

おかじま いづみ さこ たけし すげたつとむ かみざわ ちよし
(物質研) ○岡島いづみ*、佐古猛、菅田孟、神澤千代志

1. 緒言

包装用などに使用されているプラスチック多層フィルムは、数種類のプラスチックが積層された構造をしているため、現状は、そのまま燃やすか、固形燃料とするか、一旦粉碎・熔融して外観があまり気にならない柵や杭などに再利用されている。しかし、資源の有効利用の視点から、無触媒下で環境に負荷のない水を用いて多層フィルムをケミカルリサイクルする技術の検討を行ったので報告する。

2. 実験

試料として中間層がナイロンー6、外層・内層がポリエチレンからなる多層フィルムを使用した。図1に実験の概要を示す。内容積20mlのステンレス製反応管に多層フィルム0.3gと水8~10gを仕込み、管内をアルゴンガスで置換した後、反応温度である300~350℃に加熱しておいたサンドバスに入れた。一定時間加熱後、反応管をサンドバスから取り出し水に浸けて急冷した。冷却後、反応管から回収した水相はガスクロ分析によってε-カプロラクタムを定量し、固体はCHN元素分析によって、窒素原子のピークの有無で回収ポリエチレン中の残存ナイロン分の有無の確認を行った。

3. 結果と考察

3.1 ナイロンー6の加水分解

初めにナイロンー6を用いて、無触媒下におけるε-カプロラクタムへのモノマー化の最適条件を検討した。図2にナイロンー6の加水分解より得られたε-カプロラクタムの収率の反応温度依存性を示す。反応温度が330℃の時、反応時間30分において収率が最大の90%となり、また反応時間を60分に延ばしても最大収率の温度がほとんど変化しないため、ナイロンー6の加水分解の最適条件は反応温度330℃、反応圧力12.9MPa（反応温度での水蒸気圧）、反応時間30分だった。

従来のナイロンー6のモノマー化は、加熱水蒸気の存在下、リン酸、炭酸ソーダ、アルミナ等の触媒を用いて300℃前後、0.1MPa以下で行われており、ε-カプロラクタムの収率は85~95%と報告されている¹⁾。図3に示すように、本実験条件である300~350℃では水のイオン積は 10^{-12} 前後と、室温の約100倍となり²⁾、水自身が酸触媒の役割

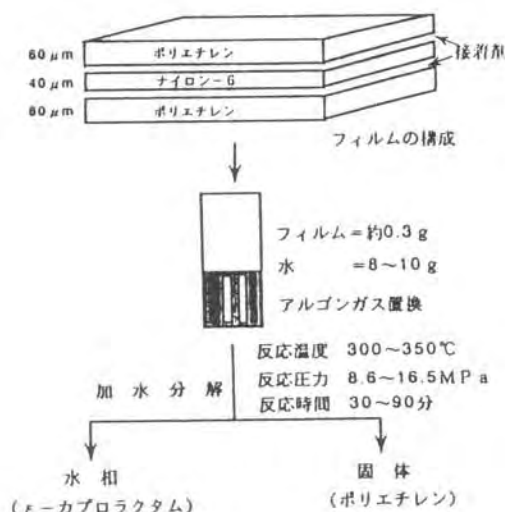


図1 分解実験の概要

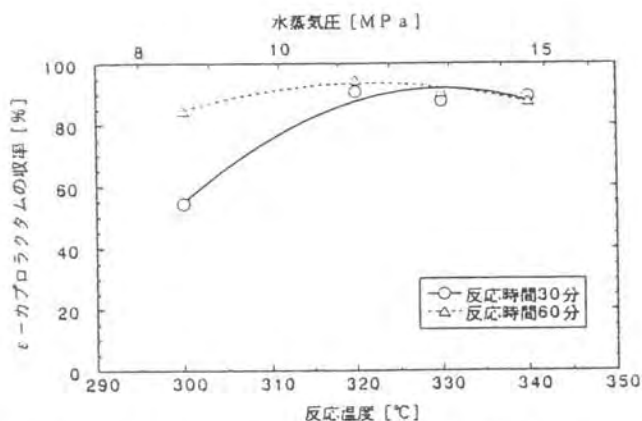


図2 ナイロンー6→ε-カプロラクタム分解の収率

〒305-8565 茨城県つくば市東1-1
Tel.: 0298-54-4735 Fax: 0298-56-8587
e-mail: okajima@nimc.go.jp

を果たすため、ナイロンー6のモノマー化を高温・高圧水のみで行うことが可能となった。

3.2 多層フィルムの加水分解

図4に反応時間30分における多層フィルムの加水分解生成物の収率の温度依存性を示す。ナイロンー6については330℃で約94%のモノマー収率が得られ、更に温度を上げてほとんど変化しなかった。一方、ポリエチレンの収率は280~350℃の広い温度域で約95%と一定だった。反応時間を60分、90分と延ばしたところ、ε-カプロラクタムに関しては最大収率となる温度はほとんど変わらず、反応温度が上がると収率は減少する傾向となった。一方ポリエチレンに関しては、反応時間を延ばしても収率は一定だった。以上から、今回使用した多層フィルムの分離・分解には反応温度330℃、反応圧力12.9MPa、反応時間30分が最適であった。

3.3 多層フィルムの加水分解と熱分解の比較

3.2節で検討した最適分解条件で、多層フィルムの熱分解と加水分解を比較した。熱分解を行った場合、回収されたポリエチレンの一部からチャーが生成し、更にナイロン由来の窒素原子の約80%がポリエチレン中に残り、ε-カプロラクタムの収率も約2%と非常に低かった。一方、加水分解では、生成したモノマーのε-カプロラクタムは水に可溶なため、ナイロン層の分解後のモノマーは水相中に約94%回収された。このため残存したポリエチレン中には窒素分は全く残っていなかった。またこの分解条件ではポリエチレンは熱分解を起こさないため純度99.9%以上の単一ポリエチレンとして約95%回収できた。

4. 結論

ナイロンー6とポリエチレン多層フィルムのリサイクル技術を検討すると、330℃、12.9MPaの高温・高圧水を用いると、触媒は不要で、反応時間30分でフィルム中のナイロンー6をε-カプロラクタムへモノマー化し、ポリエチレン成分は単一ポリエチレンとして回収できた。この時の収率は、ε-カプロラクタムは94%、ポリエチレンは95%であった。

参考文献

- 1) (財)日本産業技術振興協会 資源高度リサイクル利用技術推進協議会, "資源高度リサイクル利用技術 有機分野編", 1992
- 2) 日本機械学会, "蒸気表", 丸善, 1981

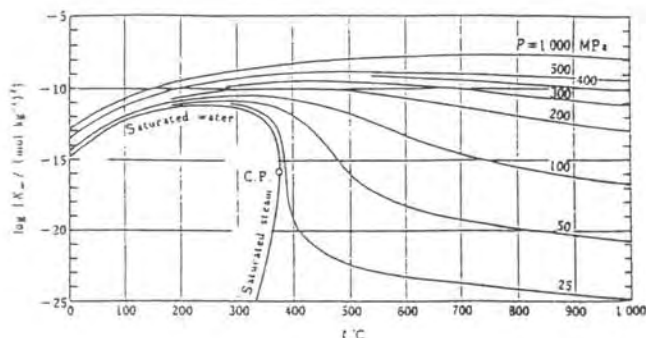


図3 水のイオン積²⁾
($T_c = 374.15^\circ\text{C}$, $P_c = 22.1\text{MPa}$)

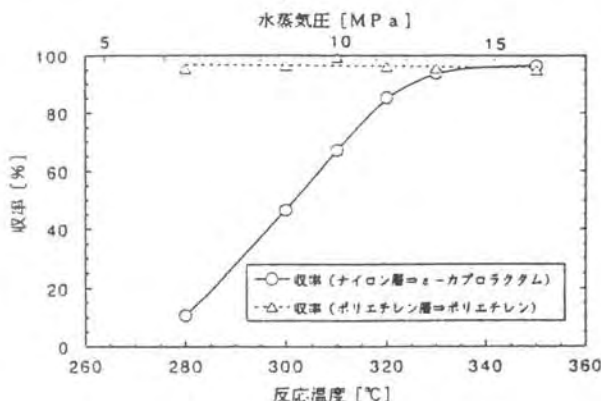


図4 多層フィルム分解による各成分の収率
(反応時間: 30分)