

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3736237号
(P3736237)

(45) 発行日 平成18年1月18日(2006.1.18)

(24) 登録日 平成17年11月4日(2005.11.4)

(51) Int. Cl.

C08J 11/08 (2006.01)

F I

C08J 11/08 C E T

請求項の数 5 (全 10 頁)

(21) 出願番号	特願平11-300979	(73) 特許権者	000005821
(22) 出願日	平成11年10月22日(1999.10.22)		松下電器産業株式会社
(65) 公開番号	特開2001-151930(P2001-151930A)		大阪府門真市大字門真1006番地
(43) 公開日	平成13年6月5日(2001.6.5)	(74) 代理人	100097445
審査請求日	平成14年12月9日(2002.12.9)		弁理士 岩橋 文雄
(31) 優先権主張番号	特願平11-262972	(74) 代理人	100109667
(32) 優先日	平成11年9月17日(1999.9.17)		弁理士 内藤 浩樹
(33) 優先権主張国	日本国(JP)	(74) 代理人	100109151
			弁理士 永野 大介
		(72) 発明者	中島 啓造
			大阪府門真市大字門真1006番地 松下
			電器産業株式会社内
		(72) 発明者	川上 哲司
			大阪府門真市大字門真1006番地 松下
			電器産業株式会社内

最終頁に続く

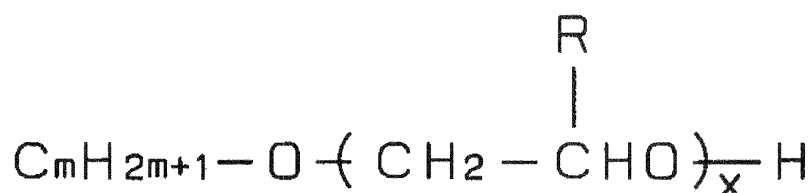
(54) 【発明の名称】 難燃剤を含有する熱可塑性樹脂組成物の処理方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

難燃剤と樹脂を含有する熱可塑性樹脂組成物を、前記熱可塑性樹脂組成物の加熱変形温度以上に保持された(化1)で示される溶剤と接触させ、前記樹脂を軟化、変形させ、前記難燃剤の少なくとも一部を前記溶剤に溶解あるいは分散させる溶解・分散工程を有する難燃剤を含有する熱可塑性樹脂組成物の処理方法。

【化1】



(R は水素またはメチル基、 m は 0 以上で 4 以下の整数、 x は 1 から 3 の整数を表す)

【請求項 2】

前記難燃剤が溶解あるいは分散した溶液を分離する分離工程をさらに備える請求項 1 に記載の難燃剤を含有する熱可塑性樹脂組成物の処理方法。

【請求項 3】

前記難燃剤が分離された熱可塑性樹脂組成物を乾燥する乾燥工程をさらに備える請求項 2 に記載の難燃剤を含有する熱可塑性樹脂組成物の処理方法。

【請求項 4】

前記難燃剤が臭素系難燃剤である請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載の難燃剤を含有する熱可塑性樹脂組成物の処理方法。

10

【請求項 5】

前記熱可塑性樹脂が、スチレン系ポリマーである請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の難燃剤を含有する熱可塑性樹脂組成物の処理方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、例えばテレビ、コンピュータなどのモニターの筐体に用いられている、難燃剤を含む熱可塑性樹脂組成物から、難燃剤と熱可塑性樹脂とを分離するための処理方法に関するものである。

【0002】

20

【従来の技術】

現在、テレビ、コンピュータのモニターやビデオなどの筐体として、スチレン樹脂や ABS (アクリロニトリル - ブタジエン - スチレン) 樹脂、耐衝撃性を向上させたハイインパクトポリスチレン樹脂 (ポリブタジエンとポリスチレンのブレンドなど) などの熱可塑性樹脂が一般的に用いられている。しかし、熱可塑性樹脂は、単体では燃焼性が高いという課題がある。従って火災時の延焼防止の観点から、難燃剤や難燃助剤などの難燃性付与剤を樹脂に配合して難燃化した樹脂組成物が広く使用されている。ハロゲン化難燃剤は各種プラスチック樹脂に対して高い難燃効果を有しており、また価格も安いことから、世界的なレベルで使用されている。

【0003】

30

【発明が解決しようとする課題】

ハロゲン系難燃剤、特に臭素系難燃剤は、スチレン系樹脂を代表とする芳香族系樹脂に対して難燃効果に優れており、これまで家電製品の各種筐体や部品材料に多量に使用されてきた。このためこれら家電製品の廃棄と共に臭素系難燃剤を含む樹脂組成物が大量に廃棄されることになる。

【0004】

一般に樹脂廃棄物の処理方法としては、焼却や埋め立てが中心であり、一部が加熱溶解などで再利用されているに過ぎない。しかしながら、難燃性を含有する樹脂組成物はその付与された高度の難燃性のために焼却が困難であり、処理が困難になってきている。

【0005】

40

また環境問題に関する意識が高まり、ハロゲン化有機物の環境への有害性が指摘され、ハロゲン化有機物の使用は規制されつつある。現在、各使用メーカーはハロゲン系難燃剤から、リン系化合物などのハロゲン化有機物を含まない難燃剤への転換を検討しているが、リン系化合物はハロゲン化有機物と比較して、難燃性の付与程度が弱く、ハロゲン化有機物からの転換は、なかなか進まない現状にある。

【0006】

さらにまた近年は、資源を再利用することが求められており、特にプラスチック材料の再利用は全地球規模の問題となっている。そのため樹脂廃棄物の処理、再利用方法の確立が重要な課題となっている。特に難燃剤を含んだ樹脂組成物の処理、再利用に関してはほとんど取り組みがなされておらず、大きな問題となっていた。

50

【 0 0 0 7 】

本発明は、このような状況を鑑みて提案されたものであって、難燃剤を含有する熱可塑性樹脂組成物において、難燃剤と熱可塑性樹脂とを効率よく分離するための処理方法を提供することを目的とする。

【 0 0 0 8 】

【課題を解決するための手段】

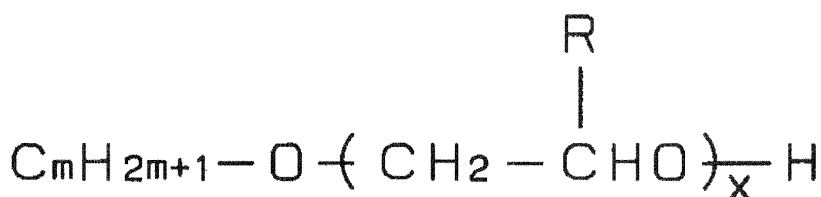
本発明者らは、上記課題に対し鋭意研究を重ねた結果、難燃剤を含有する熱可塑性樹脂組成物を溶剤と接触させることにより、難燃剤成分のみを積極的に溶解あるいは分散させることで難燃剤を樹脂組成物から分離する方法を見だし本発明を完成するに至った。

【 0 0 0 9 】

本発明の難燃材を含有する熱可塑性樹脂組成物の処理方法は、の難燃剤と樹脂を含有する熱可塑性樹脂組成物を、前記熱可塑性樹脂組成物の加熱変形温度以上に保持された（化2）で示される溶剤と接触させ、前記樹脂を軟化、変形させ、前記難燃剤の少なくとも一部を前記溶剤に溶解あるいは分散させる溶解・分散工程を有する。

【 0 0 1 0 】

【化2】



（Rは水素またはメチル基、mは0以上で4以下の整数、xは1から3の整数を表す）

【 0 0 1 1 】

また、前記難燃剤が溶解あるいは分散した溶液を分離する分離工程をさらに備える。

【 0 0 1 2 】

望ましくは、前記難燃剤が分離された熱可塑性樹脂組成物を乾燥する乾燥工程をさらに備える。

【 0 0 1 3 】

また、前記難燃剤が臭素系難燃剤であるのが望ましい。

【 0 0 1 4 】

また、前記熱可塑性樹脂は、スチレン系ポリマーであることが望ましい。

【 0 0 1 6 】

【発明の実施の形態】

本発明は、難燃剤を含有する熱可塑性樹脂組成物を溶剤と接触させ、難燃剤の少なくとも一部を溶解あるいは分散させ、最終的に難燃剤と熱可塑性樹脂とを分離する方法に関するものである。

【 0 0 1 7 】

ここで説明する熱可塑性樹脂組成物とは、熱可塑性樹脂と難燃性を付与させるための難燃剤を少なくとも含み、それ以外に樹脂組成物の用いられる用途に合わせて、難燃助剤、安定剤、着色剤、流動改質剤、離型剤などの添加剤を含むものであり、樹脂と各種添加剤を混合して形成された樹脂組成物を示す。

【 0 0 1 8 】

難燃剤としては、デカブロモジフェニルオキシサイド、オクタブロモジフェニルオキシサイド

、テトラブロモジフェニルオキサイドなどのフェニルオキサイド系難燃剤や、テトラブロモビスフェノールA（TBA）をはじめとするビスフェノールA型の難燃剤、ヘキサブロモシクロデカン、ビストリプロモフェノキシエタン、トリプロモフェノール、エチレンビステトラプロモフタルイミド、TBAポリカーボネートオリゴマー、臭素化ポリスチレン、TBAエポキシオリゴマーなどの臭素系難燃剤や、塩素化パラフィン、パークロロシクロペンタデカン、クロレンド酸などの塩素系難燃剤、燐系難燃剤、窒素化合物を含む難燃剤、無機系難燃剤が知られている。

【0019】

なお熱可塑性樹脂組成物中に含有される難燃剤は単一種類のものでも複数種混合されていても良く、またその含有量がどの程度であってもよい。

10

【0020】

一方、熱可塑性樹脂は、任意のものに適用可能であるが、特にスチレン系ポリマーにおいて有効である。スチレン系ポリマーとしては、ポリスチレン、ポリ- α -メチルスチレン、スチレン-ブタジエン、スチレン-アクリロニトリル、スチレン-ブタジエン-アクリロニトリル、スチレン-無水マレイン酸からなるポリマーなどが挙げられる。

【0021】

上記スチレン系ポリマーは単独で用いても良いし、複数を混合して用いても良い。また他のポリマーとの混合品であっても良い。またスチレン系ポリマーの分子量も任意であるが、3,000~1,000,000程度が好ましい。

【0022】

一般に臭素系難燃剤のうち、ノンデカタイプと呼ばれている化合物群が汎用性溶剤に対して一般に良好な溶解性を示すのに対して、デカブロモジフェニルオキサイド（通称デカプロ）は溶剤に不溶である。本発明によれば、樹脂中の難燃剤の種類や含有量に関わらず、同一の処理法により難燃剤を樹脂と分離することが可能であり、これも本発明の重要な特徴でもある。

20

【0023】

また本発明の難燃剤を溶解あるいは分散させるのに用いた溶剤は、蒸留操作を行うことで、繰り返し使用が可能であり、使用量を抑えることができる。また溶剤除去後に残渣として回収された難燃剤、その他の添加剤は大気中に拡散させることなく、回収することができる。またこれらは初期の樹脂組成物全体の重量と比較すれば非常に小さくなっており、特別な管理下で扱うことができる。

30

【0024】

このように本発明によれば、環境汚染可能性物質の適正処理、回収、リサイクル処理ならびに溶剤使用量の削減化など、環境に配慮した形で処理を行うことができる。

【0025】

以下、本発明の処理方法について詳しく説明する。

【0026】

本発明における、難燃剤を含有する熱可塑性樹脂組成物の処理方法においては、難燃剤を含有する熱可塑性樹脂組成物を溶剤と接触させ、難燃剤の少なくとも一部を溶剤に溶解あるいは分散させる溶解・分散工程を有する。難燃剤を含有する熱可塑性樹脂組成物と溶剤の接触方法としては、それら樹脂組成物を溶剤中に投入し攪拌する方法や、抽出方法などが考えられる。抽出方法を用いる場合は、最初から樹脂組成物と溶剤は分離した状態にあるため、樹脂組成物中から難燃剤を抽出した後に特別の分離操作を必要としない。また溶剤中に溶け出したあるいは分散した難燃剤と溶剤の分離は、溶剤の蒸留操作を行うことによって容易に行うことができ、溶剤は何度も繰り返し溶解・分散工程に用いることができる。さらに抽出方法を用いる場合には、樹脂組成物をあらかじめ粉碎しておき、溶剤との接触面積が大きくなるようにするなどしておくのが良く、さらにある一定以上の温度を加えることで反応を促進するのが好ましい。

40

【0027】

本発明の処理方法が対象とする熱可塑性樹脂組成物は、難燃剤以外に難燃助剤や安定剤、

50

着色剤、流動改質剤、離型剤などの各種添加物が含まれることが多い。それらの添加剤が上記溶解工程で用いた溶剤に対して可溶な場合には同様の方法で処理することができるが、不溶成分が存在する場合には、二番目の工程として、難燃剤や他の添加剤成分が溶解もしくは分散した溶剤を分離する分離工程をさらに設けることが好ましい。難燃剤を含有する熱可塑性樹脂組成物中に含まれていた各種の添加剤が、上記溶解工程において、溶剤に溶解もしくは分散し、熱可塑性樹脂成分から脱離する。熱可塑性樹脂成分を取り出すことで、添加剤成分が取り除かれた熱可塑性樹脂成分を得ることができる。

【0028】

1番目の溶解・分散工程および2番目の分離工程は、操作性を加味すればそれぞれ1回の操作であることが好ましいが、除去率などの点から2回以上行ってもなんら問題はない。

10

【0029】

さらに本発明においては、溶解・分散工程、分離工程を経た熱可塑性樹脂はある程度の溶剤を保持することになり、そのままでは再利用することが難しい。そこで3番目の工程として、難燃剤などの添加剤が分離された熱可塑性樹脂組成物を乾燥する乾燥工程を設けることがさらに好ましい。手法としては、加熱方法や加圧方法、粉碎方法などにより溶剤を除去する方法が考えられる。

【0030】

また難燃剤を積極的に溶剤に溶かし出すためには、溶剤の温度をある一定温度以上に保持する、特に熱可塑性樹脂組成物の加熱変形温度以上に保持することが大切であることを突き止めた。加熱変形温度とは、例えばポリスチレンなどの場合ではガラス転移温度（約90）以上であれば、樹脂の形態がかなり変形することから、ガラス転移温度と考えて差し支えない。一般に難燃剤やその他の添加剤を多く含む樹脂組成物では明確なガラス転移温度が得られない場合があるため、上記表現の様に加熱変形温度と表記した。この温度付近あるいはそれ以上に保持することによって、樹脂の軟化、変形が促進される。この状態では樹脂中に存在していた難燃剤や他の添加物も溶剤中に分散、あるいは溶解が進行する。ある一定時間高温に保持した後冷却することにより、樹脂成分は溶剤に溶けないので再び固化するが、一度溶け出した難燃剤や他の添加剤は樹脂と混ざり合うことなく分離する。

20

【0031】

デカプロやその他の種々の臭素系難燃剤に関する溶解性を別途検討したところ、100から150程度に溶剤の温度を上げることによって、5%程度の濃度であればどの難燃剤も完全に溶解することが確かめられた。一般に難燃剤を含有する熱可塑性樹脂組成物中の難燃剤濃度は10%前後であることから、これら樹脂組成物を溶剤中で10 - 50%程度の濃度で処理するのであれば、難燃剤は充分溶けると考えられる。樹脂組成物に対してより多くの溶剤を用いれば、難燃剤の除去効率が高くなるが、一般にそれらの割合は溶剤の回収効率やコスト、作業性とのかねあいで決定される場合が多い。

30

【0032】

本発明の処理方法における溶解・分散工程で用いる溶剤として必要な条件としては、

1. 難燃剤が比較的容易に溶解あるいは分散すること

2. 樹脂成分が溶けない、あるいは溶けにくいこと

40

である。種々の溶剤の検討を行った結果、グリコールエーテル系の化合物群がこの条件に最適であることを突き止めた。両末端基がメチル基となる、グリコールエーテル系のジアルキル化合物の場合は、樹脂成分も容易に溶けるため、溶解性の良好な難燃剤の処理として用いた場合には難燃剤と樹脂を再度分離する工程が必要となる。

【0033】

またこれら上記の溶剤は、引火点が比較的高いものが多く、作業環境としてはより安全性が高いので好ましいと考えられる。

【0034】

(化1)で示されるグリコールエーテル系化合物は、具体的には、エチレングリコール、ジエチレングリコール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、ジエチレング

50

リコールメチルエーテル、ジエチレングリコールエチルエーテル、ジエチレングリコールプロピルエーテル、ジエチレングリコールブチルエーテル、ジブロピレングリコールメチルエーテル、ジブロピレングリコールエチルエーテル、ジブロピレングリコールプロピルエーテル、ジブロピレングリコールブチルエーテル、トリエチレングリコールメチルエーテル、トリエチレングリコールエチルエーテル、トリエチレングリコールプロピルエーテル、トリエチレングリコールブチルエーテル、トリブロピレングリコールメチルエーテル、トリブロピレングリコールエチルエーテル、トリブロピレングリコールプロピルエーテル、トリブロピレングリコールブチルエーテル、などが挙げられる。

【0035】

さらに、本発明の処理方法における溶解・分散工程で用いる溶剤は、これらグリコールエーテル系化合物を高濃度に含むほど、スチレン系ポリマーに対する非溶解性を高め、かつ難燃剤に対する溶解性を高めることができるので、(化1)で示されるグリコールエーテル系化合物の濃度を出来るだけ高くすることが望ましい。なお、その濃度としては主成分として含まれているのが望ましく、全溶剤の重量の少なくとも50重量パーセント以上であるのが良い。

10

【0036】

本発明の処理方法における溶解・分散工程で用いる溶剤は、溶剤の溶解能力が大きく損なわれない程度に、必要に応じて公知の添加剤の粉体または溶液を添加することができる。例えば、酸化防止剤、抗菌・抗カビ剤、害虫忌避剤、着色剤、発泡剤、界面活性剤あるいは粉体流動性改善剤などが適宜使用される。

20

【0037】

本発明における難燃剤を含有する熱可塑性樹脂組成物の処理方法においては、溶解速度を向上させるために該樹脂組成物を粗破碎による固片状、さらに微粉碎して粉末状にしてもよい。

【0038】

回収された熱可塑性樹脂は、再度成型加工してTVモニターの筐体など、各種熱可塑性樹脂を用いる製品にも再利用できる。なお、着色剤などの成分は再生樹脂に対して大きな影響与えない範囲で混合したままでもよい。

【0039】

【実施例】

30

以下、本発明である難燃剤を含有する熱可塑性樹脂組成物の処理方法について、具体的に示す。

【0040】

(実施例1)

本実施例では被処理用熱可塑性樹脂組成物として、難燃剤成分：テトラプロモビスフェノールA、樹脂成分：ポリスチレンからなる熱可塑性樹脂組成物(樹脂の重量平均分子量35,000)をあらかじめ用意し、この樹脂組成物中に含まれる難燃剤と樹脂の分離を行った。このとき難燃剤は樹脂組成物に対して10重量部含まれるように調整した。

【0041】

まず前記被処理用樹脂組成物を5mm角程度のブロック状に粗破碎し、このうち100gをジブロピレングリコールメチルエーテル中で室温で攪拌を2時間続けた。樹脂組成物は溶剤を含んだためか、少し膨潤した。

40

【0042】

攪拌を終了した後、樹脂組成物の分子量分布測定を行った。処理前に存在していたテトラプロモビスフェノールAのピークは約80%に減少していることが確認された。また抽出処理前後のポリスチレンの重量平均分子量を調べたところ、分子量変化に有為な差はみられなかった。さらに反応に用いたジブロピレングリコールメチルエーテルの溶液についてGC-MS分析したところ、テトラプロモビスフェノールAのピークが存在することがわかった。

【0043】

50

以上のことから、この溶液を用いることによって、樹脂は溶剤に溶け出さないが、室温での攪拌でもある程度難燃剤を除去できることがわかった。

【0044】

(実施例2)

本実施例では被処理用熱可塑性樹脂組成物として、難燃剤成分：テトラブロモビスフェノールA、樹脂成分：ポリスチレンからなる熱可塑性樹脂組成物（樹脂の重量平均分子量35,000、加熱変形温度85）をあらかじめ用意し、この樹脂組成物中に含まれる難燃剤と樹脂の分離を行った。このとき難燃剤は樹脂組成物に対して10重量部含まれるように調整した。

【0045】

まず前記被処理用樹脂組成物を5mm角程度のブロック状に粗破碎し、このうち100gをソックスレー抽出管フィルター上に配置し、溶剤としてジプロピレングリコールメチルエーテル（沸点190）を用い、抽出を行った。

【0046】

抽出作業終了後、反応容器を室温にまで冷却し、ソックスレー抽出管フィルター上の成分の分子量分布測定を行った。処理前に存在していたテトラブロモビスフェノールAのピークが完全に消滅していることが確認された。また抽出処理前後のポリスチレンの重量平均分子量を調べたところ、分子量変化に有為な差はみられず、回収されたポリスチレンは、再度原料として用いることができることがわかった。

【0047】

(実施例3)

本実施例では被処理用熱可塑性樹脂組成物として、リン酸イソプロピルフェニルジフェニルを主成分とする難燃剤を5重量部含んだスチレン樹脂組成物（樹脂の重量平均分子量35,000、加熱変形温度90）を用意し、この樹脂中に含まれる難燃剤と樹脂の分離を行った。

【0048】

まず前記被処理用樹脂組成物を5mm角程度のブロック状に粗破碎し、このうち100gをソックスレー抽出管フィルター上に配置し、溶剤としてジプロピレングリコールn-プロピルエーテル（沸点212）を用い、抽出を行った。

【0049】

抽出作業終了後、反応容器を室温にまで冷却し、ソックスレー抽出管フィルター上の成分の分子量分布測定を行った。処理前に存在していた難燃剤のピークは完全に消滅していることが確認された。また抽出処理前後のポリスチレンの重量平均分子量を調べたところ、分子量変化に有為な差はみられず、回収されたポリスチレンは、再度原料として用いることができることがわかった。

【0050】

(実施例4)

本実施例では被処理用熱可塑性樹脂組成物として、デカブロモジフェニルオキシドを主成分とする難燃剤を10重量部含んだHIPS樹脂組成物（樹脂の重量平均分子量36,000、加熱変形温度77）を用い、この樹脂中に含まれる難燃剤と樹脂の分離を行った。

【0051】

まず、10mm角以下のブロック状に粗破碎した被処理用樹脂組成物100gを攪拌棒付きの容器に入れ、トリプロピレングリコールメチルエーテル（沸点242）を1リットル加え、150での加熱攪拌を2時間続けた。

【0052】

高温状態ではほぼ均一に分散していたが、加熱を終了し室温まで攪拌しながら放冷したところ、かたまり状の成分が沈降した。液成分とかたまり状成分を分離し、それぞれの分子量分布測定を行ったところ、液成分には難燃剤が含まれ、かたまり状成分は難燃剤が分離されたHIPSであることがわかった。また分離されたHIPS樹脂の処理前後での重量

10

20

30

40

50

平均分子量変化を調べたところ、変化に有為な差はみられず、HIPS樹脂の原料として用いることができることを確認した。

【0053】

(実施例5)

本実施例では被処理用熱可塑性樹脂組成物として、テトラブロモビスフェノールAを主成分とする難燃剤を10重量部含んだポリスチレン樹脂組成物(樹脂の重量平均分子量36,000、加熱変形温度76)を用い、この樹脂中に含まれる難燃剤と樹脂の分離を行った。

【0054】

まず、10mm角以下のブロック状に粗破砕した被処理用樹脂組成物200gを撹拌棒付きの容器に入れ、ジブロピレングリコールメチルエーテル(沸点190)を1リットル加え、120での加熱撹拌を2時間続けた。

【0055】

高温状態ではほぼ均一に分散していたが、加熱を終了し室温まで撹拌しながら放冷したところ、かたまり状の成分が沈降した。液成分とかたまり状成分を分離し、それぞれの分子量分布測定を行ったところ、液成分には難燃剤が含まれ、かたまり状成分は難燃剤が分離されたポリスチレンであることがわかった。また分離されたポリスチレン樹脂の処理前後での重量平均分子量変化を調べたところ、変化に有為な差はみられず、ポリスチレン樹脂の原料として用いることができることを確認した。

【0056】

(実施例6)

本実施例では被処理用熱可塑性樹脂組成物として、デカブロモジフェニルオキシドを主成分とする難燃剤を9重量部含んだポリスチレン樹脂組成物(樹脂の重量平均分子量36,000、加熱変形温度77)を用い、この樹脂中に含まれる難燃剤と樹脂の分離を行った。

【0057】

まず、10mm角以下のブロック状に粗破砕した被処理用樹脂組成物100gを撹拌棒付きの容器に入れ、ジブロピレングリコールメチルエーテル(沸点190)を1リットル加え、150での加熱撹拌を2時間続けた。その後撹拌しながら放冷し、樹脂成分と難燃剤成分を分離した。かたまり状となったポリスチレン樹脂成分を脱溶剤ろ過が可能な遠心分離装置に移し、5,000rpmで約30分間脱溶剤乾燥処理を行った。

【0058】

乾燥された樹脂中にはデカブロモジフェニルオキサイドが存在していないことを分子量分布測定によって確認した。また分離、乾燥されたポリスチレン樹脂の処理前後での重量平均分子量変化を調べたところ、変化に有為な差はみられず、ポリスチレン樹脂の原料として用いることができることを確認した。

【0059】

(実施例7)

本実施例では被処理用熱可塑性樹脂組成物として、テレビ用バックカバーに使用されたHIPS樹脂組成物(難燃剤として、デカブロモジフェニルオキサイドが約10重量部含有。その他着色剤、難燃助剤、離型剤などの添加剤も含む)の廃棄材を用意した。

【0060】

まず、10mm角以下のブロック状に粗破砕した被処理用樹脂組成物100gを撹拌棒付きの容器に入れ、トリブロピレングリコールメチルエーテル(沸点242)を1リットル加え、150での加熱撹拌を2時間続けた。その後撹拌しながら放冷し、HIPS樹脂成分と難燃剤成分を分離した。かたまり状となったHIPS樹脂成分を脱溶剤ろ過が可能な遠心分離装置に移し、5,000rpmで約30分間脱溶剤乾燥処理を行った。

【0061】

乾燥された樹脂中にはデカブロモジフェニルオキサイドが存在していないことを分子量分布測定によって確認した。また分離、乾燥されたHIPS樹脂の処理前後での重量平均

10

20

30

40

50

子量変化を調べたところ、変化に有為な差はみられず、HIPS樹脂の原料として用いることができることを確認した。

【0062】

(実施例8)

本実施例では被処理用熱可塑性樹脂組成物として、テトラブロモビスフェノールAを主成分とする難燃剤を10重量部含んだスチレン樹脂組成物(樹脂の重量平均分子量35,000、加熱変形温度90)を用意し、この樹脂中に含まれる難燃剤と樹脂の分離を行った。

【0063】

まず前記被処理用樹脂組成物を5mm角程度のブロック状に粗破碎し、このうち100gをソックスレー抽出管フィルター上に配置し、溶剤としてジエチレングリコール(沸点188)を用い、抽出を行った。

10

【0064】

抽出作業終了後、反応容器を室温にまで冷却し、ソックスレー抽出管フィルター上の成分の分子量分布測定を行った。処理前に存在していた難燃剤のピークは完全に消滅していることが確認された。また抽出処理前後のポリスチレンの重量平均分子量を調べたところ、分子量変化に有為な差はみられず、回収されたポリスチレンは、再度原料として用いることができることがわかった。

【0065】

(実施例9)

本実施例では被処理用熱可塑性樹脂組成物として、デカブロモジフェニルオキシドを主成分とする難燃剤を10重量部含んだHIPS樹脂組成物(樹脂の重量平均分子量36,000、加熱変形温度77)を用い、この樹脂中に含まれる難燃剤と樹脂の分離を行った。

20

【0066】

まず、10mm角以下のブロック状に粗破碎した被処理用樹脂組成物100gを攪拌棒付きの容器に入れ、ジブロピレングリコール(沸点233)を1リットル加え、180での加熱攪拌を2時間続けた後、放冷したところ、かたまり状の成分が沈降した。液成分とかたまり状成分を分離し、それぞれの分子量分布測定を行ったところ、液成分には難燃剤が含まれ、かたまり状成分は難燃剤が分離されたHIPSであることがわかった。また分離されたHIPS樹脂の処理前後での重量平均分子量変化を調べたところ、変化に有為な差はみられず、HIPS樹脂の原料として用いることができることを確認した。

30

【0067】

【発明の効果】

以上のように、本発明の処理方法を用いることにより、今後大量に廃棄され、問題となると思われる、難燃剤入りの熱可塑性樹脂組成物を、もとの難燃剤と熱可塑性樹脂とに容易に分離することが出来る。さらに熱可塑性樹脂を再利用することによって、廃棄物量削減を達成するとともに、再生に用いた溶剤も再使用できるために、昨今必要とされている環境問題解決の一助となるものである。

フロントページの続き

- (72)発明者 上野 貴由
大阪府門真市大字門真 1 0 0 6 番地 松下電器産業株式会社内
- (72)発明者 大西 宏
大阪府門真市大字門真 1 0 0 6 番地 松下電器産業株式会社内

審査官 加藤 幹

- (56)参考文献 特開平 7 - 2 1 4 0 2 8 (J P , A)
特開平 9 - 2 5 3 5 8 (J P , A)
特開昭 5 9 - 1 1 5 8 1 1 (J P , A)

- (58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)
C08J 11/08