

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第6662997号
(P6662997)

(45) 発行日 令和2年3月11日 (2020.3.11)

(24) 登録日 令和2年2月17日 (2020.2.17)

(51) Int. Cl.	F I
CO8J 11/08 (2006.01)	CO8J 11/08 ZAB
CO8J 3/11 (2006.01)	CO8J 3/11 CES
CO8J 3/14 (2006.01)	CO8J 3/14 CET

請求項の数 13 (全 28 頁)

(21) 出願番号	特願2018-500340 (P2018-500340)	(73) 特許権者	590005058
(86) (22) 出願日	平成28年6月23日 (2016.6.23)		ザ プロクター アンド ギャンブル カ ンパニー
(65) 公表番号	特表2018-521185 (P2018-521185A)		THE PROCTER & GAMBL E COMPANY
(43) 公表日	平成30年8月2日 (2018.8.2)		アメリカ合衆国オハイオ州、シンシナティ ー、ワン プロクター アンド ギャンブ ル プラザ (番地なし)
(86) 国際出願番号	PCT/US2016/038868		One Procter & Gamb l e Plaza, Cincinnati , OH 45202, United S tates of America
(87) 国際公開番号	W02017/003799		
(87) 国際公開日	平成29年1月5日 (2017.1.5)	(74) 代理人	110001243
審査請求日	平成30年1月4日 (2018.1.4)		特許業務法人 谷・阿部特許事務所
(31) 優先権主張番号	62/186,505		
(32) 優先日	平成27年6月30日 (2015.6.30)		
(33) 優先権主張国・地域又は機関	米国 (US)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 混入物を含むポリマーの精製方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

回収ポリマーの精製方法であって、

a. 前記回収ポリマーを入手する工程であって、前記回収ポリマーが、ポリプロピレン、ポリスチレン、又はポリエチレンであり、消費者使用後のポリマー、産業使用後のポリマー、及びこれらの組み合わせからなる群から選択される、工程と、

b. 前記回収ポリマーを、80 ~ 220 の温度かつ 1.03 MPa (150 psig) ~ 103.42 MPa (15,000 psig) の圧力にて 70 未満の標準沸点を有する第 1 の流体溶媒と接触させて、抽出物を得る工程であって、前記回収ポリマーが前記流体溶媒に本質的に不溶性である工程と、

c. 前記抽出物を、90 ~ 220 の温度かつ 2.41 MPa (350 psig) ~ 137.90 MPa (20,000 psig) の圧力にて、第 1 の流体溶媒、第 2 の流体溶媒、及びこれらの混合物からなる群から選択された溶媒に溶解し、ポリマー溶液を生成する工程と、

d. 前記ポリマー溶液からポリマーを分離する工程であって、前記ポリマーが、0 ~ 220 の温度かつ 0 MPa (0 psig) ~ 13.79 MPa (2,000 psig) の圧力にて前記ポリマー溶液から分離される工程と、を含み、

前記第 2 の流体溶媒は、前記第 1 の流体溶媒と同じ化学組成又は異なる化学組成である、方法。

【請求項 2】

10

20

未溶解の混入物が、傾斜、沈降、遠心分離、フィールド・フロー・フラクショネーション及びこれらの組み合わせにより前記ポリマー溶液から分離される、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記回収ポリマーが、消費者による使用後のリサイクルに由来するポリマーである、請求項 1 又は 2 に記載の方法。

【請求項 4】

前記回収ポリマーが、ポリプロピレンであり、前記ポリプロピレンがポリプロピレンホモポリマー又はポリプロピレンを主とするコポリマーである、請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載の方法。

10

【請求項 5】

前記回収ポリマーが、ポリエチレンであり、前記ポリエチレンがポリエチレンホモポリマー又はポリエチレンを主とするコポリマーである、請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載の方法。

【請求項 6】

前記流体溶媒が -45 超 0 未満の標準沸点と、 $+25$ kJ/mol 未満の標準蒸発エンタルピーの変化を有する、請求項 1 ~ 5 のいずれかに記載の方法。

【請求項 7】

前記流体溶媒が、オレフィン性炭化水素、脂肪族炭化水素、及びこれらの混合物からなる群から選択される、請求項 1 ~ 6 のいずれかに記載の方法。

20

【請求項 8】

前記脂肪族炭化水素が、 $C_1 \sim C_6$ 脂肪族炭化水素及びこれらの混合物からなる群から選択される、請求項 7 に記載の方法。

【請求項 9】

前記流体溶媒が、 n -ブタン、ブタン異性体、又はこれらの混合物である、請求項 1 ~ 8 のいずれかに記載の方法。

【請求項 10】

工程 b 及び c における温度が、 $110 \sim 170$ である、請求項 1 ~ 9 のいずれかに記載の方法。

【請求項 11】

30

工程 b における圧力が、 7.58 MPa ($1,100$ psi) 未満である、請求項 1 ~ 10 のいずれかに記載の方法。

【請求項 12】

前記回収ポリマーがポリプロピレンであり、工程 c における圧力が、 7.58 MPa ($1,100$ psi) 超である、請求項 1 ~ 4 及び 6 ~ 11 のいずれかに記載の方法。

【請求項 13】

前記回収ポリマーがポリエチレンであり、工程 c における圧力が、 31.03 MPa ($4,500$ psi) 超である、請求項 1 ~ 3 及び 5 ~ 11 のいずれかに記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

40

【0001】

本発明は、概して、加圧された溶媒の使用により、混入物を含むポリマーを精製する方法に関する。より具体的には、本発明は、消費者による使用後及び産業使用後にリサイクルされたプラスチックなどのリサイクルポリマーを精製して、無色又は透明、無臭、パージン様ポリマーを生成するための方法に関する。かかる方法は、特にポリエチレン及びポリプロピレンなどのポリオレフィンを精製するのに有用である。

【背景技術】

【0002】

ポリマー、特に合成プラスチックは、比較的製造原価が低く、かつ材料特性のバランスがよいことから、日常生活の至るところで使用されている。合成プラスチックは、梱包、

50

自動車部品、医療用デバイス、及び消費財などの様々な用途で使用される。これらの用途のための高需要を満たすべく、世界的に年ベースで数百億ポンドの合成プラスチックが製造されている。合成プラスチックのほとんどは、減少の一途を辿っている石油及び天然ガスなどの化石源から製造される。更に、化石源から合成プラスチックを製造すると、副産物としてCO₂が生成される。

【0003】

合成プラスチックの普及により、結果として、毎年数百トンのプラスチック廃棄物が生じている。都市固形廃棄物のプログラムによりプラスチック廃棄物の大部分は埋め立てられているものの、それでもかなりのプラスチック廃棄物が、生態系に対し有害である可能性がありかつ目障りであるゴミとして環境中に見られる。プラスチック廃棄物は、多くの場合、河系に流され最終的には海に流れ着く。

10

【0004】

プラスチックの再生は、プラスチック類の多岐にわたる使用に伴う課題をある程度解消する解決法の1つとして登場した。プラスチック類の回収及び再使用することにより、埋立地からの廃棄物を流用し、化石系資源から製造されたバージンプラスチックの需要を低下させ、結果、温室効果ガスの放出も減少する。米国及び欧州連合などの先進地域では、消費者、企業、及び産業の製造業務における意識の高まりによりプラスチック類の再生率は上昇している。プラスチック類を含むリサイクル材料の大部分は、材料回収施設(MRF)により一緒にまとめてシングルストリームにまとめられ、回収及び加工される。MRFでは、材料は選別され、洗浄され、次なる販売のため梱包される。プラスチック類は、高密度ポリエチレン(HDPE)又はポリエチレンテレフタレート(PET)などの各材料に選別可能であり、あるいはその他の一般的なプラスチック類、例えば、ポリプロピレン(PP)、低密度ポリエチレン(LDPE)、ポリ塩化ビニル(PVC)、ポリスチレン(PS)、ポリカーボネート(PC)、及びポリアミド(PA)などのミクストストリーム(mixed streams)であってもよい。次に、シングルストリーム又はミクストストリームは更に分別され、洗浄され、プラスチック類の加工、例えば、ブロー成形及び射出成形などにおける再使用に適したペレットへと再加工することができる。

20

【0005】

リサイクルプラスチックは、概ね均一なストリームに選別され、水性溶液及び/又は腐食性溶液により洗浄されるものの、最終的な再加工ペレットは、多くの場合、腐った食物残渣及び残留香料成分などといった望ましくない廃棄不純物が多く混入したままである。更に、リサイクルした飲料容器に由来するものを除き、リサイクルプラスチックペレットは、プラスチック物品を着色するために一般的に使用される染料及び顔料が混じり合うことによって、暗色を帯びてしまう。色及び混入が特に問題とならないような用途もあるにはあるものの(例えば、黒色プラスチック製の塗料容器及び隠れてしまう自動車部品)、ほとんどの用途では無着色のペレットが必要とされる。高品質で「バージン様」のリサイクル樹脂に対するニーズは、食品の梱包などといった、食品及び薬品に接触する用途で特に重要である。多くのリサイクル樹脂製品には、不純物及び混ざりあった着色剤が混入していることに加え、多くの場合、化学的組成が不均一であり、かつ例えば、PPをリサイクル使用する場合のポリエチレン(PE)混入及びその逆などのように顕著な量でポリマーが混入している場合がある。

30

40

【0006】

二次リサイクルとしても知られるメカニカルリサイクルは、リサイクルしたプラスチック廃棄物を、以降の製造に再利用可能な形態に変換するプロセスである。メカニカルリサイクルプロセス及びその他のプラスチック回収プロセスのより詳細なレビューは、S. M. Al-Salem, P. Lettieri, J. Baeyens, 「Recycling and recovery routes of plastic solid waste (PSW): A review」, Waste Management, Volume 29, Issue 10, October 2009, Pages 2625 ~ 2643, ISSN 0956-053Xに記載されている。メカニカルリサイクル技術

50

の進歩により、リサイクルポリマーの品質はある程度まで向上しているものの、機械的な混入除去によるアプローチには、例えば、ポリマーマトリックス内へ物理的に顔料を閉じ込めるなどの根本的な限界がある。したがって、メカニカルリサイクル技術の進歩をもってさえ、現在利用可能なリサイクルプラスチック廃棄物における暗色及び高レベルの化学汚染が原因となり、プラスチック工業におけるリサイクル樹脂の使用範囲が制限されている。

【 0 0 0 7 】

物理的再生に関する根本的な限界を克服するため、混入物を含むポリマーを化学的アプローチ又は化学的リサイクルにより精製するための数多くの方法が開発されてきた。これらの方法のほとんどは、ポリマーから混入物を除いて精製する目的で溶媒を使用する。溶媒を使用することで不純物の抽出及びポリマーの溶解が可能となり、これにより、更に別の分離技術が使用可能になる。

10

【 0 0 0 8 】

例えば、米国特許第 7 , 9 3 5 , 7 3 6 号は、溶媒を使用してポリエステルを溶解させてから洗浄を行い、ポリエステルを含有する廃棄物からポリエステルを再生利用する方法を記載する。当該 7 3 6 特許は、溶媒からポリエステルを回収するためには沈殿剤を使用する必要があることも記載している。

【 0 0 0 9 】

別の例では、米国特許第 6 , 5 5 5 , 5 8 8 号は、その他のポリマーからなるプラスチック混合物に由来するポリプロピレンブレンドの製造方法を記載する。当該 5 8 8 特許は、例えばヘキサンなどの選択された溶媒中、ポリマーの溶解温度未満の温度、特定の滞留時間でのポリマーからの混入物の抽出を記載する。当該 5 8 8 特許は、濾過前にポリマーを溶解させる溶媒（又は第 2 の溶媒）の温度を上昇させることを更に記載する。当該 5 8 8 特許は、溶液からポリプロピレンを沈殿させるためのせん断又はフローの使用を更に記載する。当該 5 8 8 特許に記載のポリプロピレンブレンドは、最大で 5 . 6 重量 % の混入ポリエチレンを含有していた。

20

【 0 0 1 0 】

別の実施例では、欧州特許出願第 8 4 9 , 3 1 2 号（ドイツ語から英語に翻訳されている）は、ポリオレフィン含有プラスチック混合物又はポリオレフィン含有廃棄物から精製ポリオレフィンを得るためのプロセスを記載している。当該 3 1 2 特許出願では、90 超の沸点を有するガソリン又はディーゼル燃料の炭化水素画分による、90 ~ 炭化水素溶媒の沸点の温度での、ポリオレフィン混合物又は廃棄物の抽出を記載する。当該 3 1 2 特許出願は、熱ポリオレフィン溶液を漂白クレイ（bleaching clay）及び / 又は活性炭と接触させて、溶液から異物成分を除去することを更に記載する。当該 3 1 2 特許は、溶液を 70 未満の温度に冷却してポリオレフィンを結晶化し、次にポリオレフィンをポリオレフィンの融点以上に加熱して、付着した（adhering）溶媒を除去する工程、あるいは付着した溶媒を真空中で蒸発させること、あるいはポリオレフィン沈殿へのガス流の通過、及び / 又はポリオレフィンの融点未満で沸騰するアルコール又はケトンによる溶媒抽出を更に記載している。

30

【 0 0 1 1 】

別の実施例では、米国特許第 5 , 1 9 8 , 4 7 1 号は、第 1 のより低い温度で溶媒を使用して、複数のポリマーを含有する物理的に混じり合った固体混合物（例えば、廃プラスチック）からポリマーを分離して、第 1 の単相溶液と、残部として固体成分とを形成する方法を記載する。当該 4 7 1 特許は、第 1 のより低い温度では溶解しなかった追加のポリマーを溶解するため、溶媒をより高い温度に加熱することを更に記載する。当該 4 7 1 特許は、不溶性のポリマー成分の濾過を記載している。

40

【 0 0 1 2 】

別の実施例では、米国特許第 5 , 2 3 3 , 0 2 1 号は、それぞれの成分を適切な温度及び圧力にて超臨界流体に溶解し、次に、温度及び / 又は圧力を変化させて順番に（in sequence）特定の成分を抽出することにより、多成分の構造物（例えば、廃棄カーペット）

50

から純粋なポリマー成分を抽出する方法を記載する。しかしながら、当該021特許は、当該471特許同様、未溶解の成分の濾過のみを記載している。

【0013】

別の実施例では、米国特許第5,739,270号は、共溶媒及び作動流体を使用して、混入物及びその他のプラスチック成分からプラスチックのポリマー成分を連続的に分離するための方法及び装置を記載している。共溶媒は少なくとも部分的にポリマーを溶解し、第2の流体（液体状態、臨界状態、又は超臨界状態である）はポリマーから成分を可溶化し、溶解させたポリマーのうち一部を共溶媒から沈殿させる。当該270特許は、熱可塑性共溶媒（作動流体あり又は作動流体なしで）を濾過して、ガラス粒子などの粒子状混入物を濾過する工程を更に記載する。

10

【0014】

上記のとおり、混入物を含むポリマーを精製するための既知の溶媒ベースの方法では、「バージン様」ポリマーは製造されない。以前の方法では、共溶解、ひいては多くの場合他のポリマーの二次混入が生じる。吸着剤が使用される場合、濾過工程及び/又は遠心分離工程は、多くの場合、使用した吸着剤を溶液から除去するために使用される。更に、溶媒を除去するための、例えば、加熱、真空蒸発、及び/又は沈殿する化学物質を用いた沈殿などの分離プロセスを使用して、残留溶媒を含まないポリマーを生成する。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0015】

20

【特許文献1】米国特許第7,935,736号

【特許文献2】米国特許第6,555,588号

【特許文献3】欧州特許出願第849,312号

【特許文献4】米国特許第5,198,471号

【特許文献5】米国特許第5,233,021号

【特許文献6】米国特許第5,739,270号

【非特許文献】

【0016】

【非特許文献1】S. M. Al-Salem, P. Lettieri, J. Baeyens, 「Recycling and recovery routes of plastic solid waste (PSW): A review」, Waste Management, Volume 29, Issue 10, October 2009, Pages 2625 ~ 2643, ISSN 0956-053X

30

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0017】

したがって、ポリマーから容易に及び経済的に除去される溶媒を使用して、混入物を含むポリマーを精製するための、改良された溶媒ベースの方法であって、単位操作の数が比較的少なく、顕著な量のポリマーの二次混入を生じずにポリマーを製造し、色特性の改善されたポリマーを製造し、及び本質的に臭気のないポリマーを製造する方法が尚も必要とされている。

40

【課題を解決するための手段】

【0018】

消費者使用後のポリマー、産業使用後のポリマー、及びこれらの組み合わせからなる群から選択される、回収ポリマーを精製する方法が開示される。方法は、回収ポリマーを入手する工程と、回収ポリマーを、約80 ~ 約220 の温度かつ約1.03 MPa (150 psig) ~ 約103.42 MPa (15,000 psig) の圧力にて、約70 未満の標準沸点を有する第1の流体溶媒と接触させて、抽出された回収ポリマーを生成する工程とを含む。抽出された回収ポリマーを、約90 ~ 約220 の温度かつ約2.41 MPa (350 psig) ~ 約137.90 MPa (20,000 psig) の圧力

50

て、第1の流体溶媒、第2の流体溶媒、及びこれらの混合物からなる群から選択された溶媒に溶解し、ポリマー溶液を生成する。次に、ポリマーをポリマー溶液から分離する。一実施形態では、第2の流体溶媒は、第1の流体溶媒と同じ化学組成又は異なる化学組成のいずれかである。

【0019】

一実施形態では、ポリマーは、約0 ~ 約220 の温度かつ約0 MPa (0 psig) ~ 13.79 MPa (2,000 psig) の圧力にてかかるポリマー溶液から分離される。別の実施形態では、未溶解の混入物は、傾斜、沈降、遠心分離、フィールド・フロー・フラクショネーション及びこれらの組み合わせによりかかるポリマー溶液から分離される。

10

【0020】

一実施形態では、回収ポリマーは、消費者による使用後のリサイクルに由来するポリマーである。

【0021】

一実施形態では、回収ポリマーはポリスチレンである。別の実施形態では、回収ポリマーはポリジメチルシロキサンである。別の実施形態では、回収ポリマーは、ポリプロピレンホモポリマー又は主にポリプロピレンコポリマーである。

【0022】

一実施形態では、ポリマーは、ポリエチレンホモポリマー又はポリエチレンを主とするコポリマーである。別の実施形態では、流体溶媒は、約 - 45 超約0 未満の標準沸点と、約 + 25 kJ/mol 未満の標準蒸発エンタルピーの変化を有する。

20

【0023】

一実施形態では、流体溶媒は、オレフィン性炭化水素、脂肪族炭化水素、及びこれらの混合物からなる群から選択される。

【0024】

一実施形態では、脂肪族炭化水素は、 $C_1 \sim C_6$ 脂肪族炭化水素及びこれらの混合物からなる群から選択される。

【0025】

別の実施形態では、脂肪族炭化水素及びこれらの混合物は、主に C_4 脂肪族炭化水素からなる。

30

【0026】

一実施形態では、流体溶媒は、本質的に C_4 液化石油ガスからなる。別の実施形態では、流体溶媒は、n-ブタン、ブタン異性体、又はこれらの混合物である。

【0027】

一実施形態では工程b及び工程c中の温度は、約110 ~ 約170 である。

【0028】

一実施形態では、回収ポリマーはポリプロピレンであり、接触させる工程における圧力は、約7.58 MPa (1,100 psig) ~ 約14.48 MPa (2,100 psig) である。一実施形態では、回収ポリマーはポリエチレンであり、接触させる工程における圧力は、約7.58 MPa (1,100 psig) ~ 約37.92 MPa (5,500 psig) である。

40

【0029】

一実施形態では、接触させる工程における圧力は、約7.58 MPa (1,100 psig) 未満である。

【0030】

一実施形態では、回収ポリマーはポリプロピレンであり、溶解させる工程における圧力は、約7.58 MPa (1,100 psig) 超である。別の実施形態では、回収ポリマーはポリプロピレンであり、溶解させる工程における圧力は、約14.48 MPa (2,100 psig) 超である。別の実施形態では、回収ポリマーはポリエチレンであり、溶解させる工程における圧力は、約31.03 MPa (4,500 psig) 超である。別

50

の実施形態では、回収ポリマーはポリエチレンであり、溶解させる工程における圧力は、約 37.92 MPa (5,500 psig) 超である。

【 0 0 3 1 】

本発明の追加的な特徴は、実施例とともに以下の詳細な説明の検討によって当業者には明らかになるであろう。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 3 2 】

【図 1】本発明の一実施形態の主要な工程を示すブロックフローダイアグラムである。

【図 2】DSC の測定値からエンタルピー値を使用した、ポリプロピレン中ポリエチレン含量の算出用の較正曲線である。

【図 3】実施例に使用した実験装置の概略図である。

【図 4】実施例の臭気強度についての棒グラフである。

【発明を実施するための形態】

【 0 0 3 3 】

I. 定義

本明細書で使用する時、用語「回収ポリマー」は、前述の目的で使用された後、更なる加工のため回収されたポリマーを指す。

【 0 0 3 4 】

本明細書で使用する時、用語「消費者による使用後」は、最終消費者が消費財又は製品において材料を使用した後に生じる材料の供給源を指す。

【 0 0 3 5 】

本明細書で使用する時、用語「消費者による使用後の再生」(PCR)は、最終消費者により使用された後に生成され、廃棄物ストリームにおいて処分された材料を指す。

【 0 0 3 6 】

本明細書で使用する時、用語「産業使用後」は、グッズ又は製品の製造中に生じる材料の供給源を指す。

【 0 0 3 7 】

本明細書で使用する時、用語「流体溶媒」は、特定の温度及び圧力条件下にて液体状態で存在し得る物質を指す。いくつかの実施形態では、流体溶媒は 1 種の分子又は異性体のほとんど均一な化学組成物であってよく、一方で、他の実施形態では、流体溶媒はいくつかの異なる分子組成物又は異性体の混合物であってもよい。更に、本発明のいくつかの実施形態では、用語「流体溶媒」は、その物質の臨界温度及び臨界圧力(臨界点)にあるか、それに近い、又はそれを上回る物質にも適用され得る。その物質の臨界点を越える物質は、液体の典型的な物理特性(すなわち密度)を有しない「超臨界流体」として知られていることは、当業者には周知である。

【 0 0 3 8 】

本明細書で使用する時、用語「溶解した」は、分子レベルでの、溶質(ポリマー又は非ポリマー)の溶媒中への少なくとも部分的な組み込みを意味する。更に、溶質/溶媒溶液の熱力学的安定性は、以下の式 1 により記載され得る：

(I)

$$\Delta G_{mix} = \Delta H_m - T \Delta S_{mix}$$

式中、 ΔG_{mix} は溶質と溶媒との混合のギブス自由エネルギーの変化、 ΔH_{mix} は混合のエンタルピー変化、 T は絶対温度、 ΔS_{mix} は混合エントロピーである。溶媒中に溶質がある安定した溶液を維持するため、ギブス自由エネルギーは、最低でも負である必要がある。したがって、適切な温度及び圧力で負のギブス自由エネルギーを最小にする溶質及び溶媒の任意の組み合わせを本発明に用いることができる。

【 0 0 3 9 】

本明細書で使用する時、用語「標準沸点」は、国際純正応用化学連合(IUPAC)により制定されたとおり、正確に 100 kPa (1 bar、14.5 psia、0.9869 atm) の絶対圧下での沸騰温度を指す。

【 0 0 4 0 】

本明細書で使用する時、用語「標準蒸発エンタルピーの変化」は、物質の標準沸点下での、所定量の物質の液体から蒸気への変換に必要とされるエンタルピー変化を指す。

【 0 0 4 1 】

本明細書で使用する時、用語「ポリマー溶液」は、溶媒に溶解したポリマーの溶液を指す。ポリマー溶液は未溶解の物質を含有してよく、したがって、ポリマー溶液は、溶媒に溶解したポリマーの溶液中に懸濁した未溶解物の「スラリー」であってもよい。

【 0 0 4 2 】

本明細書で使用する時、用語「より高純度のポリマー溶液」は、精製工程前の同じポリマー溶液と比較して混入物がより少ないポリマー溶液を指す。

10

【 0 0 4 3 】

本明細書で使用する時、用語「バージン様」は、本質的に混入物を含まず、顔料を含まず、臭気がなく、均質であり、かつ特性がバージンポリマーと同様であるポリマーを意味する。

【 0 0 4 4 】

本明細書で使用する時、用語「ポリプロピレンを主とするコポリマー」は、70 mol % 超がプロピレン繰り返し単位を有するコポリマーを指す。

【 0 0 4 5 】

本明細書で使用する時、用語「ポリエチレンを主とするコポリマー」は、70 mol % 超がエチレン繰り返し単位を有するコポリマーを指す。

20

【 0 0 4 6 】

II. 混入物を含むポリマーの精製方法

驚くべきことに、好ましい実施形態において、比較的単純なプロセスで使ったときに、温度及び圧力依存性のポリマー溶解度を示す、ある種の流体溶媒を使用して、混入物を含むポリマー、特に回収又はリサイクルされたポリマーを精製し、ほとんどバージン様の品質にすることができることが判明した。図1に例示するこのプロセスは、1) 回収ポリマーを入手する工程(図1中工程a)、次に2) 抽出温度(T_E)及び抽出圧力(P_E)にてポリマーを流体溶媒で抽出する工程(図1中工程b)、次に3) 溶解温度(T_D)及び溶解圧力(P_D)にて、流体溶媒にポリマーを溶解させる工程(図1中工程c)、次に4) 流体溶媒からポリマーを分離する工程(図1中工程d)、を含む。本発明の一実施形態では、消費者による使用後の廃棄物ストリームから供給され得る精製ポリマーは、混入が低減されており、本質的に臭気がなく、均質で、かつバージンポリマーと特性が近い。更に、好ましい実施形態では、本発明の流体溶媒の物理特性により、精製したポリマーから流体溶媒を分離するために、よりエネルギー効率の高い方法が可能になり得る。

30

【 0 0 4 7 】

回収ポリマー

本発明の一実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、回収ポリマーを入手する工程を含む。本発明の目的に関し、回収ポリマーは、消費者による使用後のストリーム、産業使用後のストリーム、商業的使用後のストリーム、及び/又はその他の特別な廃棄物ストリームから供給される。例えば、消費者による使用後の廃棄ポリマーは、ごみ運搬業者又はリサイクル業者による回収のため、末端消費者が、包装及び製品由来の使用済みポリマーを指定の回収箱に入れるという、歩道脇でのリサイクル・ストリームに由来したものであってよい。消費者による使用後の廃棄ポリマーは、消費者が店に廃棄ポリマーを持ち込んで、かかる廃棄ポリマーを指定の回収箱に入れるという、店内の「回収(take-back)」プログラムに由来するものであってよい。産業使用後の廃棄ポリマーの例は、使用不能な材料(すなわち、トリミング屑、規格外材料、スタートアップ・スクラップ(start up scrap))として収集されたグッズ又は製品の製造又は運搬中に生じた廃棄ポリマーであり得る。特定の廃棄物ストリーム由来の廃棄ポリマーの例は、電子廃棄物としても知られる電気・電子機器廃棄物の再生利用に由来する廃棄ポリマーであってよい。特定の廃棄物ストリームに由来する廃棄ポリマーの別の例は、自動車のリサイクルに由来する廃棄

40

50

ポリマーであり得る。特定の廃棄物ストリームの廃棄ポリマーの別の例は、使用済みの敷物類及び繊維製品のリサイクルに由来する廃棄ポリマーであり得る。

【 0 0 4 8 】

本発明の目的に関し、回収ポリマーは、各ポリマーの均質な組成物、又はいくつかの異なるポリマー組成物の混合物である。回収ポリマー組成物の非限定例としては、ポリエチレン及びアイソチックポリプロピレンなどのポリオレフィンのホモポリマー及びコポリマー、ポリ(エチレンテレフタレート)などのポリエステル、ポリ塩化ビニルなどのビニルポリマー、ポリスチレンなどのスチレンポリマー、ポリ(ヘキサメチレンアダパミド)などのポリアミド、ポリ(ビスフェノール-Aカーボネート)などのポリカーボネート、ポリ(メチルメタクリレート)などのポリアクリレート、ポリジメチルシロキサンなどのポリシロキサン、スチレン-ブタジエンブロックコポリマー及びエチレン-プロピレンゴムなどの熱可塑性エラストマー、並びに当業者には明白であり得るその他の溶解可能なポリマーが挙げられる。

10

【 0 0 4 9 】

回収ポリマーは、重合中、又はオリジナルのポリマーを最終的な物品形態に変換させている間にポリマーに添加された様々な顔料、染料、加工助剤、安定化添加物、充填剤、及びその他の性能の添加剤も含有し得る。顔料の非限定例は、当業者には明白なものであり得る、銅フタロシアニンなどの有機顔料、二酸化チタンなどの無機顔料、及びその他の顔料である。有機染料の非限定例はベーシックイエロー-51である。加工助剤の非限定例は、例えばグリセロールモノステアレートなどの帯電防止剤、及び例えばエルカミドなどのスリップ促進剤(slip-promoting agents)である。安定化添加物の非限定例は、オクタデシル-3-(3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)-プロピオネートである。充填剤の非限定例には、炭酸カルシウム、タルク、及びガラス繊維がある。

20

【 0 0 5 0 】

溶媒

本発明の流体溶媒は約70 未満の標準沸点を有する。加圧により、標準沸点が本発明の操作温度範囲未満である溶媒は、溶媒の蒸発がほとんどあるいは全くない状態に維持される。一実施形態では、約70 未満の標準沸点を有する流体溶媒は、二酸化炭素、ケトン、アルコール、エーテル、エステル、アルケン、アルカン、及びこれらの混合物からなる群から選択される。約70 未満の標準沸点を有する流体溶媒の非限定例は、二酸化炭素、アセトン、メタノール、ジメチルエーテル、ジエチルエーテル、エチルメチルエーテル、テトラヒドロフラン、酢酸メチル、エチレン、プロピレン、1-ブテン、2-ブテン、イソブチレン、1-ペンテン、2-ペンテン、ペンテンの分岐状異性体、1-ヘキセン、2-ヘキセン、メタン、エタン、プロパン、n-ブタン、イソブタン、n-ペンタン、イソペンタン、ネオペンタン、n-ヘキサン、イソヘキサンの異性体、及び当業者には明白であり得るその他の物質である。

30

【 0 0 5 1 】

適切な溶媒又は溶媒混合物の選択は、本発明により精製される回収ポリマー又はポリマー混合物によって異なる。更に、精製されるポリマー及び対応して使用される流体溶媒の選択により、本発明の工程を実施するのに使用される温度範囲及び圧力範囲が決定されることになる。本発明に記載の種類の溶媒中でのポリマーの相挙動の概説は、以下の参考文献に提供されている：McHugh et al. (1999) Chem. Rev. 99 : 565 ~ 602。

40

【 0 0 5 2 】

抽出

本発明の一実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、かかるポリマーが流体溶媒に本質的に不溶性である温度及び圧力にて回収ポリマーを流体溶媒と接触させる工程を含む。理論に束縛されることを望むものではないが、出願人らは、流体溶媒がポリマーを完全に可溶化するのを妨げるような方法で、温度及び圧力依存性の溶解度を制御できると考えているが、流体溶媒はポリマー中に拡散し、抽出可能な混入物を抽出することができる

50

。抽出可能な混入物は、ポリマーに添加された残留加工助剤、香水及び香料などのポリマーに接触した残留製品組成物、染料、並びに、例えば廃棄物の回収及びそれ以降のその他の廃棄物との集積中に、意図的にポリマーに添加された又は意図せずポリマーに組み込まれることになった抽出可能なその他の何らかの材料であり得る。

【 0 0 5 3 】

一実施形態では、制御された抽出は、ポリマー / 流体溶媒系の温度を一定にし、次いでポリマーが流体溶媒に溶解する圧力又は圧力範囲よりも低い圧力を制御することにより達成することができる。別の実施形態では、制御された抽出は、ポリマー / 溶媒系の圧力を一定にし、次にポリマーが流体溶媒中に溶解する温度又は温度範囲よりも低い温度を制御することにより達成することができる。流体溶媒を用いる温度及び圧力制御されたポリマー抽出は、好適な圧力容器を使用し、流体溶媒によるポリマーの連続抽出を可能にする方法で構成され得る。本発明の一実施形態では、加圧容器は、溶融ポリマーが抽出カラムの一端に送液され、流体溶媒が抽出カラムの同じ端部又は反対側の端部に送液される、連続的な液 - 液抽出カラムであり得る。別の実施形態では、抽出された混入物を含有する流体は、プロセスから除去される。別の実施形態では、抽出された混入物を含有する流体は、プロセスにおける抽出工程又は異なる工程における使用のために精製され、回収され、及びリサイクルされる。本発明の一実施形態では、抽出は、バッチ式の方法として実施することができ、回収ポリマーは圧力容器内に固定され、流体溶媒は、固定されたポリマー相を通して連続的に送液される。抽出時間又は使用する流体溶媒の量は、最終的なより高純度のポリマーに所望される純度及び回収ポリマーに当初含まれている抽出可能な混入物量によって異なり得る。別の実施形態では、抽出された混入物を含有する流体は、以下「精製」の項に記載するとおりの分離工程において固体媒体と接触させられる。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、かかるポリマーが溶融されておりかつ液体状態である温度及び圧力にて、回収ポリマーを流体溶媒と接触させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーは、ポリマーが固体状態である温度及び圧力にて流体溶媒と接触される。

【 0 0 5 4 】

一実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、ポリエチレンが本質的に未溶解のままである温度及び圧力にてポリエチレンを流体溶媒と接触させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 80 ~ 約 220 の温度でポリエチレンを n - ブタンと接触させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 100 ~ 約 200 の温度でポリエチレンを n - ブタンと接触させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 130 ~ 約 180 の温度でポリエチレンを n - ブタンと接触させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 1.03 MPa (150 p s i g) ~ 約 44.82 MPa (6,500 p s i g) の圧力でポリエチレンを n - ブタンと接触させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 20.68 MPa (3,000 p s i g) ~ 約 41.37 MPa (6,000 p s i g) の圧力でポリエチレンを n - ブタンと接触させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 31.03 MPa (4,500 p s i g) ~ 約 37.92 MPa (5,500 p s i g) の圧力でポリエチレンを n - ブタンと接触させる工程を含む。

【 0 0 5 5 】

別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 80 ~ 約 220 の温度でポリエチレンをプロパンと接触させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 100 ~ 約 200 の温度でポリエチレンをプロパンと接触させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 130 ~ 約 180 の温度でポリエチレンをプロパンと接触させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 6.89 MPa (1,000 p s i g) ~ 約 103.42 MPa (15,000 p s i g) の圧力でポリエチレンをプロパンと接触させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 13.79 MPa (2,000 p s

ig) ~ 約 68.95 MPa (10,000 psig) の圧力でポリエチレンをプロパンと接触させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 34.47 MPa (5,000 psig) ~ 約 62.05 MPa (9,000 psig) の圧力でポリエチレンを n - ブタンと接触させる工程を含む。

【0056】

一実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、ポリプロピレンが本質的に未溶解のままである温度及び圧力にてポリプロピレンを流体溶媒と接触させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 80 ~ 約 220 の温度でポリプロピレンを n - ブタンと接触させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 100 ~ 約 200 の温度でポリプロピレンを n - ブタンと接触させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 130 ~ 約 180 の温度でポリプロピレンを n - ブタンと接触させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 1.03 MPa (150 psig) ~ 約 20.68 MPa (3,000 psig) の圧力でポリプロピレンを n - ブタンと接触させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 6.89 MPa (1,000 psig) ~ 約 18.96 MPa (2,750 psig) の圧力でポリプロピレンを n - ブタンと接触させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 10.34 MPa (1,500 psig) ~ 約 17.24 MPa (2,500 psig) の圧力でポリプロピレンを n - ブタンと接触させる工程を含む。

【0057】

別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 80 ~ 約 220 の温度でポリプロピレンをプロパンと接触させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 100 ~ 約 200 の温度でポリプロピレンをプロパンと接触させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 130 ~ 約 180 の温度でポリプロピレンをプロパンと接触させる工程を含む。別の実施形態では、再回収ポリマーを精製する方法は、約 1.38 MPa (200 psig) ~ 約 55.16 MPa (8,000 psig) の圧力でポリプロピレンをプロパンと接触させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 6.89 MPa (1,000 psig) ~ 約 41.37 MPa (6,000 psig) の圧力でポリプロピレンをプロパンと接触させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 13.79 MPa (2,000 psig) ~ 約 27.58 MPa (4,000 psig) の圧力でポリプロピレンをプロパンと接触させる工程を含む。

【0058】

一実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、ポリスチレンが本質的に未溶解のままである温度及び圧力にてポリスチレンを流体溶媒と接触させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 90 ~ 約 220 の温度でポリスチレンを n - ブタンと接触させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 100 ~ 約 200 の温度でポリスチレンを n - ブタンと接触させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 120 ~ 約 180 の温度でポリスチレンを n - ブタンと接触させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 3.45 MPa (500 psig) ~ 約 34.47 MPa (5,000 psig) の圧力でポリスチレンを n - ブタンと接触させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 6.89 MPa (1,000 psig) ~ 約 27.58 MPa (4,000 psig) の圧力でポリスチレンを n - ブタンと接触させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 13.79 MPa (2,000 psig) ~ 約 20.68 MPa (3,000 psig) の圧力でポリスチレンを n - ブタンと接触させる工程を含む。

【0059】

一実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、ポリジメチルシロキサンが本質的に未溶解のままである温度及び圧力にてポリジメチルシロキサンを流体溶媒と接触させる工

程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 100 ～ 約 220 の温度でポリジメチルシロキサンを n - ブタンと接触させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 115 ～ 約 200 の温度でポリジメチルシロキサンを n - ブタンと接触させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 120 ～ 約 180 の温度でポリジメチルシロキサンを n - ブタンと接触させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 1.38 MPa (200 psig) ～ 約 12.41 MPa (1,800 psig) の圧力でポリジメチルシロキサンを n - ブタンと接触させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 2.07 MPa (300 psig) ～ 約 10.34 MPa (1,500 psig) の圧力でポリジメチルシロキサンを n - ブタンと接触させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 3.45 MPa (500 psig) ～ 約 6.89 MPa (1,000 psig) の圧力でポリジメチルシロキサンを n - ブタンと接触させる工程を含む。

10

【0060】

溶解

本発明の一実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、かかるポリマーが流体溶媒に溶解する温度及び圧力にて回収ポリマーを流体溶媒に溶解させる工程を含む。理論に束縛されることを望むものではないが、出願人は、回収ポリマーを熱力学的に望ましく流体溶媒に溶解させることを可能にするような方法で、温度及び圧力を制御可能であるものと考えている。更に、特定のポリマー又はポリマー混合物の溶解を可能にする一方で、他のポリマー又はポリマー混合物は溶解させないような方法で、温度及び圧力を制御することができる。この制御可能な溶解により、ポリマー混合物からのポリマーの分離が可能になる。

20

【0061】

本発明の一実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、混入物を含む回収ポリマーを、同じ温度及び圧力条件下では混入物を溶解しない溶媒に溶解させる工程を含む。混入物は、顔料、充填剤、汚泥 (dirt)、及び他のポリマーを含み得る。これらの混入物は、溶解時に回収ポリマーから放出され、次に、固液分離工程によりポリマー溶液から除去される。

【0062】

本発明の一実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、ポリエチレンが流体溶媒に溶解する温度及び圧力にてポリエチレンを流体溶媒に溶解させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 90 ～ 約 220 の温度でポリエチレンを n - ブタンに溶解させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 100 ～ 約 200 の温度でポリエチレンを n - ブタンに溶解させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 130 ～ 約 180 の温度でポリエチレンを n - ブタンに溶解させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 6.89 MPa (1,000 psig) ～ 約 82.74 MPa (12,000 psig) の圧力でポリエチレンを n - ブタンに溶解させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 13.79 MPa (2,000 psig) ～ 約 68.95 MPa (10,000 psig) の圧力でポリエチレンを n - ブタンに溶解させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 27.58 MPa (4,000 psig) ～ 約 41.37 MPa (6,000 psig) の圧力でポリエチレンを n - ブタンに溶解させる工程を含む。

30

40

【0063】

別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 90 ～ 約 220 の温度でポリエチレンをプロパンと溶解させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 100 ～ 約 200 の温度でポリエチレンをプロパンと溶解させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 130 ～ 約 180 の温度でポリエチレンをプロパンと溶解させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリ

50

マーを精製する方法は、約20.68MPa(3,000psig)～約137.90MPa(20,000psig)の圧力でポリエチレンをプロパンと溶解させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約34.47MPa(5,000psig)～約103.42MPa(15,000psig)の圧力でポリエチレンをプロパンと溶解させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約55.16MPa(8,000psig)～約75.84MPa(11,000psig)の圧力でポリエチレンをプロパンと溶解させる工程を含む。

【0064】

一実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、ポリプロピレンが流体溶媒に溶解する温度及び圧力にてポリプロピレンを流体溶媒に溶解させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約90～約220の温度でポリプロピレンをn-ブタンに溶解させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約100～約200の温度でポリプロピレンをn-ブタンに溶解させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約130～約180の温度でポリプロピレンをn-ブタンに溶解させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約2.41MPa(350psig)～約27.57MPa(4,000psig)の圧力でポリプロピレンをn-ブタンに溶解させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約6.89MPa(1,000psig)～約24.13MPa(3,500psig)の圧力でポリプロピレンをn-ブタンに溶解させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約13.79MPa(2,000psig)～約20.68MPa(3,000psig)の圧力でポリプロピレンをn-ブタンに溶解させる工程を含む。

【0065】

別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約90～約220の温度でポリプロピレンをプロパンに溶解させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約100～約200の温度でポリプロピレンをプロパンに溶解させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約130～約180の温度でポリプロピレンをプロパンに溶解させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約13.79MPa(2,000psig)～約55.16MPa(8,000psig)の圧力でポリプロピレンをプロパンに溶解させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約20.68MPa(3,000psig)～約41.37MPa(6,000psig)の圧力でポリプロピレンをプロパンに溶解させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約24.13MPa(3,500psig)～約34.47MPa(5,000psig)の圧力でポリプロピレンをプロパンと溶解させる工程を含む。

【0066】

一実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、ポリスチレンが流体溶媒に溶解する温度及び圧力にてポリスチレンを流体溶媒に溶解させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約90～約220の温度でポリスチレンをn-ブタンに溶解させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約100～約200の温度でポリスチレンをn-ブタンに溶解させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約130～約180の温度でポリスチレンをn-ブタンに溶解させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約6.89MPa(1,000psig)～約62.05MPa(9,000psig)の圧力でポリスチレンをn-ブタンに溶解させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約13.79MPa(2,000psig)～約55.16MPa(8,000psig)の圧力でポリスチレンをn-ブタンに溶解させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約31.03MPa(4,500psig)～約51.71MPa(7,500psig)の圧力でポリスチレンをn-ブタンと溶解させる工程を含む。

【 0 0 6 7 】

一実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、ポリジメチルシロキサンが流体溶媒に溶解する温度及び圧力にてポリジメチルシロキサンを流体溶媒に溶解させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 1 1 5 ~ 約 2 2 0 の温度でポリジメチルシロキサンを n - ブタンに溶解させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 1 2 0 ~ 約 2 0 0 の温度でポリジメチルシロキサンを n - ブタンに溶解させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 1 4 0 ~ 約 1 8 0 の温度でポリジメチルシロキサンを n - ブタンに溶解させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 3 . 4 5 M P a (5 0 0 p s i g) ~ 約 1 4 . 4 8 M P a (2 , 1 0 0 p s i g) の圧力でポリジメチルシロキサンを n - ブタンに溶解させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 4 . 8 3 M P a (7 0 0 p s i g) ~ 約 9 . 6 5 M P a (1 , 4 0 0 p s i g) の圧力でポリジメチルシロキサンを n - ブタンに溶解させる工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 5 . 5 2 M P a (8 0 0 p s i g) ~ 約 8 . 9 6 M P a (1 , 3 0 0 p s i g) の圧力でポリジメチルシロキサンを n - ブタンに溶解させる工程を含む。

10

【 0 0 6 8 】

精製

本発明の一実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、かかるポリマーが流体溶媒に溶解した状態を維持する温度及び圧力にて、未溶解の混入物から溶解したポリマー溶液を分離する工程を含む。理論に束縛されることを望むものではないが、本出願人は、未溶解の混入物（すなわち、顔料及び充填剤）は、溶解したポリマー溶液よりも高密度である可能性があり、ひいては密度の異なる不均質な材料を分離する何らかの方法により除去され得るものであるものと考える。本発明の一実施形態では、溶解したポリマー溶液からの未溶解の混入物の分離は、傾斜、沈降、遠心分離、フィールド・フロー・フラクショネーション、及びこれらの組み合わせにより達成される。

20

【 0 0 6 9 】

一実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、ポリエチレンが流体溶媒に溶解した状態を維持する温度及び圧力にて、ポリエチレン / 流体溶媒溶液から未溶解の混入物を除去する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 9 0 ~ 約 2 2 0 の温度でポリエチレン / n - ブタン溶液から未溶解の混入物を除去する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 1 0 0 ~ 約 2 0 0 の温度でポリエチレン / n - ブタン溶液から未溶解の混入物を除去する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 1 3 0 ~ 約 1 8 0 の温度でポリエチレン / n - ブタン溶液から未溶解の混入物を除去する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 6 . 8 9 M P a (1 , 0 0 0 p s i g) ~ 約 8 2 . 7 4 M P a (1 2 , 0 0 0 p s i g) の圧力でポリエチレン / n - ブタン溶液から未溶解の混入物を除去する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 1 3 . 7 9 M P a (2 , 0 0 0 p s i g) ~ 約 6 8 . 9 5 M P a (1 0 , 0 0 0 p s i g) の圧力でポリエチレン / n - ブタン溶液から未溶解の混入物を除去する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 7 . 5 8 M P a (4 , 0 0 0 p s i g) ~ 約 4 1 . 3 7 M P a (6 , 0 0 0 p s i g) の圧力でポリエチレン / n - ブタン溶液から未溶解の混入物を除去する工程を含む。

30

40

【 0 0 7 0 】

別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 9 0 ~ 約 2 2 0 の温度でポリエチレン / プロパン溶液から未溶解の混入物を除去する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 1 0 0 ~ 約 2 0 0 の温度でポリエチレン / プロパン溶液から未溶解の混入物を除去する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 1 3 0 ~ 約 1 8 0 の温度でポリエチレン / プロパン溶液から未溶解の混入物を除去する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、

50

約 20.68 MPa (3,000 psi) ~ 約 137.90 MPa (20,000 psi) の圧力でポリエチレン/プロパン溶液から未溶解の混入物を除去する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 34.47 MPa (5,000 psi) ~ 約 103.42 MPa (15,000 psi) の圧力でポリエチレン/プロパン溶液から未溶解の混入物を除去する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 55.16 MPa (8,000 psi) ~ 約 75.84 MPa (11,000 psi) の圧力でポリエチレン/プロパン溶液から未溶解の混入物を除去する工程を含む。

【0071】

一実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、ポリプロピレンが流体溶媒に溶解した状態を維持する温度及び圧力にて、ポリプロピレン/流体溶媒溶液から未溶解の混入物を除去する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 90 ~ 約 220 の温度でポリプロピレン/n-ブタン溶媒溶液から未溶解の混入物を除去する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 100 ~ 約 200

の温度でポリプロピレン/n-ブタン溶媒溶液から未溶解の混入物を除去する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 130 ~ 約 180 の温度でポリプロピレン/n-ブタン溶媒溶液から未溶解の混入物を除去する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 2.41 MPa (350 psi) ~ 約 27.58 MPa (4,000 psi) の圧力でポリプロピレン/n-ブタン溶媒溶液から未溶解の混入物を除去する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 6.89 MPa (1,000 psi) ~ 約 24.13 MPa (3,500 psi) の圧力でポリプロピレン/n-ブタン溶媒溶液から未溶解の混入物を除去する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 13.79 MPa (2,000 psi) ~ 約 20.68 MPa (3,000 psi) の圧力でポリプロピレン/n-ブタン溶媒溶液から未溶解の混入物を除去する工程を含む。

【0072】

別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 90 ~ 約 220 の温度でポリプロピレン/プロパン溶媒溶液から未溶解の混入物を除去する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 100 ~ 約 200 の温度でポリプロピレン/プロパン溶媒溶液から未溶解の混入物を除去する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 130 ~ 約 180 の温度でポリプロピレン/プロパン溶媒溶液から未溶解の混入物を除去する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 13.79 MPa (2,000 psi) ~ 約 55.16 MPa (8,000 psi) の圧力でポリプロピレン/プロパン溶媒溶液から未溶解の混入物を除去する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 20.68 MPa (3,000 psi) ~ 約 41.37 MPa (6,000 psi) の圧力でポリプロピレン/プロパン溶媒溶液から未溶解の混入物を除去する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 24.13 MPa (3,500 psi) ~ 約 34.47 MPa (5,000 psi) の圧力でポリプロピレン/プロパン溶媒溶液から未溶解の混入物を除去する工程を含む。

【0073】

一実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、ポリスチレンが流体溶媒に溶解した状態を維持する温度及び圧力にて、ポリスチレン/流体溶媒から未溶解の混入物を除去する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 90 ~ 約 220

の温度でポリスチレン/n-ブタン溶液から未溶解の混入物を除去する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 100 ~ 約 200 の温度でポリスチレン/n-ブタン溶液から未溶解の混入物を除去する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 130 ~ 約 180 の温度でポリスチレン/n-ブタン溶液から未溶解の混入物を除去する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約 6.89 MPa (1,000 psi) ~ 約 62.05 MPa (9

10

20

30

40

50

、000psig)の圧力でポリスチレン/n-ブタン溶液から未溶解の混入物を除去する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約13.79MPa(2,000psig)~約55.16MPa(8,000psig)の圧力でポリスチレン/n-ブタン溶液から未溶解の混入物を除去する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約31.03MPa(4,500psig)~約51.71MPa(7,500psig)の圧力でポリスチレン/n-ブタン溶液から未溶解の混入物を除去する工程を含む。

【0074】

一実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、ポリジメチルシロキサンが流体溶媒に溶解した状態を維持する温度及び圧力にて、ポリジメチルシロキサン/流体溶媒溶液から未溶解の混入物を除去する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約115~約220の温度でポリジメチルシロキサン/n-ブタン溶液から未溶解の混入物を除去する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約120~約200の温度でポリジメチルシロキサン/n-ブタン溶液から未溶解の混入物を除去する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約140~約180の温度でポリジメチルシロキサン/n-ブタン溶液から未溶解の混入物を除去する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約3.45MPa(500psig)~約14.48MPa(2,100psig)の圧力でポリジメチルシロキサン/n-ブタン溶液から未溶解の混入物を除去する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約4.83MPa(700psig)~約9.65MPa(1,400psig)の圧力でポリジメチルシロキサン/n-ブタン溶液から未溶解の混入物を除去する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約5.52MPa(800psig)~約8.96MPa(1,300psig)の圧力でポリジメチルシロキサン/n-ブタン溶液から未溶解の混入物を除去する工程を含む。

【0075】

分離

本発明の一実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、ポリマーが溶液から沈殿し、もはや流体溶媒に溶解しなくなる温度及び圧力にて、より高純度のポリマーを流体溶媒から分離する工程を含む。別の実施形態では、流体溶媒からのより高純度のポリマーの沈殿は、一定温度にて圧力を減少させることにより達成される。別の実施形態では、流体溶媒からのより高純度のポリマーの沈殿は、一定圧力にて温度を低下させることにより達成される。別の実施形態では、流体溶媒からのより高純度のポリマーの沈殿は、一定圧力にて温度を上昇させることにより達成される。別の実施形態では、流体溶媒からのより高純度のポリマーの沈殿は、温度及び圧力の両方を低下させることにより達成される。溶媒は、温度及び圧力の制御により液体から蒸気相へと一部又は完全に転換され得る。別の実施形態では、沈殿させたポリマーは、分離工程中の溶媒の温度及び圧力の制御により、流体溶媒を100%蒸気相に完全に転換することなく流体溶媒から分離される。沈殿させたより高純度のポリマーの分離は、液-液分離又は液-固分離の何らかの方法により達成される。液-液又は液-固分離の非限定例としては、濾過、傾斜、遠心分離、及び沈降が挙げられる。

【0076】

一実施形態では、再生されたポリエチレンを精製する方法は、溶液からポリエチレンを沈殿させる温度及び圧力にてポリエチレン/流体溶媒溶液からポリエチレンを分離する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約0~約220の温度でポリエチレン/n-ブタン溶液からポリエチレンを分離する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約50~約175の温度でポリエチレン/n-ブタン溶液からポリエチレンを分離する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約100~約160の温度でポリエチレン/n-ブタン溶液からポリエチレンを分離する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法

は、約0 MPa (0 psig) ~ 約27.58 MPa (4,000 psig) の圧力でポリエチレン/n-ブタン溶液からポリエチレンを分離する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約0.34 MPa (50 psig) ~ 約13.79 MPa (2,000 psig) の圧力でポリエチレン/n-ブタン溶液からポリエチレンを分離する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約0.52 MPa (75 psig) ~ 約6.89 MPa (1,000 psig) の圧力でポリエチレン/n-ブタン溶液からポリエチレンを分離する工程を含む。

【0077】

別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約-42 ~ 約220 の温度でポリエチレン/プロパン溶液からポリエチレンを分離する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約0 ~ 約150 の温度でポリエチレン/プロパン溶液からポリエチレンを分離する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約50 ~ 約130 の温度でポリエチレン/プロパン溶液からポリエチレンを分離する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約0 MPa (0 psig) ~ 約103.42 MPa (15,000 psig) の圧力でポリエチレン/プロパン溶液からポリエチレンを分離する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約0.34 MPa (50 psig) ~ 約34.47 MPa (5,000 psig) の圧力でポリエチレン/プロパン溶液からポリエチレンを分離する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約0.52 MPa (75 psig) ~ 約6.89 MPa (1,000 psig) の圧力でポリエチレン/プロパン溶液からポリエチレンを分離する工程を含む。

【0078】

一実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、溶液からポリプロピレンを沈殿させる温度及び圧力にて、ポリプロピレン/流体溶媒溶液からポリプロピレンを分離する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約0 ~ 約220 の温度でポリプロピレン/n-ブタン溶液からポリプロピレンを分離する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約100 ~ 約200 の温度でポリプロピレン/n-ブタン溶液からポリプロピレンを分離する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約130 ~ 約180 の温度でポリプロピレン/n-ブタン溶液からポリプロピレンを分離する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約0 MPa (0 psig) ~ 約13.79 MPa (2,000 psig) の圧力でポリプロピレン/n-ブタン溶液からポリプロピレンを分離する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約0.34 MPa (50 psig) ~ 約10.34 MPa (1,500 psig) の圧力でポリプロピレン/n-ブタン溶液からポリプロピレンを分離する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約0.52 MPa (75 psig) ~ 約6.89 MPa (1,000 psig) の圧力でポリプロピレン/n-ブタン溶液からポリプロピレンを分離する工程を含む。

【0079】

別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約-42 ~ 約220 の温度でポリプロピレン/プロパン溶液からポリプロピレンを分離する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約0 ~ 約150 の温度でポリプロピレン/プロパン溶液からポリプロピレンを分離する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約50 ~ 約130 の温度でポリプロピレン/プロパン溶液からポリプロピレンを分離する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約0 MPa (0 psig) ~ 約41.37 MPa (6,000 psig) の圧力でポリプロピレン/プロパン溶液からポリプロピレンを分離する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約0.34 MPa (50 psig) ~ 約20.68 MPa (3,000 psig) の圧力でポリプロピレン/プロパン溶液からポリプロピレンを分離する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約0.52 MPa (75 psig) ~ 約6.89 MPa (1,000 psig) の圧力でポリプロピ

レン/プロパン溶液からポリプロピレンを分離する工程を含む。

【0080】

一実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、溶液からポリスチレンを沈殿させる温度及び圧力にて、ポリスチレン/流体溶媒溶液からポリスチレンを分離する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約0～約220の温度でポリスチレン/n-ブタン溶液からポリスチレンを分離する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約100～約200の温度でポリスチレン/n-ブタン溶液からポリスチレンを分離する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約130～約180の温度でポリスチレン/n-ブタン溶液からポリスチレンを分離する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約0MPa(0psig)～約13.79MPa(2,000psig)の圧力でポリスチレン/n-ブタン溶液からポリスチレンを分離する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約0.34MPa(50psig)～約10.34MPa(1,500psig)の圧力でポリスチレン/n-ブタン溶液からポリスチレンを分離する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約0.52MPa(75psig)～約6.89MPa(1,000psig)の圧力でポリスチレン/n-ブタン溶液からポリスチレンを分離する工程を含む。

10

【0081】

一実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、溶液からポリジメチルシロキサンを沈殿させる温度及び圧力にてポリジメチルシロキサン/流体溶媒溶液からポリジメチルシロキサンを分離する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約0～約220の温度でポリジメチルシロキサン/n-ブタン溶液からポリジメチルシロキサンを分離する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約115～約200の温度でポリジメチルシロキサン/n-ブタン溶液からポリジメチルシロキサンを分離する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約120～約180の温度でポリジメチルシロキサン/n-ブタン溶液からポリジメチルシロキサンを分離する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約0MPa(0psig)～約10.34MPa(1,500psig)の圧力でポリジメチルシロキサン/n-ブタン溶液からポリジメチルシロキサンを分離する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約0.34MPa(50psig)～約6.89MPa(1,000psig)の圧力でポリジメチルシロキサン/n-ブタン溶液からポリジメチルシロキサンを分離する工程を含む。別の実施形態では、回収ポリマーを精製する方法は、約0.52MPa(75psig)～約3.45MPa(500psig)の圧力でポリジメチルシロキサン/n-ブタン溶液からポリジメチルシロキサンを分離する工程を含む。

20

30

【0082】

III 試験方法

本明細書に記載の試験方法は、回収ポリマーを精製する様々な方法の有効性を評価するために使用される。具体的には、記載された方法は、色及び透光性/清澄性の向上(すなわち、回収ポリマーの色及び不透明度を未着色のバージンポリマーに近づける)、元素混入の低減又は排除(すなわち、重金属を除去する)、非可燃性の混入物の低減又は排除(すなわち、無機フィラー)、揮発性化合物の低減又は排除(特に、回収ポリマーの悪臭に關与する揮発性化合物)、及びポリマー混入の低減又は排除(すなわち、ポリプロピレンにおけるポリエチレン混入)における所定の精製法の有効性を示す。

40

【0083】

色測定及び不透明度測定:

ポリマーの色及び不透明度/透光性は、ポリマーがポリマーから製造された物品に所望される視覚的な美しさを達成可能であるか否かを判定する重要なパラメーターである。回収ポリマー、特に消費者による使用後に回収されたポリマーは、典型的には、残留する顔料、充填剤、及びその他の混入物に起因して暗色でありかつ不透明である。したがって、

50

色及び不透明度の測定値は、ポリマーを精製する方法の有効性を判定するにあたり重要なパラメーターである。

【0084】

色測定の前に、ポリマーの粉末又はペレットのいずれかのサンプルを、幅30mm×長さ30mm×厚み1mmの正方形の試験片（角丸）に圧縮成形した。ステンレス製プラテンの間の接触・剥離層として清浄で未使用のアルミニウム箔を使用して、粉末サンプルをシートへと低温圧縮することにより、かかる粉末サンプルを室温（約20～23℃）にて最初に高密度化した。次に、この低温圧縮した粉末又はペレットのいずれか約0.85gを、200℃に予熱したCarver Press Model C（Carver, Inc., Wabash, IN 46992-0554 USA）で、アルミニウムプラテンと、未使用のアルミニウム箔剥離層と、前述の正方形試験片の寸法に一致するキャビティを有するステンレス鋼製シムとを使用し試験片へと圧縮した。加圧する前にサンプルを5分間加熱した。5分後、次に少なくとも1.81メートルトン（2トン）の水圧でプレス機に少なくとも5秒間圧をかけた後、解放した。金型スタックを取り外し、冷却のため、厚みのある2枚の平らな金属製ヒートシンク間に配置した。次に、アルミ箔の接触剥離層をサンプルから剥ぎ取り廃棄した。少なくとも片面上で、サンプル周囲のバリを型の縁に沿って剥ぎ取った後、フォーム（form）を通してサンプルを押し出した。ボイド／バブル欠陥について各試験片を視覚的に評価し、色測定領域（最小直径17.78mm（0.7"））において欠陥のないサンプルのみを色測定に使用した。

【0085】

国際照明委員会（CIE）による L^* 、 a^* 、 b^* 三次元色空間を用い、各サンプルの色を評価した。次元 L^* はサンプルの明るさの尺度であり、 $L^* = 0$ は最も暗い黒色のサンプルに相当し、 $L^* = 100$ は最も明るい白色のサンプルに相当する。次元 a^* はサンプルの赤色又は緑色の尺度であり、 a^* が正の値であると赤色に相当し、 a^* が負の値であると緑色に相当する。次元 b^* はサンプルの青色又は黄色の尺度であり、 b^* が正の値であると青色に相当し、 b^* が負の値であると黄色に相当する。それぞれ幅30mm×長さ30mm×厚さ1mmの四角形の試験片の L^* 、 a^* 、 b^* 値を、Hunter Lab model LabScan XE分光光度計（Hunter Associates Laboratory, Inc., Reston, VA 20190-5280, USA）で測定した。D65を標準光源とし、視野を10°とし、測定径（area diameter view）を44.45mm（1.75"）とし、内径を17.78mm（0.7"）として分光光度計を設定した。

【0086】

前述のHunter Lab分光光度計をコントラスト比不透明度モードで用い、どの程度の量の光がサンプルを透過するかの尺度（すなわち、サンプルの透光性の尺度）となる不透明度を各サンプルについて求めた。測定を2回行い、各サンプルの不透明度を求めた。1回はホワイトバックをバックにしたサンプルの輝度値、 $Y_{\text{ホワイトバック}}$ を測定し、もう1回はブラックバックをバックにしたサンプルの輝度値、 $Y_{\text{ブラックバック}}$ を測定した。次に、下式2を用い輝度値をもとに不透明度を計算した：

【0087】

【数1】

(II)

$$\% \text{不透明度} = \frac{Y_{\text{ブラックバック}}}{Y_{\text{ホワイトバック}}} * 100$$

【0088】

元素分析：

回収ポリマーの多くは、受容不能なほど高濃度で重金属が混入している。重金属、例えば、鉛、水銀、カドミウム、及びクロムが存在すると、食品若しくは薬品が接触する用途又は医療用デバイス用途などといったある種の用途では、回収ポリマーの使用が妨げられ

得る。したがって、ポリマーを精製する方法の有効性を判定する際、重金属の濃度測定は重要である。

【0089】

誘導結合プラズマ質量分析法 (ICP-MS) を使用して元素分析を実施した。約 0.25 g のサンプルを 4 mL の濃硝酸及び 1 mL の濃フッ化水素酸 (HF) と組み合わせて、サンプルの入手しやすさをもとに $n = 2 \sim n = 6$ で試料溶液を調製した。20 分かけて 125 °C に温度を上昇させること、10 分かけて 250 °C に温度を上昇させること、250 °C で 20 分間保持することからなるマイクロ波試料分解 (Ultrawave Microwave Digestion) プロトコルを使用して、サンプルを分解した。分解したサンプルを室温に冷却した。内部標準として 100 ppm の Ge 及び Rh を 0.25 mL 加えた後、分解したサンプルを 50 mL に希釈した。測定の正確性を評価するため、バージンポリマーをスパイクすることにより分解前スパイクを調製した。バージンポリマーをスパイクしたサンプルを上記と同じ手順を用いて計量し、Na、Al、Ca、Ti、Cr、Fe、Ni、Cu、Zn、Cd、及び Pb を含む対象とするそれぞれ単元素標準を適量でスパイクした。「低レベルスパイク」及び「高レベルスパイク」の異なる 2 とおりのレベルでスパイクを調製した。各スパイクは 3 つずつ調製した。バージンポリマーをスパイクした他、ピペット操作中に誤差が生じていないことを検証し、プロセスの再現性について追跡するため、blank にもスパイクを行った。2 とおりの異なるレベルでスパイクした blank 試料も 3 つずつ調製し、スパイクしたバージンポリマー及び試験サンプルと同じ方法で処理した。Na、Al、Ca、Ti、Cr、Fe、Ni、Cu、Zn、Cd、及び Pb を含有する 0.05、0.1、0.5、1、5、10、50、100、及び 500 ppb の溶液により、9 点校正曲線を作製した。未希釈の標準参照溶液と、内部標準として 100 ppm の Ge 及び Rh を 0.25 mL と、4 mL の濃硝酸及び 1 mL の濃 HF と、を希釈することにより全ての校正曲線を作製した。製造元の推奨に従い最適化し、Agilent の 8800 ICP-QQQ MS を使用して、調製した標準、試験サンプル、及びスパイクした試験サンプルを分析した。各分析対象物についてモニターした m/z 、及び分析に使用した衝突セルガスは以下のとおりとした：Na、23 m/z 、 H_2 ；Al、27 m/z 、 H_2 ；Ca、40 m/z 、 H_2 ；Ti、48 m/z 、 H_2 ；Cr、52 m/z 、He；Fe、56 m/z 、 H_2 ；Ni、60 m/z ；ガスなし；Cu、65 m/z 、ガスなし；Zn、64 m/z 、He；Cd、112 m/z ； H_2 ；Pb、206、207、208 m/z の合計、ガスなし；Ge、72 m/z 、全モード；Rh、103 m/z 、全モード。< 103 m/z では全ての元素について Ge を内部標準として使用し、> 103 m/z では全ての元素について Rh を使用した。

【0090】

残留灰含量：

回収ポリマーの多くは、例えば、炭酸カルシウム、滑石、及びガラス繊維などの様々な充填剤を含有する。回収ポリマーのほとんどの用途では有用である一方、これらの充填剤は、回収ポリマーの新たな用途には望ましくない恐れのある方法でポリマーの物理特性を変化させる。したがって、ポリマー精製法の有効性を評価するときには充填剤の量を測定することが重要である。

【0091】

サンプル中の非可燃性材料 (灰分含量と呼ばれることもある) を定量するため、熱重量分析 (TGA) を実施した。白金製サンプルパンに約 5 ~ 15 mg のサンプルを載せ、TA Instruments の Q500 TGA モデルの装置において、空気雰囲気下、20 °C / 分の速度で 700 °C に加熱した。サンプルを 700 °C の定温で 10 分間保持した。等温保持後、700 °C にて残渣塊の割合を測定した。

【0092】

臭気分析：

それぞれのサンプル約 3 g を 20 mL のガラスバイアルに入れ、室温にて少なくとも 30 分間サンプルを平衡化して、臭気感覚の分析を行った。平衡化後、各バイアルを開けて

、ヘッドスペースの匂いをかぎ（ウサギが匂いをかぐときのように）、訓練を受けた評価者により臭気強度及び記述子プロファイルを求める。以下のスケールをもとに臭気強度を評価した：

- 5 = 非常に強い
- 4 = 強い
- 3 = 中等度
- 2 = 弱～中等度
- 1 = 弱い
- 0 = 無臭

【0093】

10

ポリマー混入の分析：

回収ポリマーの多く、特に混合式ストリームを供給源とする回収ポリマーは、望ましくないポリマー混入物を含み得る。理論に束縛されることを望むものではないが、ポリマー混入、例えば、ポリプロピレンにおけるポリエチレン混入では、不均一な相が存在するために界面が弱くなることから、ポリマーの物理特性に影響が生じ得る。更に、ポリマー混入はポリマーの不透明度を上昇させ、色味に影響を及ぼすこともある。したがって、ポリマーの精製法の有効性を判定するときにはポリマーの混入量を測定することが重要である。

【0094】

20

示差走査熱量測定（DSC）を用い、半晶質のポリマー混入を評価した。例えば、ポリプロピレンにおけるポリエチレン混入量を測定するため、5とおりのポリプロピレン/ポリエチレンブレンドセットを、Pro-fax 6331ポリプロピレン（LyondellBasell Industries Holdings, B.V.）中、2、4、6、8、及び10重量%のFormolene（登録商標）HB5502F HDPE（Formosa Plastics Corporation, USA）で調製した。それぞれのサンプル約5～15mgをアルミニウム製DSCパンに密閉し、TA InstrumentsのQ2000 DSCモデルで以下の方法により分析した：

1. 30.00 で平衡化する。
2. 20.00 /分で200.00 まで温度を上昇させる。
3. 0サイクル目の終わりとする。
4. 20.00 /分で30.00 まで低下させる。
5. 1サイクル目の終わりとする。
6. 20.00 /分で200.00 まで上昇させる。
7. 2サイクル目の終わりとする。
8. 20.00 /分で30.00 まで低下させる。
9. 3サイクル目の終わりとする。
10. 5.00 /分で200.00 まで上昇させる。
11. 4サイクル目の終わりとする。

30

【0095】

40

128 付近のHDPEピークに関し、5.00 /分でDSCサーモグラムを使用して、HDPE含量が既知の各サンプルについて融解エンタルピーを計算した。既知のHDPE濃度（重量%）に対し融解エンタルピーをプロットし、図2に示す線形校正曲線を作成した。

【0096】

前述のものと同じDSC装置及び方法を使用して、PE含量が未知のサンプルを分析した。前述の校正曲線を使用してPE含量を計算した。校正曲線を作成するために使用した特定のHDPEは、回収ポリマーサンプル中に存在し得るポリエチレン（又はポリエチレンブレンド）混入物とは異なる結晶化度を恐らく有することになる。結晶化度は、独立してポリエチレンの融解エンタルピーに影響する場合があります。したがって、ポリエチレン含量について得られる計算値に影響する可能性がある。しかしながら、本明細書に記載のDS

50

C試験法は、ポリマーを精製する様々な方法の有効性を比較する相対的な測定基準となることを意図するものであり、ポリマーブレンド中のポリエチレン含量の厳密な定量化であることを意図しない。前述の方法は、ポリプロピレン中のポリエチレン混入の測定について記載しているが、この方法は、DSCサーモグラムにおいて異なる温度範囲及びピークを用いるその他の半晶質のポリマーの測定にも適用され得る。更に、サンプル中の半晶質ポリマーの混入及び非晶質ポリマーの混入の両方の量を測定するため、核磁気共鳴(NMR)分光法などの代替的な方法を使用することもできる。

【実施例】

【0097】

以下の実施例は、本発明の範囲内にある実施形態を更に説明及び実証する。これらの実施例は、例示目的のためにのみ提供され、本発明の趣旨及び範囲から逸脱することなくそれらの多くの変更が可能であることから、本発明を限定するものとして解釈されるべきではない。

【0098】

(実施例1)

リサイクル樹脂のサプライヤーより、消費者による使用後に得られるリサイクルポリプロピレンフレークの混色サンプルの供給を受けた。消費者による使用後にリサイクルされたポリプロピレンは、米国及びカナダに由来する。それぞれ一般的な混合部品及び輸送部品を有する30mmの汎用スクリューを2本取り付け付けたCentury/W&P ZSK 30二軸スクリュー押出機でコンパウンド化しすることにより、受領したままの混色カラーフレークを均質化した。スクリュー回転速度は約50rpmとし、フィーダーの押出質量は約9.07kg/時間(20ポンド/時間)とし、バレル温度はダイの約210から、供給口の約150までの範囲とした。押出機から排出されたグレーのストランドを室温の水浴で冷却し、風乾させ、ペレットに細断した。

【0099】

本明細書に開示する試験方法を用いサンプルを特性評価した。得られたデータを表1に要約する。この例は、消費者による使用後、精製前にリサイクルされた、代表的な樹脂の特性を示すことを目的とする。

【0100】

ペレット及び相当する四角形の試験片は、四角形の試験片の $L^* a^* b^*$ 値において示されるとおり暗灰色であった。サンプルの不透明度は、平均して約100%であった(すなわち、非透光性であった)。

【0101】

この例は、消費者による使用後に得られるリサイクルポリプロピレンで見られる重金属混入についての代表的なベースラインとして提供される。その他の例と比較したとき、消費者による使用後に得られるリサイクルポリプロピレンは、提供されたままの状態に非常に高い重金属混入が見られる。

【0102】

実施例1のサンプルの灰分含量の値は平均して約1.2117重量%であった。この値は、消費者による使用後に得られるリサイクルポリプロピレンにおいて多くの場合存在する非可燃性の物質質量についてのベースラインとしても提供される。

【0103】

この例は、消費者による使用後に得られるリサイクルポリプロピレンで見られる臭気化合物混入についての代表的なベースラインとしても提供される。実施例1のサンプルの臭気強度は、5点スケールで3.75であることも判明し(5が最も強い)、「生ゴミのような」、「ほこりっぽい」、又は「酸っぽい」臭気を有するとして記録された。

【0104】

この例は、消費者による使用後に得られるリサイクルポリプロピレンで見られるポリエチレン混入についての代表的なベースラインとしても提供される。実施例1のサンプルのポリエチレン含量は平均して約5.5重量%であった。

【 0 1 0 5 】

【表 1】

表 1. 実施例 1 ～ 3 の色、混入物、及び臭気の除去

	実施例 1	実施例 2	実施例 3
画分	データなし	画分 2	データなし
色 L *	39.76 ± 0.24 (n=3)	50.51 ± 0.49 (n=3)	63.15 (n=1)
色 a *	-2.51 ± 0.04 (n=3)	-3.09 ± 0.14 (n=3)	0.27 (n=1)
色 b *	-1.20 ± 0.11 (n=3)	10.23 ± 1.61 (n=3)	5.79 (n=1)
不透明度 (Y)	100.19 ± 0.15 (n=3)	87.20 ± 2.01 (n=3)	24.96 (n=1)
Na (ppb) LOQ=100ppb	136,000 ± 109,000 (n=6)	33,300 ± 4660 (n=3)	5,120 ± 410 (n=2)
Al (ppb) LOQ=1000ppb	192,000 ± 17,300 (n=6)	43,500 ± 1740 (n=3)	109,000 ± 2,180 (n=2)
Ca (ppb) LOQ=1000ppb	1,590,000 ± 79,500 (n=6)	13,100 ± 4590 (n=3)	15,600 ± 312 (n=2)
Ti (ppb) LOQ=100ppb	2,800,000 ± 28,000 (n=6)	864,000 ± 25,900 (n=3)	64,100 ± 135 (n=2)
Cr (ppb) LOQ=10ppb	4,710 ± 612 (n=6)	996 ± 189 (n=3)	757 ± 204 (n=2)
Fe (ppb) LOQ=1000ppb	108,000 ± 1,080 (n=6)	19,300 ± 965 (n=3)	55,700 ± 557 (n=2)
Ni (ppb) LOQ=10ppb	1,160 ± 151 (n=6)	148 ± 20.7 (n=3)	218 ± 0.196 (n=2)
Cu (ppb) LOQ=10ppb	15,300 ± 612 (n=6)	2,890 ± 86.7 (n=3)	639 ± 345 (n=2)
Zn (ppb) LOQ=10ppb	71,000 ± 1,420 (n=6)	19,600 ± 7250 (n=3)	2,950 ± 443 (n=2)
Cd (ppb) LOQ=10ppb	1,620 ± 113 (n=6)	389 ± 121 (n=3)	30.7 ± 1.23 (n=2)
Pb (ppb) LOQ=10ppb	12,166 ± 243 (n=6)	1,310 ± 236 (n=3)	121 ± 0.061 (n=2)
灰分含量 (TGA 由来の 残留物)	1.2117 ± 0.1501 (n=3)	0.3154 ± 0.0024 (n=3)	0.3294 ± 0.0948 (n=3)
臭気強度 (0-5)	3.75	1	5
臭気表示法	生ゴミのよう、 ほこりっぽい、酸っぱい、	プラスチック、石油	ガソリン
PE 含量 (重量 %) DSC 法 LOQ=1%	5.5 ± 0.3% (n=3)	1.2 ± 0.1% (n=3)	5.5 ± 0.1% (n=3)

【 0 1 0 6 】

(実施例 2)

実施例 1 に記載の、消費者による使用後に得られるリサイクルポリプロピレンの混色フ
レークサンプルを、図 3 に示す実験装置及び以下の手順を用い加工した。

1. 231 g の混色フレークを、外表面温度が 175 になるまで加熱した内径 (ID)
44.45 mm (1.75 ") 及び長さ 71.12 cm (28 ") の 1.1 L の抽出カ
ラム圧力容器に充填した。

2. 容積式ポンプを使用して液体 n - ブタン溶媒を約 13.79 MPa (2,000 p
s i g) に加圧し、2 台の熱交換器を使用して約 110 の温度に予熱した後、抽出カ
ラムの底部に導入した。

3. 抽出カラムの頂部から出た流体ストリームを、ID が 50.8 mm (2 ") であり
かつ長さが約 21.59 cm (8.5 ") の 2 つめの 0.5 L の圧力容器に導入し、外面
温度 175 にまで加熱した。本例において、第 2 の圧力容器には、固体媒体を収容させ
なかった。

4. 第2の圧力容器の底部から出た流体ストリームは、膨張弁から枝付き三角フラスコにかけて減圧される。減圧した流体ストリームが三角フラスコ内に入った後で、サイドアーム口を通して溶媒蒸気をベントし、フラスコ内に液体/固体を回収した。フラスコ内の材料集積が観察されなくなるまで、13.79 MPa (2,000 psig) でn-ブタン溶媒をシステムに通し溶出した。20.82 gの白色固体を回収し、「画分1」とラベルした。

5. 三角フラスコを空の清浄なフラスコに換え、次にシステムの圧力を17.24 MPaに上昇させた。

6. システムからの固体材料の溶出が観察されなくなるまで、システムの圧力を17.24 MPa (2,500 psig) に維持した。173.39 gの灰色固体を回収し、「画分2」とラベルした。

7. 17.24 MPa (2,500 psig) で回収した画分2のサンプルを室温及び室圧下で少なくとも2日間脱ガスした後、本明細書に開示した試験方法を用い特性評価した。

【0107】

17.24 MPa (2,500 psig) で回収した画分2のサンプルについてのデータを表1に要約する。

【0108】

この実施例において、画分2に分離された固体は、灰色～オフホワイト色を帯びていた。これらの画分2の固体を四角形の試験片に圧縮成形した。この試験片の外見は淡褐色/薄い灰色であった。L*a*b*値も、実施例2の画分2由来の四角形の試験片が実施例1の試験片(すなわち、消費者による使用後に得られ、提供されたままの状態のポリプロピレン)と比較して色が変わずに改善していたことを示した。実施例2の画分2の四角形の試験片のL*値は平均して50.51であり、平均して39.76であった実施例1の四角形の試験片のL*値と比較してわずかに改善されていた。不透明度が平均して87.20%であった実施例2の画分2の四角形の試験片の不透明度も、不透明度が平均して約100%であった実施例1の四角形の試験片の不透明度値と比較してわずかに改善されていた。理論に束縛されることを望むものではないが、実施例2の四角形の試験片の色値及び不透明度がわずかに改善されていたのは、外見に係る着色剤及びその他の材料からポリマーが抽出されたためである可能性がある。更に、本出願人は、着色剤及びその他の材料は、ポリマーが抽出された後に残留物として残される場合もあると考えている。

【0109】

実施例2の画分2に由来するサンプルにおける重金属混入濃度も、実施例1のサンプルと比較して改善されていた。例えば、実施例1のサンプル中のナトリウム濃度は平均して136,000 ppbであったのに対し、実施例2の画分2由来のサンプル中のナトリウム濃度は平均して33,300 ppbであった(約76%の低減)。アルミニウム、カルシウム、チタン、クロム、鉄、ニッケル、銅、亜鉛、カドミウム、及び鉛の濃度は、実施例2の画分2では、実施例1のサンプルと比較して、全て69%超低減された。理論に束縛されることを望むものではないが、本出願人は、ポリマーが混入物から抽出され、かかる混入物がポリマー抽出後の残留物として後に残された結果として、重金属混入の低減が生じたと考えている。

【0110】

実施例2の画分2のサンプルの灰分含量値は、灰分含量値が平均約0.3154重量%であった実施例1のサンプルと比較して低く、平均して約1.2117重量%であった。

【0111】

実施例2の画分2のサンプルの臭気強度は、5点スケールで1であり、臭気強度が3.75であった実施例1のサンプルの臭気強度と比較して十分に改善されていたことが判明した(5が最も強い)。実施例2の画分2由来のサンプルは、「プラスチック」様又は「石油」様と記載される臭気を有していた。

【0112】

10

20

30

40

50

実施例 2 の画分 2 由来のサンプルの平均ポリエチレン含量値は、ポリエチレン含量値が平均約 5.5 重量%であった実施例 1 のサンプルと比較して改善されており、平均して約 1.2 重量%であった。

【0113】

図 4 は、実施例 2 の精製したリサイクルポリプロピレンの臭気強度を、未処理のリサイクルポリプロピレン（実施例 1）、欧州特許第 E P 0 8 4 9 3 1 2 1 (A 1) 号に記載の方法に従って処理したリサイクルポリプロピレン（実施例 8）、及びバージンポリプロピレンの比較サンプルと比較する棒グラフである。図 4 に示すとおり、実施例 2 の精製されたリサイクルポリプロピレンは、不透明度が低くかつ臭気強度がバージンポリプロピレンの比較サンプルに近かった。

10

【0114】

（実施例 3）

実施例 1 に記載の、消費者による使用後に得られるリサイクルポリプロピレンの混色フレークサンプルを、欧州特許第 E P 0 8 4 9 3 1 2 (A 1) 号に示す手順をもとにした手順を用い精製した。

【0115】

消費者による使用後に得られるリサイクルポリプロピレン混色フレーク 20.00 g を、1 L の丸底フラスコ内で 400.04 g のホワイトスピリット (S i g m a - A l d r i c h , U S A) と混ぜ合わせた。時折かき混ぜながら、この混合物を室温で 22 時間維持した。次に、ホワイトスピリットをポリマーから傾斜した。このポリマーの入っているフラスコに、402.60 g の新しいホワイトスピリットを加えた。混合物を加熱した後、還流下、140 で 90 分間維持した。濾過媒体としてグラスウール層を用い、ID が 70 mm のブフナー漏斗を介して、得られた熱溶液を真空濾過した。約 300 mL の濾液を回収し、室温に放冷した。得られた灰色の沈殿物は、シャークスキンろ紙を用い、ID が 70 mm のブフナー漏斗を介して真空濾過により分離した。灰色の沈殿物を、1 L の丸底フラスコ内で 2.01 g のフラー土 (S i g m a - A l d r i c h , U S A) と 195.21 g の新しいホワイトスピリットと混ぜ合わせた後、加熱し、還流下、140 で 30 分間維持した。シャークスキンろ紙を用い、ID が 5.5 cm のブフナー漏斗を介して、得られた熱溶液を真空濾過した。濾液を室温まで放冷した。得られた薄灰色の沈殿物は、シャークスキンろ紙を用い、ID が 5.5 cm のブフナー漏斗を介して真空濾過により分離した。分離した沈殿物を 25 の真空炉で約 18 時間乾燥した。約 4.82 g の乾燥沈殿物を分離した。次に、分離した沈殿物を、セルロース製円筒ろ紙を入れたソックスレー抽出器によりアセトンで 30 分間抽出した。抽出した物質を 25 の真空炉で約 19 時間乾燥した。3.4654 g の物質を回収した。本明細書に開示する試験方法を用いサンプルを特性評価した。得られたデータを表 1 に要約する。

20

30

【0116】

この実施例で分離した固体は薄灰色～オフホワイト色であった。これらの固体を四角形の試験片に圧縮成形した。この試験片の外見はくすんだ薄い灰色であった。L * a * b 値により、サンプルの色は、実施例 1 のサンプル（すなわち、消費者による使用後に得られ、提供されたままの状態のポリプロピレン）と比較して改善されていたことが示された。実施例 3 のサンプルの L * 値は平均して 63.15 であり、平均して 39.76 であった実施例 1 のサンプルの L * 値と比較して改善されていた。しかしながら、実施例 3 のサンプルの L * 値により、欧州特許第 E P 0 8 4 9 3 1 2 (A 1) 号に記載の方法では、本発明のいくつかの実施形態のサンプルのように明るく無色のサンプルが製造されないことが実証される。実施例 3 のサンプルの不透明度は 24.96 % であり、不透明度が平均して約 100 % であった実施例 1 のサンプルの不透明度と比較して改善されていた。不透明度は、実施例 3 のサンプルが本発明のいくつかの実施形態ほど透明ではなかったことも示す。

40

【0117】

実施例 3 のサンプルにおける重金属混入濃度は、実施例 1 のサンプルと比較して改善さ

50

れていた。例えば、実施例 3 のサンプル中のナトリウム濃度は 5 , 1 2 0 p p b であったのに対し、実施例 1 のサンプル中のナトリウム濃度は平均して 1 3 6 , 0 0 0 p p b であった (約 9 6 % の低減) 。アルミニウム、カルシウム、チタン、クロム、鉄、ニッケル、銅、亜鉛、カドミウム、及び鉛の濃度は、実施例 3 では、実施例 1 のサンプルと比較して、全て 4 3 % 超低減された。

【 0 1 1 8 】

実施例 3 のサンプルの灰分含量値は、灰分含量値が平均約 1 . 2 1 1 7 重量 % であった実施例 1 のサンプルと比較して低く、平均して約 0 . 3 2 9 4 重量 % であった。

【 0 1 1 9 】

実施例 3 のサンプルの臭気強度は、5 点スケールで 5 であり (5 が最も強い) 、臭気強度が 3 . 7 5 であった実施例 1 のサンプルの臭気強度と比較してかなり強かったことが判明した。実施例 3 のサンプルは、「ガソリン」様と記載される臭気を有していた。このサンプルの強い臭気は、使用したホワイトスピリット溶媒が残留していたことに起因した。

10

【 0 1 2 0 】

実施例 3 のサンプルのポリエチレン含量値は、ポリエチレン含量値が平均約 5 . 5 重量 % であった実施例 1 のサンプルと同じであり、平均して約 5 . 5 重量 % であった。

【 0 1 2 1 】

バージンポリプロピレン比較サンプル

全ての「バージン P P 」比較サンプルには、P r o - f a x 6 3 3 1 ポリプロピレン (L y o n d e l l B a s e l l I n d u s t r i e s H o l d i n g s , B . V .) を使用した。バージン P P のペレットを、本明細書に記載の方法により四角形の試験片に加工した。バージン P P から作製した試験片の平均 L a b 値は、それぞれ $8 5 . 1 3 \pm 0 . 1 8$ 、 $- 0 . 7 1 \pm 0 . 0 1$ 、及び $2 . 2 7 \pm 0 . 0 2$ であった。四角形の試験片の平均不透明度は、 $7 . 5 6 \pm 0 . 2 1$ % であった。バージン P P のペレットの臭気強度は、5 点スケールで 0 . 5 であり (5 が最も強い) 、「プラスチック」様と記載される臭気を有した。

20

【 0 1 2 2 】

相互参照されるか若しくは関連する任意の特許又は特許公開を含めた、本明細書で引用される全ての文書は、明示的に除外又は別途限定されない限り、その全体が参照により本明細書に組み込まれる。いかなる文献の引用も、それが本明細書において開示され請求されるいずれかの発明に関する先行技術であること、又はそれが単独でも若しくは他のいかなる参照とのいかなる組み合わせにおいても、このような発明を教示、示唆、若しくは開示することを認めるものではない。更に、本文書における用語の任意の意味又は定義が、参照することによって組み込まれた文書内の同じ用語の意味又は定義と矛盾する場合、本文書におけるその用語に与えられた意味又は定義が適用されるものとする。

30

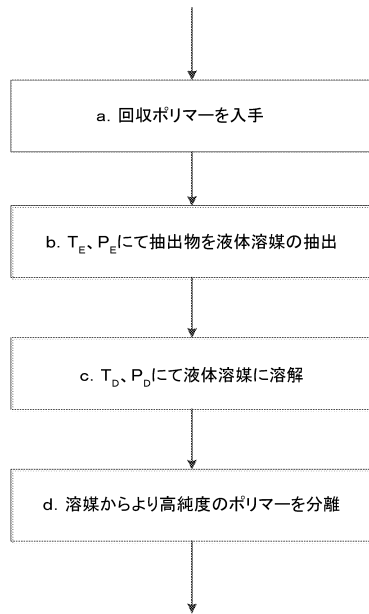
【 0 1 2 3 】

本発明の特定の実施形態を例示及び説明してきたが、本発明の趣旨及び範囲から逸脱せずに、他の様々な変更及び修正を行うことができることは当業者には明白であろう。したがって、本開示の範囲内にある、そのような変更及び修正の全てを添付の特許請求の範囲で扱うものとする。

40

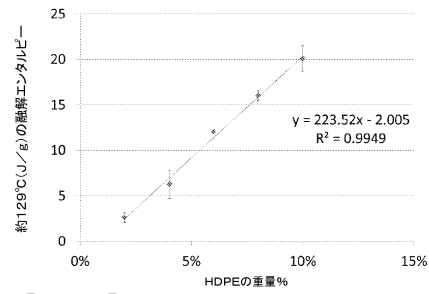
【図 1】

混入物を含むポリマーの精製方法

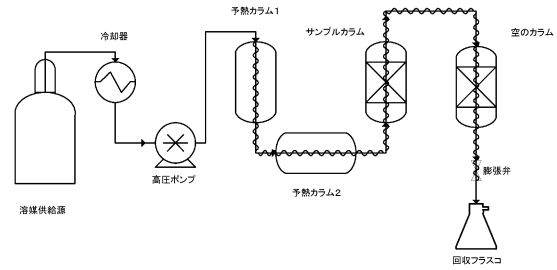


【図 2】

混入物を含むポリマーの精製方法

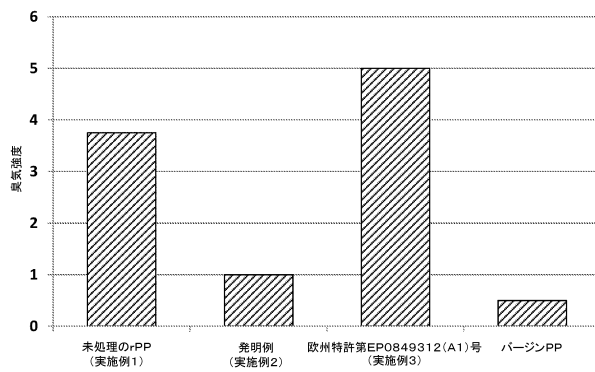


【図 3】



【図 4】

臭気強度



フロントページの続き

- (72)発明者 ジョン モンクリーフ レイマン
アメリカ合衆国 45202 オハイオ州 シンシナティ ワン プロクター アンド ギャンブル プラザ(番地なし)
- (72)発明者 マギー ゲンナーソン
アメリカ合衆国 45202 オハイオ州 シンシナティ ワン プロクター アンド ギャンブル プラザ(番地なし)
- (72)発明者 ハンス シェーネマン
アメリカ合衆国 01843 マサチューセッツ州 ローレンス メリマック ストリート 360 フェーゼックス内
- (72)発明者 カーラ ウィリアムズ
アメリカ合衆国 01843 マサチューセッツ州 ローレンス メリマック ストリート 360 フェーゼックス内

審査官 柴田 啓二

- (56)参考文献 米国特許第05233021(US, A)
特表2015-508110(JP, A)
特表平05-500186(JP, A)
米国特許第05198471(US, A)
特開2003-082154(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C08J 11/00
C08J 3/00
B29B 17/00
C08F 10/02