

# フッ素樹脂の再生利用を目指して

## 研究の動機

地域との連携をとり、化学に関して私達にもできることはないかと思い、地域の科学に関する企業を探し株式会社ニチアスさんと協力することになった

## 株式会社ニチアスについて

熊本ニチアスではフッ素樹脂の切削、溶接などの技術を活かした加工品を主に製造している  
特に半導体製造に欠かせないフッ素樹脂製品を主に製造している



## 研究の目的

株式会社ニチアスがフッ素樹脂を使った半導体に関わる装置を作る中で、使えなくなったフッ素樹脂の再利用方法を探していることを知った

再利用方法が見つからない

埋め立て

資源がもったいない

\* 蛍石(フッ化カルシウム)は限られた地域でしか得られない!!

更に調べていくとフッ素樹脂の原料である蛍石(フッ化カルシウム)は限られた地域でしか採掘できず、蛍石が枯渇することで半導体製造に大きな影響を与えてしまうことがわかった

この再利用方法の発見と蛍石の枯渇問題の解決をするために柳原教授の論文を参考に実験室でも扱え安全にフッ素樹脂からフッ化カルシウムを取り出す研究を行った。柳原教授が行っているPTFEの分解とは別のフッ素樹脂であるPFAで今回新たに実験を重ね、環境に配慮したフッ素樹脂の再生利用を実現させたいと思った。

## 柳原教授について

1979年 宇都宮大学大学院修士課程修了

1985年 Univ.Autonomia de Guadalajara大学院にて博士課程修了後、同大学化学科助教授、Univ.of Arizona 博士研究員に就任

1990年 帝京大学理工学部所属

～バイオサイエンス学科助教授を経て～

2008年 帝京大学教授に就任

## フッ素樹脂について

### PTFE

PTFE(ポリテトラフルオロエチレン)とは、フッ素樹脂の1種であり耐熱性、潤滑性が非常に優れているので、薬液容器、配管、ポンプ、などに使われている

PTFEの構造式

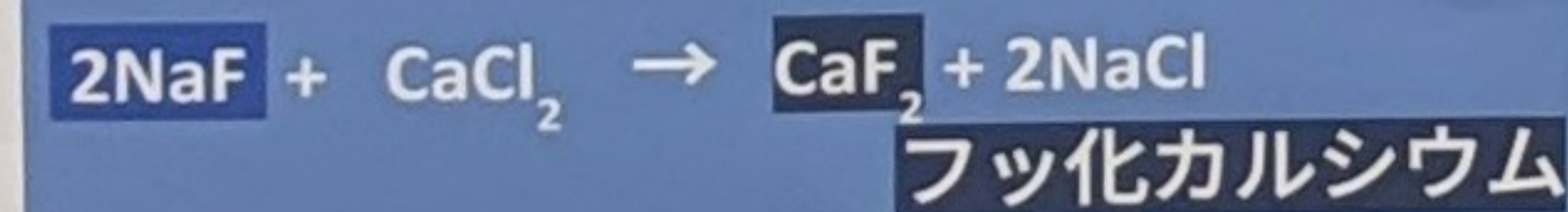
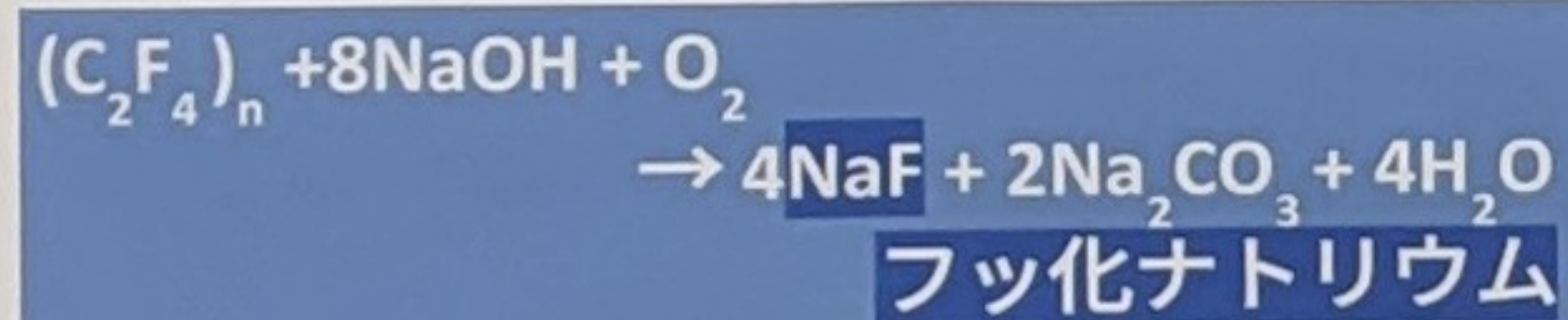
### PFA

PFA(ペルフルオロアルコキシアルカン)とは、複雑な形状に熔融成形できる特性を持っており、半導体において重要な役割を果たしている

株式会社ニチアスではこのPFAが使われている

PFAの構造式

## PTFEの反応原理



PTFEに水酸化ナトリウムと酸素を高温で反応させることでフッ化ナトリウムを作り、そのフッ化ナトリウムに塩化カルシウムを加えてフッ化カルシウムを得るという方法です。この方法で安全にフッ素樹脂を分解することができます

## 実験手順

① フッ素樹脂とNaOHをるつぽに入れ、電気炉を用いて高温で一定時間温める。



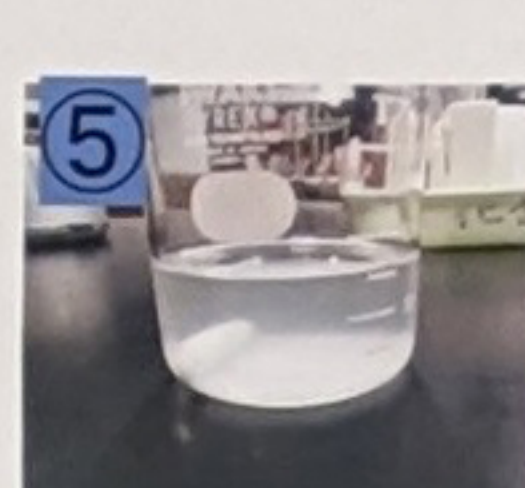
② 反応後物質を取り出して室温まで冷ます。



③ るつぽを純水で満たして、超音波洗浄を用いて物質を溶解する。



④ るつぽの中身をピーカーに移しスターラーバーをいれて、pH指示薬でpHを測定しながら濃硝酸と希硝酸を用いてpHを6に下げる。



⑤ CaCl2水溶液を加えて沈殿させる

⑥ ガラスフィルターを用いてろ過をして得た物質を乾燥させる。

⑦ ①～⑥の作業を電気炉1時間、3時間、5時間それぞれの場合で比較する(PFAの場合は、①の作業は分解温度が不明→電気炉は400℃ 450℃、500℃ に設定し、1時間、3時間、5時間、それぞれの場合で比較した。)



⑧ 回収物を乾燥機で完全に乾燥させ質量を量り、熊本ニチアス株式会社に分析の操作を依頼した

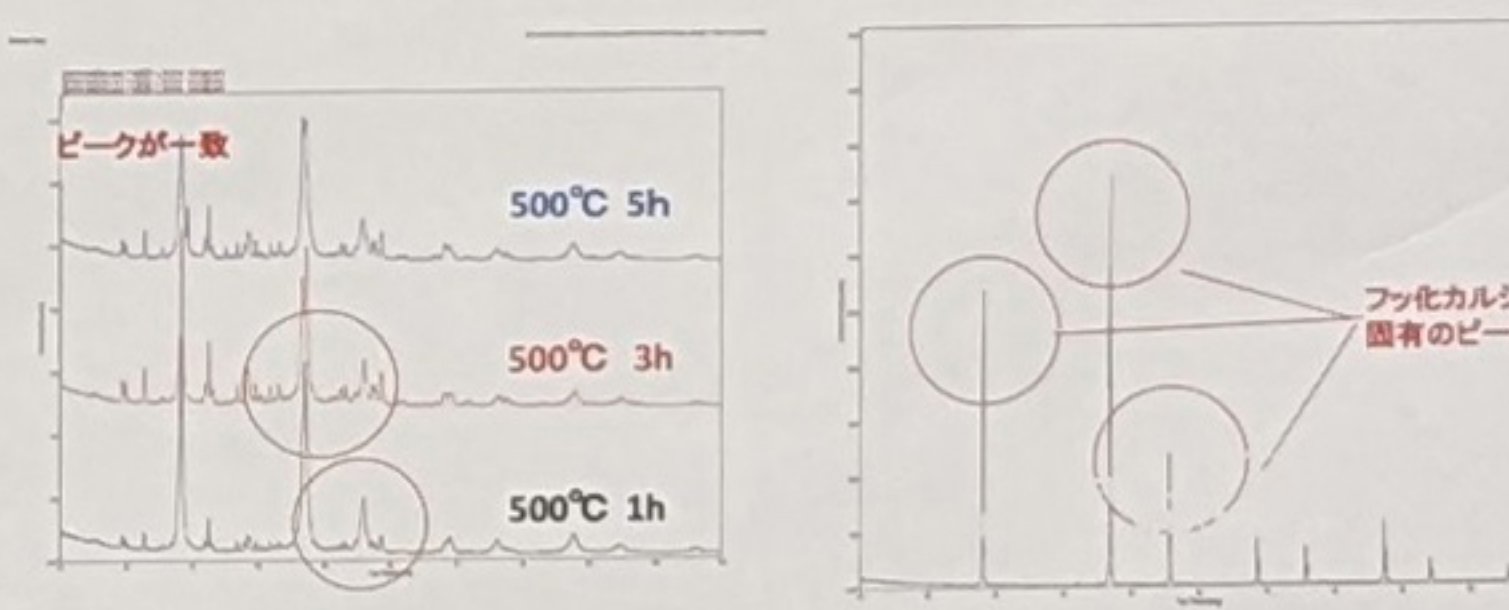
## 実験結果・考察

| サンプル   | 温度(℃) | 時間(h) | 検出物質             | 備考                |
|--------|-------|-------|------------------|-------------------|
| ② PFA  | 400   | 1     | CaF <sub>2</sub> | 電気炉に以前の物質が混入していたか |
| ③ PFA  | 450   | 1     | 非晶質              | ガラスフィルターの可能性がある   |
| ④ PFA  | 500   | 1     | CaF <sub>2</sub> |                   |
| ⑤ PFA  | 500   | 3     | CaF <sub>2</sub> |                   |
| ⑥ PFA  | 500   | 5     | CaF <sub>2</sub> |                   |
| ⑦ PFA  | 500   | 3     | CaF <sub>2</sub> |                   |
| ⑧ PFA  | 500   | 5     | CaF <sub>2</sub> |                   |
| ⑨ PFA  | 450   | 3     | CaF <sub>2</sub> |                   |
| ⑩ PFA  | 450   | 5     | CaF <sub>2</sub> |                   |
| ⑪ PFA  | 400   | 3     | CaF <sub>2</sub> |                   |
| ⑫ PFA  | 400   | 5     | CaF <sub>2</sub> |                   |
| ⑬ PTFE | 500   | 3     | CaF <sub>2</sub> |                   |
| ⑭ PTFE | 500   | 5     | CaF <sub>2</sub> |                   |

・③以外のすべての試料からCaF<sub>2</sub>が検出された。

・③の試料は非晶質であった。

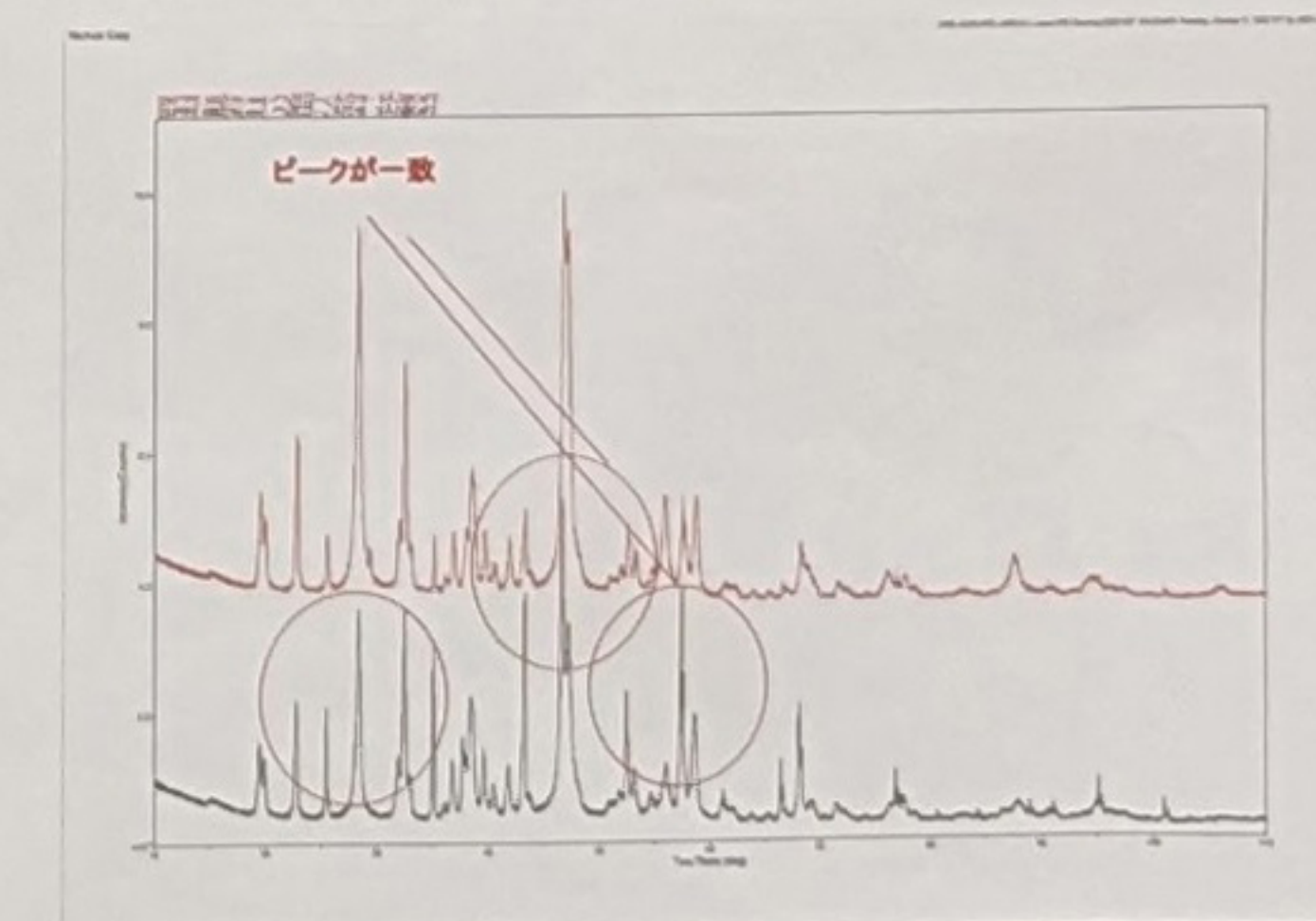
・③以外のすべての試料からNa<sub>3</sub>AlF<sub>6</sub>が検出された。



PFA500℃1時間、3時間、5時間の結果 フッ化カルシウムのピークサンプル

・回折強度はPFA500℃、1時間のものが純度1番高いことが分かった。  
・PFAでもフッ化カルシウムを得る事ができた

⇒時間がながければ長いほどフッ化カルシウムが多く含まれており、ピークの形より、PFA450℃3時間、5時間500℃1時間のものはフッ化カルシウムの結晶性が他のものより高いと考えた。



・PTFEは500℃3時間のほうが500℃1時間よりも回折強度が高くピークの形が鋭いことが分かった。

また、分析結果より、PFA450℃1時間のものはガラスフィルターの目が荒かったことが原因で非晶物が検出され、PFA400℃1時間の硫酸バリウムは電気炉に以前の実験のものがのこっていたと考えた。

## 今後の展望

最適温度、最適時間を探す。  
違う種類のフッ素樹脂からフッ化カルシウムを取り出す。  
コストを軽減した実験方法を探す。

## 参考文献

- ・Mineralization of poly(tetrafluoroethylene) and other fluoropolymers using molten sodium hydroxide†
- ・テフロン™実用ハンドブック 三井・ケマースフロプロダクツ株式会社
- ・ダイキン フッ素樹脂ハンドブック ダイキン工業株式会社