

化学分解法による再生PET樹脂に関する資料等の概要

1 はじめに

再生PET（ポリエチレンテレフタレート）樹脂を用いて、清涼飲料、しょう油、酒類等（以下「清涼飲料等」という。）の容器包装を製造、販売することについて、帝人グループ¹が、市町村等から分別回収された使用済みPETボトル²を原材料とし、化学分解法によって得たモノマー（単量体）を使用して、新たに清涼飲料等の容器包装として再商品化するに当たり、厚生労働省から食品安全基本法第24条第3項の規定に基づき、食品健康影響評価が食品安全委員会に依頼されたものである。

2 背景等

(1) 再生PETの利用の概要

国内における状況

PETボトルからリサイクルされた再生PET樹脂の現在の利用用途は、大部分が繊維製品と卵パック等のシート製品であり、食品関係のものとしては、卵パック、果物・野菜トレーが流通しているが、従来のマテリアルリサイクルの手法では微小異物が除けないことなど外観上の問題等より清涼飲料等の容器包装に用いるものはこれまで無かった（資料5：リサイクルPETの飲料ボトル等への利用に係る食品健康影響評価資料³ 1. 開発の経緯 p1）。

¹ 帝人は、容器包装に係る分別収集及び再資源化の促進等に関する法律（以下「容器リサイクル法」という。）に基づき、特定事業者（容器包装を利用して商品を販売する事業者や、容器を製造・輸入する事業者）等から分別基準適合物の再商品化を受託する（財）日本容器包装リサイクル協会とPETの再資源化委託契約を締結している業者（http://www.jcpra.or.jp/tokutei_list/index.html）。

² 収集・回収できるPETボトル（指定PET）の種類は、飲料類（炭酸飲料、果汁飲料、ウーロン茶、日本茶、麦茶、紅茶、コーヒー、スポーツドリンク、ミネラルウォーター、はっ酵乳、乳酸菌飲料及び乳飲料、その他）、酒類（焼酎、本みりん、洋酒、清酒、その他）、しょうゆであり、しょうゆ以外の調味料（たれ・ソースなど）、食用油、非食品（洗剤、シャンプー、化粧品、トイレタリー、医薬品）などは対象外となっている。

³ 以下、「資料5 リサイクルPETの飲料ボトル等への利用に係る食品健康影響評価資料」を「詳細資料」という。

PETボトルの回収率は年々増加しているが、繊維製品やシートなどに再生された製品のほとんどは、使用された後はゴミとして廃棄されており、一度きりのリサイクルである(詳細資料 1.開発の経緯 p 1及び2.外国における状況 p 3の図)。

海外における状況

化学分解法によるPETボトルの再生は、米国で再生品利用の優遇税制下で直接接触の飲料用ボトルの利用例が存在していた。飲料ボトルへの利用は1991年からイーストマンケミカル社、アメリカンヘキスト社がメタノリシス法で分解して得られたジメチルテレフタレート(DMT)およびエチレングリコール(EG)を原料とする再生原料樹脂を供給して、飲料ボトルに使用していた実績がある。但し、現在欧米では、コストの面から化学分解法よりメカニカルリサイクルが主流となっている(詳細資料 2 外国における状況 p 4)。

(2) 海外における再生PETの安全性確保の概要

米国及びドイツにおける制度の概要を示す。

米 国

米国FDAが示しているガイダンス「食品包装に再生プラスチックを使用する際に考慮すべき課題：化学的な考察(1992)⁴(資料5の添付資料4-1 p 23-30)」に基づき、個別の照会に対してオピニオンレターでの回答を行っており、実質的な個別承認を行っている(詳細資料 4.リサイクルプラスチックの食品用途に関するFDAの考え方 p 8)。

なお、帝人はFDAから2001年12月にNOLを取得している(詳細資料 4.リサイクルプラスチックの食品用途に関するFDAの考え方 p 13、添付資料5-1)。

再生PETに関して申請者が提出しなければならない資料と試験データは以下のとおり(詳細資料 4.リサイクルプラスチックの食品用途に関するFDAの考え方 p 8 FDAのHP (<http://www.cfsan.fda.gov/~dms/opa-recy.html>))。

- 1)再生行程の説明書、プラスチックのソース並びにソースコントロールに関する説明書、再生プラスチックが汚染されていないという保証を含む。
- 2)代理汚染物質除去(モデル汚染物質 surrogates)試験などにより、当該再生工程が汚染物質を十分に除去できることを示す資料。
- 3)再生プラスチックの使用条件を提案する説明書

⁴ Points to Consider for the Use of Recycled Plastics in Food Packaging: Chemistry Considerations (FDAのHPから入手可能。<http://www.cfsan.fda.gov/~dms/opa-cg3b.html>)

⁵ 以下、「資料5の添付資料」を「添付資料」という。

このうち、2)の代理汚染物質除去試験における最終製品からの代理汚染物質による暴露の判断基準は、1995年のCFR21 § 170.39 閾値規則 (添付資料4 - 6 p 90) (全食事中の濃度として0.5ppb⁶以下のレベルではリスクを無視できる) を適用しており、これと消費係数等を用いて計算した結果、PET樹脂中では汚染物質の最大許容量は220ppbとされている (詳細資料 4 . リサイクルプラスチックの食品用途に関するFDAの考え方 p 11 - 13)。

ただし、FDAは、現在、化学的な再生工程により製造されたPET樹脂については、食品と直接接触する用途への使用を認め、かつガイドラインに基づく個別審査を必要としないという判断を下している。代理汚染物質試験は行う必要がないという見解を示している (詳細資料 4 . リサイクルプラスチックの食品用途に関するFDAの考え方 p 13、添付資料4 - 7 p 95、FDAのHP (<http://www.cfsan.fda.gov/~dms/opa-recy.html>))。

ドイツ

ドイツでは、1995年、ドイツ連邦保健局により、再生プラスチックに関するガイドラインが示され、その中では、原料管理、代理汚染物質に関する模擬的な汚染物質除去試験、再生製品の管理について規定を定めており、個別の再生工程については第三者による認証で行われている (資料5 化学分解法により再生したポリエチレンテレフタレート (PET) を主成分とする合成樹脂製の容器包装に係る食品健康影響評価について (12月25日付けで食品健康影響評価を依頼した事項) 4 (2))。

3 帝人グループから提出された安全性に関する資料の概要

(1) 帝人グループの化学分解法によるPETの再生工程の概要

帝人グループのリサイクル工程の概要は以下のとおり (詳細資料 1 . 開発の経緯 p 2 - 3、添付資料1 - 1)。

市町村等が回収した使用済みPETボトルを主原料として受け入れ、粉碎および洗浄をしてフレーク (破砕物) とする。

そのフレークは続いて化学分解プロセス (PETをEGで分解してBHET (ビスヒドロキシエチレンテレフタレート) とする反応及びこのBHETをエステル交換反応によりDMTとする反応) および精製プロセスにより精製DMTとする。

DMTはさらに加水分解プロセスにてTPA (テレフタル酸エステル) に変換する。

⁶ FDAガイダンス (1992) は、1995年のCFR21 § 170.39 閾値規則が交付される以前に作成されており、FDAの初期の閾値案 (食事中で1ppb) に基づいている。現在は、CFR21 § 170.39 閾値規則が交付されており、本閾値は0.5ppbに変更されているが、現在のFDAホームページ上の計算例は1ppbのままであり、0.5ppbとして計算した場合、PET樹脂中では汚染物質の最大許容量は220ppb。

得られたTPAは通常のPET樹脂を作る方法と同じ方法でEGと重合反応させ、ボトル用PET樹脂を製造する。

(2) 再生PET樹脂等の品質に関する試験の概要

化学分解法による再生工程で製造されるDMT、TPA及びPET樹脂について、石油を出発原料とするものとの品質比較試験を行っている。

DMTについては、平成15年4月から10月までの7ヶ月間の製造物について、外観、凝固点、酸化、溶融色、硫酸化灰分、鉄分、純度の各項目の、月別測定平均値は、純度が99.99%以上(石油由来99.98%)となる等、すべて石油から出発する場合のDMT規格値(帝人の自社規格)の範囲内であった(詳細資料 3.品質に関する試験成績(1)DMT p5)。

TPAについては、代表的な3ロットを選び、品質管理項目(外観、酸価、灰分、4-カルボニル安息香酸)を測定した結果、すべて石油から出発する場合の規格値(帝人の自社規格)の範囲内であった(詳細資料 3.品質に関する試験成績(2)TPA p5-6)。

再生PET樹脂についても、代表的な3ロットを選び、品質管理項目(固有粘度、ジエチレングリコール含有量、色相、アセトアルデヒド)及び参考項目(COOH末端濃度、オリゴマー類濃度、モノマー類濃度)を測定した結果、すべて石油から出発する場合の規格値(帝人の自社規格)の範囲内であった。特に、分子量の目安となる固有粘度も同等であった(詳細資料 3.品質に関する試験成績(3)PET樹脂 p6-7)。

再生PET樹脂を原料として成型したボトルは、食品衛生法に基づくPETの器具容器包装の規格基準⁷(乳及び乳製品用途の器具容器包装を除く。)に適合しており、現行基準を満たしている(詳細資料 3.品質に関する試験成績(4)規格試験結果 p7、添付資料3-1 p21)。

(3) 代理汚染物質除去試験の概要

代理汚染物質の選択と試験材料の作成

代理汚染物質としては、FDAや国内外の研究報告を参考に、以下に示す8物質を選択し、目標添加量(1000ppm)を設定して添加している(詳細資料 6.代理汚染物質除去試験の成績 p14 a)。

揮発性・極性有機物質 (クロロベンゼン、トリクロロエタン)

⁷ 食品,添加物等の規格基準(昭和34年12月28日厚生省告示第370号)第3 器具及び容器包装

揮発性・無極性有機物質	(トルエン)
不揮発性・極性有機物質	(ベンゾフェノン)
不揮発性・無極性	(フェニルシクロヘキサン)
有機金属化合物	(ステアリン酸亜鉛)

また、官能試験物質として、トリクロロアニソール、モーターオイルの2物質を100ppmで添加している。

回収PETへの汚染は、回収されたPETボトルを粉砕してフレークとしたものを用い、最終量の1/10のスケールでフレークに代理汚染物質を吸着させ、最終的に10倍希釈することで出発材料を作成している(詳細資料 6 . 代理汚染物質除去試験の成績 p14 b)。

汚染フレークの再生処理

汚染フレークは、予定される生産プラントと同一のプロセス、同一の条件でパイロットプラントを用いて、精製DMT、TPA、PET樹脂、PETボトルを試験的に製造し検査材料を作成している(詳細資料 6 . 代理汚染物質除去試験の成績 c p14 - 15)。

各段階での汚染物質の分析結果

汚染フレーク、精製DMT、TPA、PET樹脂、PETボトルの各段階で材質試験を行い、代理汚染物質の材質中濃度を測定している(詳細資料 6 . 代理汚染物質除去試験の成績 表 p15 - 16)。

その結果、出発の汚染フレーク中の代理汚染物質濃度は、目標添加量に達していないものもあったが、DMT製造プラントの中には汚染フレークとともに未吸着の代理汚染物質もすべて投入されている(詳細資料 6 . 代理汚染物質除去試験の成績 表 p15、添付資料6 - 1 p100)。

DMT段階までは不揮発性の極性物質と有機金属化合物がわずかに残存していたが、TPA段階ではすべての代理汚染物質と官能物質について検出限界である0.05ppm(官能試験物質のモーターオイルについては分析精度上検出限界が0.5ppm)以下であった。また、PET樹脂およびPETボトル段階もすべての代理汚染物質が検出限界以下であった(詳細資料 6 . 代理汚染物質除去試験の成績 表 p14 - 15、添付資料6 - 1 ~ 6 - 4)。

総括として、代理汚染物質の工程の除去プロセス、代理汚染物質の化学的性質と具体的な化学物質、それらの具体的な再生PET工程における除去について考察を加えている(詳細資料 6 . 代理汚染物質除去試験の成績 p17 - 18、添付資料

6-7-6-8)。

さらに、PETボトルについては、食品擬似溶媒を使用しての溶出試験も実施している。水性食品の擬似溶媒である水については、85℃でPETボトルに充填し、市販のキャップで密栓して保存している。また、酸性食品の擬似溶媒である4%酢酸は40℃、アルコール性食品の擬似溶媒である20%エタノールは55℃でそれぞれPETボトルに充填し、同様にキャッピングして保存している。保存期間は通常消費されるまでの期間を考慮し90日間までの試験を実施している(詳細資料 6.代理汚染物質除去試験の成績 p16)。

その結果、すべての食品擬似溶媒において検出限界である0.5ppb(官能試験物質のモーターオイルについては分析精度上検出限界が50ppb)以下であった(添付資料6-5)。

(4) 再生PETに関する安全性試験結果の概要

復帰突然変異試験の概要(詳細資料 7安全性に関する試験(1)変異原性試験 p18-19)

リサイクル品および石油由来品各々の樹脂から成形したPETボトルを50%(V/V)エタノール水溶液で加熱抽出した抽出液をサンプルとして、ネズミチフス菌株TA100, TA1535, TA98 および TA1537 ならびに大腸菌株WP2uvrA/pKM101の5菌株を用いる復帰突然変異試験を行った。

試験はS9mix存在下および非存在下でプレインキュベーション法により実施した。陰性対照物質には50%エタノールを、陽性対照物質にはアジ化ナトリウム等4種類の化学物質を用いた。

その結果、S9mixの有無にかかわらず、いずれの菌株においても被験物質処理群における復帰変異コロニー数は、リサイクル品および石油由来品のいずれにおいても陰性(溶媒)対照値の2倍未満であった。本試験の陰性(溶媒)対照値および陽性対照値は分析機関の適正範囲内であり、陽性対照により誘発された復帰変異コロニー数は、S9mix非存在下および存在下のいずれの試験菌株においても陰性対照値の2倍を超えて増加し、明らかな陽性結果を示し、本試験の妥当性が確認された。

結果、リサイクル品および石油由来のPETボトルは、本試験条件下において変異原性を有さないと結論された(添付資料7-1)。

内分泌攪乱性試験(Yeast oestrogenic activity screening)の概要

酵母の一種であるsaccharomyces cerevisiaeを遺伝的に操作し、ヒトのエストロゲンレセプターと同様の遺伝子配列を持つように変化させ、化合物のエストロゲン活性の有無についてこの酵母の色の変化を調べることによりスクリーニングした。サンプルは変異原性試験と同様の方法で作成したものを

用いた（詳細資料 7 安全性に関する試験（2）内分泌攪乱性試験 p19）。

その結果、陽性対照物質である 17- β -oestradiol とビスフェノールAは高いレベルでエストロゲン活性を示したが、リサイクル品、石油由来品ともエストロゲン活性を示す証拠は示さなかった（添付資料7-2）。

4 化学分解法による再生PETの評価の留意点について

今回意見要請のあった「化学分解法により再生したポリエチレンテレフタレート（PET）を主成分とする合成樹脂製の容器包装」の評価を行う上での留意点の一例は以下のとおり。

- （1）再生PETの原材料のソース及びソースコントロールに関しては、適切なものであるのか。
- （2）化学分解法による再生PET樹脂は石油由来のPET樹脂と品質的に同等の品質であると判断されるものか。
- （3）利用済みPET原料が想定し得るいかなる有害な化学物質に汚染されている場合にも、この有害物質は除去される工程と判断してよいのか。
- （4）特に、判断の根拠となる代理汚染物質除去試験の化学物質の選択は適当であるか。
- （5）再生PET樹脂の変異原性試験及び内分泌攪乱性試験の結果は、どう評価するのか。