

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号

特許第7280290号

(P7280290)

(45)発行日 令和5年5月23日(2023.5.23)

(24)登録日 令和5年5月15日(2023.5.15)

(51)国際特許分類

F I

C 0 8 J 11/08 (2006.01)

C 0 8 J

11/08

Z A B

請求項の数 12 (全32頁)

(21)出願番号	特願2020-568499(P2020-568499)	(73)特許権者	590005058
(86)(22)出願日	令和1年6月18日(2019.6.18)		ザ プロクター アンド ギャンブル カン
(65)公表番号	特表2021-526575(P2021-526575		パニー
	A)		THE PROCTER & GAMBLE
(43)公表日	令和3年10月7日(2021.10.7)		COMPANY
(86)国際出願番号	PCT/US2019/037610		アメリカ合衆国オハイオ州、シンシナテ
(87)国際公開番号	WO2019/246015		ィー、ワン プロクター アンド ギャン
(87)国際公開日	令和1年12月26日(2019.12.26)		ブル プラザ (番地なし)
審査請求日	令和2年12月9日(2020.12.9)		One Procter & Gamble
(31)優先権主張番号	62/687,389		Plaza, Cincinnati,
(32)優先日	平成30年6月20日(2018.6.20)		OH 45202, United Sta
(33)優先権主張国・地域又は機関	米国(US)		tes of America
前置審査		(74)代理人	110001243
			弁理士法人谷・阿部特許事務所
		(72)発明者	ジョン モンクリーフ レイマン
			最終頁に続く

(54)【発明の名称】 再生ポリプロピレンの精製方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

再生ポリプロピレンを精製するための方法であって、

a. 前記再生ポリプロピレンを得る工程であって、前記再生ポリプロピレンが、消費者使用後ポリマー、産業使用後ポリマー、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. 前記再生ポリプロピレンを、80 ~ 280 の温度、及び400 psig (2.76 MPa) ~ 2,400 psig (16.55 MPa) の圧力で、70 未満の標準沸点を有する第1の流体溶媒に接触させて少なくとも1種の溶解汚染物質を抽出し、抽出された再生ポリプロピレンを生成する工程であって、前記第1の流体溶媒が、プロパンおよびn-ブタンからなる群から選択される、工程と、

10

c. 前記抽出された再生ポリプロピレンを、90 ~ 280 の温度、及び3,000 psig (20.68 MPa) ~ 6,000 psig (41.37 MPa) の圧力で、第2の流体溶媒に溶解させて、ポリプロピレン、少なくとも1種の溶解汚染物質、及び少なくとも1種の懸濁汚染物質を含む第1の溶液を生成する工程であって、前記第2の流体溶媒が、プロパンである、工程と、

d. 重力、遠心力及び求心力からなる群から選択される力を印加して、ポリプロピレン、少なくとも1種の溶解汚染物質、及び少なくとも1種の懸濁汚染物質を含む前記第1の溶液を、90 ~ 280 の温度、及び3,000 psig (20.68 MPa) ~ 6,000 psig (41.37 MPa) の圧力で沈殿させて、ポリプロピレン、少なくと

20

も 1 種の溶解汚染物質、及びより少量の前記少なくとも 1 種の懸濁汚染物質を含む、第 2 の溶液を生成する工程と、

e . 前記第 2 の溶液を、 $90 \sim 280$ の温度、及び $3,000 \text{ psig} (20.68 \text{ MPa}) \sim 6,000 \text{ psig} (41.37 \text{ MPa})$ の圧力下で濾過して、より高純度のポリプロピレン、少なくとも 1 種の溶解汚染物質、及び更により少量の前記少なくとも 1 種の懸濁汚染物質を含む第 3 の溶液を生成する工程と、

f . 前記より高純度のポリプロピレンを、前記第 3 の溶液から分離する工程と、
を含み、

前記第 2 の流体溶媒が、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を有する、方法。

10

【請求項 2】

前記より高純度のポリプロピレンが、 $0 \sim 280$ の温度、及び $0 \text{ psig} (0 \text{ MPa}) \sim 2,000 \text{ psig} (13.79 \text{ MPa})$ の圧力下で、前記第 3 の溶液から分離される、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記再生ポリプロピレンが、少なくとも 0.5% の質量パーセント濃度で、前記流体溶媒又は流体溶媒混合物に溶解している、請求項 1 又は 2 に記載の方法。

【請求項 4】

前記再生ポリプロピレンが、消費者使用後リサイクル由来のポリプロピレンである、請求項 1 又は 2 に記載の方法。

20

【請求項 5】

前記再生ポリプロピレンが、ポリプロピレンのホモポリマー、又はポリプロピレンが主であるコポリマーである、請求項 1 又は 2 に記載の方法。

【請求項 6】

前記流体溶媒が、 0 未満かつ -45 超の標準沸点、及び $+25 \text{ kJ/mol}$ 未満の標準蒸発エンタルピー変化を有する、請求項 1 ~ 5 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 7】

前記接触工程、前記溶解工程、前記沈殿工程、及び前記濾過工程における前記温度が、 $110 \sim 220$ である、請求項 1 ~ 6 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 8】

前記濾過が、キャンドル型フィルタ装置内で実施される、請求項 1 ~ 7 のいずれか一項に記載の方法。

30

【請求項 9】

前記キャンドル型フィルタ装置が、濾過助剤で予めコーティングされている、請求項 8 に記載の方法。

【請求項 10】

前記濾過助剤は、珪藻土、パーライト、セルロース繊維、粘土、活性炭、アルミナ、シリカ、アルミナシリケート、ゼオライト、及びこれらの混合物からなる群から選択される、請求項 9 に記載の方法。

【請求項 11】

前記キャンドル型フィルタ装置が、 $10 \mu\text{m} \sim 100 \mu\text{m}$ の粒径を有する濾過助剤で予めコーティングされている、請求項 8 ~ 10 のいずれか一項に記載の方法。

40

【請求項 12】

前記濾過が、濾材に対して軸方向の流れ方向で行われる、請求項 8 ~ 11 のいずれか一項に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は概して、加圧溶媒を使用し、沈殿させ、かつ / 又は濾過させることによって、汚染されたポリマーを精製するための方法に関する。より具体的には、本発明は、例えば

50

消費者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、リサイクルされたポリマーを精製して、無色又は透明で無臭の、非再生品同然のポリマーを製造するための方法に関する。これは、ポリプロピレンの精製に特に有用である。

【背景技術】

【0002】

ポリマー、特に合成プラスチックは、比較的低い生産コストと良好な材料特性バランスとにより、日常生活のあらゆる場面で用いられている。合成プラスチックは、包装、自動車部品、医療機器、及び消費財などの、幅広い用途に使用されている。これらの用途の高い需要に対応するため、何百億ポンドもの合成プラスチックが毎年世界中で製造されている。合成プラスチックの圧倒的多数は、ますます希少となる化石資源（例えば石油及び天然ガス）から製造されている。加えて、化石資源からの合成プラスチックの製造では、副生成物としてCO₂が生成される。

10

【0003】

合成プラスチックを至るところで使用している結果、毎年何百万トンものプラスチック廃棄物が生み出されている。プラスチック廃棄物の大半は自治体の固形廃棄物プログラムにより埋め立てられるが、プラスチック廃棄物のうちのかなりの部分が環境中にゴミとして存在し、美観を損ね、生態系に危害をもたらす可能性がある。プラスチック廃棄物はしばしば、河川系へと流出し、最終的に海に至る。

【0004】

プラスチックの広範な使用に伴う問題を軽減するため、プラスチックリサイクルが、1つの解決策として登場している。プラスチックを回収し再使用することで、廃棄物が埋め立て地へ投入されるのが回避され、化石系資源から新たに製造されるプラスチックの需要が低減し、この結果、温室効果ガス排出が削減される。米国及び欧州連合などの先進国では、消費者、企業、及び製造業者の意識の高まりにより、プラスチックのリサイクル率が上昇している。プラスチックを含むリサイクルされた材料の大半は、混合されて単一の流れにされ、この流れは集められ、材料回収施設（material recovery facility、MRF）で処理される。MRFでは、材料が分類され、洗浄され、再販用に包装される。プラスチックは、例えば高密度ポリエチレン（high-density polyethylene、HDPE）又はポリ（エチレンテレフタレート）（poly(ethylene terephthalate)、PET）などの個別の材料に分類することができ、あるいは、他の一般的なプラスチック（例えばポリプロピレン（polypropylene、PP）、低密度ポリエチレン（low-density polyethylene、LDPE）、ポリ塩化ビニル（poly(vinyl chloride)、PVC）、ポリスチレン（polystyrene、PS）、ポリカーボネート（polycarbonate、PC）、及びポリアミド（polyamide、PA））との混合した流れとなり得る。次いで、この単一の流れ又は混合した流れは、更に分類され、洗浄され、再処理されてペレットとすることができ、これは例えば吹込成形及び射出成形などのプラスチック加工における再使用に好適である。

20

30

【0005】

リサイクルされたプラスチックは分別されて、それぞれが圧倒的に均一な複数の流れになり、その後水溶液及び/又は苛性溶液で洗浄される。しかしながら、最終的な再処理ペレットはしばしば、例えば腐敗した食品残留物や残留香料成分などの望ましくない廃棄不純物で高度に汚染されたままである。加えて、リサイクルされたプラスチックペレットは、リサイクルされた飲料容器から得られたプラスチックペレットを除き、プラスチック物品を着色するのに一般に使用される染料及び顔料の混合物により、濃く着色されている。色及び汚染をあまり問わない用途（例えばペンキ用の黒色プラスチック容器、隠れた部分の自動車部品）も一部存在するが、大半の用途は無色ペレットを必要とする。高品質の「非再生品同然の」リサイクル樹脂に対するニーズは、特に、食品の包装などの食品及び医薬品に接触する用途において重要である。不純物及び混合着色剤による汚染に加えて、多くのリサイクル樹脂製品はしばしば異種成分からなる化学組成を有し、かなりの量のポリマー混入物（例えばリサイクルPP中のポリエチレン（polyethylene、PE）汚染、又はその逆）を含有することがある。

40

50

【 0 0 0 6 】

二次リサイクルとしても知られる機械的リサイクルは、リサイクルプラスチック廃棄物を、後に続く製造プロセスのために再利用可能な形態に変換するプロセスである。機械的リサイクル及び他のプラスチック回収プロセスのより詳細な検討は、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 に記述されている。機械的リサイクル技術の進歩により、リサイクルポリマーの品質はある程度改善されたが、機械的除染アプローチには、例えばポリマーマトリックス内に顔料が物理的に閉じ込められるなどの、根本的な限界が存在する。ゆえに、機械的リサイクル技術の向上をもってしても、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濃い着色と高レベルの化学的汚染が、プラスチック産業によるリサイクル樹脂の幅広い使用を阻んでいる。

10

【 0 0 0 7 】

機械的リサイクルの根本的限界を克服するために、汚染されたポリマーを精製する、化学的アプローチ（化学的リサイクル）による数多くの方法が開発されている。これらの方法の多くは、溶媒を使用してポリマーの除染及び精製を行う。溶媒の使用により不純物の抽出とポリマーの溶解が可能になり、これにより更に、別の分離技術が可能になる。

【 0 0 0 8 】

例えば、米国特許第 7 , 9 3 5 , 7 3 6 号は、クリーニングの前にポリエステルを溶解するための溶媒を使用した、ポリエステル含有廃棄物からポリエステルをリサイクルするための方法について記述している。米国特許第 7 , 9 3 5 , 7 3 6 号は更に、析出を用いて溶媒からポリエステルを回収するニーズについて記述している。

20

【 0 0 0 9 】

別の例では、米国特許第 6 , 5 5 5 , 5 8 8 号は、他のポリマーを含むプラスチック混合物からポリプロピレンブレンドを生成する方法について記述している。米国特許第 6 , 5 5 5 , 5 8 8 号は、選択された溶媒（例えばヘキサン）で、所定の滞在時間にわたり、ポリマーの溶解温度より低い温度で、ポリマーから汚染物質を抽出することについて記述している。米国特許第 6 , 5 5 5 , 5 8 8 号は更に、溶媒（又は第 2 の溶媒）の温度を高めて、濾過前にポリマーを溶解させることについて記述している。米国特許第 6 , 5 5 5 , 5 8 8 号はまた更に、剪断又は流れを使用して、溶液からポリプロピレンを析出させることについて記述している。米国特許第 6 , 5 5 5 , 5 8 8 号に記述されているポリプロピレンブレンドは、最大 5 . 6 重量 % のポリエチレン汚染を含んでいた。

30

【 0 0 1 0 】

別の例では、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たものである）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プロセスを記載している。欧州特許出願第 8 4 9 , 3 1 2 号は、ポリオレフィン混合物又は 9 0 を上回る沸点を有するガソリン又はディーゼル燃料の炭化水素留分を含む廃棄物の、9 0 と炭化水素溶媒の沸点との間の温度での抽出について記述している。欧州特許出願第 8 4 9 , 3 1 2 号は更に、高温のポリオレフィン溶液を、漂白粘土及び / 又は活性炭に接触させることにより、溶液から異物成分を除去することについて記述している。欧州特許出願第 8 4 9 , 3 1 2 号はなお更に、溶液を 7 0 よりも低い温度に冷却してポリオレフィンを結晶化させ、次いで、ポリオレフィンの融点を上回るまでポリオレフィンを加熱するか、又は付着溶媒を減圧下で蒸発させるか、又はポリオレフィン析出物にガス流を通すか、かつ / 又はポリオレフィンの融点よりも低い温度で沸騰するアルコール若しくはケトンで溶媒を抽出することによって、付着溶媒を除去することについて記述している。

40

【 0 0 1 1 】

別の例では、米国特許第 5 , 1 9 8 , 4 7 1 号は、第 1 の低温で溶媒を用いて、複数の

50

ポリマーを含有する物理的に混ざり合った固体混合物（例えば、廃棄プラスチック）からポリマーを分離して、第１の単相溶液と残りの固体成分とを形成する方法について記述している。米国特許第５，１９８，４７１号は更に、この溶媒をより高い温度まで加熱して、第１のより低い温度では可溶化されなかった追加のポリマーを溶解させることについて記述している。米国特許第５，１９８，４７１号は、不溶性のポリマー成分を濾過することについて記述している。

【００１２】

別の例では、米国特許第５，２３３，０２１号は、適切な温度及び圧力で各成分を超臨界流体に溶解させ、次いで、温度及び／又は圧力を変化させて、特定の成分を順番に抽出することによって、多成分構造体（例えばカーペット廃棄物）から純粋なポリマー成分を抽出する方法について記述している。しかしながら、米国特許第５，１９８，４７１号と同様、米国特許第５，２３３，０２１号は、不溶性成分の濾過についてのみ記述している。

10

【００１３】

別の例では、米国特許第５，７３９，２７０号は、共溶媒及び作動流体を使用して、プラスチックのポリマー成分を汚染物質及びプラスチックの他の構成要素から連続的に分離するための方法及び装置を記載している。この共溶媒は少なくとも部分的にポリマーを溶解させ、第２の流体（これは液体で、臨界又は超臨界状態である）がポリマーの成分を可溶化し、溶解しているポリマーの一部を共溶媒から析出させる。米国特許第５，７３９，２７０号は更に、熱可塑性共溶媒（作動流体あり又はなしで）を濾過することにより、ガラス粒子などの粒子状汚染物質を除去する工程について記述している。

20

【００１４】

既に説明したように、汚染されたポリマーを精製するための既知の溶媒系方法は、「非再生品同然の」ポリマーを生成しない。前述の方法において、共溶解、よってすなわち他のポリマーの交差汚染が、しばしば起こる。吸着剤を使用した場合、使用済み吸着剤を溶液から除去するために、濾過及び／又は遠心分離工程がしばしば使用される。加えて、加熱、減圧蒸発、及び／又は析出剤を用いた析出などによる溶媒除去のため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が生成される。

【先行技術文献】

【特許文献】

【００１５】

30

【文献】米国特許第７，９３５，７３６号

米国特許第６，５５５，５８８号

欧州特許出願第８４９，３１２号

米国特許第５，１９８，４７１号

米国特許第５，２３３，０２１号

米国特許第５，７３９，２７０号

【非特許文献】

【００１６】

【文献】S . M . Al - Salem , P . Lettieri , J . Baeyens , 「 R e c y c l i n g a n d r e c o v e r y r o u t e s o f p l a s t i c s o l i d w a s t e (P S W) : A r e v i e w 」 , W a s t e M a n a g e m e n t , V o l u m e 2 9 , I s s u e 1 0 , O c t o b e r 2 0 0 9 , P a g e s 2 6 2 5 - 2 6 4 3 , I S S N 0 9 5 6 - 0 5 3 X

40

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【００１７】

したがって、容易かつ経済的にポリマーから除去可能な溶媒を使用し、装置操作数の点で比較的単純であり、顕著な量のポリマー交差汚染なくポリマーを生成し、本質的に無色のポリマーを生成し、かつ本質的に無臭のポリマーを生成する、汚染されたポリマーを精製するための改善された溶媒式方法に対するニーズが依然として存在する。

50

【課題を解決するための手段】

【0018】

再生ポリプロピレンを精製するための方法が開示される。一実施形態において、上記の方法は、再生ポリプロピレンを得る工程であって、再生ポリプロピレンが、消費者使用後ポリマー、産業使用後ポリマー、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、上記の再生ポリプロピレンを、約80～約280の温度、及び約150psig(1.03MPa)～約8,000psig(55.16MPa)の圧力で、約70未満の標準沸点を有する第1の流体溶媒に接触させて、抽出された再生ポリプロピレンを生成する工程と、上記の抽出された再生ポリプロピレンを、約90～約280の温度、及び約200psig(1.38MPa)～約8,000psig(55.16MPa)の圧力で、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る溶媒に溶解させて、ポリプロピレン、少なくとも1種の溶解汚染物質、及び少なくとも1種の懸濁汚染物質を含む、第1の溶液を生成する工程と、ポリプロピレン、少なくとも1種の溶解汚染物質、及び少なくとも1種の懸濁汚染物質を含む第1の溶液を、約90～約280の温度、及び約200psig(1.38MPa)～約8,000psig(55.16MPa)の圧力で沈殿させて、ポリプロピレン、少なくとも1種の溶解汚染物質、及びより少量の少なくとも1種の懸濁汚染物質を含む、第2の溶液を生成する工程と、約90～約280の温度、及び約200psig(1.38MPa)～約8,000psig(55.16MPa)の圧力で、第2の溶液を濾過して、より高純度のポリプロピレン、少なくとも1種の溶解汚染物質、及び更に少量の少なくとも1種の懸濁汚染物質を含む第3の溶液を生成する工程と、第3の溶液からより高純度のポリプロピレンを分離する工程とを含み、第2の流体溶媒が、第1の流体溶媒と同じ化学組成又は異なる化学組成を有する。

10

20

【0019】

別の一実施形態において、より高純度のポリプロピレンが、約0～約280の温度、及び約0psig(0MPa)～約2,000psig(13.79MPa)の圧力で、第3の溶液から分離される。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンは、少なくとも0.5%の質量パーセント濃度で、流体溶媒又は流体溶媒混合物中に溶解される。更に別の一実施形態において、再生ポリプロピレンは、少なくとも1%の質量パーセント濃度で、流体溶媒又は流体溶媒混合物中に溶解される。一実施形態において、再生ポリプロピレンは、少なくとも2%の質量パーセント濃度で、流体溶媒又は流体溶媒混合物中に溶解される。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンは、少なくとも3%の質量パーセント濃度で、流体溶媒又は流体溶媒混合物中に溶解される。更に別の一実施形態において、再生ポリプロピレンは、少なくとも4%の質量パーセント濃度で、流体溶媒又は流体溶媒混合物中に溶解される。更にまた別の一実施形態において、再生ポリプロピレンは、少なくとも5%の質量パーセント濃度で、流体溶媒又は流体溶媒混合物中に溶解される。一実施形態において、再生ポリプロピレンは、最大20%の質量パーセント濃度で、流体溶媒又は流体溶媒混合物中に溶解される。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンは、最大18%の質量パーセント濃度で、流体溶媒又は流体溶媒混合物中に溶解される。更に別の一実施形態において、再生ポリプロピレンは、最大16%の質量パーセント濃度で、流体溶媒又は流体溶媒混合物中に溶解される。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンは、最大14%の質量パーセント濃度で、流体溶媒又は流体溶媒混合物中に溶解される。一実施形態において、再生ポリプロピレンは、最大12%の質量パーセント濃度で、流体溶媒又は流体溶媒混合物中に溶解される。

30

40

【0020】

別の一実施形態において、再生ポリプロピレンは、消費者使用後のリサイクルに由来するポリプロピレンである。更に別の一実施形態において、再生ポリプロピレンは、ポリプロピレンのホモポリマー又は主にポリプロピレンのコポリマーである。

【0021】

一実施形態において、流体溶媒は、約0未満及び約-45超の標準沸点と、約+2

50

5 k J / m o l 未満の標準蒸発エンタルピー変化とを有する。別の一実施形態において、流体溶媒は、オレフィン系炭化水素、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。更に別の一実施形態において、脂肪族炭化水素は、C 1 ~ 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。更にまた別の一実施形態において、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。

【 0 0 2 2 】

別の一実施形態において、流体溶媒は、本質的にC 4 液化石油ガスからなる。更に別の一実施形態において、流体溶媒は、n - ブタン、ブタン異性体、又はこれらの混合物を含む。更にまた別の一実施形態において、流体溶媒は、n - ペンタン、ペンタンの異性体、又はこれらの混合物を含む。

10

【 0 0 2 3 】

一実施形態において、接触工程、溶解工程、沈殿工程、及び濾過工程での温度は、約 1 1 0 ~ 約 2 2 0 である。別の一実施形態において、接触工程における圧力は、約 4 0 0 p s i g (2 . 7 6 M P a) ~ 約 2 , 4 0 0 p s i g (1 6 . 5 5 M P a) である。更に別の一実施形態において、接触工程での圧力は、約 1 , 1 0 0 p s i g (7 . 5 8 M P a) 未満である。一実施形態において、溶解工程、沈殿工程、及び濾過工程における圧力は、約 4 0 0 p s i g (2 . 7 6 M P a) ~ 約 2 , 6 0 0 p s i g (1 7 . 9 3 M P a) である。

【 0 0 2 4 】

一実施形態において、濾過は軸方向の流れ方向で行われる。別の一実施形態において、濾過は、半径方向の流れ方向で行われる。更に一別の実施形態において、濾過は、キャンドル型フィルタ装置内で行われる。別の一実施形態において、キャンドル型フィルタ装置は濾過助剤で予めコーティングされる。一実施形態において、キャンドル型フィルタ装置は、珪藻土、パーライト、セルロース繊維、粘土、活性炭、アルミナ、シリカ、アルミナシリケート、ゼオライト、及びこれらの混合物からなる群から選択される濾過助剤で予めコーティングされる。別の一実施形態において、キャンドル型フィルタ装置は、約 1 0 μ m ~ 約 1 0 0 μ m の粒径を有する濾過助剤で予めコーティングされる。

20

【 0 0 2 5 】

別の一実施形態において、濾過は、1 種以上の濾過助剤をボディフィードすることを含む。更に別の一実施形態において、1 種以上の濾過助剤は、珪藻土、パーライト、セルロース繊維、粘土、活性炭、アルミナ、シリカ、アルミナシリケート、ゼオライト、及びこれらの混合物からなる群から選択される。

30

【 0 0 2 6 】

別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法が開示される。上記の方法は、再生ポリプロピレンを得る工程であって、再生ポリプロピレンが、消費者使用後ポリマー、産業使用後ポリマー、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、上記の再生ポリプロピレンを、約 8 0 ~ 約 2 8 0 の温度、及び約 1 5 0 p s i g (1 . 0 3 M P a) ~ 約 8 , 0 0 0 p s i g (5 5 . 1 6 M P a) の圧力下で、約 7 0 未満の標準沸点を有する第 1 の流体溶媒に接触させて、抽出された再生ポリプロピレンを生成する工程と、上記の抽出された再生ポリプロピレンを、約 9 0 ~ 約 2 8 0 の温度、及び約 2 0 0 p s i g (1 . 3 8 M P a) ~ 約 8 , 0 0 0 p s i g (5 5 . 1 6 M P a) の圧力下で、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る溶媒に溶解させて、ポリプロピレン、少なくとも 1 種の溶解汚染物質、及び少なくとも 1 種の懸濁汚染物質を含む、第 1 の溶液を生成する工程と、ポリプロピレン、少なくとも 1 種の溶解汚染物質、及び少なくとも 1 種の懸濁汚染物質を含む第 1 の溶液を、約 9 0 ~ 約 2 8 0 の温度、及び約 2 0 0 p s i g (1 . 3 8 M P a) ~ 約 8 , 0 0 0 p s i g (5 5 . 1 6 M P a) の圧力下で沈殿させて、ポリプロピレン、少なくとも 1 種の溶解汚染物質、及びより少量の少なくとも 1 種の懸濁汚染物質を含む、第 2 の溶液を生成する工程と、約 9 0 ~ 約 2 8 0 の温度、及び約 2 0 0 p s i g (1 . 3 8 M P a) ~ 約 8 , 0 0 0 p s i g (5 5 . 1 6 M P a) の圧力下で、第 2 の溶液を濾過して、よ

40

50

り高純度のポリプロピレン、少なくとも１種の溶解汚染物質、及び更に少量の少なくとも１種の懸濁汚染物質を含む第３の溶液を生成する工程と、約 90 ～ 約 280 の温度、及び約 200 p s i g (1 . 3 8 M P a) ～ 約 8 , 0 0 0 p s i g (5 5 . 1 6 M P a) の圧力下で、第３の溶液を１種以上の固体媒体に接触させて、より高純度のポリプロピレンを含む第４の溶液を生成することによって第３の溶液を精製する工程と、第４の溶液からより高純度のポリプロピレンを分離する工程と、を含み、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を有する。

【 0 0 2 7 】

別の一実施形態において、より高純度のポリプロピレンが、約 0 ～ 約 280 の温度、及び約 0 p s i g (0 M P a) ～ 約 2 , 0 0 0 p s i g (1 3 . 7 9 M P a) の圧力下で、第３の溶液から分離される。更に別の一実施形態において、再生ポリプロピレンは、少なくとも 0 . 5 % の質量パーセント濃度で、流体溶媒又は流体溶媒混合物に溶解される。一実施形態において、再生ポリプロピレンは、少なくとも 1 % の質量パーセント濃度で、流体溶媒又は流体溶媒混合物中に溶解される。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンは、少なくとも 2 % の質量パーセント濃度で、流体溶媒又は流体溶媒混合物中に溶解される。更に別の一実施形態において、再生ポリプロピレンは、少なくとも 3 % の質量パーセント濃度で、流体溶媒又は流体溶媒混合物に溶解される。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンは、少なくとも 4 % の質量パーセント濃度で、流体溶媒又は流体溶媒混合物中に溶解される。一実施形態において、再生ポリプロピレンは、少なくとも 5 % の質量パーセント濃度で、流体溶媒又は流体溶媒混合物中に溶解される。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンは、最大 20 % の質量パーセント濃度で、流体溶媒又は流体溶媒混合物中に溶解される。更に別の一実施形態において、再生ポリプロピレンは、最大 18 % の質量パーセント濃度で、流体溶媒又は流体溶媒混合物中に溶解される。更にまた別の一実施形態において、再生ポリプロピレンは、最大 16 % の質量パーセント濃度で、流体溶媒又は流体溶媒混合物に溶解される。一実施形態において、再生ポリプロピレンは、最大 14 % の質量パーセント濃度で、流体溶媒又は流体溶媒混合物中に溶解される。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンは、最大 12 % の質量パーセント濃度で、流体溶媒又は流体溶媒混合物中に溶解される。

【 0 0 2 8 】

一実施形態において、再生ポリプロピレンは、消費者使用後のリサイクルに由来するポリプロピレンである。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンは、ポリプロピレンのホモポリマー又は主にポリプロピレンのコポリマーである。

【 0 0 2 9 】

別の一実施形態において、流体溶媒は、約 0 未満及び約 - 45 超の標準沸点と、約 + 25 k J / m o l 未満の標準蒸発エンタルピー変化とを有する。更に別の一実施形態において、流体溶媒は、オレフィン系炭化水素、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。更にまた別の一実施形態において、脂肪族炭化水素は、C1 ～ C6 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。一実施形態において、脂肪族炭化水素及びこれらの混合物は、主に C4 脂肪族炭化水素からなる。別の一実施形態において、流体溶媒は、本質的に C4 液化石油ガスからなる。更に別の一実施形態において、流体溶媒は、n - ブタン、ブタン異性体、又はこれらの混合物を含む。更にまた別の一実施形態において、流体溶媒は、n - ペンタン、ペンタン異性体、又はこれらの混合物を含む。

【 0 0 3 0 】

一実施形態において、接触工程、溶解工程、沈殿工程、及び濾過工程での温度は、約 110 ～ 約 220 である。別の一実施形態において、接触工程における圧力は、約 400 p s i g (2 . 7 6 M P a) ～ 約 2 , 4 0 0 p s i g (1 6 . 5 5 M P a) である。更に別の一実施形態において、接触工程での圧力は、約 1 , 1 0 0 p s i g (7 . 5 8 M P a) 未満である。

【 0 0 3 1 】

10

20

30

40

50

別の一実施形態において、溶解工程、沈殿工程、及び濾過工程における圧力は、約 4 0 0 p s i g (2 . 7 6 M P a) ~ 約 2 , 6 0 0 p s i g (1 7 . 9 3 M P a) である。更に別の一実施形態において、濾過は軸方向の流れ方向で行われる。更にまた別の一実施形態において、濾過は、半径方向の流れ方向で行われる。一実施形態において、濾過は、キャンドル型フィルタ装置内で行われる。別の一実施形態において、キャンドル型フィルタ装置は濾過助剤で予めコーティングされる。更に別の一実施形態において、キャンドル型フィルタ装置は、珪藻土、パーライト、セルロース繊維、粘土、活性炭、アルミナ、シリカ、アルミナシリケート、ゼオライト、及びこれらの混合物からなる群から選択される濾過助剤で予めコーティングされる。更にまた別の一実施形態において、キャンドル型フィルタ装置は、約 1 0 μ m ~ 約 1 0 0 μ m の粒径を有する濾過助剤で予めコーティングされる。一実施形態において、濾過は、1 種以上の濾過助剤をボディフィードすることを含む。別の一実施形態において、1 種以上の濾過助剤は、珪藻土、パーライト、セルロース繊維、粘土、活性炭、アルミナ、シリカ、アルミナシリケート、ゼオライト、及びこれらの混合物からなる群から選択される。

10

【 0 0 3 2 】

一実施形態において、この固体媒体は、無機物質からなる群から選択される。別の一実施形態において、1 種以上の固体媒体は、ケイ素の酸化物、アルミニウムの酸化物、鉄の酸化物、ケイ酸アルミニウム、非晶質火山ガラス、及びこれらの混合物からなる群から選択される。更に別の一実施形態において、1 種以上の固体媒体は、シリカゲル、珪藻土、砂、石英、活性アルミナ、パーライト、フラー土、ベントナイト、及びこれらの混合物からなる群から選択される。更にまた別の一実施形態において、第 3 の溶液を 1 種以上の固体媒体と接触させることは、1 種以上の固体媒体の充填層内で行われる。

20

【図面の簡単な説明】

【 0 0 3 3 】

【図 1】本発明の一実施形態の主な工程を示すブロックフロー図である。

【図 2】D S C 測定によるエンタルピー値を用いた、ポリプロピレン中のポリエチレン成分の計算のための校正曲線である。

【図 3 A】抽出に使用される実験装置の概略図である。

【図 3 B】溶解、沈降、濾過、及び精製に使用される実験装置の概略図である。

【発明を実施するための形態】

30

【 0 0 3 4 】

I . 定義

本明細書で使用される用語「再生ポリマー」は、以前にある目的のために使用されてから、次いで更なる処理のために回収されたポリマーを指す。

【 0 0 3 5 】

本明細書で使用される用語「再生ポリプロピレン (r P P)」は、以前にある目的のために使用されてから、次いで更なる処理のために回収されたポリプロピレンを指す。

【 0 0 3 6 】

本明細書で使用される用語「消費者使用後」は、最終消費者が、消費財又は消費者向け製品に、その材料を使用した後に源を発する材料の源を指す。

40

【 0 0 3 7 】

本明細書で使用される用語「消費者使用後リサイクル」(post-consumer recycle、P C R) は、最終消費者が材料を使用し、かつ廃棄物流にその材料を廃棄した後に生成される材料を指す。

【 0 0 3 8 】

本明細書で使用するとき、用語「産業使用後」は、商品又は製品の製造中に源を発する材料の源を指す。

【 0 0 3 9 】

本明細書で使用するとき、用語「流体溶媒」は、指定の温度及び圧力条件下におい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において、この流体溶媒は、1 種類

50

の分子又は異性体の圧倒的に均質な化学組成物であってもよく、また他の実施形態において、この流体溶媒は、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において、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）、その近く、又はそれを超える物質にも適用され得る。ある物質がその物質の臨界点を越えたものは、「超臨界流体」として知られ、これは液体の典型的な物理的特性（すなわち密度）を有さないことが、当業者にはよく知られている。

【0040】

本明細書で使用するとき、用語「溶解（された）」は、分子レベルで溶媒中に溶質（ポリマー又は非ポリマー）を少なくとも部分的に組み込むことを意味する。更に、溶質／溶媒溶液の熱力学的安定性は、以下の式1によって記述することができる：

10

【0041】

【数1】

式1

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

式中、 ΔG_{mix} は溶質と溶媒との混合のギブズ自由エネルギー変化、 ΔH_{mix} は混合のエンタルピー変化、 T は絶対温度、 ΔS_{mix} は混合のエントロピーである。溶媒中における溶質の安定した溶液を維持するには、ギブズ自由エネルギーが負でかつ最小でなければならない。したがって、適切な温度及び圧力で負のギブズ自由エネルギーを最小化する溶質と溶媒との任意の組み合わせを、本発明に使用することができる。

20

【0042】

本明細書で使用される用語「標準沸点」は、国際純正・応用化学連合（International Union of Pure and Applied Chemistry、IUPAC）により確立されている、厳密に100kPa（1bar、14.5psia、0.9869atm）の絶対圧力下での沸騰温度を指す。

【0043】

本明細書で使用される用語「標準蒸発エンタルピー変化」は、その物質の標準沸点で、所定量の物質が液体から蒸気に変化するのに必要なエンタルピー変化を指す。

【0044】

30

本明細書で使用される用語「ポリプロピレン溶液」は、溶媒に溶解しているポリプロピレンの溶液を指す。ポリプロピレン溶液は、溶解していない物質（例えば、少なくとも1種の懸濁汚染物質）を含有し得るため、ポリプロピレン溶液は、溶媒に溶解しているポリプロピレンの溶液中に懸濁しているが溶解していない物質の「スラリー」でもあり得る。

【0045】

本明細書で使用される用語「沈降」及び「沈殿」は、粒子に作用する力（典型的には重力）に応答して、懸濁液内の粒子が液体から分離する傾向を指す。

【0046】

本明細書で使用される用語「懸濁汚染物質」は、不均質な混合物の媒体のバルク全体にわたって存在する望ましくない又は不要な構成成分を指す。

40

【0047】

本明細書で使用される用語「溶解汚染物質」は、分子レベルで溶媒に少なくとも部分的に組み込まれる望ましくない又は不要な構成成分を指す。

【0048】

本明細書で使用される用語「濾過」及び「濾過すること」は、機械的及び／又は物理的操作（例えば、汚染された流体を濾過システムに通過させる）を使用することによって、流体から、少なくとも1種の溶解及び／又は懸濁汚染物質を分離することを指す。本明細書で使用される用語「濾過システム」及び用語「フィルタ」は、互換的に使用される。

【0049】

溶液に言及しながら本明細書で使用される用語「低懸濁汚染物質」は、以前の条件（例

50

えば、汚染物質除去工程の前)に対して後続の、溶液の状態を指すが、この場合、以前の溶液が、比較的多量の懸濁汚染物質を有していた。

【0050】

溶液に言及しながら本明細書で使用される用語「更により少ない量の懸濁汚染物質を含むこと」は、以前の条件(例えば、「より少ない量の懸濁汚染物質を含むこと」)に対して後続の、溶液の状態を指すが、この場合、以前の溶液が、比較的多量の懸濁汚染物質を有していた。

【0051】

本明細書で使用される用語「(1種の)固体媒体」及び「(複数種の)固体媒体」は、使用条件下において固体状態で存在する物質を指す。この固体媒体は結晶質、準結晶質、又は非晶質であり得る。この固体媒体は粒状であってもよく、かつ異なる形状(すなわち球形、円筒形、ペレットなど)で供給され得る。この固体媒体が粒状の場合、その粒径及び固体媒体の粒径分布は、その粒状媒体を分類するために使用されるメッシュのサイズにより画定され得る。標準メッシュサイズ表記の例は、米国材料試験協会(American Society for Testing and Material、ASTM)標準ASTM E11「Standard Specification for Woven Wire Test Sieve Cloth and Test Sieves」に見出すことができる。この固体媒体はまた、不織繊維マット又は織布であってもよい。

10

【0052】

本明細書で使用される用語「より高純度のポリプロピレン溶液」は、精製工程の前の同じポリプロピレン溶液に比べてより少ない量の、1種以上の汚染物質を有するポリプロピレン溶液を指す。

20

【0053】

本明細書で使用される用語「抽出」は、溶質種を、液相(又は固体マトリックス)から、相境界を超えて別個の不混和性液相に移送する行為を指す。抽出のための駆動力(複数可)は、分配理論によって説明される。

【0054】

本明細書で使用される用語「抽出(された)」は、抽出工程の前の同じ材料に比べてより少ない量の、1種以上の溶質種を有する材料を指す。本明細書で使用される用語「抽出された再生ポリプロピレン」は、抽出工程の前の同じ再生ポリプロピレンに比べてより少ない量の1種以上の溶質種を有する再生ポリプロピレンを指す。

30

【0055】

本明細書で使用するとき、「非再生品同然の」という用語は、本質的に、本質的に汚染物質を含まず、顔料を含まず、臭気を含まず、均質であり、非再生ポリマーと特性について同様であることを意味する。

【0056】

本明細書で使用される用語「主にポリプロピレンのコポリマー」は、プロピレン反復単位が70mol%超のコポリマーを指す。

【0057】

本明細書で使用されるとき、圧力(例えばMPa)の国際的単位への言及は、いずれもゲージ圧を指す。

40

【0058】

本明細書で使用される用語「軸方向の流れ方向」は、濾材の長手軸線に平行に流れる流体を指す。

【0059】

本明細書で使用される用語「半径方向の流れ方向」は、濾材の長手軸線に対して垂直に流れる流体を指す。

【0060】

本明細書で使用される用語「キャンドル型フィルタ装置」及び「キャンドルフィルタ」(より一般的には、「外部ケーキ管状フィルタ」と呼ばれる)は、液体から固体を分離す

50

るために圧力を使用する装置を指す。キャンドル型フィルタ、並びに他の固液分離装置の詳細な説明は、以下の参照文献を参照：Perry, Robert H, and Don W. Green. Perry's Chemical Engineers' Handbook. New York: McGraw-Hill, 2008年。印刷。

【0061】

本明細書で使用される用語「濾過助剤で予めコーティングされた」は、濾材が硬質又は半硬質のスクリーンから構成される固液分離装置を指し、この上に微細固体材料の1つ以上の層（例えば珪藻土、パーライト、セルロース繊維、粘土、活性炭、アルミナ、シリカ、アルミナシリケート、ゼオライト、及びこれらの混合物）が堆積されている固液分離装置を指す。

10

【0062】

本明細書で使用される用語「ボディーフィードする（こと）」又は「ボディフィードされた」は、流体が濾過される前に濾過助剤を流体に添加することを指す。

【0063】

II. 汚染されたポリプロピレンを精製するための方法

驚くべきことに、汚染された高分子量ポリマー溶液が、濾過によって精製されることが見出された。このプロセスは、図1に例示するように、1)再生ポリプロピレンを得る工程（図1の工程a）と、続いて2)流体溶媒を用いてポリプロピレンを抽出温度（ T_E ）及び抽出圧力（ P_E ）下で抽出する工程（図1の工程b）と、続いて3)ポリプロピレンを溶解温度（ T_D ）及び溶解圧力（ P_D ）下で流体溶媒に溶解させる工程（図1の工程c）と、続いて4)ポリプロピレン溶液を溶解温度（ T_D ）及び溶解圧力（ P_D ）下で沈降させる工程（図1の工程d）と、続いて5)ポリマー溶液を、溶解温度（ T_D ）及び溶解圧力（ P_D ）下で濾過する工程（図1の工程e）と、続いて6)ポリプロピレン溶液を、溶解温度（ T_D ）及び溶解圧力（ P_D ）下で、固体媒体を用いて精製する工程（図1の工程f）と、続いてポリプロピレンを流体溶媒から分離する工程（図1の工程g）と、を含む。前述の用語 T_E 、 P_E 、 T_D 、 P_D は、工程ごとに値が変化し得ることに留意されたい。

20

【0064】

本発明の一実施形態において、精製されたポリプロピレンは、消費者使用後廃棄物流をその源とすることができ、本質的に、汚染物質を含まず、顔料を含まず、無臭、均質で、特性が非再生品のポリプロピレンと同様である。

30

【0065】

再生ポリプロピレン

本発明の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、再生ポリプロピレンを取得することを含む。本発明の目的として、再生ポリプロピレンは、消費者使用後、産業使用後、市販後、及び/又は他の特殊廃棄物流を、その源とする。例えば、消費者使用後廃棄ポリプロピレンは、パッケージ及び製品からの使用済みポリマーを最終消費者が指定容器に入れて、廃棄物運搬業者又はリサイクル業者が回収する、街角リサイクル（curbside recycle）流に由来してもよい。消費者使用後廃棄ポリマーはまた、店舗内の「返却」プログラムに由来するものであってもよく、これは、消費者が廃棄ポリマーを店舗に持って来て、廃棄ポリマーを指定の回収容器に入れるというものである。産業使用後廃棄ポリマーの例は、製造業者により使用不能な材料として収集された商品又は製品の製造中又は輸送中に生じた廃棄ポリマー（すなわち、裁ちくず、仕様外の材料、始動くず）であり得る。特殊廃棄物流からの廃棄ポリマーの一例は、電子機器廃棄物（電子ゴミとしても知られる）のリサイクルに由来する廃棄ポリマーであり得る。特殊廃棄物流からの廃棄ポリマーの別の一例は、自動車のリサイクルに由来する廃棄ポリマーであり得る。特殊廃棄物流からの廃棄ポリマーの別の一例は、使用済みカーペット及び布のリサイクルに由来する廃棄ポリマーであり得る。

40

【0066】

本発明の目的として、再生ポリプロピレンは、個々のポリマーの均質な組成物、又は複

50

数の異なるポリプロピレン組成物の混合物である。ポリプロピレン組成物の非限定的な例としては、プロピレンのホモポリマー、プロピレンとエチレンとのコポリマー（「インパクト」コポリマー及び「ランダム透明化」コポリマーを含む）、プロピレンと α -オレフィンとのコポリマー、ポリプロピレングム、並びに当業者に明らかであり得る他の溶解性ポリプロピレン組成物が挙げられる。

【0067】

再生ポリプロピレンは更に、様々な顔料、染料、加工助剤、安定剤、充填剤、及び、元のポリマーを物品の最終形態に重合又は転換する際にポリマーに添加された他の性能向上添加剤を含み得る。顔料の非限定的な例は、有機顔料（例えば銅フタロシアニン）、無機顔料（例えば二酸化チタン）、及び、当業者に明らかであり得るようなその他の顔料である。有機顔料の非限定的な一例は、ベーシックイエロー51である。加工助剤の非限定的な例は、帯電防止剤（例えばグリセロールモノステアレート）及び潤滑促進剤（例えばエルカ酸アミド）である。安定剤の非限定的な一例は、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。充填剤の非限定的な例は、炭酸カルシウム、タルク、及びガラス繊維である。

10

【0068】

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、本発明の動作温度範囲未満の標準沸点を有する溶媒が、溶媒蒸気をほとんど又は全く生じない状態に維持される。一実施形態において、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的な例としては、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、ペンテンの分枝状異性体、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、ペンタンの異性体、ネオペンタン、n-ヘキサン、イソヘキサンの異性体、及び、当業者に明らかであり得る他の物質が挙げられる。

20

【0069】

使用する流体溶媒の選択は、本発明の工程を実施するのに使用される温度及び圧力範囲を規定する。本発明に記述される種類の溶媒におけるポリマー相の挙動についての検討は、以下の参考文献：McHughらによるChem. Rev. 99: 565-602 (1999) に提供されている。

30

【0070】

抽出

本発明の一実施形態において、ポリプロピレンを精製するための方法は、そのポリマーが本質的に流体溶媒に不溶性である温度及び圧力で、その流体溶媒にその再生ポリプロピレンを接触させることを含む。理論に束縛されるものではないが、出願者らは、その流体溶媒がポリマーを完全に可溶化するのを防ぎながら、一方で、流体溶媒がポリマー内に拡散し、抽出可能な汚染を抽出できるような方法で、温度及び圧力依存性の溶解度を制御することができると考える。この抽出可能な汚染は、ポリマーに添加された残留加工助剤、ポリマーに接触した残留製品製剤（例えば香料及び着香料、染料、並びにその他の、意図的に添加された又は非意図的にポリマーに組み込まれた（例えば廃棄物回収中及びその後のその他の廃棄材料と共に蓄積された際の）抽出可能な材料であり得る。

40

【0071】

一実施形態において、制御された抽出は、ポリマー/流体溶媒系の温度を固定し、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く圧力を制御することによって達成され得る。別の一実施形態において、この制御された抽出は、ポリマー/溶媒系の圧力を固定し、次に温度を、そのポリマーがその流体溶媒に溶解する温度又は温度範囲よりも低い温度に制御することによって達成される。流体溶媒を用い、温度及び圧力を制

50

御された状態でのポリマーの抽出は、好適な圧力容器を使用するものであり、流体溶媒によるポリマーの連続抽出が可能になるように構成し得る。本発明の一実施形態において、この圧力容器は、連続的液体 - 液体抽出カラムであり得るが、溶融したポリマーがこの抽出カラムの一方の端にポンプで送り込まれ、流体溶媒が抽出カラムの同じ端又は反対側の端にポンプで送り込まれる。別の一実施形態において、この抽出した汚染を含む流体が、このプロセスから除去される。別の一実施形態において、この抽出した汚染を含む流体を、精製し、回収し、リサイクルして、その抽出工程に、又はプロセスの別の工程に使用する。本発明の一実施形態において、この抽出はバッチ手法で実施することができ、この場合、再生ポリプロピレンは圧力容器内に固定され、流体溶媒が連続的にポンプで送り込まれてこの固定されたポリマー相を通過する。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の望ましい純度と、出発物質の再生ポリプロピレン中の抽出可能な汚染の量とに依存するであろう。別の一実施形態において、後述の「精製」セクションに記述されるように、この抽出した汚染を含む流体を、別の工程で固体媒体に接触させる。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、ポリマーが溶融し液体状態である温度及び圧力下で、流体溶媒に再生ポリプロピレンを接触させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンは、ポリマーが固体状態である温度及び圧力下で、流体溶媒に接触させられる。

【 0 0 7 2 】

一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、ポリプロピレンが本質的に溶解しないままである温度及び圧力下で、流体溶媒にポリプロピレンを接触させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 8 0 ~ 約 2 8 0 の温度下で、ポリプロピレンを流体溶媒に接触させることを含む。更に別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 1 1 0 ~ 約 2 2 0 の温度下で、ポリプロピレンを流体溶媒に接触させることを含む。一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 1 5 0 p s i g (1 . 0 3 M P a) ~ 約 8 , 0 0 0 p s i g (5 5 . 1 6 M P a) の圧力下で、ポリプロピレンを流体溶媒に接触させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 4 0 0 p s i g (2 . 7 6 M P a) ~ 約 2 , 4 0 0 p s i g (1 6 . 5 5 M P a) の圧力下で、ポリプロピレンを流体溶媒に接触させることを含む。

【 0 0 7 3 】

別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 8 0 ~ 約 2 8 0 の温度下で、ポリプロピレンを n - ブタンに接触させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 1 0 0 ~ 約 2 2 0 の温度下で、ポリプロピレンを n - ブタンに接触させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 1 3 0 ~ 約 1 8 0 の温度下で、ポリプロピレンを n - ブタンに接触させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 1 5 0 p s i g (1 . 0 3 M P a) ~ 約 3 , 0 0 0 p s i g (2 0 . 6 8 M P a) の圧力下で、ポリプロピレンを n - ブタンに接触させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 1 , 0 0 0 p s i g (6 . 8 9 M P a) ~ 約 2 , 7 5 0 p s i g (1 8 . 9 6 M P a) の圧力下で、ポリプロピレンを n - ブタンに接触させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 1 , 5 0 0 p s i g (1 0 . 3 4 M P a) ~ 約 2 , 5 0 0 p s i g (1 7 . 2 4 M P a) の圧力下で、ポリプロピレンを n - ブタンに接触させることを含む。

【 0 0 7 4 】

別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 8 0 ~ 約 2 8 0 の温度下で、ポリプロピレンをプロパンに接触させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 1 0 0 ~ 約 2 2 0 の温度で、ポリプロピレンをプロパンに接触させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 1 3 0 ~ 約 1 8 0 の温度下で、ポリプ

ロピレンをプロパンに接触させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約200psig(1.38MPa)~約8,000psig(55.16MPa)の圧力で、ポリプロピレンをプロパンに接触させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約1,000psig(6.89MPa)~約6,000psig(41.37MPa)の圧力で、ポリプロピレンをプロパンに接触させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約2,000psig(13.79MPa)~約4,000psig(27.58MPa)の圧力で、ポリプロピレンをプロパンに接触させることを含む。

【0075】

溶解

本発明の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、ポリマーが流体溶媒に溶解する温度及び圧力で、流体溶媒に再生ポリプロピレンを溶解させることを含む。理論に束縛されるものではないが、出願者らは、流体溶媒中での再生ポリマーの熱力学的に好ましい溶解を実現するような方法で、温度及び圧力を制御することができると考える。更に、温度及び圧力は、特定のポリマー又はポリマー混合物の溶解を可能にしつつ、他のポリマー又はポリマー混合物が溶解しないような方法で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分離が可能になる。

【0076】

本発明の一実施形態において、ポリマーを精製するための方法は、同じ温度及び圧力条件下では汚染物質を溶解しない溶媒に、汚染された再生ポリプロピレンを溶解させることを含む。この汚染物質には、顔料、充填剤、泥、及び他のポリマーが含まれ得る。これらの汚染物質は、溶解時に再生ポリプロピレンから放出され、次に、後続の固体-液体分離工程によりポリマー溶液から除去される。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約90~約280の温度下で、ポリプロピレンを流体溶媒に溶解させることを含む。更に別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約110~約220の温度下で、ポリプロピレンを流体溶媒に溶解させることを含む。一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約200psig(1.38MPa)~約8,000psig(55.16MPa)の圧力で、ポリプロピレンを流体溶媒に溶解させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約400psig(2.76MPa)~約2,600psig(17.93MPa)の圧力で、ポリプロピレンを流体溶媒に溶解させることを含む。

【0077】

一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、ポリプロピレンが流体溶媒に溶解する温度及び圧力で、流体溶媒にポリプロピレンを溶解させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約90~約280の温度下で、ポリプロピレンをn-ブタンに溶解させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約100~約220の温度下で、ポリプロピレンをn-ブタンに溶解させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約130~約180の温度下で、ポリプロピレンをn-ブタンに溶解させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約350psig(2.41MPa)~約4,000psig(27.57MPa)の圧力で、ポリプロピレンをn-ブタンに溶解させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約1,000psig(6.89MPa)~約3,500psig(24.13MPa)の圧力で、ポリプロピレンをn-ブタンに溶解させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約2,000psig(13.79MPa)~約3,000psig(20.68MPa)の圧力で、ポリプロピレンをn-ブタンに溶解させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精

10

20

30

40

50

製するための方法は、少なくとも 0.5 % の質量パーセント濃度で、ポリプロピレンを n - ブタンに溶解させることを含む。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、少なくとも 1 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、少なくとも 2 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、少なくとも 3 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、少なくとも 4 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、少なくとも 5 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、最大 20 % の質量パーセント濃度で、ポリプロピレンを n - ブタンに溶解させることを含む。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、最大 18 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、最大 16 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、最大 14 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、最大 12 % の質量パーセント濃度で溶解している。

10

【0078】

別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 90 ~ 約 280 の温度下で、ポリプロピレンをプロパンに溶解させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 100 ~ 約 220 の温度下で、ポリプロピレンをプロパンに溶解させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 130 ~ 約 180 の温度下で、ポリプロピレンをプロパンに溶解させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 2,000 psig (13.79 MPa) ~ 約 8,000 psig (55.16 MPa) の圧力で、ポリプロピレンをプロパンに溶解させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 3,000 psig (20.68 MPa) ~ 約 6,000 psig (41.37 MPa) の圧力で、ポリプロピレンをプロパンに溶解させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 3,500 psig (24.13 MPa) ~ 約 5,000 psig (34.47 MPa) の圧力で、ポリプロピレンをプロパンに溶解させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、少なくとも 0.5 % の質量パーセント濃度で、ポリプロピレンをプロパンに溶解させることを含む。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、少なくとも 1 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、少なくとも 2 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、少なくとも 3 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、少なくとも 4 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、少なくとも 5 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、最大 20 % の質量パーセント濃度で、ポリプロピレンをプロパンに溶解させることを含む。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、最大 18 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、最大 16 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、最大 14 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、最大 12 % の質量パーセント濃度で溶解している。

20

30

40

【0079】

沈降

本発明の一実施形態において、ポリプロピレンを精製するための方法は、ポリマーが流体溶媒に溶解したままである温度及び圧力下での沈降（沈殿としても知られている）工程を介して、溶解していない汚染物質をポリプロピレン溶液から分離することを含む。一実施形態において、沈殿工程は、溶解していない汚染物質を力の方向に均一に移動させる力を、溶解していない汚染物質が受けることを生じる。典型的には、印加される沈殿力は重

50

力であるが、遠心力、求心力、又は何らかの他の力であってもよい。印加される力の量及び沈殿時間の持続時間は、汚染物質粒子の粒径、汚染物質粒子の密度、流体又は溶液の密度、及び流体又は溶液の粘度が挙げられるが、これらに限定されない、いくつかのパラメータに依存するであろう。以下の式（式２）は、上述のパラメータと、汚染物質沈降速度の尺度である沈殿速度との間の関係である。

【 0 0 8 0 】

【数 2】

式 2

$$v = \frac{2(\rho_p - \rho_f)gr^2}{9\eta}$$

10

式中、 v が沈殿速度であり、 ρ_p が汚染物質粒子の密度であり、 ρ_f が流体又は溶液の密度であり、 g が印加される力（典型的には重力）に起因する加速度であり、 r が汚染物質粒子の半径であり、 η が流体又は溶液の動的粘度である。溶液粘度を決定する重要なパラメータのうちのいくつかは、流体溶媒の化学組成、流体溶媒に溶解しているポリマーの分子量、流体溶媒に溶解しているポリマーの濃度、流体溶媒溶液の温度、及び流体溶媒溶液の圧力である。

【 0 0 8 1 】

一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、ポリプロピレンが流体溶媒に溶解したままである温度及び圧力で、ポリプロピレン／流体溶媒溶液から汚染物質を沈殿させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 90 ～ 約 280 の温度下で、ポリプロピレン／流体溶媒溶液から汚染物質を沈殿させることを含む。更に別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 110 ～ 約 220 の温度下で、ポリプロピレン／流体溶媒溶液から汚染物質を沈殿させることを含む。一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 200 p s i g (1 . 3 8 M P a) ～ 約 8 , 0 0 0 p s i g (5 5 . 1 6 M P a) の圧力で、ポリプロピレン／流体溶媒溶液から汚染物質を沈殿させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 400 p s i g (2 . 7 6 M P a) ～ 約 2 , 6 0 0 p s i g (1 7 . 9 3 M P a) の圧力で、ポリプロピレン／流体溶媒溶液から汚染物質を沈殿させることを含む。

20

30

【 0 0 8 2 】

別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 90 ～ 約 280 の温度下で、ポリプロピレン／ n -ブタン溶液から汚染物質を沈殿させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 100 ～ 約 220 の温度下で、ポリプロピレン／ n -ブタン溶液から汚染物質を沈殿させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 130 ～ 約 180 の温度下で、ポリプロピレン／ n -ブタン溶液から汚染物質を沈殿させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 350 p s i g (2 . 4 1 M P a) ～ 約 4 , 0 0 0 p s i g (2 7 . 5 7 M P a) の圧力で、ポリプロピレン／ n -ブタン溶液から汚染物質を沈殿させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 1 , 0 0 0 p s i g (6 . 8 9 M P a) ～ 約 3 , 5 0 0 p s i g (2 4 . 1 3 M P a) の圧力で、ポリプロピレン／ n -ブタン溶液から汚染物質を沈殿させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 2 , 0 0 0 p s i g (1 3 . 7 9 M P a) ～ 約 3 , 0 0 0 p s i g (2 0 . 6 8 M P a) の圧力で、ポリプロピレン／ n -ブタン溶液から汚染物質を沈殿させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、ポリプロピレンが少なくとも 0 . 5 % の質量パーセント濃度で溶解しているポリプロピレン／ n -ブタン溶液から、汚染物質を沈殿させることを含む。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、少なくとも 1 % の質量パーセン

40

50

ト濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、少なくとも 2 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、少なくとも 3 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、少なくとも 4 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、少なくとも 5 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、ポリプロピレンが最大 20 % の質量パーセント濃度で溶解しているポリプロピレン / n - ブタン溶液から、汚染物質を沈殿させることを含む。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、最大 18 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、最大 16 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、最大 14 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、最大 12 % の質量パーセント濃度で溶解している。

10

【 0 0 8 3 】

別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 90 ~ 約 280 の温度下で、ポリプロピレン / プロパン溶液から汚染物質を沈殿させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 100 ~ 約 220 の温度下で、ポリプロピレン / プロパン溶液から汚染物質を沈殿させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 130 ~ 約 180 の温度下で、ポリプロピレン / プロパン溶液から汚染物質を沈殿させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 2,000 p s i g (13 . 79 M P a) ~ 約 8,000 p s i g (55 . 16 M P a) の圧力で、ポリプロピレン / プロパン溶液から汚染物質を沈殿させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 3,000 p s i g (20 . 68 M P a) ~ 約 6,000 p s i g (41 . 37 M P a) の圧力で、ポリプロピレン / プロパン溶液から汚染物質を沈殿させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 3,500 p s i g (24 . 13 M P a) ~ 約 5,000 p s i g (34 . 47 M P a) の圧力で、ポリプロピレン / プロパン溶液から汚染物質を沈殿させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、ポリプロピレンが少なくとも 0 . 5 % の質量パーセント濃度で溶解しているポリプロピレン / プロパン溶液から、汚染物質を沈殿させることを含む。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、少なくとも 1 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、少なくとも 2 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、少なくとも 3 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、少なくとも 4 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、少なくとも 5 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、ポリプロピレンが最大 20 % の質量パーセント濃度で溶解しているポリプロピレン / プロパン溶液から、汚染物質を沈殿させることを含む。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、最大 18 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、最大 16 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、最大 14 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、最大 12 % の質量パーセント濃度で溶解している。

20

30

40

【 0 0 8 4 】

濾過

典型的な濾過システムは、濾材と、フィルタ容器と、フィルタ入口と、フィルタ出口と、を備える。濾材は、フィルタ容器内に収容されたフィルタ粒子を含む。フィルタ入口は、フィルタ容器と流体連通し、フィルタ容器内で濾過フィード流を搬送し、フィルタ出口は濾過システムと流体連通し、濾液流をフィルタ容器から搬出する。濾過システムは、1 つ以上の濾材、フィルタ容器、並びに直列又は並列のフィルタ入口及び出口を備えること

50

ができる。また、濾過システムは、径方向又は軸方向の流れの中で動作することができ、又は、アップフロー、ダウンフロー、又はクロスフローで動作することができる。ラジアルフローフィルタの非限定的な例は、キャンドルフィルタである。更に、濾過は、表面濾過タイプ又はデプス濾過タイプであってもよく、機械的作用様式に基づく。

【0085】

デプス濾過に使用されるフィルタ媒体は、均質又は不均質のいずれかであり得るフィルタ粒子の凝集体を含む。フィルタ粒子は、濾材内の分布を、均一又は不均一（例えば、異なるフィルタ粒子の複数の層）にすることができる。濾材を形成するフィルタ粒子はまた、形状又はサイズが同一である必要はなく、相互に離れた形態又は相互接続された形態のいずれかで提供されてもよい。例えば、濾材は、ポリマー結合剤又は一体構造を形成するための他の手段によって、緩く会合、又は部分的若しくは全体的に結合のいずれかをし得るフィルタ粒子を含んでもよい。

10

【0086】

また、フィルタ粒子は、様々な形状及びサイズで提供されていてもよい。例えば、限定するものではないが、フィルタ粒子は、例えば粉末、顆粒、繊維、及びビーズなどの、単純な形態で提供され得る。フィルタ粒子は、球体、多面体、及び円筒の形状で、並びに他の対称、非対称、及び不規則な形状で提供されることができる。更に、フィルタ粒子はまた、ウェブ、スクリーン、メッシュ、不織布、織布、及び結合ブロックなどの複雑な形態に形成することができ、これは上記の単純な形態のものから形成されても形成されなくてもよい。

20

【0087】

フィルタ粒子は、無形のフィルタ粒子（例えば、非常に微細な粉末）から、触ってわかるくらいの形状のフィルタ粒子までサイズが変化し得る。更に、フィルタ粒子のサイズは、任意の単一濾過システムで使用されるフィルタ粒子間で均一である必要はない。実際には、単一のフィルタにおいて異なるサイズを有するフィルタ粒子を提供することが望ましい場合がある。

【0088】

本発明の一実施形態において、フィルタ粒子のサイズは、約 $0.1\text{ }\mu\text{m}$ ~ 約 10 mm で変化する。本発明の別の実施形態において、フィルタ粒子のサイズは、約 $10\text{ }\mu\text{m}$ ~ 約 8 mm で変化する。本発明の更に別の実施形態において、フィルタ粒子のサイズは、約 $100\text{ }\mu\text{m}$ ~ 約 5 mm で変化する。本発明の更にまた別の実施形態において、フィルタ粒子のサイズは、約 1 mm ~ 約 4 mm で変化する。本発明の一実施形態において、フィルタ粒子のサイズは、約 $10\text{ }\mu\text{m}$ ~ 約 $100\text{ }\mu\text{m}$ の間で変化する。球状及び円筒状の粒子（例えば、繊維、ビーズなど）については、上述の寸法は、フィルタ粒子の直径を指す。実質的に異なる形状を有するフィルタ粒子の場合、上述の寸法は、最大寸法（例えば、長さ、幅、又は高さ）を指す。

30

【0089】

機械的作用様式の非限定的な例は粒径排除であり、懸濁（分散）汚染物質のサイズが濾材の孔よりも大きいので、懸濁（分散）汚染物質が濾材によって保持され、濾過フィード流から分離される。記載されるように、粒径排除は、粒子間現象である。

40

【0090】

フィルタ粒子の非限定的な例は、酸化ケイ素（シリカ）、シリカゲル、酸化アルミニウム（アルミナ）、活性アルミナ、酸化鉄、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸マグネシウム、非晶質火山ガラス、再生ガラス、砂、石英、珪藻土、ゼオライト、モレキュラーシーブ、パーライト、粘土、フラー土、ベントナイト粘土、金属有機構造体（metal organic framework、MOF）、共有結合性有機構造体（covalent organic framework、COF）、ゼオライトイミダゾレート構造体（zeolitic imidazolate framework、ZIF）、セルロース、リグノセルロース、無煙炭、カーボンブラック、コークス、及び活性炭である。本発明の一実施形態において、フィルタ粒子は、シリカ、活性アルミナ、シリカゲル、火山ガラス、フラー土、ベントナイト粘土、及びこれらの混合物からなる群から選択される

50

。本発明の別の実施形態において、フィルタ粒子は、活性炭、活性アルミナ、珪藻土、及びこれらの混合物からなる群から選択される。本発明の更に別の実施形態において、フィルタ粒子は、MOF、COF、ZIF、活性炭、活性アルミナ、及びこれらの混合物からなる群から選択される。本発明の更にまた別の実施形態において、フィルタ粒子は、珪藻土、活性アルミナ、及びこれらの混合物からなる群から選択される。

【0091】

表面濾過に使用される濾材の非限定的な例は、フィルタ粒子、多孔質セラミックス、濾紙、濾布、プラスチック膜、スクリーン、不織布、織布、多孔性フリット/焼結金属、及び穿孔板の薄層である。典型的な表面濾過では、保持された汚染物質は、濾材上に、濾過が進行するにつれて厚さが増加するケーキを形成する。典型的には、濾過ケーキは、持続不可能な圧力低下をもたらすため、ある一定の濾過時間の後で、濾過ケーキを機械的アクション又はバックフラッシングのいずれかによって除去する必要がある。本発明の一実施形態において、表面濾過に使用される濾材は、織布金属多孔質コア上に堆積された珪藻土粒子の薄層（典型的にソックスと呼ばれる）からなる群から選択される。多孔質コアは、濾材を支持し、しかも濾過フィード流が通過することを可能にする。コアの非限定的な例は、穿孔管及びスクリーンスリーブである。

10

【0092】

濾過助剤を濾過に使用してもよい。濾過助剤の非限定的な例は、珪藻土（キーゼルゲールとも呼ばれる）、セルロース、及びパーライトである。これらの濾過助剤は、プレコートとして濾材に使用、又は濾過フィード流に添加のいずれかをされることができる。後者の場合（ボディフィードとも呼ばれる）では、濾過助剤は、濾材上に形成されたケーキの多孔性を増加させ、その結果濾過中にケーキを通過する際の圧力低下を減少させることになる。

20

【0093】

フィルタの耐用年数が到来したら、フィルタは、その作業から除去されて新しいものと交換、又は再生のいずれかをされ得る。再生の非限定的な例は、バックフラッシュ、熱再生、及び溶媒再生である。

【0094】

本発明の一実施形態において、表面フィルタはキャンドルフィルタを含む。本発明の別の実施形態において、キャンドルフィルタは、織布金属多孔質コア上に堆積された珪藻土の薄層を含む。本発明の更に別の実施形態において、珪藻土層の厚さは、約1mm～約20mmである。本発明の更にまた別の実施形態において、珪藻土層の厚さは、約2mm～約10mmである。本発明の一実施形態において、珪藻土層の厚さは、約3mm～約5mmである。

30

【0095】

濾材の透過性は、流体流を濾材に通し、流量及び圧力低下を測定することによって、（当業者に周知であるように）測定される。測定単位はミリダルシー（mD）であり、1mDは、1mPa・s（1cP）の粘度を有する1mLの流体の通過と同等であり、1気圧の圧力で1秒で、断面積1cm²及び厚さ1cmの濾材を通過させることに相当する。本発明の一実施形態において、珪藻土濾材の透過性は、約30mD～約20,000mDである。本発明の別の実施形態において、珪藻土濾材の透過性は、約400mD～約8,000mDである。本発明の更に別の実施形態において、珪藻土濾材の透過性は、約1,000mD～約4,000mDである。本発明の更にまた別の実施形態において、珪藻土濾材の透過性は、約2,300mD～約3,400mDである。

40

【0096】

本発明の別の実施形態において、珪藻土濾材は、約0.3μmより大きい直径を有する懸濁粒子を保持する。本発明の更に別の実施形態において、珪藻土濾材は、約0.8μmよりも大きい直径を有する懸濁粒子を保持する。本発明の更にまた別の実施形態において、珪藻土濾材は、約1μmより大きい直径を有する懸濁粒子を保持する。本発明の一実施形態において、珪藻土濾材は、約1.7μmより大きい直径を有する懸濁粒子を保

50

持する。本発明の別の実施形態において、珪藻土濾材は、約 $4\text{ }\mu\text{m}$ より大きい直径を有する懸濁粒子を保持する。

【0097】

本発明の実施形態において、キャンドルフィルタは、織布金属コア上に堆積された薄い珪藻土濾材を含み、珪藻土濾材の厚さが約 2 mm ~ 約 10 mm であり、珪藻土濾材の透過性は、約 $2,300\text{ mD}$ ~ $3,400\text{ mD}$ であり、珪藻土濾材は、約 $1.7\text{ }\mu\text{m}$ より大きい直径を有する懸濁粒子を保持する。

【0098】

一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、ポリプロピレンが流体溶媒に溶解したままである温度及び圧力下で、ポリプロピレン/流体溶媒溶液から汚染物質を濾過させることを含む。別の実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 90 ~ 約 280 の温度下で、ポリプロピレン/流体溶媒溶液から汚染物質を濾過させることを含む。更に別の実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 110 ~ 約 220 の温度下で、ポリプロピレン/流体溶媒溶液から汚染物質を濾過させることを含む。一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 200 psig (1.38 MPa) ~ 約 $8,000\text{ psig}$ (55.16 MPa) の圧力下で、ポリプロピレン/流体溶媒溶液から汚染物質を濾過させることを含む。別の実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 400 psig (2.76 MPa) ~ 約 $2,600\text{ psig}$ (17.93 MPa) の圧力下で、ポリプロピレン/流体溶媒溶液から汚染物質を濾過させることを含む。

【0099】

一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 90 ~ 約 280 の温度下で、ポリプロピレン/ n -ブタン溶液から汚染物質を濾過させることを含む。別の実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 100 ~ 約 220 の温度下で、ポリプロピレン/ n -ブタン溶液から汚染物質を濾過させることを含む。更に別の実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 130 ~ 約 180 の温度下で、ポリプロピレン/ n -ブタン溶液から汚染物質を濾過させることを含む。一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 350 psig (2.41 MPa) ~ 約 $4,000\text{ psig}$ (27.57 MPa) の圧力下で、ポリプロピレン/ n -ブタン溶液から汚染物質を濾過させることを含む。別の実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 $1,000\text{ psig}$ (6.89 MPa) ~ 約 $3,500\text{ psig}$ (24.13 MPa) の圧力下で、ポリプロピレン/ n -ブタン溶液から汚染物質を濾過させることを含む。更に別の実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 $2,000\text{ psig}$ (13.79 MPa) ~ 約 $3,000\text{ psig}$ (20.68 MPa) の圧力下で、ポリプロピレン/ n -ブタン溶液から汚染物質を濾過させることを含む。一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、ポリプロピレンが少なくとも 0.5% の質量パーセント濃度で溶解しているポリプロピレン/ n -ブタン溶液から、汚染物質を濾過させることを含む。別の実施形態において、ポリプロピレンは、少なくとも 1% の質量パーセント濃度で溶解している。更に別の実施形態において、ポリプロピレンは、少なくとも 2% の質量パーセント濃度で溶解している。更にまた別の実施形態において、ポリプロピレンは、少なくとも 3% の質量パーセント濃度で溶解している。一実施形態において、ポリプロピレンは、少なくとも 4% の質量パーセント濃度で溶解している。別の実施形態において、ポリプロピレンは、少なくとも 5% の質量パーセント濃度で溶解している。更に別の実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、ポリプロピレンが最大 20% の質量パーセント濃度で溶解しているポリプロピレン/ n -ブタン溶液から、汚染物質を濾過させることを含む。更にまた別の実施形態において、ポリプロピレンは、最大 18% の質量パーセント濃度で溶解している。一実施形態において、ポリプロピレンは、最大 16% の質量パーセント濃度で溶解している。別の実施形態において、ポリプロピレンは、最大 14% の質量パーセント濃度で溶解している。更に別の実施形態に

において、ポリプロピレンは、最大 12 % の質量パーセント濃度で溶解している。

【0100】

別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 90 ~ 約 280 の温度下で、ポリプロピレン/プロパン溶液から汚染物質を濾過させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 100 ~ 約 220 の温度下で、ポリプロピレン/プロパン溶液から汚染物質を濾過させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 130 ~ 約 180 の温度下で、ポリプロピレン/プロパン溶液から汚染物質を濾過させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 2,000 psig (13.79 MPa) ~ 約 8,000 psig (55.16 MPa) の圧力で、ポリプロピレン/プロパン溶液から汚染物質を濾過させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 3,000 psig (20.68 MPa) ~ 約 6,000 psig (41.37 MPa) の圧力で、ポリプロピレン/プロパン溶液から汚染物質を濾過させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 3,500 psig (24.13 MPa) ~ 約 5,000 psig (34.47 MPa) の圧力で、ポリプロピレン/プロパン溶液から汚染物質を濾過させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、ポリプロピレンが少なくとも 0.5 % の質量パーセント濃度で溶解しているポリプロピレン/プロパン溶液から、汚染物質を濾過させることを含む。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、少なくとも 1 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、少なくとも 2 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、少なくとも 3 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、少なくとも 4 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、少なくとも 5 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、ポリプロピレンが最大 20 % の質量パーセント濃度で溶解しているポリプロピレン/プロパン溶液から、汚染物質を濾過させることを含む。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、最大 18 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、最大 16 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、最大 14 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、最大 12 % の質量パーセント濃度で溶解している。

【0101】

精製

本発明の一実施形態において、ポリプロピレンを精製するための方法は、汚染されたポリマー溶液を、そのポリマーが流体溶媒に溶解したままの温度及び圧力で、固体媒体に接触させることを含む。本発明全体を通して吸着媒体又は吸着濾材とも呼ばれる本発明の固体媒体は、固体媒体粒子を含み、かつ、本発明の流体溶媒中に溶解された再生ポリプロピレンの溶液から、汚染の少なくとも一部を除去する任意の固体材料である。理論に束縛されるものではないが、出願者らは、この固体媒体が、様々なメカニズムで汚染を除去すると考える。可能なメカニズムの非限定的な例としては、吸着、吸収、静電気、粒径排除、イオン排除、イオン交換、及び当業者に明らかであり得る他のメカニズムが挙げられる。更に、再生ポリプロピレン中に一般的に見出される顔料及び他の汚染物質は、極性化合物であり得るか、又はその表面上に極性化合物を有し得るため、固体媒体（これも少なくともわずかな極性を有し得る）と優先的に相互作用し得る。この極性 - 極性相互作用は、非極性溶媒（例えばアルカン類）が流体溶媒として使用されている場合、特に好ましい。

【0102】

本発明の一実施形態において、この固体媒体は、無機物質、炭素系物質、又はこれらの混合物からなる群から選択される。無機物質の有用な例としては、ケイ素の酸化物、アルミニウムの酸化物、鉄の酸化物、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸マグネシウム、非晶質火山

10

20

30

40

50

ガラス、シリカ、シリカゲル、珪藻土、砂、石英、再生ガラス、アルミナ、パーライト、フラー土、ベントナイト、及びこれらの混合物が挙げられる。炭素系物質の有用な例としては、無煙炭、カーボンブラック、コークス、活性炭、セルロース、及びこれらの混合物が挙げられる。本発明の別の実施形態において、この固体媒体はリサイクルガラスである。本発明の更に別の実施形態において、固体媒体粒子は、酸化ケイ素（シリカ）、シリカゲル、酸化アルミニウム（アルミナ）、活性アルミナ、酸化鉄、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸マグネシウム、砂、石英、珪藻土、ゼオライト、モレキュラーシーブ、パーライト、粘土、フラー土、ベントナイト粘土、金属有機構造体（MOF）、共有結合性有機構造体（COF）、ゼオライトイミダゾレート構造体（ZIF）、セルロース、及びリグノセルロースからなる群から選択される。本発明の更に別の実施形態において、固体媒体は、シリカ、活性アルミナ、シリカゲル、フラー土、ベントナイト粘土、及びこれらの混合物からなる群から選択される。本発明の一実施形態において、固体媒体は、活性炭、活性アルミナ、珪藻土、及びこれらの混合物からなる群から選択される。本発明の一実施形態において、固体媒体は、MOF、COF、ZIF、活性炭、活性アルミナ、及びこれらの混合物からなる群から選択される。本発明の更に別の実施形態において、固体媒体は、珪藻土、活性アルミナ、及びこれらの混合物からなる群から選択される。

10

【0103】

物理的作用様式の非限定的な例は、物理的吸着（物理吸着とも呼ばれる）であり、溶解汚染物質がファンデルワールス力によってフィルタ粒子の外表面又は孔の内部表面上に吸着されて、濾過フィード流から分離されるというものである。物理的作用様式の別の非限定的な例は、静電吸着であり、静電引力により、懸濁した汚染物質がフィルタ粒子の表面上に吸着されるというものである。主に吸着によって汚染物質を除去するフィルタ粒子及び濾材は、それぞれ、吸着フィルタ粒子及び吸着濾材と呼ばれる。

20

【0104】

吸着濾材は、典型的には、遊離媒体又は結合ブロックのいずれかとして円筒形フィルタ容器内に収容され、吸着濾過は軸流又は径方向流のいずれかであり得る。円筒状吸着濾材は、円筒状吸着濾材の直径に対する高さの比として定義されるアスペクト比を有する。本発明の一実施形態において、円筒状吸着濾材のアスペクト比は、約1以上である。本発明の別の実施形態において、円筒状吸着濾材のアスペクト比は、約2以上である。本発明の更に別の実施形態において、円筒状吸着濾材のアスペクト比は、約5以上である。本発明の更に別の実施形態において、円筒状吸着濾材のアスペクト比は、約10以上である。本発明の一実施形態において、円筒状吸着濾材のアスペクト比は、約30以上である。本発明の別の実施形態において、円筒状吸着濾材のアスペクト比は、約50以上である。本発明の更に別の実施形態において、円筒状吸着濾材のアスペクト比は、約70以上である。

30

【0105】

本発明の一実施形態において、円筒状吸着濾材の高さは、約5 cm以上である。本発明の別の実施形態において、円筒状吸着濾材の高さは、約20 cm以上である。本発明の更に別の実施形態において、円筒状吸着濾材の高さは、約50 cm以上である。本発明の更にまた別の実施形態において、円筒状吸着濾材の高さは約1 m以上である。本発明の一実施形態において、円筒状吸着濾材の高さは約1.5 m以上である。本発明の別の実施形態において、円筒状吸着濾材の高さは、約3 m以上である。本発明の更に別の実施形態において、円筒状吸着濾材の高さは、約6 m以上である。

40

【0106】

本発明の一実施形態において、吸着濾材は円筒形状であり、濾材が、遊離吸着フィルタ粒子を含み、円筒形状吸着媒体の高さが、約122 cmであり、円筒状吸着媒体の直径が、約1.7 cmであり、吸着フィルタ粒子が、活性アルミナを含み、吸着フィルタ粒子の粒径が7 × 14メッシュである。

【0107】

本発明の一実施形態において、この固体媒体を、容器内で攪拌しながら、ポリマーに所定の時間にわたって接触させる。別の実施形態において、この固体媒体は、固体 - 液体

50

分離工程を介して、より高純度のポリマー溶液から除去される。固体 - 液体分離工程の非限定的な例としては、濾過、デカンテーション、遠心分離、及び沈殿が挙げられる。本発明の別の一実施形態において、この汚染されたポリマー溶液を、固体媒体の固定床に通過させる。本発明の別の一実施形態において、固体媒体は、ポリマーの所望の純度を維持するために、必要に応じて交換される。更に別の実施形態において、この固体媒体は再生され、精製工程で再使用される。別の一実施形態において、この固体媒体は、再洗工程中に固体媒体を流動化させることによって再生される。

【 0 1 0 8 】

一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、ポリプロピレンが流体溶媒に溶解したままである温度及び圧力で、ポリプロピレン / 流体溶媒溶液を固体媒体に接触させることを含む。一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 90 ~ 約 280 の温度下で、ポリプロピレン / 流体溶媒を固体媒体に接触させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 110 ~ 約 220 の温度下で、ポリプロピレン / 流体溶媒を固体媒体に接触させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 200 p s i g (1 . 3 8 M P a) ~ 約 8 , 0 0 0 p s i g (5 5 . 1 6 M P a) の圧力で、ポリプロピレン / 流体溶媒を固体媒体に接触させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 400 p s i g (2 . 7 6 M P a) ~ 約 2 , 6 0 0 p s i g (1 7 . 9 3 M P a) の圧力で、ポリプロピレン / 流体溶媒を固体媒体に接触させることを含む。

【 0 1 0 9 】

一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 90 ~ 約 280 の温度下で、ポリプロピレン / n - ブタン溶液を固体媒体に接触させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンの精製方法は、約 100 ~ 約 220 の温度で、ポリプロピレン / n - ブタン溶液を固体媒体に接触させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンの精製方法は、約 130 ~ 約 180 の温度で、ポリプロピレン / n - ブタン溶液を固体媒体に接触させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 350 p s i g (2 . 4 1 M P a) ~ 約 4 , 0 0 0 p s i g (2 7 . 5 7 M P a) の圧力で、ポリプロピレン / n - ブタン溶液を固体媒体に接触させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 1 , 0 0 0 p s i g (6 . 8 9 M P a) ~ 約 3 , 5 0 0 p s i g (2 4 . 1 3 M P a) の圧力で、ポリプロピレン / n - ブタン溶液を固体媒体に接触させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 2 , 0 0 0 p s i g (1 3 . 7 9 M P a) ~ 約 3 , 0 0 0 p s i g (2 0 . 6 8 M P a) の圧力で、ポリプロピレン / n - ブタン溶液を固体媒体に接触させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、ポリプロピレンが少なくとも 0 . 5 % の質量パーセント濃度で溶解しているポリプロピレン / n - ブタン溶液を、固体媒体に接触させることを含む。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、少なくとも 1 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、少なくとも 2 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、少なくとも 3 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、少なくとも 4 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、少なくとも 5 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、ポリプロピレンが最大 20 % の質量パーセント濃度で溶解しているポリプロピレン / n - ブタン溶液を、固体媒体に接触させることを含む。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、最大 18 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、最大 16 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、最大 14 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、最大 12 % の質量パーセント濃度で溶

解している。

【 0 1 1 0 】

別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 90 ~ 約 280 の温度下で、ポリプロピレン/プロパン溶液を固体媒体に接触させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 100 ~ 約 220 の温度下で、ポリプロピレン/プロパン溶液を固体媒体に接触させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 130 ~ 約 180 の温度下で、ポリプロピレン/プロパン溶液を固体媒体に接触させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 2,000 p s i g (13.79 M P a) ~ 約 8,000 p s i g (55.16 M P a) の圧力下で、ポリプロピレン/プロパン溶液を固体媒体に接触させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 3,000 p s i g (20.68 M P a) ~ 約 6,000 p s i g (41.37 M P a) の圧力下で、ポリプロピレン/プロパン溶液を固体媒体に接触させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約 3,500 p s i g (24.13 M P a) ~ 約 5,000 p s i g (34.47 M P a) の圧力下で、ポリプロピレン/プロパン溶液を固体媒体に接触させることを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、ポリプロピレンが少なくとも 0.5 % の質量パーセント濃度で溶解しているポリプロピレン/プロパン溶液を、固体媒体に接触させることを含む。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、少なくとも 1 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、少なくとも 2 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、少なくとも 3 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、少なくとも 4 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、ポリプロピレンが最大 20 % の質量パーセント濃度で溶解しているポリプロピレン/プロパン溶液を、固体媒体に接触させることを含む。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、最大 18 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、最大 16 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、最大 14 % の質量パーセント濃度で溶解している。別の一実施形態において、ポリプロピレンは、最大 12 % の質量パーセント濃度で溶解している。

【 0 1 1 1 】

分離

本発明の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、ポリマーが溶液から析出し、かつ流体溶媒にもはや溶解しない温度及び圧力下で、流体溶媒からより高純度のポリマーを分離することを含む。別の一実施形態において、流体溶媒からのより高純度のポリマーの析出は、固定温度下で圧力を下げることにより達成される。別の一実施形態において、流体溶媒からのより高純度のポリマーの析出は、固定圧力で温度を下げるにより達成される。別の一実施形態において、流体溶媒からのより高純度のポリマーの析出は、固定圧力で温度を上げるにより達成される。別の一実施形態において、流体溶媒からのより高純度のポリマーの析出は、温度と圧力の両方を下げることにより達成される。溶媒は、温度及び圧力を制御することによって、液体から蒸気相へと部分的又は完全に変換され得る。別の一実施形態において、分離工程中に溶媒の温度及び圧力を制御することにより、流体溶媒を 100 % 蒸気相に完全に変換することなく、析出したポリマーが流体溶媒から分離される。析出した、より高純度のポリマーの分離は、液体 - 液体分離又は液体 - 固体分離の任意の方法によって達成される。液体 - 液体分離又は液体 - 固体分離の非限定的な例としては、濾過、デカンテーション、遠心分離、及び沈殿が挙げられる。

【 0 1 1 2 】

10

20

30

40

50

一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、ポリプロピレンが溶液から析出する温度及び圧力下で、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ことを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約0～約280の温度下で、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ことを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約100～約220の温度下で、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ことを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約130～約180の温度下で、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ことを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約0psig(0MPa)～約2,000psig(13.79MPa)の圧力下で、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ことを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約50psig(0.34MPa)～約1,500psig(10.34MPa)の圧力下で、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ことを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約75psig(0.52MPa)～約1,000psig(6.89MPa)の圧力下で、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ことを含む。

10

【0113】

別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約-42～約280の温度下で、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ことを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約0～約150の温度下で、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ことを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約50～約130の温度下で、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ことを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約0psig(0MPa)～約6,000psig(41.37MPa)の圧力下で、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ことを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約50psig(0.34MPa)～約3,000psig(20.68MPa)の圧力下で、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ことを含む。別の一実施形態において、再生ポリプロピレンを精製するための方法は、約75psig(0.52MPa)～約1,000psig(6.89MPa)の圧力下で、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ことを含む。

20

30

【0114】

III 試験方法

本明細書に記述される試験方法は、ポリマーを精製するための様々な方法の有効性を測定するのに使用される。具体的には、記述されている方法は、色及び透光性／透明度の改善（すなわち、再生ポリプロピレンの色及び不透明度を、無色の非再生品ポリマーのものに近づけること）、元素汚染の低減又は排除（すなわち、重金属の除去）、非可燃性汚染（すなわち、無機充填剤）の低減又は排除、揮発性化合物（特に、再生ポリプロピレンの悪臭に寄与する揮発性化合物）の低減又は排除、並びに、ポリマー汚染（すなわち、ポリプロピレンへのポリエチレン汚染）の低減又は排除における、所与の精製方法の有効性を実証する。

40

【0115】

色と不透明度の測定：

ポリマーの色と不透明度／透光性は、ポリマーが、そのポリマーから製造される物品の望ましい視覚的美観を達成できるかどうかを判定する、重要なパラメータである。再生ポリプロピレン、特に消費者使用後由来の再生ポリプロピレンは、残留顔料、充填剤、及び他の汚染に起因して、典型的には色が濃く不透明である。よって、色と不透明度の測定は、ポリマーの精製方法の有効性を判定する重要なパラメータである。

50

【0116】

色の測定の前に、ポリマー粉末又はペレットのいずれかの試料を、型に圧縮して、幅30mm×長さ30mm×厚さ1mmの正方形試験検体とした（角は丸くなっている）。粉末試料は最初に、ステンレススチール製プラテンの間で、清潔な未使用のアルミホイルを接触剥離層として用いて、粉末を冷間圧縮してシート状にすることにより、室温（約20～23℃）で密度を高めた。次いで、冷間圧縮したおよそ0.85gの粉末又はペレットのいずれかを、200℃に予熱したCarver Press Model C（Carver, Inc., Wabash, IN 46992-0554 USA）で、アルミニウム製プラテン、未使用アルミホイル剥離層、及び上述の正方形の試験検体の寸法に対応する空洞を備えたステンレススチール製シムを使用して圧縮し、試験検体とした。試料は、圧力を印加する前に5分間加熱した。次に、5分後に、プレス機で、少なくとも2トン（1.81メトリックトン）の水圧で少なくとも5秒間圧縮してから解放した。次に成形型の積層物を取り出し、2枚の厚く平らな金属製ヒートシンクの間に挟んで冷却した。次にアルミホイル接触剥離層を試料から剥がし、捨てた。少なくとも片側の試料周囲の錆びりを、型の縁部まで剥がしてから、次いで試料を型から押し出した。各試験検体を、空隙/気泡の欠陥がないか視覚的に評価し、色測定領域（最小直径0.7インチ（17.78mm））に欠陥がない試料のみを、色測定に使用した。

10

【0117】

各試料の色は、国際照明委員会（International Commission on Illumination、CIE） L^* 、 a^* 、 b^* の3次元色空間を用いて特徴付けた。次元 L^* は試料の明度の測定値であり、 $L^* = 0$ は最も暗い黒色試料、 $L^* = 100$ は最も明るい白色試料に対応する。次元 a^* は、試料の赤色又は緑色の尺度であり、 a^* が正の値のときは赤色に対応し、 a^* が負の値のときは緑色に対応する。次元 b^* は試料の青色又は黄色の測定値で、 b^* が正の値のときは黄色に対応し、 b^* が負の値のときは青色に対応する。幅30mm×長さ30mm×厚さ1mmの正方形の試験検体試料それぞれの L^* a^* b^* 値を、Hunter LabモデルLabScan XE分光光度計（Hunter Associates Laboratory, Inc., Reston, VA 20190-5280, USA）で測定した。分光光度計は、標準光源としてD65を、観測角度10°、視野面積直径1.75インチ（44.45mm）、及びポート直径0.7インチ（17.78mm）で構成した。

20

30

【0118】

各試料の不透明度は、試料をどれだけの光が通過するかを測定したものであり（すなわち、試料の透光性の測定値）、これは上述のHunter Lab分光光度計で、コントラスト比不透明度モードを用いて決定された。各試料の不透明度を決定するために、2つの測定を行った。1つは、白色裏材で裏打ちされたサンプルの明度値 $Y_{\text{白色背景}}$ を測定するためのものであり、もう1つは、黒色裏材で裏打ちされたサンプルの明度値 $Y_{\text{黒色背景}}$ を測定するためのものである。次いで、以下の式3を使用して、明度値から不透明度を計算した。

【0119】

【数3】

式3

40

$$\% \text{不透明度} = \frac{Y_{\text{黒色背景}}}{Y_{\text{白色背景}}} * 100$$

【0120】

元素分析：

再生ポリプロピレンの源の多くが、許容できないほど高濃度の重金属汚染物質を有している。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、食品若しくは薬剤に接触するような用途、又は医療機器用途などの、一部特定の用途における再生ポリプロピレンの使用ができなくなる場合があり得る。よって、重金属の濃度の測定は、ポリマ

50

一の精製方法の有効性を判定する際に重要である。

【0121】

元素分析は、誘導結合プラズマ質量分析 (Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry、ICP-MS) を使用して実施した。約 0.25 g の試料と、4 mL の濃硝酸及び 1 mL の濃フッ化水素酸 (hydrofluoric acid、HF) とを化合させることによって、試料の可用性に応じて $n = 2 \sim n = 6$ で、試験溶液を調製した。試料を、20 分間で 125 まで上昇、10 分間で 250 まで上昇、20 分間 250 を維持からなる Ultrawave マイクロ波試料分解プロトコルを使用して分解した。分解した試料を室温まで冷ました。この分解した試料に、100 ppm の Ge 及び Rh を 0.25 mL、内部標準として加えた後、50 mL まで希釈した。測定の正確さを評価するため、非再生品ポリマーにスパイクを行うことにより、分解前スパイクを調製した。非再生品ポリマースパイク試料は、上述と同じ手順を用いて計り取り、関心のある各単元素標準 (Na、Al、Ca、Ti、Cr、Fe、Ni、Cu、Zn、Cd、及び Pb を含む) の適切な量でスパイクを行った。スパイクは、「低濃度スパイク」及び「高濃度スパイク」の 2 つの異なるレベルで調製した。各スパイクは、3 重複製で調製した。非再生品ポリマーのスパイクに加えて、ピペット作業中にエラーが生じていないことを確認し、かつプロセス全体で回収を追跡するために、ブランクにもスパイクを行った。ブランクにスパイクを行った試料も、2 つの異なる濃度で 3 重複製で調製し、スパイクされた非再生品ポリマー及び試験試料と同じ方法で処理した。Na、Al、Ca、Ti、Cr、Fe、Ni、Cu、Zn、Cd、及び Pb を含む、0.05、0.1、0.5、1、5、10、50、100、及び 500 ppb 溶液を調製して、9 点校正曲線を作成した。校正標準はすべて、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、4 mL の濃硝酸及び 1 mL の濃 HF を加えたものとを、希釈することによって調製された。調製した標準液、試験試料、及びスパイクした試験試料は、Agilent の 8800 ICP-QQQ MS を使用し、メーカーの推奨に従って最適化して、分析した。各検体について観測された m/z 、及び分析に使用したコリジョンセルガスは、次のとおりであった：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。Ge は $< 103 m/z$ の全元素に対する内部標準として使用され、また Rh は $> 103 m/z$ の全元素に対する内部標準として使用された。

【0122】

残留灰分：

再生ポリプロピレンの源の多くが、様々な充填材、例えば炭酸カルシウム、滑石、及びガラス繊維などを含有している。これら充填材は、再生ポリプロピレンの元の用途では有用であるが、再生ポリプロピレンの次の用途にとっては望ましくない可能性があるようにポリマーの物性を変化させる。よって、充填剤の量の測定は、ポリマーの精製方法の有効性を判定する際に重要である。

【0123】

試料中の非可燃性材料 (時に、灰分とも呼ばれる) の量を定めるために、熱重量分析 (thermogravimetric analysis、TGA) が実施された。約 5 ~ 15 mg の試料をプラチナ製試料皿に充填し、TA Instruments モデル Q500 TGA 機器中で、空気雰囲気中 20 / 分の速度で 700 まで加熱した。試料は、700 で 10 分間、等温に保持した。等温保持後、700 で、残留質量パーセンテージを測定した。

【0124】

におい分析：

約 3 g の各試料を 20 mL のガラスバイアル瓶に入れ、試料を室温で少なくとも 30 分間平衡化することによって、臭気官能分析を実施した。平衡化後、各バイアル瓶を開き、

訓練された評価者がヘッドスペースのにおいを嗅いで（バニースニフ（bunny sniff））、におい強度及び描写用（descriptor）プロファイルを決定した。においの強度は、下記の尺度に従って評価された：

- 5 = 非常に強い
- 4 = 強い
- 3 = 中程度
- 2 = 弱い～中程度
- 1 = 弱い
- 0 = 無臭

【0125】

ポリマー汚染分析：

再生ポリプロピレン、特に混合物流源に由来する再生ポリプロピレンの源の多くは、不要なポリマー汚染を含有し得る。いかなる理論にも束縛されるものではないが、ポリマーの汚染、例えばポリプロピレン中のポリエチレン汚染は、不均質相を存在させ、しかも得られる界面を弱いものとするため、ポリマーの物理的特性に影響を及ぼし得る。更に、ポリマーの汚染はまた、ポリマーの不透明度を増加させ、色にも影響を及ぼし得る。よって、ポリマーの汚染の量の測定は、ポリマーの精製方法の有効性を判定する際に重要である。

【0126】

示差走査熱量測定法（DSC）を用いて、準結晶質ポリマー汚染が評価された。ポリプロピレン中のポリエチレン汚染の量を測定するために、Pro-fax 6331ポリプロピレン（LyondellBasell Industries Holdings, B.V.）中に、2、4、6、8、及び10重量%のFormolene（登録商標）HB5502F HDPE（Formosa Plastics Corporation, USA）を含む、5種類のポリプロピレン/ポリエチレンブレンドの組を調製した。各試料およそ5～15mgを、アルミニウム製DSC皿に密封し、下記の方法を用い、TA InstrumentsモデルQ2000 DSCで分析した：

1. 30.00 で平衡化する
2. 20.00 /分の速度で200.00 まで加熱する
3. サイクル0の終点に印を付ける
4. 20.00 /分の速度で30.00 まで加熱する
5. サイクル1の終点に印を付ける
6. 20.00 /分の速度で200.00 まで加熱する
7. サイクル2の終点に印を付ける
8. 20.00 /分の速度で30.00 まで加熱する
9. サイクル3の終点に印を付ける
10. 5.00 /分の速度で200.00 まで加熱する
11. サイクル4の終点に印を付ける

【0127】

5.00 /分のDSCサーモグラムを使用して、既知のHDPE含有量の各試料の、128 付近でのHDPEピークの融解エンタルピーを計算した。融解エンタルピーと既知のHDPE濃度（重量%）とをプロットすることにより、図2に示す線形の校正曲線が得られた。

【0128】

未知のPE含有量を有する試料が、同じ上述のDSC装置及び方法を使用して分析された。上述の校正曲線を使って、PE含有量が計算された。校正曲線を生成するのに使用した具体的なHDPEは、再生ポリプロピレン試料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）汚染とは異なる度合の結晶化度を有する可能性が、非常に高いであろう。結晶化度は、測定されたポリエチレンの融解エンタルピーに独立に影響を及ぼす可能性があり、よって、結果として得られるポリエチレン含有量の計算にも影響を及ぼす可能性がある。しかしながら、本明細書に記述されるDSC試験は、ポリマーを精製する様々

10

20

30

40

50

な方法の有効性を比較するための相対的な指標として用いるためのものであり、ポリマーブレンド中のポリエチレン含有量の厳密な定量化を意図するものではない。上述の方法は、ポリプロピレン中のポリエチレン汚染の測定について記述しているが、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使用した他の準結晶質ポリマーの測定にも適用することができる。更に、核磁気共鳴(nuclear magnetic resonance、NMR)分光法などの別の方法を使用して、試料中の準結晶質ポリマーと非晶質ポリマー両方の汚染の量を測定することもできる。

【0129】

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出願を含めた、本明細書で引用されるすべての文書は、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特許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、参照により組み込まれた文書内の同じ用語の任意の意味又は定義と矛盾する場合、本文書において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。

【0130】

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することなく他の様々な変更及び修正を行うことができる点は当業者には明白であろう。したがって、本特許の範囲内にある、そのような変更及び修正のすべてを添付の特許請求の範囲で扱うものとする。

10

20

30

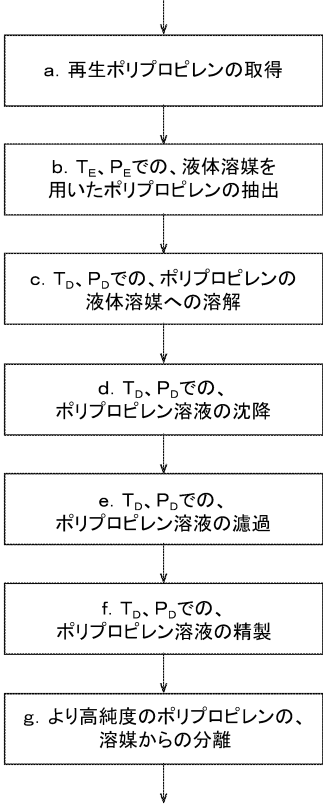
40

50

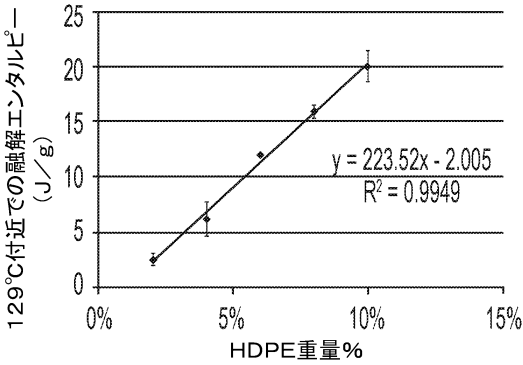
【 図 面 】

【 図 1 】

再生ポリプロピレンの精製方法



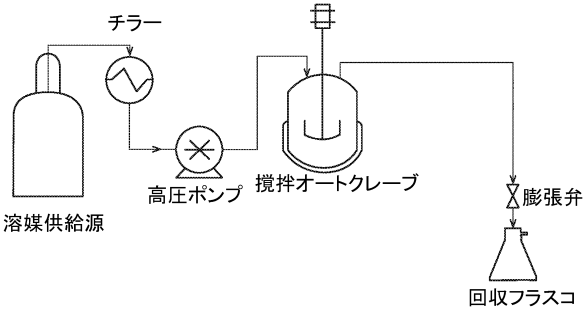
【 図 2 】



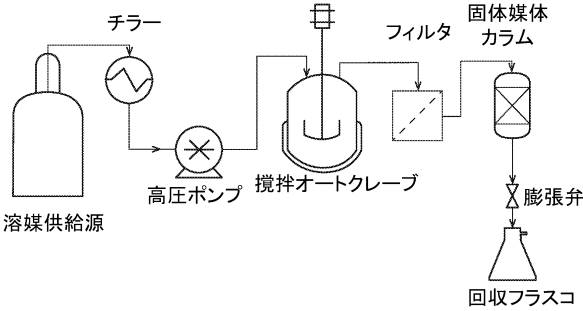
10

20

【 図 3 A 】



【 図 3 B 】



30

40

50

フロントページの続き

- アメリカ合衆国 4 5 2 0 2 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 ディミトリス イオアニス コリアス
アメリカ合衆国 4 5 2 0 2 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 0 1 8 4 3 マサチューセッツ州 ローレンス メリマック ストリート 3 6 0 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 0 1 8 4 3 マサチューセッツ州 ローレンス メリマック ストリート 3 6 0 フ
ェーゼックス内
- 審査官 上坊寺 宏枝
- (56)参考文献 特表 2 0 2 1 - 5 2 6 5 7 6 (J P , A)
欧州特許出願公開第 0 3 1 1 2 4 0 6 (E P , A 1)
米国特許第 0 5 2 3 3 0 2 1 (U S , A)
特表 2 0 0 3 - 5 0 2 4 6 6 (J P , A)
特開 2 0 0 7 - 1 4 6 0 4 5 (J P , A)
国際公開第 2 0 1 7 / 0 0 3 8 0 2 (W O , A 1)
特表 2 0 2 0 - 5 1 1 5 6 1 (J P , A)
特表 2 0 2 0 - 5 1 3 4 5 8 (J P , A)
- (58)調査した分野 (Int.Cl. , D B 名)
C 0 8 J 1 1 / 0 8