

ペットボトルリサイクル製品中の環状オリゴマーの分析

海洋プラスチックごみ問題は世界的な課題となっており、プラスチックの3Rや再生可能資源への代替など、プラスチック資源循環体制の構築に向けた取組みが盛んになってきています。日本におけるペットボトルのリサイクル率は84.6%と欧米と比較しても高い水準で、回収されたペットボトルはペットボトル（ボトルtoボトル）、シート、繊維などに再利用されています（※1）。

ポリエチレンテレフタレート（PET）はテレフタル酸とエチレングリコールを原料に製造されます。原料モノマーを熔融重合して溶融物を紡糸するとポリエステル繊維製品になり、溶融重合後に固相重合して成形するとペットボトルになります（図1）。PETの副生成物として環状オリゴマーが生成しますが、環状オリゴマーは透明性や光沢などの外観不良の原因になるため、濃度管理されます。ペットボトルでは固相重合の過程で減少するため、繊維製品よりもペットボトルの方が環状オリゴマー濃度が低くなります（※2）。

ペットボトルのリサイクルは、ペットボトルを粉碎、分離、洗浄、異物除去し、化学的に分解して原料モノマーに戻し、再び縮合重合したものを再生PET樹脂とするケミカルリサイクル（図2）と、ペレット化したものを再生PET樹脂とするメカニカル（マテリアル）リサイクル（図3）があります。リサイクル繊維製品中の環状オリゴマー濃度は、ケミカルリサイクルでは原料モノマーに戻すためバージンの繊維製品と変わりませんが、メカニカルリサイクルでは低くなります。

今回は、環境省がとりまとめた「特定調達物質等の表示の信頼性確保に関するガイドライン」（※3）を参考に、ペットボトル由来のリサイクルポリエステルを使用した衣類、バージンポリエステルを使用した衣類、およびメカニカルリサイクルのペットボトルに含まれるPETの環状オリゴマーを溶解再沈法で抽出し、HPLCで測定した結果についてご紹介します。



高速液体クロマトグラフ
Chromaster®

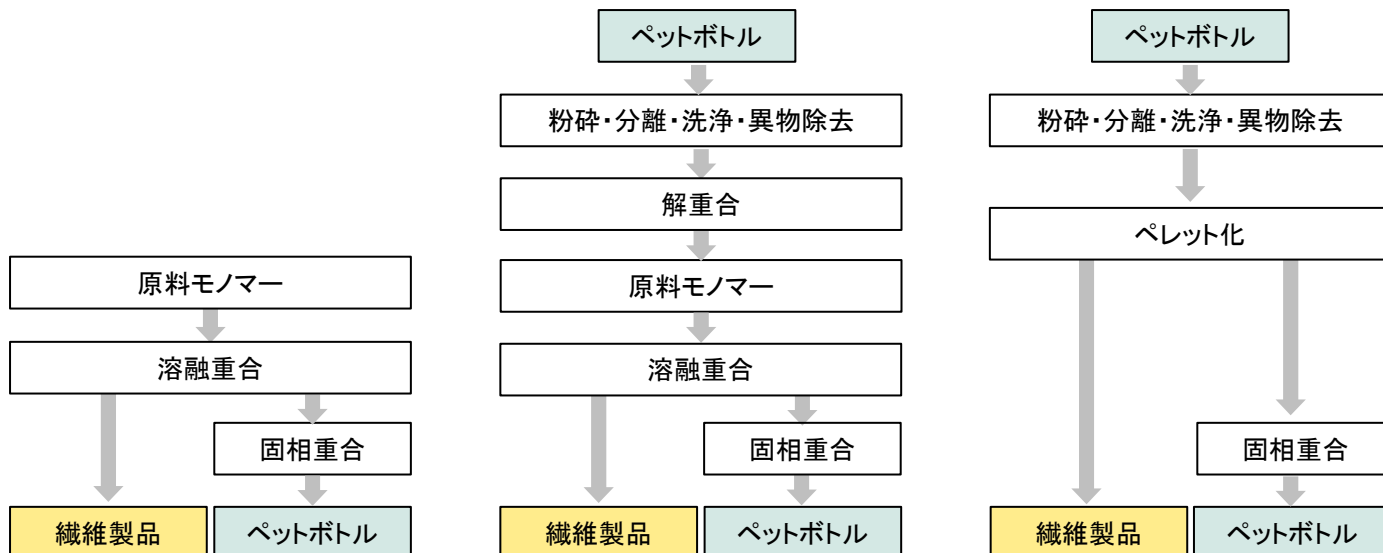


図1 PET製品の製造フロー

図2 ペットボトルのケミカルリサイクルのフロー

図3 ペットボトルのメカニカルリサイクルのフロー

環状オリゴマーの前処理方法およびHPLC測定条件

■測定条件

移動相: A: H₂O, B: CH₃CN

時間(min)	%A	%B
0.0	30	70
20.1	5	95
25.0	5	95
25.1	30	70
40.0	30	70

カラム: LaChrom II C18, 5 μm, 4.6 X 250 mm

カラム温度: 40 °C

流速: 1.2 mL/min

注入量: 10 μL

検出波長: 242 nm

■試料の前処理方法

試料 10 mg を秤量する
(ポリエステル繊維製品は細断、ペットボトルは凍結粉碎)

↓

HFIP 1 mL に溶解する

↓

アセトニトリル 7 mL を穏やかに加えてポリマーを再沈する

↓

アセトニトリルを加え全量を 10 mL にする

↓

メンブランフィルタ(0.45 μm) でろ過したものを試料とする

ペットボトルリサイクル製品の環状オリゴマー測定例

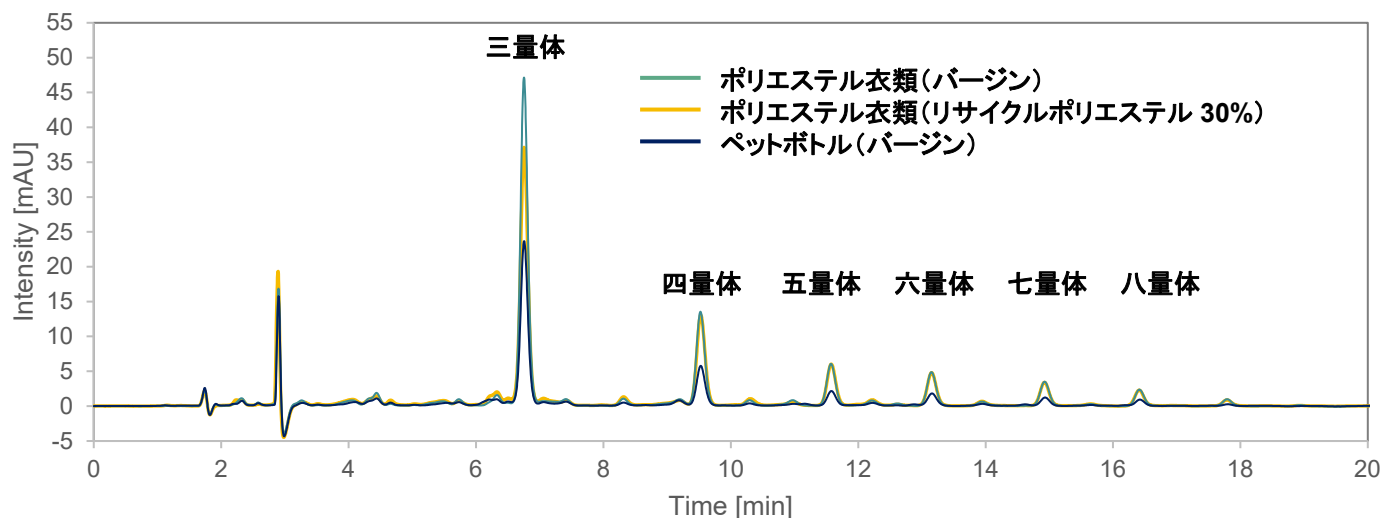


図4 ポリエステル衣類とペットボトルの環状オリゴマー濃度の比較

- ✓ 固相重合の過程で環状オリゴマーが減少するため、ポリエステル衣類よりもペットボトル(バージン)は環状オリゴマー濃度が低くなっています。
- ✓ ポリエステル衣類(リサイクルポリエステル 30%)は、ペットボトルをメカニカルリサイクルしたポリエステルを30%含有しているため、ポリエステル衣類(バージン)よりも環状オリゴマー濃度が低くなっています。

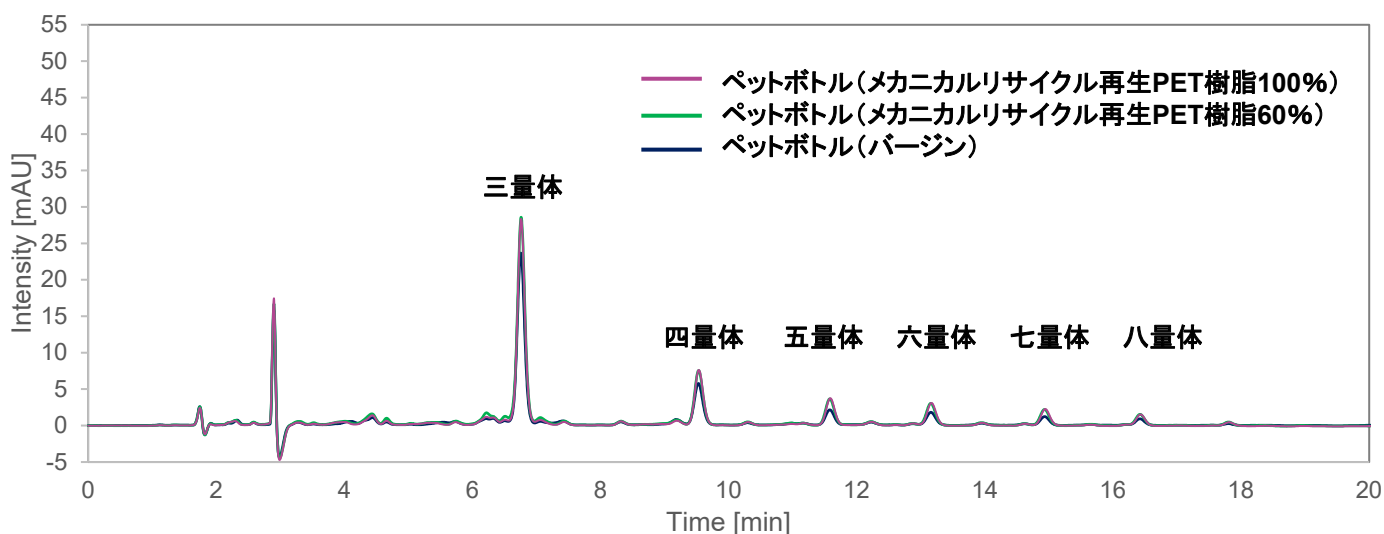


図5 メカニカルリサイクル再生PET樹脂とバージンPET樹脂を使用したペットボトルの環状オリゴマー濃度の比較

- ✓ メカニカルリサイクルによる再生PET樹脂を使用したペットボトルとバージンのペットボトルでは、環状オリゴマー濃度に大きな差はありませんでした。

<主な装置構成>

Chromaster 5110 ポンプ、5280 オートサンプラ、5310 カラムオープン、5430 ダイオードアレイ検出器

参考文献

- 1) PETボトルリサイクル年次報告2019, PETボトルリサイクル推進協議会.
- 2) ペットボトルリサイクル製品における環状オリゴマーの濃度評価, Tri News 2010, vol.050.
- 3) 特定調達物品等の表示の信頼性確保に関するガイドライン(平成26年3月版) 環境省.

注意: 本資料に掲載のデータは測定例を示すもので、性能を保証するものではありません。