

## ポリ乳酸/汎用樹脂の精密ケミカル・マテリアルリサイクルについて

(1九工大 ETC・2九工大生命体) 附木貴行<sup>1,2</sup>・安田信彦<sup>2</sup>・橋本憲明<sup>1</sup>・西田治男<sup>1,2</sup>・白井義人<sup>1,2</sup>

【緒言】再生可能資源由来の材料であるポリ-L-乳酸（PLLA）の熱分解による環状二量体：L,L-ラクチドへのモノマー還元について実用的な押出機を用いて実施し、特に、熱分解反応に影響を与える因子およびL,L-ラクチドの光学純度低下の原因について検討を進めてきた。<sup>1)</sup> L,L-ラクチドへの変換に際し、ラセミ化による光学純度の低下は、再生ポリマーの物性低下の原因となるため極めて重要な要素である。また、実際のケミカルリサイクルを考えた場合、ポリ乳酸が単独で回収される可能性は非常に低く、様々な異種プラスチックとのブレンドやアロイ、あるいは無機物とのコンポジット等の複合体としての処理を考える必要がある。本報告では、解重合触媒：酸化マグネシウムの物理的/化学的特性や樹脂への分散性などが解重合およびラセミ化反応に及ぼす影響について得られた基礎的知見を基に、PLLA ブレンド体からのモノマー還元型ケミカルリサイクルの実証試験を行った。また、電気・電子製品には難燃性を持たせるために、難燃化剤が混合されている。家電リサイクル法施行に伴い、難燃化製品のリサイクルは非常に重要となってきた。本報告では、難燃化剤である水酸化アルミニウム：Al(OH)<sub>3</sub>を含んだポリ乳酸組成物のケミカルリサイクル<sup>2)</sup>実証試験を行い、難燃剤含有組成物のケミカルリサイクルの課題解決のために検討を行った。

【実験】PLLA は、ユニチカ製テラマック TE-2000C、汎用樹脂としてポリプロピレン（PP）は日本ポリプロピレン製 PY-7、熱分解触媒 Al(OH)<sub>3</sub> は、種々の形状および化学特性を有するものを使用した。サンプルの混合割合は、PLLA/汎用樹脂/Al(OH)<sub>3</sub>=16/54/30 (wt/wt/wt)とした。さらに、酸化マグネシウム（粒径 4μm）0.16wt%を添加し、二軸スクリュウ押出機（Tex30α）を用いて熱分解・ラクチド回収を行った。これを3箇所（第1、2、3、4ベント）のベントを有する押出機のホッパーに投入し、二軸スクリュウを用いて150-200rpmの回転速度で混練した。第1ベントから第3ベントまでのゾーンを260 から 320 の温度で加熱し、Al(OH)<sub>3</sub>の脱水反応によって発生した水分を利用し、加水分解させたあと、Al イオンによる作用で PLLA を L,L-ラクチドに変換した。生成したラクチドは、所定の減圧度に調整した第2および第3ベント口から揮発し、フラスコ内に捕集された。一方、PP および Al(OH)<sub>3</sub>から変化したアルミナは、押出機先端のダイから残渣として排出され、リベレット化された。生成したラクチドの光学純度は、<sup>1</sup>H NMR、GC などを用いて分析を行った。試験条件、ラクチド・水分の回収率、およびラクチドの光学異性体の組成比は、Table 1,2 に示した通りである。

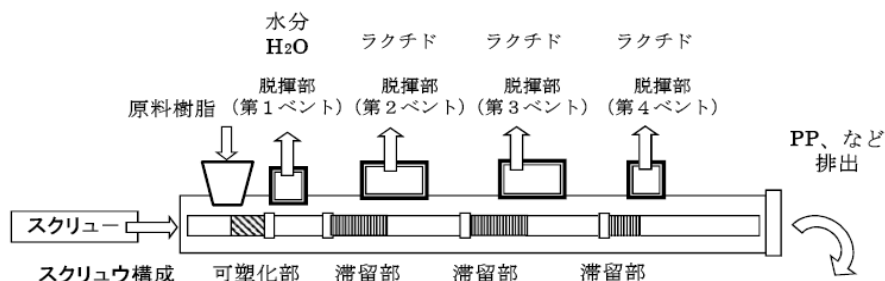


Fig. 1. 押出機のラクチド回収機構

### 【結果と考察】

実証試験において、所定時間（10 分間）で回収されたラクチドの回収量と回収率を Table 1,2 に示す。水酸化アルミニウム単独の実証試験 1-2 では、第 1 ベント口から回収された水分量は 27.0%と 36.0%であった。第 2 および第 3 ベント口より回収されたラクチドの回収率は 69.0%と 74.7%であった。比較として、第 1 ベントで水分を除去しない方法の結果を比較 1,2 に示した。比較試験 1-2 では、第 2 ベント口および第 3 ベント口より回収されたラクチドの回収率は、42.6%と 56.8%であった。

解重合触媒 MgO を追加した実証試験 3-4 では、第 1 ベント口から回収された水分量は 22.3%と 28.0%であり、第 2 ベント口および第 3 ベント口より回収されたラクチドの回収率は 82.3%と 93.0%と、水酸化アルミニウム単独の場合よりも高い回収率が得られた。

水分除去を行った場合、ラクチド回収率が向上し、明らかに発生する水分はラクチド回収に影響を及ぼした。水酸化アルミニウムからの脱水反応の理論量に対して約 30%の水分を第 1 ベントより除去することによって回収率が改善され、なお且つ、光学純度を低下させずに L,L-ラクチドを回収することが可能となった。

詳細な条件および結果については当日発表する。

Table 1. 各サンプル組成および熱分解試験条件

実証試験	組成物（重量部）				回転数 rpm	各ベントゾーン 温度と減圧度				吐出量 kg/h
	PLLA	PP	Al(OH) <sub>3</sub>	MgO		第 1		第 2 および第 3		
						kPa		kPa		
1	14	56	30	-	150	15	245 ~ 265	2.4	299 ~ 303	5
2				-	200	15		3.3	299 ~ 303	5
3				0.14	150	15		3.6	283 ~ 287	5
4				0.14	200	15		3.2	284 ~ 288	5
比較										
1	14	56	30	-	150	-	245 ~ 265	3.6	300 ~ 312	5
2				-	200	-		3.6	286 ~ 295	5

Table 2. 各サンプル組成の熱分解回収率

実証試験	第 1 ベントでの水回収率 (%)	ラクチド回収量		合計ラクチド回収量 (g)	ラクチド回収率 (%)
		第 2 ベント	第 3 ベント		
		(g)	(g)		
1	27.0	40.0	40.5	80.5	69.0
2	36.0	35.0	52.1	87.1	74.7
3	22.3	51.0	53.1	96.0	82.3
4	28.0	55.0	58.8	108.5	93.0
比較					
1	-	19.7	30.0	49.7	42.6
2	-	35.0	31.4	66.3	56.8

### 参考文献:

- 1) 附木貴行ら, 高分子論文集, 63[4], 241 (2006).
- 2) H.Nishida et al., Ind. Eng. Chem. Res., 44[4], 1433-1437 (2005).