、ペレタイズによるIVのさらなる低下がないため出発IVが高いこと、また、再生ペレットより固相重合速度が若干大きいことから目標IVへの到達時間を短くでき、より経済的であることが確認できた。
- (2) 操作条件の面では、反応温度を高くするほど、また、キャリアガス量を増加するほど、目標IVへの到達時間は短くなり、装置的にもコンパクトにでき、コストダウンできる。しかし、温度については、フレークの粘着性の問題から上限がある。
- (3) 窒素に代えて空気をキャリアガスに使用できればコストダウンが図れるが、酸化分解によるIV低下、黄変が起り、代替不可能である。

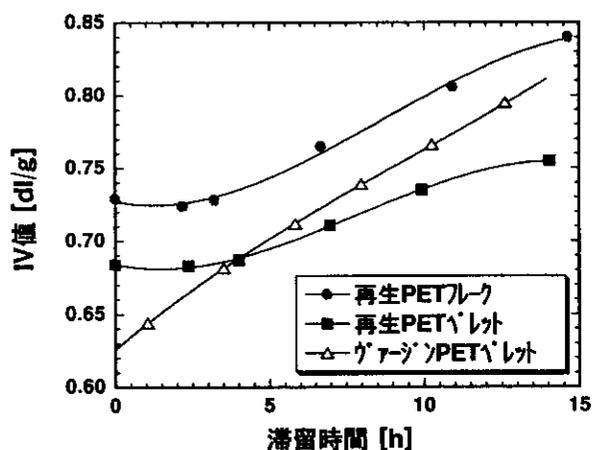


図5. 原料種類の影響

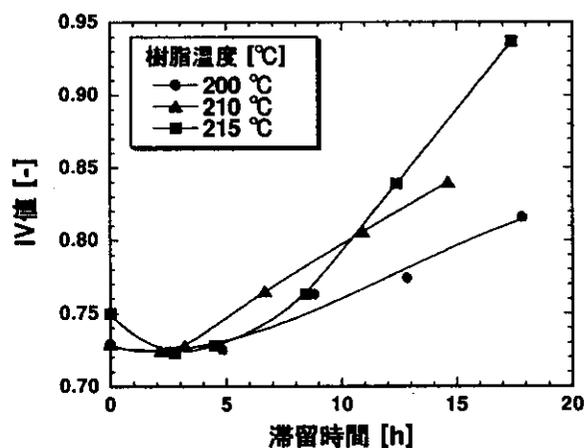


図6. 重合温度の影響

5. まとめ

汚染化学物質の高度除去を目的とする「超洗浄」は、ピーカースケールによるスクリーニング、パイロットスケールでのスケールアップテストを通じて、アルカリ洗浄による加水分解法、高温窒素による加熱拡散法、ニーダーによる溶融脱揮法の組み合わせで実現可能であることを確認した。

分子量アップを目的とする「フレーク固相重合」は、実験プラントでのテストにより、ハンドリング性の悪いフレークに対応する技術の確立、IV上昇に対する種々の因子の影響解明を行い、経済的にもメリットある技術であることを確認した。

以上の成果より、全く新規のプロセスを構築することなく、図7. に示すように、現行プロセスに工程を追加することによって、食品衛生及び分子量に関わる問題点を克服し、「Bottle to Bottle」リサイクルが基本的には可能であることを示すことができた。

今後、食品移行テストによる実証、より高度な固形異物除去等、残された課題に取り組み、「Bottle to Bottle」の実現に引き続き努力する所存である。

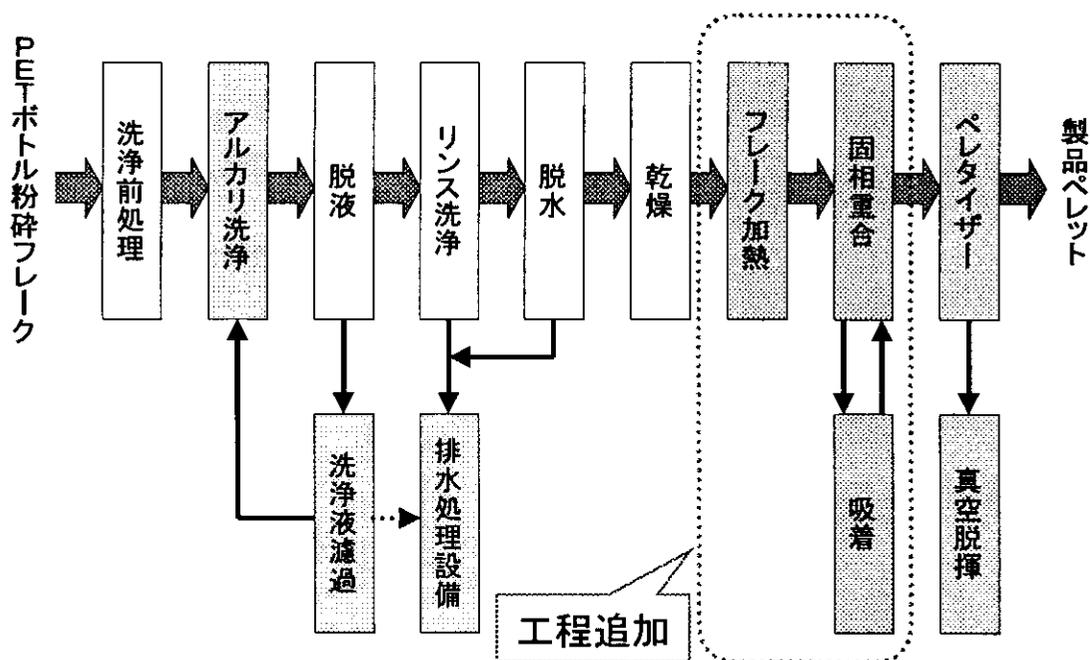


図7. 実証プラント ブロックフロー

引用文献:

- 1) "Points to Consider for the Use of Recycled Plastics in Food Packaging: Chemistry Consideration", FDA, Dec.1992

2.1.4.6 添付資料

ビューラー社、回収チップ紡糸テストフィルター詰まり物の分析

東洋紡総合研究所
分析物性研究センター

3. 目的

Bühler 社回収 PET チップ紡糸テスト後フィルター 2 点（1 回目、2 回目）詰まり物の特定を行う。

4. 分析方法

紡糸テスト後フィルターに付着している PET を HFIP に浸漬して溶解させ、クロロホルムで洗浄後、フィルターを分解した。最も目の細かいフィルター表面付着物（比較的大きな付着物）とフィルターの目に詰まった物質（細かい詰まり物）を取り出し、それぞれ IR スペクトルを測定した。

測定方法 FT-IR 顕微透過法

装置 FT-IR : BIO-RAD 社製 FTS-40

赤外顕微鏡 : BIO-RAD 社製 UMA300A

また、最も目の細かいフィルターの SEM 二次電子像写真を撮影した。

試料調製

カーボン蒸着

形態観察

走査電子顕微鏡 日立 FE-SEMS4500

加速電圧 : 2 Kv

3 結果および考察

紡糸テスト時のフィルター圧の上昇は最も目の細かいフィルターの詰まり物の影響を強く受けると考えられることから、最も目の細かいフィルターの詰まり物についてのみ分析を行った。

いずれの試料にもフィルター表面には黒茶色～白色の付着物（比較的大きな樹脂状物）が点在していた。しかし、フィルターの目には白色～無色透明の細かい粒状物が詰まっており、この詰まり物が圧力の上昇に強く影響していると思われる。

以下に IR 分析の結果を示す。

試料		色	主成分組成
Bühler 1回目 フィルター	付着物	黒茶色	ポリエチレン熱劣化物、 PET 熱劣化物
		茶色	ポリエチレン熱劣化物、ケイ酸塩
		白色	イソフタル酸共重合 PET
	目詰まり物	白色～無色透明	ケイ酸塩、SiO ₂ 、炭酸塩
Bühler 2回目 フィルター	付着物	黒茶色	PET 熱劣化物
		白色(1)	PET、ケイ酸塩、SiO ₂
		白色(2)	シリコンゴム
	目詰まり物	白色～無色透明	ケイ酸塩、SiO ₂ 、炭酸塩

いずれのフィルターも目詰まり物は白色～無色透明の多数の粒子であった。この粒子がフィルターの圧力上昇を引き起こしていると考えられる。いずれの試料も目詰まり物は土砂の類であると考えられる。

フィルターの SEM 観察を行ったが、試料間で目詰まり状況に大きな差はなかった。

以上

2.1.4.7 別表-1 YPR製リサイクルPET樹脂の結晶化による物性向上

項目	サンプル	YPRペレット (製品)	YPRペレット (固相重合加工品)
IV (dl/g)		0.638	0.792
色調	L値	75.4	77.1
	a値	-0.8	0.0
	b値	4.5	5.7
ヘーズ	3.5mm厚み	84.7	8.7
	4.0mm厚み	90.2	16.7
	5.0mm厚み	100.0	83.2
DSC	Tg (°C)	76.7	78.4
	TC-1 (°C)	139.7	143.8
	Tm (°C)	255.0	252.4
	TC-2 (°C)	203.5	196.7

注目：ヘーズの項を見ると格段に透明性アップとなっている。

TC-2も下がっており結晶化（白化）抑制効果が出ている。

2.2.3.1別表-1 精製BHET（ラボ及びパイロットプラント品）の純度分析結果

試料		①ラボ品	②パイロット品	③パイロットチャレンジ品
不純物&純度分析 (GC)	CHDM	8 ppm	6 ppm	5 ppm
	EG	75 ppm	0.300 wt%	0.092 wt%
	DEG	30 ppm	0.140 wt%	0.049 wt%
	TEG		0.000 wt%	0.013 wt%
	Others①	99.989 wt%	99.560 wt%	99.846 wt%
	Total	100.000 wt%	100.000 wt%	100.000 wt%
不純物分析 (HPLC)	TPA	0.03 wt%	0.05 wt%	0.03 wt%
	MHET	1.33 wt%	2.10 wt%	0.88 wt%
	BHET②	97.93 wt%	82.81 wt%	94.63 wt%
	U1	0.48 wt%	11.31 wt%	2.95 wt%
	U2	0.01 wt%	0.29 wt%	0.06 wt%
	U3	0.01 wt%	0.02 wt%	0.02 wt%
	BHET2	0.17 wt%	2.63 wt%	1.16 wt%
	BHET3	0.00 wt%	0.18 wt%	0.01 wt%
	U4~Others	0.03 wt%	0.61 wt%	0.26 wt%
	Total	100.00 wt%	100.00 wt%	100.00 wt%
Sb,Ge,Co,P の定量	Sb	ND(5ppm 以下)	ND(1ppm 以下)	ND(1ppm 以下)
	Ge	ND(5ppm 以下)	ND(1ppm 以下)	ND(1ppm 以下)
	Co	ND(5ppm 以下)	ND(1ppm 以下)	ND(1ppm 以下)
	P	ND(5ppm 以下)	ND(1ppm 以下)	ND(1ppm 以下)
BHET 純度	①×②	97.92	82.45	94.48

注) 表中記載の化合物略称の正式名称は以下の通り。

CHDM ; Cyclohexanedimethanol EG ; Ethyleneglycol
 DEG ; Diethyleneglycol TEG ; Triethyleneglycol
 TPA ; Terephthalic acid MHET ; Monohydroxyethylterephthalate
 BHET2 ; BHET の 2 量体 BHET3 ; BHET の 3 量体
 U ; unknown 成分

(なお、U1 は HOCH₂CH₂COO φ COOCH₂CH₂OCH₂CH₂OH と推定される)

2.2.3.2 別表-1 再生フレーク使用ラボスケール精製BHETの重合結果

評価項目		ラボ品 (出発:精製BHET)	ラボ比較品 (出発:バージンPTA)	
溶融重合	IV	0.593	0.598	
	CoL/b	76.8/5.7	79.5/-0.1	
	DEG (wt%)	2.0	1.1	
固相重合	IV	0.747	0.746	
	CoL/a/b	78.1/-0.5/2.8	83.4/-0.5/0.9	
	AA (ppm)	6.3	5.0	
	密度 (g/cm ³)	1.4127	1.4132	
成形板評価	IV	0.687	0.695	
	IV 保持率 (%)	92.0	93.2	
	4t/5t ヘーズ (%)	4.4 / 42.0	13.8 / 75.7	
	AA (ppm)	21.6	19.9	
	DSC (°C)	Tg	76.3	79.2
		Tc1	152.7	155.8
		Tm	251.8	255.7
Tc2		183.3	189.0	

2.2.3.2 別表-2 ポトル材質試験 (再生フレーク使用ラボスケール精製BHET)

単位: ppm

分析項目		ラボ品 (出発:精製BHET) (重合:試験機)	ラボ比較品 (出発:バージンPTA) (重合:試験機)	コントロール (出発:バージンPTA) (重合:生産機)
金属	P	22	19	16
	Ge	36	28	33
残留成分	AA	9.5	9.2	5.6
	EG	14	9	12
	DEG	1.2	1.3	0.6
	TPA	2	2	2
	MHET	19	21	19
	BHET	51	46	39
	MMT	ND	ND	ND
	DMT	ND	ND	ND
	CT	4270	4920	2840
	C4~C8	3138	3500	1890

注) 表中記載の化合物略称の正式名称は以下の通り。

AA; Acetaldehyde MMT; Monomethylterephthalate

DMT; Dimethylterephthalate CT; Cyclic trimer Cn; n量体オリゴマー

2.2.3.2 別表-3 水での溶出試験結果 (再生フレーク使用ラボスケール精製BHET)

: 50℃・30日間

単位: ppb (wt/wt)

分析項目	ブランク ^{a)}	ラボ品	ラボ比較品	コントロール
AA	ND	<200	<200	<200
EG	112	126	150	95
DEG	30 ↓	ND	ND	ND
TPA	ND	<10	<10	<10
MHET	ND	<10	<10	<10
BHET	ND	<10	<10	<10
MMT	ND	ND	ND	ND
DMT	ND	ND	ND	ND
CT	ND	ND	ND	ND
C4~C8	ND	ND	ND	ND
Ge	<0.1	17.1	15.9	2.4

*) 溶出試験における「ブランク」は溶出溶液だけで溶出条件は同じ

2.2.3.2 別表-4 45%アルコールでの溶出試験結果(再生フレーク使用ラボスケール精製BHET): 50℃・30日間
 単位: ppb (wt/wt)

分析項目	ブランク ^{a)}	ラボ品	ラボ比較品	コントロール
AA	<200	300	300	200
EG	60	246	178	97
DEG	30 ↓	ND	ND	ND
TPA	ND	<10	<10	<10
MHET	ND	<10	<10	<10
BHET	ND	17	13	12
MMT	ND	ND	ND	ND
DMT	ND	ND	ND	ND
CT	ND	21	22	10
C4~C8	ND	ND	ND	ND
Ge		41	29	12.4

2.2.3.3 別表-1 パイロットプラントスケール精製BHETの重合結果

評価項目		パイロット品 (出発精製BHET)	パイロット比較品 (出発パーソンPTA)	
溶融重合	IV	0.522	0.518	
	ColL/b	82.7/1.1	83.5/-0.1	
	DEG (wt%)	2.1	1.2	
固相重合	IV	0.761	0.764	
	ColL/a/b	85.4/-0.4/2.8	85.8/-0.4/1.1	
	AA (ppm)	7.3	3.3	
	密度 (g/cm ³)	1.4032	1.4034	
成形板評価	IV	0.696	0.721	
	IV 保持率 (%)	91.5	94.4	
	4t/5t ヘーズ (%)	2.0/18.0	6.6/59.3	
	AA (ppm)	22.3	18.2	
	DSC (°C)	Tg	77.9	80.2
		Tc1	153.9	155.5
		Tm	249.5	254.9
Tc2		186.3	182.3	

2.2.3.3 添付資料-1 分析試験報告書 (財)日本食品分析センター第501020120-001



分析試験成績書

第501020120-001号
平成13年02月21日

依頼者 PETボトル協議会

検体名 サンプルA

付記事項 BHET(Lot20001117)を原料とした
PET樹脂(IS-PET76)から製造した
500ml PETボトル

財団法人
日本食品分析センター

東京本部 〒151-0062 東京都渋谷区元代々木町52番1号
大阪支所 〒564-0033 大阪府吹田市豊津町3番1号
名古屋支所 〒460-0011 名古屋市中区大須4丁目5番13号
九州支所 〒812-0034 福岡市博多区下呉服町1番12号
多摩研究所 〒206-0025 東京都多摩市永山6丁目11番10号

平成13年02月02日当センターに提出された上記検体について分析試験した結果は次のとおりです。

分析試験結果

分析試験項目	結果	検出限界	注	分析方法
器具及び容器包装規格試験 (合成樹脂) 一般規格 材質試験 カドミウム及び鉛 溶出試験 重金属 過マンガン酸カリウム消費量 個別規格(ポリエチレンテレフタレート) 溶出試験 アンチモン ケルマニウム 蒸発残留物(n-ヘプタン) 蒸発残留物(20%エタノール) 蒸発残留物(水) 蒸発残留物(4%酢酸)	限度以下 限度以下 限度以下(0.5ppm以下)		1	

注1. 食品、添加物等の規格基準(昭和34年厚生省告示第370号)の第3のDの2合成樹脂製の器具又は容器包装に準じて試験した。

区分: 使用温度, 100°以下

以上

2.2.3.4 別表-1 代理汚染物質及び官能試験物質吸着フレーク使用パイロットプラント

精製BHETの重合結果

評価項目		パイロットチャレンジ品 (出発:精製BHET)	パイロットチャレンジ比較品 (出発:パ-ジンPTA)	
溶融重合	IV	0.523	0.517	
	CoL/b	82.1/1.2	83.7/0.2	
	DEG (wt%)	2.4	2.5	
固相重合	IV	0.757	0.753	
	CoL/a/b	86.5/-1.0/3.2	86.2/-1.1/2.8	
	AA (ppm)	7.1	7.6	
	密度 (g/cm ³)	1.4004	1.4009	
成形板評価	IV	0.699	0.725	
	IV 保持率 (%)	92.3	96.3	
	4t/5t ヘーズ (%)	2.1/27.1	1.2/9.2	
	AA (ppm)	26.0	23.9	
	DSC (°C)	Tg	78.2	78.0
		Tc1	153.6	153.3
		Tm	249.1	249.8
Tc2		179.1	175.4	