

器具・容器包装専門調査会における審議状況について

1. 審議状況

厚生労働省から食品安全委員会に意見を求められた「化学分解法(ビス-2-ヒドロキシエチルテレフタレート(BHET)に分解して再重合する方法)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(平成16年4月13日付 厚生労働省発食安第0413001号)については、平成16年5月31日に開催された第3回器具・容器包装専門調査会(座長:山添 康)において、審議結果(案)がとりまとめられた。

また、審議結果(案)については、幅広く国民に意見・情報を募った後に、食品安全委員会に報告することとなった。

2. 化学分解法(ビス-2-ヒドロキシエチルテレフタレート(BHET)に分解して再重合する方法)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関する審議結果についての御意見・情報の募集について

第3回器具・容器包装専門調査会における審議結果(案)を食品安全委員会ホームページ等に公開し、意見・情報を募集する。

1) 募集期間

平成16年6月10日(木)開催の食品安全委員会(第48回会合)終了後から平成16年7月7日(水)迄。

2) 受付体制

電子メール(ホームページ上)、ファックス及び郵送

3) 意見・情報提供等への対応

いただいた意見・情報等を取りまとめ、器具・容器包装専門調査会の座長の指示のもと、必要に応じて専門調査会を開催し、審議結果を取りまとめ、食品安全委員会に報告する。

化学分解法（ビス-2-ヒドロキシエチルテレフタレート(BHET) に分解して再重合する方法）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（案）

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、又は酒類（以下「清涼飲料等」という。）を充填するための容器包装を製造、販売することについて、申請者が、分別回収された使用済み PET ボトル等を原料とし、化学分解法（グリコリシス法）により得たモノマーを使用して、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. PET リサイクル技術について

現在、PET ボトルのリサイクル方法は、PET ボトルを異物除去、粉碎・洗浄してフレーク状、ペレット状としたものを再生 PET 樹脂とするマテリアルリサイクルと、PET ボトルを化学的に分解して PET 原料の化学物質に戻し、再び縮合重合したものを再生 PET 樹脂とするケミカルリサイクルがある。

マテリアルリサイクルでの清涼飲料等用 PET ボトルの再生は、異物の除去方法が主に洗浄・分離によるもので、ごく微小な異物が残ってしまい、また安全性に対する保証が十分でなかったことから、清涼飲料等用ボトルへの利用はほとんどみられなかった。そこで、清涼飲料等用ボトルに利用するため、直接接触する内面に新しい樹脂を使用し、マテリアルリサイクル樹脂を中間層とするマルチレイヤー法、上記フレークを、さらに熱・真空・清浄ガスで十分に洗浄してボトル用の樹脂とする スーパークリーン法が開発されている^{1), 2)}。

一方、ケミカルリサイクルは、異物除去、粉碎・洗浄してフレーク状とした PET 樹脂を化学分解工程により、一度、原料のモノマーとした後、再び PET 樹脂とするものであり、石油から製造されたバージン樹脂と同等の品質を有する PET 樹脂を得ることが可能とされている³⁾。化学分解法としてメタノリシス法、グリコリシス法及び、ヒドロリシス法等が開発されている。

上記技術の多くが、米国FDAから食品接触容器用途として許容できるとのオピニオンレター(No Objection Letter ; NOL)を取得している⁴⁾。(2003 年 8 月までの実績 ; 83 件、うち化学分解法に関するものは 16 件である)

また、我が国では、帝人グループが化学分解法（グリコリシス、メタノリシス及びヒドロリシス）により再生した PET を主成分とする合成樹脂製の容器包装を清涼飲料等用ボトルに利用することについて、食品健康影響評価を行ったところである。

3. アイエス法ケミカルリサイクルについて

3-1. アイエス法ケミカルリサイクルの概要

本製造方法は、市町村及び事業者らが回収した PET ボトルをフレーク状に切断後、エチレングリコールを用いて化学分解しモノマーであるビス-2-ヒドロキシエチルテレフタレート(BHET)を製造し、この BHET を蒸留精製の後、熔融重合・固相重合を経て PET 樹脂に再生するモノマーリサイクル法である⁵⁾。

本製造方法の特徴は、① PET 製造時に添加した触媒、金属、及び回収 PET の処理に用いた触媒等をイオン交換樹脂にて除去することにより、蒸留時のオリゴマー生成を抑制することができること、② 分子蒸留による BHET の高純度化が可能となっていること、③ 活性炭による色素成分の吸着除去を行うことで着色ボトルも透明ボトルと同様に扱うことが可能となっていることである⁶⁾。

本製造方法は、FDA が示しているガイダンスに基づいた個別承認システムにおいて、2001 年 9 月に NOL #70 を取得している⁷⁾。

4. アイエス法ケミカルリサイクルにおける再生工程について

4-1 原料のソースコントロールの概要⁸⁾

①分別収集過程での品質管理体制

本件の再生 PET 樹脂の原材料は、市町村及び事業者が回収した分別基準適合物（「容器包装に係る分別収集及び再商品化の促進等に関する法律」（以下「容器包装リサイクル法」という）に基づき、環境省令⁹⁾に定める基準に適合する物）で、清涼飲料等に用いられた指定 PET ボトルに限定されている。

使用が予定されている回収 PET の品質は、市町村回収分については、平成 14 年度では PET ボトル分別収集品の品質調査結果¹⁰⁾に基づき、回収量約 170,000 トンのその約 70%が A ランク評価（外観汚れが殆どない等）となっている。一方、事業系回収分については、32,000 トンが回収されているとの報告¹¹⁾があるが、これらの多くは、消費後すぐに破棄されたものであり、キャップがついたままの状態と考えられる。このため、上記ランク評価を行った場合は、汚染度としては低い、その多くが B、D ランクに評価されると判断されるものである。

②アイエスでの回収 PET の品質管理体制^{12), 13)}

不十分な回収 PET が搬入されることを想定したうえで、以下の工程を実施し原材料の品質管理を行っている。

- 1) 混入異種品分別工程：目視及び機械選別により、指定 PET ボトル以外のボトル、金属、アルミ等を除去する。
- 2) 異種プラスチック等除去工程：湿式粉碎してフレーク状にした PET 中の固形異物等を水による比重分離で除去する。
- 3) フレーク洗浄工程：フレーク表面の残存付着物を水により洗浄する。

4-2 高純度 BHET を製造するための化学分解（グリコリシス）工程の概要^{13), 14)}

①化学分解（グリコリシス）工程

フレーク状 PET を解重合し、高純度 BHET を製造するまでに、以下の工程を実施している。

括弧内に当該工程で除去されと考えられる汚染物質を記した。

- 1) P E T 解 重 合 工 程：フレーク状 PET に多量の EG と触媒を加え、200℃以上で加熱
(揮発性物質除去)
- 2) 残存異種プラスチック除去工程：EG との比重の違いで他種ポリマーを浮遊、金属等は沈降させる
(EG 難溶不揮発性物質・残存異種ポリマー等除去)
- 3) 着 色 物 除 去 工 程：上記 EG 溶液を活性炭塔に通液
(顔料・染料除去)
- 4) 金属イオン除去工程：イオン交換樹脂塔に通液
(触媒、金属イオン除去)
- 5) EG/BHET の固液分離・晶析精製工程：過冷却により BHET を析出させ、EG と分離。再精製を実施
(EG 溶解不揮発性物質除去)
- 6) B H E T 濃 縮 工 程：EG を蒸発留去
- 7) BHET 精製工程（分子蒸留工程）：200℃以上、高真空条件下にて分子蒸留
(残留汚染物質の除去)

②工程管理¹⁵⁾

一定基準以上の BHET を再生 PET の原料として供給するための工程管理として、解重合して得られた精製 BHET の構成成分、純度で管理するとし、精製 BHET の定性、定量分析を HPLC などにより実施するとしている。

自社基準として BHET の他、モノヒドロキシエチルテレフタレート (MHET)、ジエチレングリコール (DEG) エステル、BHET 2 量体、ビス-2-ヒドロキシエチルイソフタレート (BHEI) を構成成分として設定し、BHET の純度 (%) を 95% 以上としている。その他、融点、色相等の自社基準を設定し、この自社基準に適合しない、又は HPLC チャート上で未知物質を検出した場合は、清涼飲料用等の PET 樹脂原料とせず、他の用途（繊維、シート等）の原料とすることとしている。

4-3 重合工程の概要

①重合工程（既存技術）

高純度 BHET を高真空下、270℃以上の条件で溶融重合し、次いで、窒素気流下、200℃以上で固相重合を行い、PET 樹脂を製造する。

②工程管理¹⁶⁾

最終製品（PET 樹脂）の工程管理は、PET 樹脂中のモノマー、オリゴマー等を HPLC にて分析することで実施している。分析の結果、PET 樹脂の HPLC 基本パターンにはない未確認ピークを検出した場合は、樹脂の出荷を一旦保留し、食品以外の PET 樹脂として処理することとしている。

5. アイエス法ケミカルリサイクルにおける再生工程の安全性確認について

5-1 再生工程における代理汚染物質除去能力の確認試験¹⁷⁾

解重合前のフレーク状 PET に、米国 FDA ガイダンス¹⁸⁾、ドイツ BfR ガイドライン¹⁹⁾を参考に選択した代理汚染物質（揮発性・極性物質；クロロベンゼン、トリクロロエタン、揮発性・無極性；トルエン、不揮発性・極性；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、ステアリン酸メチル*）、官能試験物質（トリクロロアニソール、モーターオイル）の目標添加量をそれぞれ 1000ppm、100ppm と定めて添加し、各工程後での汚染物質濃度を測定している。

その結果、濃縮工程で得られた BHET では、不揮発性・極性物質（ベンゾフェノン）と揮発性・

無極性物質(トルエン)がわずかに残存していたが、分子蒸留工程により得られた高純度 BHET ではベンゾフェノンを除く全ての代理汚染物質が検出限界未満(<0.1ppm)となり、残存していたベンゾフェノンも溶融重合工程を経て検出限界以下となっていることが確認されている。製造された溶融重合樹脂、固相重合樹脂及び成形ボトルにおいては、全ての代理汚染物質は検出限界未満(<0.1ppm)である。

＊ EU では、ステアリン酸メチルを有機金属化合物の代替物質として考えている。

5-2 溶出試験による汚染物質の確認²⁰⁾

本製造工程で得られた PET ボトルについて、食品擬似溶媒を用いて代理汚染物質の溶出試験を実施している。試験液としては、本 PET ボトルの対象食品である清涼飲料等(水性食品、酸性食品、及びアルコール性食品)を想定し、水(85℃充填)、4%酢酸(40℃充填)、及び 20%エタノール(55℃充填)を用い、保存条件については、保存温度 40℃、保存期間 90 日と設定している。

その結果、全ての食品擬似溶媒において、溶液中汚染物質濃度は検出限界未満(<0.5ppb)であることが確認されている。

6. アイエス法ケミカルリサイクルで製造した PET 樹脂について

6-1 アイエス法ケミカルリサイクルで製造した PET 樹脂について

アイエス法ケミカルリサイクルで得られた高純度 BHET を原材料として重合した PET 樹脂の品質特性、及び本 PET 樹脂から成形した PET ボトルの規格試験結果は以下のとおりである。

①リサイクル PET 樹脂の品質特性比較

アイエス法ケミカルリサイクルで得られた高純度 BHET を原材料として重合した PET 樹脂(実証機試作品 3 ロット)と石油由来 PET 樹脂の実測値の比較を、固有粘度、ジエチレングリコール含量、アセトアルデヒド、COOH 末端濃度、色相等の基本物性について、実施している。その結果、

原料の違い、反応条件の違いにより、COOH 末端濃度に差異が生じているものの、固有粘度、ジエチレングリコール生成量、アセトアルデヒド生成量等は石油由来 PET 樹脂のものと近似している²¹⁾。更に、反応条件等を調整した量産機試作の PET 樹脂は、石油由来 PET 樹脂と同等の品質特性を付与することができることが示唆されている²²⁾。

②リサイクル PET 樹脂と石油由来 PET 樹脂との HFIP^{*}/クロロホルム混液可溶化成分の比較²³⁾

本工程で製造されたりサイクル PET 樹脂及び石油由来 PET 樹脂のモノマー、オリゴマー成分を HPLC 分析にて実施し、その HPLC チャートを比較した結果、リサイクル PET 樹脂及び石油由来 PET 樹脂間でピーク的一致が見られている。

*HFIP：1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオロ-2-プロパノール

③食品衛生法等に基づく PET の器具・容器包装の規格基準²⁴⁾への適合性

再生 PET 樹脂を原料として成形した PET 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²⁵⁾に適合しており、現行基準を満たしている。

また、米国 FDA の 21CFR § 177.1630²⁶⁾に記載されているポリエチレンフタレート類の規格（品質規格、製造するためのモノマーの種類）にも適合している。

6-2 アイエス法ケミカルリサイクルで製造した PET の毒性評価

毒性評価はポリオレフィン等衛生協議会の「ポジティブリスト作成基準 2002 年 2 月版」²⁷⁾を参考に、毒性試験を選択し実施している。本工程で製造された PET 又はそのクロロホルム可溶化成分について、急性毒性試験、変異原性試験（復帰突然変異試験、染色体異常試験）を実施した結果、投与による影響は認められていない。

①ラットにおける急性経口毒性試験²⁸⁾

SD ラットを用いた強制経口投与(PET 粉末；2000 mg/kg 体重) 試験においては、被検物質の投与による影響は認められていない。LD₅₀ 値は 2000 mg/kg 体重以上と推定される。

②変異原性試験^{29), 30)}

PET 抽出物について実施された、細菌を用いた復帰突然変異試験、チャイニーズハムスターの肺線維芽細胞(CHL/IU 細胞) を用いた染色体異常試験の結果は以下のとおりである。

試験	対象	投与量	結果
復帰突然変異試験 ²⁹⁾ (±S9mix)	<i>S.typhimurium</i> TA100, TA1535, TA98, TA1537 <i>E.coli</i> WP2 <i>uvrA</i>	0—5000 µg/plate (78.1 µg/plate 以上で 沈殿が認められた。)	陰性
染色体異常試験 ³⁰⁾ (±S9mix)	CHL/IU 細胞	0—5000 µg/ml (全ての用量で被験物質 の析出が認められた。)	陰性

±S9mix：代謝活性系存在下及び非存在下

7. その他

今回提出された資料は主に実証プラント（300 kg / 日）で実施された結果であるが、量産プラント（27,000 トン/年）において製造された BHET の純度、構成成分及び PET 樹脂の品質特性についてもデータが示されており、実証プラントで設定した工程管理、品質管理を実施することで、高純度 BHET の確保、最終 PET 樹脂の品質保証が可能であることが示唆されている³¹⁾。

8. まとめ

現在の石油から製造される PET 樹脂の安全性が確保されていることを前提とした上で、提出された資料について検討した結果は以下のとおりである。

(1) 再生 PET の原材料について

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、容器包装リサイクル法の枠組みに基づき、分別収集された食品用途の指定PETを原料としており、化学分解工程に至るまでに、異物除去、洗浄等の処理工程により原材料の品質管理が実施されている。

(2) 再生工程について

化学分解工程については、混入の可能性のある汚染物質を除去できることを代理汚染物質除去試験で検証しており、また、高純度 BHET を使用して製造した再生 PET の材質試験において、代理汚染物質は検出限界未満 ($<0.1\text{ppm}$) にまで除去されている。また、清涼飲料等を想定したボトル充填液中への代理汚染物質の溶出量は検出限界未満 ($<0.5\text{ ppb}$) である。当該工程は FDA の NOL を取得しており、材質試験等の結果は、米国 FDA ガイダンス、ドイツ BfR ガイドラインの安全性判断基準、21CFR170.39³²⁾ の閾値規制を満たすものである。

(3) 再生 PET 樹脂等の品質について

再生工程で製造される BHET は、分子蒸留工程により高純度化されたものが使用されており、これを原料として製造された PET 樹脂は、副生成物等を含め、石油由来 PET 樹脂と同等の品質検査上の成績を示している。且つ、最終 PET 樹脂を用いた成形品は、現行の食品衛生法上の器具・容器包装の規格基準を満たすものである。

(4) その他の安全性に関する試験について

再生 PET 樹脂を用いた急性経口毒性試験、クロロホルム溶出物を用いた復帰突然変異試験、染色体異常試験が実施されているが、投与による影響は認められていない。

9. 食品健康影響評価について

現在の石油から製造される PET 樹脂の安全性が確保されていることを前提とした上で、米国、ドイツ等の安全性の判断基準を基に、提出された資料により安全性の評価をした結果、安全性が懸念される結果は認められなかった。

よって、今回意見要請のあった「化学分解法（ビス-2-ヒドロキシエチルテレフタレート (BHET) に分解して再重合する方法）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」については、現在、製造されている石油由来 PET と同じ用途内において、食品に直接接触する容器として使用することは可能であると判断した。

参照

- 1) PET ボトルリサイクル推進協議会 PET ボトルリサイクル年次報告書(2002 年度版)
- 2) WRAP (2002) Plastic bottle recycling in the UK
- 3) PET ボトルリサイクルの現状と展望, 高橋正夫著, (株)東レリサーチセンター, 1997 年発行
- 4) FDA (2003) Recycled Plastics in Food Packaging.
- 5) 提出資料, p.7, 5-2 アイエス法ケミカルリサイクルの概要
- 6) 提出資料, p.11, 5-3-3 処理工程の特徴
- 7) 提出資料, p.20, 7-3-2 FDA のNo Objection Letter 取得
- 8) 提出資料, p.6, 5-1-1 リサイクル対象のPET ボトル
- 9) 容器包装廃棄物の分別収集に関する省令(平成7年12月14日厚生省令第61号)
- 10) 財団法人日本容器包装リサイクル協会 平成14年度 PET ボトル分別収集品の品質調査結果
- 11) PET ボトルリサイクル推進協議会 PET ボトルリサイクル年次報告書(2003 年度版)
- 12) 提出資料, p.7, 5-1-2, リサイクル対象PET ボトルの受け入れ態勢
- 13) 提出資料, p.8, 5-3 アイエス法ケミカルリサイクルの工程別処理フロー詳細
- 14) 提出資料, p.33, 参考資料-1; アイエス法によるペットボトル循環型ケミカルリサイクルのプロセス
- 15) 提出資料, p.21, 8 製品の工程管理
- 16) 提出資料, p.24, 8-3 最終製品 (PET 樹脂) の工程管理
- 17) 提出資料, p.15, 7-3-1, 代理汚染物質添加による工程別除去率(カクテルテスト) 試験
- 18) FDA (1992) Points to Consider for the Use of Recycled Plastics in Food Packaging : Chemistry Considerations.
- 19) BfR [旧 BgVV] Use of mechanically recycled plastic made from polyethylene terephthalate (PET) for the manufacture of articles coming into contact with food.
- 20) 提出資料, p.19, 7-3-1-3, 工程別分析結果 (4) 内容物への溶出試験
- 21) 提出資料, p.26, 8-3 (3) リサイクルPET 樹脂の実証試験データ
- 22) 提出資料, p.27, 8-3 (4)-1) (株)ペットリバーズの量産PET 樹脂品質特性
- 23) 提出資料, p.24, 8-3 (1) リサイクルPET 樹脂と TPA と EG から重合した石油由来 PET 樹脂との比較
- 24) 提出資料, p.12, 6-3 アイエス法ケミカルリサイクルPET 樹脂の厚生省告示370号試験結果
- 25) 食品衛生法. 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)
- 26) Code of Federal Regulations, Title 21, Volume 3, PART 177, Subpart B, Sec. 177.1630 Polyethylene phthalate Polymers.
- 27) 提出資料, (添付資料-2)ポリオレフィン等衛生協議会(2002) ポジティブリスト作成基準[毒性試験抜粋]
- 28) 添付資料4, アイエス法ケミカルリサイクルPET 樹脂のラットにおける急性経口投与毒性試験
- 29) 添付資料6, アイエス法ケミカルリサイクルPET 樹脂のクロロホルム溶出物の細菌を用いる復帰突然変異試験
- 30) 添付資料5, アイエス法ケミカルリサイクルPET 樹脂のクロロホルム溶出物の哺乳類培養細胞を用いる染色体異常試験
- 31) 提出資料, p.23, 27, (株)ペットリバーズの量産機の品質データ、量産PET 樹脂品質特性
- 32) Code of Federal Regulations, Title 21, Volume 3, PART 170, Sec. 170.39 Threshold of regulation for substances used in food-contact article.

参考：帝人グループ、(株)アイエスの化学分解法における製法の違い

