

# EPSリサイクルにおける減容物の粒状化技術の研究

化学・環境部 西元研了, 神野好孝\*

## Study on the Granulation of Compacted Material on Expanded Polystyrene (EPS) Recycling

Kenryo NISHIMOTO and Yoshitaka KAMINO

常温常圧のプロセスで使用済み発泡スチロールから発泡性ビーズを製造する新技術の実用化を目指し、発泡スチロールを溶剤で減容した塊状の減容物を、通常の発泡成形で利用可能な発泡性ビーズの形状に粒状化する工程について、これを効率化し、連続化が可能で原料への異物混入にも強い新たな方法を検討した。減容物を貧溶媒中でストランド状に凝固させ、発泡剤を含浸処理する方法と、減容物に発泡剤を混合した後にこれを水中破碎する方法の異なる2つの方法での粒状化を試みた。ペンタン・メタノール混合溶剤でストランド化と発泡剤含浸が可能であること、ホモジナイザーを用いた水中破碎でも発泡性を示す粒状物が得られることがわかった。

**Keyword** : Expanded polystyrene, Recycling, Volume reducing agent, Extraction, Granulation

### 1. 緒言

ビーズ法発泡スチロール (EPS) は、軽量性、断熱性に優れ、緩衝材、鮮度保持容器、断熱材などに広く用いられているが、その使用済み品の処理においては、リサイクル率向上と適正処理推進のため、優れたリサイクル技術が必要とされている。現在、EPS製品は、ほぼ100%バージン材を原料に製造されており、業界としても循環型社会への対応、発泡スチロールのエコ製品化のための水平リサイクルによる再生材利用、すなわちEPSからEPSへの再生技術の実用化が急務となっている。

当センターでは、EPSの水平リサイクルを可能とする低コストで高品質な再生発泡性ビーズの製造技術の開発に取り組み、使用済みEPS製品を溶剤で減容処理し、この減容物に常温での発泡剤含浸処理を行い、発泡性ビーズを調製する新規な方法を考案した<sup>1), 2)</sup>。さらにこの方法を実証するため、パッチ式試験プラントを開発し、運転試験を行った<sup>3)</sup>。

本研究では、この新技術の実用化を目指し、さらに処理装置の効率化を図るため、連続化が可能で原料への異物混入にも強い粒状化技術の検討を行った。貧溶媒中での縮流凝固と水中破碎の異なる2つの方法での粒状化試験を行った。

### 2. 実験方法

#### 2.1 縮流凝固でのストランド化

##### 2.1.1 開口からの流出とストランド化

EPSの減容剤としてはDBE (DuPont製) を使用した。DBEはコハク酸ジメチル、グルタル酸ジメチル、アジピン酸ジ

メチルの混合エステルである。EPS ((株)アステックコーポレーション提供、40倍発泡品) を減容剤に投入して、減容物 (PS / DBE) を調製した。アルミ製容器 (直径53mm) の器底 (厚さ0.05mm) に円形の開口を作り、PS / DBE (PS 40%, DBE60%) を入れ、上部開放の状態でも開口からの流量を測定した。

同様に減容物 (PS / DBE) を器底の小さな開口から流出させ縮流を貧溶媒中で凝固させてストランドを調製した。ペンタン、メタノール及びメタノール・ペンタン混合溶剤中に流下させストランド調製を試み、液中での凝固の過程を観察し、18時間浸漬した後に水蒸気加熱での発泡性を調べた。試験温度は26℃であった。

#### 2.1.2 溶剤への浸漬処理

ペンタン、メタノール及びペンタン・メタノール (1:1) (体積比) の3種の溶剤を浸漬液として減容物 (PS / DBE) の浸漬処理を行った。PS / DBE (PS40%, DBE60%) 1.25g をスクリュウ管瓶に秤量し、溶剤50mLを加えて23℃で1~24時間浸漬した。溶剤を加えた時に液部のみを静かに攪拌し、以後は静置した。PS / DBEはスクリュウ管瓶の底部にあり、上面でのみ溶剤に接している。規定時間経過後に液部を捨て、30秒間倒立させて残った液を除き、管瓶の蓋を開放したまま23℃で24時間放置後に、再び秤量し120℃、2時間加熱での減量と、メタノール析出法での減量を測定した。

#### 2.2 水中破碎による粒状化

PS / DBEにペンタンを混合したものを水中で破碎し、発泡性粒子を調製した。PS / DBE (PS40%, DBE60%) に溶解の限度までペンタンを加えたPS / DBE / ペンタン組成物を、ホモジナイザーNS-51 ((株)マイクロテック・ニチオン製、

\*企画情報部

ジェネレーターシャフトNS-20 (20×200mm) を用いて約30秒間5,000~10,000min<sup>-1</sup> の高速高剪断処理した。処理液量は100mlまたは500mlとし、1/20~1/2500に相当する固形物 (PS) 濃度の範囲で試験した。生成物を、1mm以下の粒状物とそれ以上の塊状物に分け、それぞれを秤量した。得られた粒状物は加熱減量法により溶剤の含有量を測定し、水蒸気加熱での発泡性試験を行った。

3. 結果及び考察

3.1 開口からの流出

プラスチックペレットの製造で一般に行われているダイフェイスカットの粒状化装置は、押出機に複数のノズル穴を所定の間隔で円形に並べたダイを用い、この平坦な押出面に近接させて、その回転軸が押出方向と平行になるようにロータリーカッターを取付けたものである。切断後の樹脂を冷却固化するために、通常カッター刃面及びダイ表面に水または空気を噴射しながら、各ノズル穴から押し出された樹脂を回転刃で順次掻き取るようにして切断する。このように高分子融液などの粘弾性流体をノズルから吐出すると、口径に対して直径が1~2倍に膨張するいわゆるバラス効果と呼ばれる現象が起こる。このため、ビーズ法発泡成形で用いられる発泡性ビーズのような0.5~1.5mmの粒子をダイフェイスカットで得るには、さらに小さな少なくとも1mm以下のノズル口径とする必要がある<sup>4)</sup>。しかしながら、使用済み発泡スチロールのように廃棄物が原料である場合には、異物が混入していることが多く、ノズル口径が小さいほど異物による閉塞の不具合が発生しやすくなる。そこでこの問題を解決するため、流路の短い大きな開口から小さな圧力でPS/DBEを流下させ、液流が自重で引き伸ばされた縮流を貧溶媒中で凝固させストランド化し、ストランドカッターで粒状化する方法を試みた。

まず、短い流路、大きな開口、小さな圧力でのPS/DBEの流出挙動を調べるため、開放容器にあけた厚さ0.05mmの縁の鋭い円形の開口についての実験を行った。開口からの流量は、開口部の圧力差と開口径に関係する。液深15mmで開口径4.5~9.5mmの範囲において、室温(26℃)での流量を測定し、開口断面積Sと流量Vの関係を図1に示した。また、直径5.5mm(開口断面積0.221cm<sup>2</sup>)の開口について液深8~47mmの範囲で調べた液深zと流量Vの関係を図2に示した。流量は開口断面積の1.8乗に比例して大きくなった。また、流量は液深、すなわち開口部の圧力差に比例して増加した。

液流は開口から出た後、流れの方向に引き伸ばされ断面積が小さくなった。液流の直径が1mmとなる開口からの距離Lを、液深15mm、開口径4.5~9.5mmの範囲について調べ、開口径Dと距離Lの関係を図3に示す。このとき開口径が

4.5mm以下では、開口から数10cmのところで流れが断続的になる現象が見られたが、5.5mm以上ではPS/DBEは連続的に流下し、開口径5.5mmでは開口から約50mm流下したところで液流は1mmの直径の縮流となった。

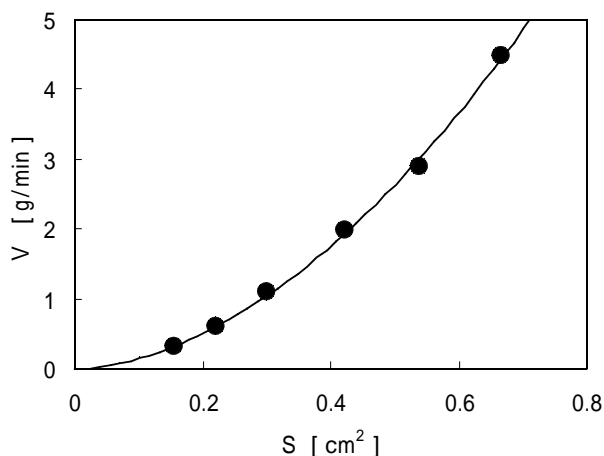


図1 開口断面積と流量の関係

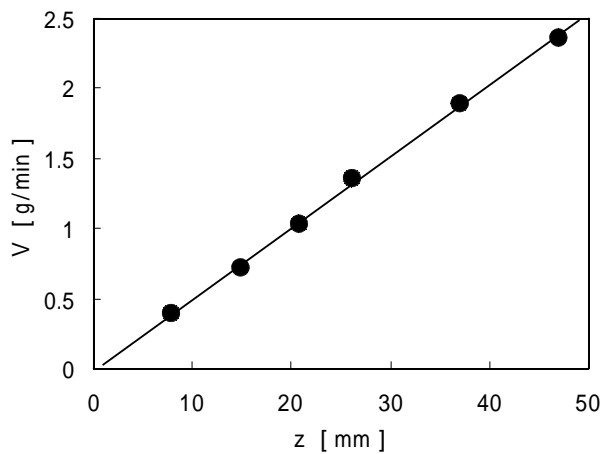


図2 液深と流量の関係

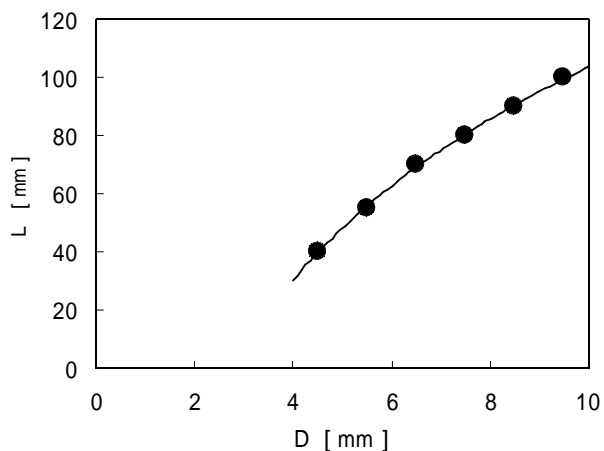


図3 液流径が1mmとなる開口からの距離

3.2 縮流凝固でのストランド化

PS/DBEの開口からの流出についての実験結果から、開口部から適当な距離に貧溶媒槽を配置することで、1mm程

度の太さのPSストランドを調製できることが予想された。貧溶媒槽の溶剤として発泡剤としても作用するペンタンを用いた実験では、液流の凝固に長時間を要し、貧溶媒槽内でストランド同士が接触すると容易に凝着した。メタノールへの流下では、液流は速やかに白色不透明となりストランド同士の凝着も見られなかった。これはPS/DBEの液流とメタノールの界面で急激にPSが析出するために、表面が硬化したストランドになることによると考えられる。直径5.5 mmの開口から50mmのところに貧溶媒の液面が来るように貧溶媒槽を配置することで、直径1 mmのPSストランドを連続的に調製することができた(図4)。



図4 PSストランド

メタノールとペンタンは15 以上では相互溶解する。貧溶媒槽にペンタン・メタノール混合溶剤を用いることで、ストランドの凝着を防止し、同時に発泡剤含浸を行うことを意図して、メタノール10~90vol%のペンタン・メタノール混合溶剤を貧溶媒槽とした浸漬処理を行った。メタノール10vol%以上でストランド同士の凝着がなく、メタノール50vol%以下での浸漬を行うと発泡倍率15~20倍の発泡性能を示すペンタン含浸が可能であった。

### 3.3 減容剤抽出, 発泡剤含浸挙動

ペンタン・メタノール混合溶剤での減容剤抽出, 発泡剤含浸挙動を調べた。ペンタン, メタノール及びペンタン・メタノール(1:1)(体積比)混合溶剤の3種の溶剤について, これらにPS/DBEを浸漬したときの減容剤抽出, 発泡剤含浸挙動を比較した。図5に浸漬処理における減容剤含有量の経時変化を示した。ここで減容剤含有量はPSを100とした重量部(phr; parts per hundred parts of resin)で表した。

ペンタンとペンタン・メタノール(1:1)を比較すると, ペンタン・メタノール(1:1)が浸漬4時間までの抽出速度はやや大きいようであるが, 24時間後のDBE含有量はほとんど同じになる。ペンタンとメタノールの場合を比較すると, 浸漬1時間までの抽出速度に差は見られないが, メタノールの場合1時間以降の抽出速度が小さく, より多くのDBEが残留する。24時間後に残留するDBEは, ペンタン, ペンタン・メタノール(1:1)の場合, 約5 phrであったが,

メタノールでは約45phrで初期の1/3程度が残留している。この実験ではスクリー管瓶に1.25 gのPS/DBEを秤量している。これは器底に約1.4mmの厚さとなっており, 接液部は8.24cm<sup>2</sup>の上面のみである。PSの貧溶媒であるメタノールは, 接液部表面を硬化させ, 内部のDBEの拡散が妨げられるために, ペンタンの場合に比べ残留するDBEが多くなったのではないかと考えられる。

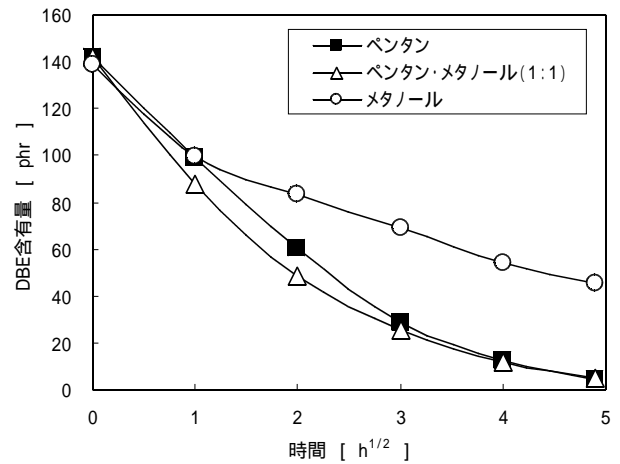
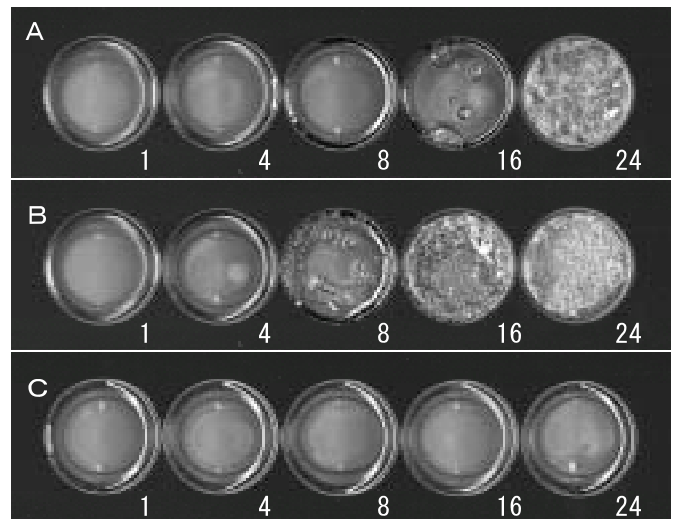


図5 減容剤抽出挙動

通常ポリスチレンへの発泡剤含浸処理は樹脂の軟化温度以上に加熱し, 発泡剤として低沸点の炭化水素類を樹脂に浸透拡散させているが, 減容剤で膨潤し粘稠物となった樹脂へは, 常温でも発泡剤含浸が可能となる<sup>1, 2)</sup>。この実験で浸漬

処理後に開放状態で23 で24時間放置した試料を, 120に加熱したときの写真を図6に示した。ペンタンでは16時間以上の浸漬で, ペンタン・メタノール(1:1)混合溶剤では8時間以上の浸漬で発泡性を示した。メタノール浸漬では発泡性は見られない。



溶剤: A (ペンタン) B (ペンタン・メタノール=1:1) C (メタノール), 数字は浸漬時間 [ hr ]

図6 浸漬処理後の発泡性

ペンタン・メタノール(1:1)混合溶剤への浸漬は、ペンタン浸漬とほぼ同様のPS/DBEからのDEBの抽出ができ、ペンタンと同等以上の発泡性を付与できることがわかった。

### 3.4 水中破砕による粒状化

使用済みEPSを溶剤減容した減容物を粒状化する方法として水中破砕について検討した。PS/DBEに発泡剤であるペンタンを溶解の限度まで混合して粘稠性を低下させ、水中で破砕して発泡性を有する粒状物を得ることを試みた。

DBE - ペンタン二成分系には相互溶解度があり、25℃でペンタン中のDBEは27%、DBE中のペンタンは24%である<sup>3)</sup>。

PS - DBE - ペンタン三成分系について調べるため、PS/DBE(PS40%、DBE60%)にペンタンを徐々に添加し混合すると、ある添加量を超えるとポリマー相から透明な液相が相分離した。この液相の密度を測定すると $0.707 \text{ g/cm}^3$ (22)であったことから、DBEとペンタンの密度 $1.088 \text{ g/cm}^3$ と $0.625 \text{ g/cm}^3$ から計算して、この液相のDBE濃度は27%であり、ペンタン中にDBEが飽和したDBE - ペンタン相であることがわかった。また、ポリマー相へのペンタンの溶解度は、ポリマー相中のDBEへのペンタンの溶解度(24%)に相当する添加量であることもわかった。すなわち、PS/DBEにペンタンを徐々に添加し混合すると、ペンタン添加量がポリマー相中のDBEへのペンタンの溶解度を超えると、ポリマー相(PS - DBE - ペンタン相)と液相(DBE - ペンタン相、ペンタンリッチDBE飽和)が相分離する。

高速高剪断型の乳化分散装置であるホモジナイザーを用い、PS/DBEに溶解の限度までペンタンを混合したPS/DBE/ペンタン組成物の水中粉碎を行った。PS40%のPS/DBEにペンタンを混合しPS - DBE - ペンタン(100:150:47)とした組成物は、PSの100倍以下の少ない量の水の中での破

砕では、破砕できず塊状に水面に浮揚した。PSの500倍以上の量の水の中ではほぼ粒状に破砕でき、0.2~1mmの不定形の粒状物を得ることができた。粒状物は約5%のペンタンを含有しており、水蒸気加熱で10倍程度の発泡性を示した(図7)。

### 4. 結 言

減容物の粒状化に関して、貧溶媒中での縮流凝固と水中破砕の異なる2つの方法での粒状化試験を行った。その結果、次のことが明らかになった。

- (1) 減容物の縁の鋭い開口からの流出では、流量は開口断面積の1.8乗に比例し、開口部の圧力差に比例して増加した。
- (2) 減容物を5.5mmの開口から流下させ、開口から50mmに貧溶媒の液面が来るように貧溶媒槽を配置すると、1mmのPSストランドを連続的に調製できる。
- (3) 貧溶媒槽の溶剤にペンタン・メタノール混合溶剤を用いるとき、メタノール10vol%以上でストランド同士の凝着がなく、メタノール50vol%以下で発泡倍率15~20倍の発泡性能のペンタン含浸が可能である。
- (4) 減容物は、ペンタン・メタノール(1:1 v/v)混合溶剤に8時間以上の浸漬することで発泡性を示した。
- (5) 減容物に溶解の限度までペンタンを混合したPS/DBE/ペンタン組成物は、PSの500倍以上の量の水の中ではほぼ粒状に破砕でき、約5%のペンタンを含有し、10倍程度の発泡性を示す粒状物が得られた。

以上のように、連続化が可能で原料への異物混入にも強い粒状化方法として、貧溶媒中での縮流凝固でストランド化し、ペンタン含浸が可能となる条件が明らかになった。また、水中破砕では、ホモジナイザーでの破砕条件について有用な知見が得られ、連続的処理の可能性を見出した。

### 参 考 文 献

- 1)西元研了, 仮屋園広幸, 濱石和人: 鹿児島県工業技術センター研究報告, 13, 35 (1999)
- 2)西元研了, 仮屋園広幸, 濱石和人: 国際公開 WO 01/687 59 (2001)
- 3) "平成12年度地域新生コンソーシアム研究開発事業「使用済み発泡スチロールの完全循環型再生技術及び処理装置の開発」成果報告書", NEDO (2002)
- 4)西元研了, 神野好孝, 濱石和人: 鹿児島県工業技術センター研究報告, 15, 25 (2001)

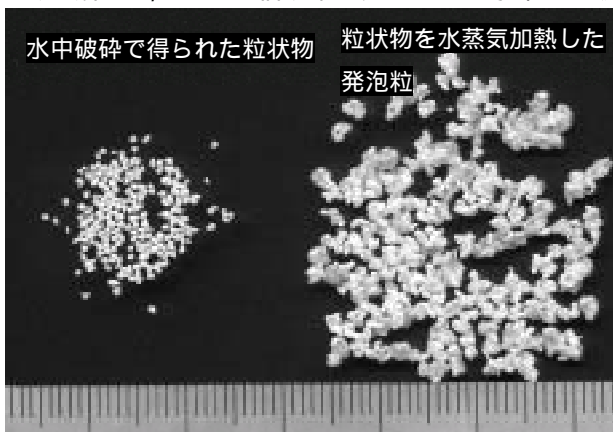


図7 水中破砕による発泡性粒子と発泡粒