



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0041831

(51)^{2020.01} C08J 11/24; C08L 67/02

(13) B

(21) 1-2021-01719

(22) 04/09/2019

(86) PCT/EP2019/073598 04/09/2019

(87) WO/2020/053051 19/03/2020

(30) 10 2018 122 210.6 12/09/2018 DE

(45) 25/11/2024 440

(43) 26/07/2021 400

(73) RITTEC UMWELTECHNIK GMBH (DE)

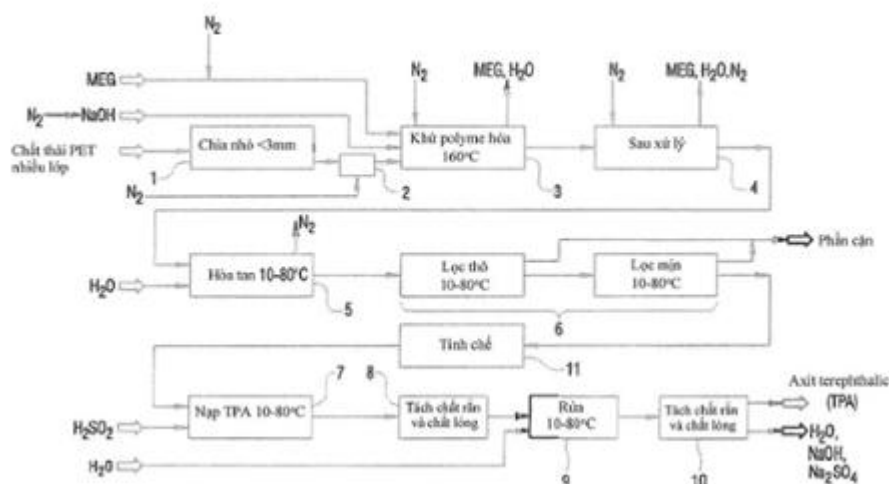
Feldstrasse 29, Lüneburg, 21335, Germany

(72) Carsten EICHERT (DE); Esther BREPOHL (DE); Stephan SCHOLL (DE); Lars BIERMANN (DE).

(74) Văn phòng Luật sư Ân Nam (ANNAM IP & LAW)

(54) PHƯƠNG PHÁP TÁI XỬ LÝ SẢN PHẨM THẢI VÀ THIẾT BỊ ĐỂ THỰC HIỆN PHƯƠNG PHÁP TÁI XỬ LÝ NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp và thiết bị để tái xử lý sản phẩm thải chứa về cơ bản là polyalkylen terephthalat, cụ thể là polyetylen terephthalat và/hoặc polybutylen terephthalat, trong quy trình liên tục bằng cách khử polyme hóa, hydroxit kiềm và/hoặc hydroxit kiềm thổ tốt hơn là dạng rắn, cụ thể là natri hydroxit, được bổ sung vào sản phẩm thải để tạo ra hỗn hợp phản ứng, thích hợp cho hệ nhiều lớp tái chế và nguyên liệu có màu gần như hoàn toàn theo cách hóa học thành nguyên liệu ban đầu ở lưu lượng cao và chất lượng cao, để có thể tạo ra sản phẩm polyalkylen terephthalat mới từ sản phẩm tái chế mà không giới hạn ở đó, và đề xuất rằng alkylen glycol được bổ sung thêm vào hỗn hợp phản ứng làm chất phản ứng, trong đó alkylen glycol là alkylen glycol được tạo ra dưới dạng sản phẩm của sự khử polyme hóa dự kiến, cụ thể là MEG, và trong đó không có thành phần phản ứng khác được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp tái xử lý sản phẩm thải có chứa về cơ bản là polyalkylen terephtalat, cụ thể là polyalkylen terephtalat và/hoặc polyalkylen terephtalat, trong quy trình liên tục bằng cách khử polyme hóa, trong đó hydroxit kiềm và/hoặc hydroxit kiềm thổ tốt hơn là dạng rắn, cụ thể là natri hydroxit, được bổ sung vào sản phẩm thải để tạo ra hỗn hợp phản ứng.

Sáng chế còn đề cập đến thiết bị để thực hiện phương pháp này.

Cuối cùng, sáng chế còn đề cập đến việc sử dụng thiết bị này để thực hiện phương pháp này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề cập cụ thể đến phương pháp liên tục để tái chế sản phẩm thải có chứa polyalkylen terephtalat, sản phẩm thải được điều chế một cách thích hợp bằng hydroxit kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ và được trộn và được gia nhiệt trong máy ép đùn hoặc thiết bị phản ứng nhào trộn.

Ưu điểm chính của phương pháp theo sáng chế là phương pháp này cho phép xử lý liên tục sản phẩm thải có chứa polyalkylen terephtalat và polyalkylen terephtalat nhiều lớp. Việc tái xử lý liên tục giúp cho có thể thu hồi liên tục dòng nguyên liệu tái chế có chứa terephtalat kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ, và tách và sản xuất alkylen glycol được ra và sử dụng. Sau đó dòng nguyên liệu tái chế có chứa terephtalat kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ có thể được hòa tan trong dung môi thích hợp, chẳng hạn như nước, sau đó được tinh chế, và tùy ý được chuyển hóa thành axit terephtalic (TPA) hoặc este của axit terephtalat.

Các phương pháp khác nhau đã được biết đến để tạo ra TPA hoặc sản phẩm trung gian của TPA từ polyalkylen terephtalat và cụ thể là từ polyetylen terephtalat (PET) ở dạng sản phẩm thải. Tuy nhiên, các phương pháp này không xử lý sản phẩm thải PET có nhiều lớp và không có lợi về mặt hiệu quả hoặc về mặt kinh tế. Các phương pháp này được thể hiện vắn tắt dưới đây.

Phương pháp thu lấy TPA từ sản phẩm thải PET bằng amoni hydroxit chứa

nước được mô tả trong bằng độc quyền sáng chế Mỹ 4542239. Cả áp suất cao và nhiệt độ cao đều cần thiết để thực hiện phương pháp này. Các yêu cầu an toàn mở rộng cũng phải được đáp ứng khi sử dụng amoni hydroxit.

Các bằng độc quyền sáng chế Mỹ 3120561 và 4578502 bộc lộ sự khử polyme hóa của PET với sự có mặt của nước hoặc metanol bằng cách thủy phân. Do đó, nhiệt độ cao và áp suất cao cũng cần thiết trong nhiều giờ để tiếp đó thu lấy TPA bằng cách làm nguội.

Trong bằng độc quyền sáng chế Mỹ 4355175, sự thủy phân của sản phẩm thải PET diễn ra bằng axit sulfuric loãng. Sau đó, dung dịch này được xử lý bằng dung dịch kiềm để có thể tách tạp chất kết tủa ra bằng cách lọc. TPA được thu lấy bằng cách bổ sung axit sulfuric.

Bằng độc quyền sáng chế Mỹ 3952053 mô tả phương pháp xử lý sản phẩm thải của sự sản xuất polyeste. Do đó, axit sulfuric được bổ sung trước tiên, để sau đó có thể loại bỏ thuốc nhuộm và chất phụ gia. Natri hydroxit được bổ sung vào sản phẩm trung gian đã tinh chế này để TPA được kết tủa. Hàm lượng monoetylen glycol (MEG) được thu hồi bằng cách chưng cất.

Trong bằng độc quyền sáng chế Đức 69714614, dung dịch kiềm yếu chứa nước được sử dụng ở nhiệt độ cao và áp suất cao để khử polyme hóa PET. Đối với dung dịch kiềm, các chất phản ứng từ các nhóm bicacbonat của amoniac và kim loại kiềm, amoni carbamat, và ure được sử dụng. Cacbon dioxit đã giải phóng được tái chế.

Trong bằng độc quyền sáng chế Đức 69522479, việc khử polyme hóa diễn ra bằng dung môi (chẳng hạn như nước) và chất làm ướt với sự có mặt của hydroxit kim loại kiềm hoặc kiềm thổ ở nhiệt độ cao và áp suất cao. Sau khi lọc terephthalat kim loại kiềm hoặc kiềm thổ đã hòa tan và kết tủa TPA bằng axit, phương pháp kết tinh được thực hiện để làm lớn hạt TPA.

Trong bằng độc quyền sáng chế Mỹ 5395858, các sản phẩm thải PET và sản phẩm thải PET có chứa bạc (phim chụp ảnh và X quang) được khử polyme trong dung dịch natri hydroxit. Sự bay hơi sau đó của dung môi để dinatri terephthalat ở lại để hòa tan trong nước và chuyển hóa thành TPA bằng axit.

Bằng độc quyền sáng chế Mỹ 3544622 mô tả sự xà phòng hóa của PET bằng

natri hydroxit và etylen glycol ở áp suất khí quyển và ít nhất là 150°C. Sự khử polyme hóa này diễn ra theo mẻ trong bình khuấy trong khi làm bay hơi đồng thời etylen glycol. Dinatri terephthalat cũng được chuyển hóa thành TPA bằng axit.

Trong bằng độc quyền sáng chế Mỹ 6720448 B2, PET được chuyển hóa ở nhiệt độ cao mà không có nước, ví dụ như trong etylen glycol, bằng muối, muối này có tính axit yếu hơn so với TPA. Các bazơ khác nhau và các hỗn hợp của chúng được sử dụng bằng cách đó. Sản phẩm trung gian được hòa tan tiếp trong nước và lọc, và TPA được thu lấy bằng cách bổ sung axit mạnh.

Sáng chế Mỹ 2017/0152203 A1 mô tả sự khử polyme hóa PET ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20 đến 60°C trong hỗn hợp của diclometan và metanol. Ngoài ra, việc sử dụng các dung môi khác nữa được bộc lộ để thu hồi tiếp TPA và etylen glycol. Sự trương nở của polyme, ví dụ như bằng dung môi không phân cực, cũng được mô tả. Sự khử polyme hóa được thực hiện theo mẻ, từng phần trong nhiều giờ.

Bằng độc quyền sáng chế Đức 69316545 T2 mô tả phương pháp để khử polyme hóa PET không được phủ bằng hydroxit kim loại kiềm hoặc kiềm thổ trong máy ép đùn nhào trộn. Không có dung môi được bổ sung bằng cách đó. Sau đó, hỗn hợp được gia nhiệt trong máy ép đùn nhào trộn và được làm nóng chảy ít nhất một phần. Do đó, terephthalat kim loại kiềm hoặc kiềm thổ đã thu được được hòa tan tiếp trong nước và lọc để thu được TPA bằng cách sử dụng axit sulfuric.

Trong tài liệu “Theo Dõi Trực Tuyến Khối Lượng Phân Tử Bằng Cách Sử Dụng Quang Phổ Học NIR Trong Quy Trình Ép Đùn Phản Ứng (“On-Line Monitoring of Molecular Weight Using NIR Spectroscopy in Reactive Extrusion Process”), Bergmann và cộng sự mô tả sự thủy phân glucoza của PET trong máy ép đùn ở nhiệt độ 320°C. Etylen glycol bằng cách đó được sử dụng để khử polyme hóa PET. Tuy nhiên, không thu được TPA.

Đối với các phương pháp được mô tả ở trên, sự chuyển hóa của PET chủ yếu xảy ra ở nhiệt độ cao và áp suất cao. Điều này có bất lợi ở chỗ cần lượng lớn thiết bị và năng lượng và do đó hiệu quả chi phí của phương pháp bị giảm đi. Hầu hết các phương pháp được mô tả cũng chỉ được thực hiện theo mẻ. Do nhiệt độ cao và áp suất cao, chi phí gia nhiệt và tạo áp suất để xử lý theo mẻ được đề xuất trong tình trạng kỹ thuật trước gây bất lợi đáng kể.

Cụ thể là, việc tái chế các nguyên liệu hỗn hợp có nhiều lớp dựa trên polyme thể hiện các thách thức xử lý rất lớn do sự liên kết nguyên liệu của các nguyên liệu khác nhau với polyalkylen terephthalat. Các hệ thống composit này được sử dụng cụ thể dưới dạng bao gói nhiều lớp trong ngành công nghiệp sản xuất thực phẩm để tạo ra bao gói ổn định về mặt cơ học và tạo ra chức năng bảo vệ cần thiết cho sản phẩm thực phẩm được bao gói. Để đáp ứng các yêu cầu này của việc bao gói, bao gói lớp kép hoặc nhiều lớp được sử dụng. Bao gói này gồm nhiều lớp polyme hoặc nguyên liệu và/hoặc lớp phủ vô cơ khác nhau, mỗi lớp thường có ít nhất một chức năng. Ví dụ như, copolyme etylen-vinyl axetat được sử dụng làm hàng rào oxy trong bao gói sản phẩm thực phẩm. Cấu tạo của hệ thống bao gói nhiều lớp được mô tả trong các bản mô tả sáng chế US9475251B2, US6610392B1, và EP1036813A1. Ví dụ, một bao gói sản phẩm thực phẩm phổ biến gồm có vỏ PET được phủ bằng lớp mỏng của polyetylen (PE) hoặc polyamit (PA). Bao gói này và bao gói nhiều lớp khác đặc trưng ở sự liên kết nguyên liệu lâu dài của các polyme hoặc nguyên liệu khác nhau. Theo tình trạng kỹ thuật hiện nay, nguyên liệu nhiều lớp khó hoặc gần như không thể tái chế. Sáng chế W02003104315A1 mô tả phương pháp tách hệ nhiều lớp, trong đó không xảy ra sự khử polyme hóa, hòa tan, hoặc oxy hóa của nguyên liệu được áp dụng. Tuy nhiên, phương pháp này sử dụng dung môi không thân thiện với môi trường và không được thực hiện theo phương thức tiết kiệm chi phí, theo như các tác giả đã biết. Bằng phương pháp được mô tả trong sáng chế W02003070376A1, khuôn mẫu dẻo được phủ gồm có khuôn mẫu PET, lớp hàng rào gồm có rượu polyvinyl, và lớp phủ có thể được phân tách bằng cách sử dụng nước. Các lớp hàng rào và trung gian gồm có rượu polyvinyl được hòa tan ở đây và nhờ đó khuôn mẫu có thể được tách ra khỏi lớp phủ. Phương pháp này do đó bị giới hạn theo cách bất lợi ở các hệ ba lớp rất riêng.

Do khó khăn trong việc tách các lớp khác nhau ra khỏi nhau, theo tình trạng hiện nay trong lĩnh vực, hệ nhiều lớp hoặc nguyên liệu nhiều lớp này chỉ có thể được tái xử lý hoặc phân hủy bằng nhiệt ở bãi rác sau khi sử dụng. Trong cả việc tái xử lý nhiệt và việc chôn lấp sản phẩm thải ở bãi rác, nguyên liệu bị mất đi khỏi chu trình nguyên liệu. Tổng quan về các kiểu bao gói khác nhau dùng trong ngành công nghiệp sản xuất thực phẩm được nêu bởi tài liệu Kaiser và cộng sự “Recycling of polymer-based multilayer packaging: a review” in Recycling 2018.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Xem xét tình trạng được mô tả ở đây, mục đích của sáng chế là bộc lộ phương pháp, thiết bị, và việc sử dụng của kiểu được chỉ ra ở trên để tái xử lý sản phẩm thải có chứa về cơ bản là polyalkylen terephthalat, cụ thể là polyetylen terephthalat và/hoặc polybutylen terephthalat, trong quy trình liên tục bằng cách khử polyme hóa, thích hợp cho hệ nhiều lớp tái chế và nguyên liệu có màu gần như hoàn toàn theo cách hóa học thành nguyên liệu ban đầu ở mức chất lượng cao và ở lưu lượng cao, để có thể tạo ra sản phẩm polyalkylen terephthalat mới từ sản phẩm tái chế mà không giới hạn.

Mục đích này đạt được theo sáng chế bằng cách kết hợp các dấu hiệu kỹ thuật của các điểm yêu cầu bảo hộ độc lập.

Cụ thể là mục đích này liên quan đến phương pháp đạt được bằng phương pháp thuộc kiểu được chỉ ra ở trên, trong đó alkylen glycol được bổ sung thêm vào hỗn hợp phản ứng làm chất phản ứng, alkylen glycol là alkylen glycol được tạo ra dưới dạng sản phẩm của sự khử polyme hóa dự kiến, cụ thể là MEG, và không có thành phần phản ứng khác được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng. Đã phát hiện ra trong ngữ cảnh của sáng chế rằng việc bổ sung làm chất phản ứng alkylen glycol phát sinh từ sự khử polyme hóa tiếp đó cho phép việc xử lý được tối ưu hóa về tỉ lệ tái chế và chất lượng tái chế.

Cụ thể là theo sáng chế, ví dụ, khi tái xử lý sản phẩm thải PET, MEG được bổ sung ngoài natri hydroxit.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Hình vẽ đơn lẻ trong bộ hình vẽ thể hiện, chi tiết là:

Fig. 1: Sơ đồ khối để minh họa các bước phương pháp của phương án của phương pháp theo sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Theo phương án có lợi khác của phương pháp theo sáng chế, sản phẩm thải tốt hơn là được nghiền nhỏ đến kích thước không lớn hơn 3mm trước khi tạo ra hỗn hợp phản ứng. Bằng biện pháp này, đã đạt được điều này khi tạo ra hỗn hợp phản ứng, tức là, trước khi thực hiện sự khử polyme hóa thực sự, mà sản phẩm thải, cụ thể là hệ nhiều lớp, được nghiền và được phá vỡ cơ học để tạo ra diện tích bề mặt có thể có lớn

nhất cho phản ứng xà phòng hóa. Sự nghiền nhỏ cơ học làm hư hại các liên kết nguyên liệu giữa các lớp khác nhau và bản thân các lớp, nhờ đó theo sáng chế phản ứng có thể diễn ra trên tất cả các phía hoặc các phía khác nhau của sản phẩm thải, cụ thể là PET.

Theo phương án được ưu tiên của phương pháp theo sáng chế, alkylen glycol được bổ sung ở tốc độ dòng chất được chọn sao cho tỉ lệ tốc độ dòng chất của sản phẩm thải với alkylen glycol bằng ít nhất là 3, cụ thể là 3,3. Tỉ lệ này đã được phát hiện trong ngữ cảnh của sáng chế là thích hợp để đạt được tốc độ lưu lượng cao và chất lượng cao của sản phẩm tái chế đã thu được.

Theo phương án có lợi khác của phương pháp theo sáng chế, hydroxit kiềm và/hoặc kiềm thổ được bổ sung ở tốc độ dòng sao cho tỷ lệ theo tỷ lệ lượng của hydroxit kiềm và/hoặc kiềm thổ của polyalkylen terephthalat bằng ít nhất là 2, cụ thể là khoảng 2,4, so với đơn vị lặp cấu thành. Cụ thể, dòng chất natri hydroxit 3,33 kg/h có thể được sử dụng cụ thể để xử lý dòng chất sản phẩm thải có chứa PET 6,66 kg/h.

Theo phương án có lợi khác của phương pháp theo sáng chế, hỗn hợp phản ứng được vận chuyển liên tục qua bình phản ứng để khử polyme hóa. Lưu lượng cao có thể đạt được theo cách có lợi bằng cách vận hành liên tục. Lưu lượng liên tục qua bình phản ứng còn cho phép xử lý hiệu quả về mặt năng lượng, vì bình phản ứng có thể được điều hòa đến nhiệt độ không đổi.

Đặc biệt có lợi trong ngữ cảnh của sáng chế nếu máy ép đùn, cụ thể là máy ép đùn trục vít kép, được sử dụng để vận chuyển, trong đó các trục vít tốt hơn là cùng quay. Việc sử dụng máy ép đùn trục vít kép cùng quay có các thành phần trục vít ăn khớp chặt chẽ đảm bảo theo cách có lợi việc trộn kỹ của hỗn hợp phản ứng, cụ thể là nếu natri hydroxit, ví dụ như ở dạng viên, được sử dụng làm hydroxit kiềm hoặc kiềm thổ. Do đó, ứng suất cơ học cao của nguyên liệu rắn được dự kiến.

Có lợi hơn trong phương án có lợi của phương pháp theo sáng chế nếu sự khử polyme hóa được thực hiện ở nhiệt độ dưới điểm phân hủy của polyalkylen terephthalat và/hoặc dưới điểm sôi của MEG, cụ thể là ở 160°C. So với phương pháp thông thường hoạt động ở nhiệt độ nằm trong khoảng 180°C – 250°C và ở trên điểm sôi của alkylen glycol được tạo ra, tức là, ở nhiệt độ trên 197°C trong trường hợp của sản phẩm thải PET, việc xử lý tiết kiệm năng lượng là khả thi. Vì theo đó chỉ cần áp suất thấp, không cần bình phản ứng thích hợp đối với áp suất cao để thực hiện phương pháp theo sáng

ché. Theo sáng chế, máy ép đùn có thể được sử dụng cụ thể làm bình phản ứng. Ưu điểm chính của máy ép đùn theo sáng chế là việc xử lý liên tục và việc trộn kỹ của sản phẩm.

Trong ngữ cảnh của phương pháp theo sáng chế, có lợi nếu khí trơ, tốt hơn là nitơ, được đưa vào trong bình phản ứng. Để thay cho nitơ, khí hiếm hoặc hỗn hợp của các khí hiếm và/hoặc nitơ có thể được đưa vào trong ngữ cảnh của sáng chế. Biện pháp này ngăn ngừa oxy hoặc hơi ẩm khỏi đi vào trong bình phản ứng, để đảm bảo việc định liều ổn định. Ngoài ra, việc tạo lớp phủ bằng khí trơ theo sáng chế ngăn ngừa theo cách có lợi natri hydroxit hút ẩm nghiêm trọng khỏi bị dính kết và đưa quy trình phản ứng đến sự tạm dừng do bị tắc.

Để đảm bảo tỉ lệ tái chế cao ở lưu lượng cao, theo một phương án của sáng chế, hỗn hợp phản ứng được nhào trộn và/hoặc được trộn và/hoặc được vận chuyển và/hoặc được vận chuyển ngược trong quá trình khử polyme hóa. Cụ thể là theo trình tự thời gian và/hoặc không gian, trình tự của các xử lý nhào trộn, trộn, vận chuyển, và vận chuyển ngược khác nhau được thực hiện để đảm bảo việc trộn đồng nhất của các chất rắn và để nghiền và phá vỡ nguyên liệu PET và hệ nhiều lớp, kết quả là tạo ra diện tích bề mặt có thể có lớn nhất cho phản ứng xà phòng hóa. Ứng suất cơ học làm hư hại các liên kết nguyên liệu giữa các lớp khác nhau và bản thân các lớp, nhờ đó phản ứng có thể diễn ra theo cách có lợi trên các phía khác nhau của PET bằng việc xử lý này. Bằng cách chọn lọc thích hợp trình tự xử lý đối với hỗn hợp phản ứng, thời gian ngâm trung bình mong muốn của sản phẩm thải trong bình phản ứng cũng có thể được đặt, ví dụ như ở 2 phút.

Theo phương án được ưu tiên của phương pháp theo sáng chế, alkylen glycol được loại bỏ khỏi đầu ra phản ứng, tốt hơn là bằng cách làm bay hơi. Cả alkylen glycol được dùng làm chất phản ứng, chẳng hạn như MEG, và alkylen glycol phát sinh có thể thực sự được thu hồi bằng cách ngưng tụ. Điều này cho phép xử lý rất hiệu quả.

Để xử lý thêm đầu ra phản ứng thu được sau khi khử polyme hóa, theo phương án được ưu tiên của phương pháp theo sáng chế, nước có thể được bổ sung vào đầu ra phản ứng để hòa tan các thành phần rắn. Điều này có thể diễn ra trong bình khuấy hoặc trong trục vít trộn. Sự hòa tan của muối TPA thu được bằng cách khử polyme hóa đạt được bằng cách đó. Khi xử lý sản phẩm thải có chứa PET trong khi bổ sung natri

hydroxit, việc bổ sung nước hòa tan dinatri terephthalat phát sinh từ khử polyme hóa.

Theo phương án được ưu tiên khác của phương pháp theo sáng chế, các chất rắn được lọc ra khỏi đầu ra phản ứng. Các chất rắn này cụ thể là phần cặn không tan, chẳng hạn như phần cặn PET, polyetylen, polypropylen, kim loại, các tông, hoặc polystyren.

Theo phương án có lợi khác của phương pháp theo sáng chế, sau đó axit có thể được bổ sung vào đầu ra phản ứng để chuyển hóa ion carboxylat được tạo ra bằng cách khử polyme hóa và có mặt trong đầu ra phản ứng. Để đạt được điều này, theo sáng chế, axit phải mạnh hơn so với TPA được tạo ra. Trong trường hợp này, axit sulfuric ở nồng độ 25% (trọng lượng/trọng lượng) rất thích hợp theo sáng chế.

Mục đích của sáng chế cũng đạt được bằng thiết bị thuộc kiểu được chỉ ra ở trên để thực hiện phương pháp tái xử lý theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 13, có bình phản ứng có chứa phương tiện tải, và có phương tiện cấp liệu hydroxit kiềm và/hoặc kiềm thổ tốt hơn là dạng rắn, và có phương tiện cấp liệu alkylen glycol vào trong bình phản ứng. Vì thiết bị theo sáng chế có chứa bình phản ứng có phương tiện tải, phương pháp có thể được vận hành liên tục.

Nếu bình phản ứng được kiểm soát nhiệt độ theo phương án của sáng chế, thì thời gian ngâm mong muốn trong bình phản ứng gồm có thể là bằng phương tiện tải, đảm bảo tốc độ lưu lượng cao ở mức tái chế cao.

Biện pháp theo sáng chế, nhờ đó phương tiện để nạp liệu alkylen glycol chẳng hạn như MEG được đề xuất, cho phép thực hiện phương pháp theo sáng chế theo cách được chứng minh là rất thích hợp để tái xử lý sản phẩm thải nhiều lớp.

Phương tiện để nạp liệu hydroxit kiềm có thể bao gồm thiết bị đo trọng lượng có băng tải cường bức, ví dụ như để bổ sung natri hydroxit rắn ở dạng viên. Phương tiện để nạp liệu hydroxit cũng có thể được lắp đặt dưới dạng thiết bị đo nguyên liệu rắn. Phương tiện cấp liệu alkylen glycol chẳng hạn như MEG có thể còn chứa bộ đo trọng lượng.

Theo phương án của thiết bị theo sáng chế, bình phản ứng được lắp đặt dưới dạng máy ép đùn, cụ thể là máy ép đùn trục vít kép, tốt hơn là cùng quay. Khi thực hiện phương pháp, việc trộn đồng nhất của các chất rắn có thể nhờ đó được đảm bảo

và nguyên liệu cần được tái xử lý, cụ thể là có hệ nhiều lớp, có thể được nghiền và được phá vỡ cơ học để tạo ra diện tích bề mặt có thể có lớn nhất cho phản ứng xà phòng hóa.

Theo phương án được ưu tiên của thiết bị theo sáng chế, phương tiện tải bao gồm tổ hợp trục vít có ít nhất một thành phần trục vít có tỉ lệ của đường kính ngoài với đường kính trong bằng khoảng 1,7, cụ thể là 1,66. Tỉ lệ này đã được phát hiện trong ngữ cảnh của sáng chế là thích hợp một mặt là về chất lượng của việc tái xử lý, và mặt khác là về lưu lượng.

Đã phát hiện ra thêm rằng có lợi nếu phương án của thiết bị theo sáng chế có tổ hợp trục vít có tỉ lệ của chiều dài với đường kính ngoài bằng khoảng 60. Nhờ đó, thời gian ngâm có thể đặt chỉ bằng 2 phút, tuy nhiên trong thời gian đó đạt được tỉ lệ chuyển hóa rất cao.

Trong sự tinh chỉnh của thiết bị theo sáng chế, phương tiện tải có thể bao gồm cụ thể các thành phần trục vít vận chuyển, nhào trộn, và/hoặc vận chuyển ngược để tải, nhào trộn, hoặc vận chuyển ngược ngắt quãng hỗn hợp phản ứng trong thiết bị phản ứng. Đối với trình tự thích hợp của các thành phần nhào trộn, trộn, vận chuyển, và vận chuyển ngược khác nhau, việc trộn đồng nhất của nguyên liệu rắn được đảm bảo theo sáng chế, và nguyên liệu polyalkylen terephthalat được xử lý và hệ nhiều lớp được nghiền nhỏ và phá vỡ cơ học. Điều này cho phép diện tích bề mặt có thể có lớn nhất cho phản ứng xà phòng hóa. Ứng suất cơ học nhờ đó làm hư hại các liên kết nguyên liệu giữa các lớp khác nhau và bản thân các lớp, nhờ đó phản ứng có thể xảy ra từ tất cả các phía trên polyetylen terephthalat. Bằng cách kết hợp thích hợp các thành phần trục vít, theo sáng chế, thời gian ngâm trung bình của chất thải trong máy ép đùn có thể được đặt chỉ ở khoảng 2 phút, trong đó tỉ lệ chuyển hóa nằm trong khoảng từ 92% đến 97% có thể đạt được để khử polyme hóa trong thời gian phản ứng ngắn như vậy. Trong ngữ cảnh của sáng chế, các thành phần trục vít có thể có chiều dài bằng khoảng từ một đến hai lần đường kính của chúng.

Theo sáng chế, các thành phần trục vít được sử dụng có thể được treo trên trục theo trình tự mong muốn. Do đó các đĩa đệm hoặc các thành phần chuyển tiếp có thể được sử dụng đối với sự thay đổi ở bước răng của các thành phần trục vít. Các thành phần vận chuyển và nhào trộn vận chuyển trung lập có thể nhờ đó được sử dụng để đạt

được ứng suất cơ học có thể có lớn nhất và đảm bảo thời gian ngâm trung bình bằng khoảng 2 phút. Bằng cách sử dụng các thành phần nhào trộn theo sáng chế, năng lượng được đưa theo cách có lợi vào hỗn hợp phản ứng và có thể tăng tốc phản ứng. Các thành phần nhào trộn còn đảm bảo sự phân tán tốt của bazơ vào trong hỗn hợp phản ứng. Việc sử dụng thành phần vận chuyển ngược dẫn đến sự tích tụ của hỗn hợp phản ứng. Khe hẹp giữa các thành phần vận chuyển ngược ép buộc hỗn hợp phản ứng ngâm theo sáng chế đến khi phần cặn sản phẩm thải có thể được ép qua khe giữa các thành phần và thành xy lanh. Nếu một số thành phần trực vít được lắp đặt theo sáng chế làm các thành phần trộn vận chuyển, thì việc trộn rất kỹ đạt được với lực trượt thấp, lực trượt này gây ứng suất cơ học ít nghiêm trọng hơn cho sản phẩm phản ứng so với các thành phần nhào trộn.

Trong sự tinh chỉnh có lợi của thiết bị theo sáng chế, bình phản ứng có phương tiện kiểm soát nhiệt độ trong các đoạn được làm cho thích ứng với các thành phần trực vít. Biện pháp này có lợi là làm cho nó có thể chọn lọc biên dạng nhiệt độ được làm cho thích ứng với quy trình cơ học cụ thể. Để đạt được điều này, mỗi đoạn vỏ riêng lẻ của bình phản ứng theo sáng chế có thể được trang bị với sự gia nhiệt bằng điện và sự làm mát bằng nước được kiểm soát riêng lẻ.

Mục đích của sáng chế cuối cùng đạt được bằng việc sử dụng thiết bị theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 14 đến 19 để thực hiện phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 13.

Sản phẩm thải gồm có polyalkylen terephthalat dưới dạng hệ lớp kép hoặc nhiều lớp có một polyme hoặc nhiều polyme và/hoặc sợi tự nhiên và/hoặc lớp phủ kim loại khác nhau tốt hơn là được sử dụng cho phương pháp theo sáng chế. Sản phẩm thải có chứa polyetylen terephthalat tốt hơn là có chứa lớp gồm có polyetylen terephthalat. Các ví dụ bao gồm chai hoặc bao gói PET có trên thị trường điển hình cho sản phẩm thực phẩm.

Trái ngược với việc xử lý sản phẩm thải polyalkylen terephthalat ở dạng tinh khiết hoặc được trộn với các polyme khác mà không có dung môi theo DE 69316545 T2, bằng phương pháp theo sáng chế có thể xử lý sản phẩm thải polyalkylen terephthalat được phủ và hệ nhiều lớp có chứa polyalkylen terephthalat. Đối với các ứng dụng cụ thể, có lợi trong ngữ cảnh của sáng chế nếu dung môi hoặc hỗn hợp của các

dung môi được bổ sung trong máy ép đùn hoặc trong thiết bị phản ứng nhào trộn. Do đó, dung môi tốt hơn là được chọn từ nhóm rượu.

Bằng cách xử lý nguyên liệu bằng dung môi và bằng cách bổ sung dung môi trong quy trình khử polyme hóa trong máy ép đùn hoặc thiết bị phản ứng nhào trộn, sự trộn tốt hơn, sự tiếp xúc pha tốt hơn, và sự chuyển hóa nguyên liệu tăng được đảm bảo và hiệu quả khử polyme hóa được tăng lên.

Sản phẩm thải có chứa polyalkylen terephthalat, ví dụ như chai, màng, sợi, vỏ, đồ trang trí trong xe, và các sản phẩm thải bao gói khác, được nghiền nhỏ trước khi xử lý theo sáng chế và được trộn liên tục với hydroxit kim loại kiềm hoặc kiềm thổ trong thiết bị phản ứng. Các chất phản ứng được bổ sung theo cách sao cho hydroxit kim loại kiềm hoặc kiềm thổ có mặt ở lượng theo tỷ lệ hoặc lượng dư theo tỷ lệ nhẹ so với đơn vị lặp cấu thành của polyalkylen terephthalat. Thiết bị phản ứng được sử dụng theo sáng chế có thể là máy ép đùn hoặc thiết bị phản ứng nhào trộn vận hành liên tục.

Đối với phương pháp theo sáng chế, có thể có lợi khi tạo lớp phủ hoặc bao bọc tất cả các chất phản ứng được bổ sung và sản phẩm thải được nghiền nhỏ có chứa polyalkylen terephthalat với môi trường khí trơ trước và trong khi xử lý trong máy ép đùn hoặc thiết bị phản ứng nhào trộn. Môi trường khí trơ này có thể gồm có nitơ, các khí hiếm, hoặc hỗn hợp của chúng và trong các quy trình cụ thể có thể gồm có không khí khô hoặc tổng hợp.

Để trộn kỹ nguyên liệu, bộ tiếp liệu trục vít kép cùng quay hoặc quay ngược nhau đan lưới chặt khít hoặc máy ép đùn và thiết bị phản ứng nhào trộn đa trục tốt hơn là có các cánh tự làm sạch có thể được sử dụng theo phương án của sáng chế. Sự sắp xếp của các thành phần trục vít ép đùn và sự sắp xếp của các cánh tốt hơn là tự làm sạch theo thiết kế và có thể được làm cho thích ứng với quy trình bằng cách sử dụng các thành phần trộn, vận chuyển, vận chuyển ngược, và nhào trộn khác nhau.

Các thành phần trục vít ép đùn có thể được bố trí trong phương pháp theo phương án của sáng chế sao cho alkylen glycol được tạo ra có thể được loại bỏ ở áp suất giảm hoặc bằng cách phun khí trơ chảy qua đó. Theo phương án được ưu tiên của sáng chế, hơi dung môi và alkylen glycol có thể được thu hồi bên ngoài thiết bị phản ứng bằng phương pháp thích hợp, chẳng hạn như ngưng tụ.

Trong biến thể khác của phương pháp theo sáng chế, các cánh của bộ trộn nhào trộn có thể được bố trí để làm đồng nhất hỗn hợp theo cách tự làm sạch và sự xà phòng hóa của polyalkylen terephthalat trong sản phẩm thải có thể được thực hiện trong vòng 1–60 phút. Trong biến thể này của sáng chế, khí trơ có thể chảy qua thiết bị phản ứng và vận chuyển hơi alkylen glycol ra khỏi thiết bị phản ứng. Hơi này có thể được tái xử lý bên ngoài thiết bị phản ứng bằng trang thiết bị thích hợp trong ngữ cảnh của sáng chế.

Đối với phương pháp theo sáng chế, sản phẩm phản ứng thu được là terephthalat kim loại kiềm hoặc kiềm thổ, alkylen glycol, và dung môi được sử dụng tùy ý. Terephthalat kim loại kiềm hoặc kiềm thổ được hòa tan trong dung môi thích hợp, tốt hơn là nước, trong bước xử lý tiếp theo, được lọc, và tinh chế. Bằng cách lọc, do đó các lớp phủ mới phát sinh không được thay đổi một phần trong phương pháp có thể được thu hồi dễ dàng từ hệ nhiều lớp. Trong ví dụ cụ thể của sáng chế, các thành phần này có thể là các thành phần PE hoặc polyolefin đi vào luồng chất thải trong hệ nhiều lớp PE/PET hoặc PP/PET dưới dạng bao gói sản phẩm thực phẩm.

Trái ngược với phương pháp theo trình trạng kỹ thuật, dẫn đến sự tạo thành của terephthalat kim loại kiềm hoặc kiềm thổ từ sản phẩm thải PET không được phủ, phương pháp theo sáng chế cho phép xử lý sản phẩm thải có chứa polyalkylen terephthalat nhiều lớp và được phủ và hỗn hợp của các polyme và polyalkylen terephthalat và sản phẩm thải khác nhau, và tạo ra terephthalat kim loại kiềm hoặc kiềm thổ có giá trị. TPA có thể được thu hồi từ terephthalat kim loại kiềm hoặc kiềm thổ thu được trong dung dịch chứa nước bằng cách bổ sung axit mạnh hơn TPA.

Sự phát triển trong thập kỷ cuối cùng đã cho thấy rằng khả năng tái chế phải được tìm thấy đối với lượng lớn nguyên liệu bao gói. Phương pháp theo sáng chế có thể mang lại giải pháp đối với phần đáng kể của vấn đề này, như cụ thể là chai hoặc các vật chứa chất lỏng khác có chứa polyetylen terephthalat đơn lớp và nhiều lớp có thể được tái chế bằng phương pháp theo sáng chế, vì không khả thi theo tình trạng kỹ thuật của lĩnh vực kỹ thuật này ngay khi sự liên kết nguyên liệu trực tiếp tồn tại giữa ít nhất hai nguyên liệu khác nhau.

Ngoài sự liên kết nguyên liệu trực tiếp, phương pháp theo sáng chế cũng dung nạp theo cách có lợi các tạp chất trong sản phẩm thải có chứa polyalkylen terephthalat,

chẳng hạn như chất phụ gia, chất độn, thuốc nhuộm, chất màu, lớp bọc, nhãn, kim loại, và lớp phủ kim loại và các dạng tương tự. Các tạp chất có thể được tách ra trong ngữ cảnh của sáng chế bằng cách lọc và/hoặc các giai đoạn xử lý khác, sau sản phẩm phản ứng, terephthalat kim loại kiềm hoặc kiềm thổ, được hòa tan trong nước. Sản phẩm đích, TPA, được thu lấy sau bước tinh chế bằng cách giảm giá trị độ pH bằng axit mạnh hơn TPA.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ ứng dụng của phương pháp tái chế được mô tả chi tiết hơn dưới đây mà không bị giới hạn ở đó.

Ví dụ 1

Trong máy ép đùn trục vít kép cùng quay có đường kính trục vít bằng 18mm, 0,8 kg/h vảy PET được phủ bằng PE và 0,4 kg/h natri hydroxit được bổ sung liên tục trong môi trường khí trơ bằng hai thiết bị đo. Các dòng được bổ sung này cho phép tỉ lệ trọng lượng không đổi của PET/NaOH bằng khoảng 2, so với đơn vị lặp lại cấu thành của PET, được duy trì. Nhiệt độ vỏ máy ép đùn được đặt trong khoảng 160–180°C. Tốc độ quay của các trục vít kép là 500 vòng/phút. Việc lấy mẫu sản phẩm chỉ ra mức độ xà phòng hóa PET > 80%. MEG phát sinh trong máy ép đùn trục vít kép được loại bỏ bằng cách chưng cất. Do đó, nguyên liệu rắn thu được về cơ bản gồm mono và dinatri terephthalat và các thành phần PE chưa phản ứng. Sản phẩm máy ép đùn được hòa tan trong nước và sau đó được đưa vào tách chất rắn/chất lỏng trước khi dung dịch được tinh chế và TPA được kết tủa bằng axit mạnh.

Ví dụ 2

Trong cùng thiết bị như trong Ví dụ 1, bằng cách sử dụng phương pháp tương tự, dòng đầu vào hỗn tạp của sản phẩm thải có chứa PET được phủ bằng PE và các polyme khác, cụ thể là polyolefin chẳng hạn như PP, được xử lý. Khoảng 0,8 kg/h vảy PET được phủ bằng PP/PE có mặt trong dòng đầu vào, và 0,4 kg/h natri hydroxit được đưa vào trong máy ép đùn trong khi bổ sung 0,9 kg/h MEG được đo riêng rẽ. Các dòng chất phụ gia này cho phép tỉ lệ trọng lượng không đổi của PET với NaOH bằng khoảng 2 được duy trì. Do đó, toàn bộ thiết bị được tạo lớp phủ bằng khí trơ. Nhiệt độ vỏ máy ép đùn được đặt trong khoảng 140-160°C. Tốc độ quay của các trục vít kép là 400 vòng/phút. Việc lấy mẫu sản phẩm chỉ ra mức độ xà phòng hóa PET > 90%. MEG

được sử dụng và tạo ra được loại bỏ ở áp suất giảm trong máy ép đùn trực vít kép. Do đó, nguyên liệu rắn thu được về cơ bản gồm mono- và dinatri terephthalat và các thành phần polyolefin chưa phản ứng, cụ thể là các thành phần PP và PE.

Ví dụ 3

Bằng cách sử dụng phương pháp tương tự trong thiết bị tương tự như trong Ví dụ 1, với đường kính trục vít 27mm, 5 kg/h vảy PET được phủ bằng PE được xử lý bằng 2,5 kg/h natri hydroxit trong khi bổ sung 5,7 kg/h MEG. Các dòng chất phụ gia này cho phép tỉ lệ khối trọng không đổi của PET với NaOH bằng khoảng 2 được duy trì. Nhiệt độ vỏ máy ép đùn được đặt trong khoảng 140-160°C. Tốc độ quay của các trục vít kép là 270 vòng/phút. Việc lấy mẫu sản phẩm chỉ ra mức độ xà phòng hóa PET > 90%. MEG được sử dụng và tạo ra được loại bỏ bằng cách chưng cất trong máy ép đùn trực vít kép. Do đó, nguyên liệu rắn thu được về cơ bản gồm mono- và dinatri terephthalat và các thành phần PE chưa phản ứng.

Ví dụ 4

Trong thiết bị phản ứng nhào trộn trực kép, 0,8 kg/h vảy PET được phủ bằng PE và 0,4 kg/h natri hydroxit được xử lý liên tục trong khi bổ sung 0,9 kg/h MEG, trong đó lượng chất phụ gia này được đo riêng rẽ vào trong thiết bị phản ứng nhào trộn trực kép, và cho phép tỷ lệ theo tỷ lệ của NaOH với PET bằng khoảng 2,4, so với đơn vị lặp lại cấu thành của PET, được duy trì không đổi. Nhiệt độ vỏ thiết bị phản ứng nhào trộn được đặt trong khoảng 160–180°C. Tốc độ quay của trục nhào trộn là 500 vòng/phút. Việc lấy mẫu sản phẩm chỉ ra mức độ xà phòng hóa PET > 80%. MEG được sử dụng và tạo ra trong thiết bị phản ứng nhào trộn trực kép được loại bỏ bằng cách chưng cất. Do đó, nguyên liệu rắn thu được về cơ bản gồm mono- và dinatri terephthalat và các thành phần PE chưa phản ứng.

Các dấu hiệu kỹ thuật khác của sáng chế được liệt kê dưới đây.

Dấu hiệu kỹ thuật 1. Phương pháp tái chế sản phẩm thải có chứa polyalkylen terephthalat, phương pháp này có các bước:

- nghiền nhỏ sản phẩm thải,
- cấp sản phẩm thải được nghiền nhỏ và hydroxit kim loại kiềm hoặc kiềm thổ vào trong máy ép đùn hoặc vào trong thiết bị phản ứng nhào trộn,

- trộn và gia nhiệt sản phẩm thải được nghiền nhỏ với hydroxit kim loại kiềm hoặc kiềm thổ trong máy ép đùn hoặc thiết bị phản ứng nhào trộn để tạo ra sự xà phòng hóa, và

- xả sản phẩm trung gian có chứa terephtalat kim loại kiềm hoặc kiềm thổ.

Dấu hiệu kỹ thuật 2. Phương pháp theo dấu hiệu kỹ thuật 1, khác biệt ở chỗ, sản phẩm thải có chứa polyalkylen terephtalat là hệ lớp kép và/hoặc nhiều lớp có polyme hoặc nhiều polyme khác.

Dấu hiệu kỹ thuật 3. Phương pháp theo dấu hiệu kỹ thuật 1 hoặc 2, khác biệt ở chỗ, sản phẩm thải có chứa polyalkylen terephtalat có chứa các polyme khác và/hoặc hỗn hợp của các polyme khác và/hoặc nguyên liệu tự nhiên và/hoặc kim loại.

Dấu hiệu kỹ thuật 4. Phương pháp theo dấu hiệu kỹ thuật 1, 2 hoặc 3, khác biệt ở chỗ, sản phẩm thải có chứa polyalkylen terephtalat có chứa một hoặc nhiều lớp của copolyme rượu etylen-vinyl (EVOH), các tông, copolyme etylen-vinyl-axetat (EVA), rượu polyvinyl (PVOH), polyamit (PA), polyetylen (PE), polypropylen (PP), polystyren (PS) hoặc copolyme của chúng, cùng với kim loại và hỗn hợp của chúng.

Dấu hiệu kỹ thuật 5. Phương pháp theo dấu hiệu kỹ thuật bất kỳ trong số các dấu hiệu kỹ thuật từ 1 đến 4 nêu trên, khác biệt ở chỗ, sản phẩm thải có chứa polyetylen terephtalat có chứa lớp gồm có polyetylen terephtalat.

Dấu hiệu kỹ thuật 6. Phương pháp theo dấu hiệu kỹ thuật bất kỳ trong số các dấu hiệu kỹ thuật nêu trên, khác biệt ở chỗ, dung môi hoặc hỗn hợp của các dung môi được bổ sung trong máy ép đùn hoặc trong thiết bị phản ứng nhào trộn.

Dấu hiệu kỹ thuật 7. Phương pháp theo dấu hiệu kỹ thuật 6, khác biệt ở chỗ, dung môi là từ nhóm rượu, hoặc dung môi là dung môi đã halogen hóa không phân cực, cụ thể là diclometan, cloform, tetraclometan, 1, 2 dicloetan, hoặc dung môi là dung môi không được halogen hóa, cụ thể là dimetyl sulfoxit, hoặc dung môi là 1,4-dioxan hoặc tetrahydrofuran.

Dấu hiệu kỹ thuật 8. Phương pháp theo dấu hiệu kỹ thuật bất kỳ trong số các dấu hiệu kỹ thuật nêu trên, khác biệt ở chỗ, kẽm axetat, natri cacbonat, natri hydro cacbonat, kẽm clorua, và/hoặc chì axetat được bổ sung làm chất xúc tác cho sự xà phòng hóa.

Dấu hiệu kỹ thuật 9. Phương pháp theo dấu hiệu kỹ thuật bất kỳ trong số các dấu hiệu kỹ thuật nêu trên, khác biệt ở chỗ, việc ép đùn phản ứng hoặc phản ứng nhào trộn được thực hiện ở nhiệt độ từ 100°C đến 180°C, tốt hơn là từ 140°C đến 160°C.

Dấu hiệu kỹ thuật 10. Phương pháp theo dấu hiệu kỹ thuật bất kỳ trong số các dấu hiệu kỹ thuật nêu trên, khác biệt ở chỗ, việc ép đùn phản ứng hoặc phản ứng nhào trộn được thực hiện liên tục và trong khi được tạo lớp phủ bằng khí trơ, cụ thể là agon/nitơ, đối với môi trường khí không chứa oxy và khô.

Dấu hiệu kỹ thuật 11. Phương pháp theo dấu hiệu kỹ thuật bất kỳ trong số các dấu hiệu kỹ thuật nêu trên, khác biệt ở chỗ, alkylen glycol được tạo ra bằng sự xà phòng hóa được tách bằng cách chưng cất.

Phương án được ưu tiên của sáng chế được mô tả làm ví dụ có tham chiếu đến hình vẽ, trong đó các chi tiết có lợi khác có thể thấy được trong các hình vẽ của bộ hình vẽ.

Do vậy, các phần có chức năng giống nhau được ký hiệu bằng cùng ký hiệu tham chiếu.

Phương án được ưu tiên của phương pháp theo sáng chế được mô tả có tham chiếu đến Fig. 1 cho phép tái chế sản phẩm thải polyetylen terephthalat (PET) trước đây không thể tái chế được, hoặc được tái chế chỉ bằng nhiệt. Phương pháp này cũng có thể được sử dụng để tái chế các polyalkylen terephthalat khác chẳng hạn như polybutylen terephthalat.

Sản phẩm thải có chứa PET, bao gồm hệ nhiều lớp, chẳng hạn như chai đồ uống, chai chất tẩy rửa (đục, trong, hoặc được nhuộm màu đen) hoặc bao gói sản phẩm thực phẩm thuộc các loại khác, chẳng hạn như vỏ sa lát, bao gói xúc xích và pho mát, hoặc chất thải sản xuất có chứa PET, được rửa ở bước thứ nhất 1 và được nghiền nhỏ đến nhỏ hơn 3mm. Sau đó sản phẩm thải tùy ý được làm khô sơ bộ ở bước thứ hai 2 để làm giảm hàm lượng nước của nguyên liệu PET. Theo cách khác, nguyên liệu được xử lý có thể được làm khô sơ bộ sau phương pháp theo sáng chế. Trong trường hợp này, bước 2 gồm việc làm khô sau bước 1 gồm việc nghiền nhỏ có thể được loại ra. Tuy nhiên, ngoài ra, đối với các ứng dụng cụ thể theo sáng chế, việc làm khô sâu hơn 2 có thể có lợi.

Ở bước xử lý khác của việc “khử polyme hóa” 3, sản phẩm thải được cấp liệu vào trong máy ép đùn trục vít kép cùng quay có các thành phần trục vít đan lưới chặt khít. Sự xà phòng hóa và sự khử polyme hóa của PET được thực hiện liên tục trong máy ép đùn. Trong hệ thống được mô tả làm ví dụ có tham chiếu đến Fig.1, 6,66 hg/h sản phẩm thải có chứa PET, 3,33 kg/h natri hydroxit, và 2 kg/h MEG được xử lý trong máy ép đùn. Tỷ lệ của natri hydroxit với sản phẩm thải PET được đặt trong quá trình xử lý theo sáng chế để tỷ lệ theo tỷ lệ không đổi bằng khoảng 2,4 được đặt so với đơn vị lặp lại cấu thành của PET. Đầu ra phản ứng của máy ép đùn có chứa dinatri terephthalat, MEG, và các thành phần không phản ứng của natri hydroxit và chất thải PET, chẳng hạn như phần cặn PET, thuốc nhuộm, sản phẩm của sự phân hủy PA và thuốc nhuộm, và các polyme khác chẳng hạn như PE, PP, và PS.

Máy ép đùn trục vít kép có cấu trúc kiểu mô đun và có chứa 14 vùng nhiệt độ. Mỗi vỏ được trang bị với bộ gia nhiệt bằng điện được kiểm soát riêng lẻ và làm mát bằng nước. Tỷ lệ của đường kính trục vít ngoài D_a với đường kính trục vít trong D_i là thông số đặc trưng đối với thể tích tự do tiềm năng của đỉnh vít. Đối với máy ép đùn được sử dụng trong bản mô tả này, tỷ lệ D_a/D_i của các thành phần trục vít là 1,66. Tỷ lệ của chiều dài trục vít L với đường kính của trục vít D mô tả chiều dài xử lý của máy ép đùn và bằng 60 đối với máy ép đùn này. Dạng hình học của trục vít là cấu trúc kiểu mô đun và có thể được làm cho thích ứng với quy trình và nguyên liệu PET. Máy ép đùn có chứa các xy lanh được kiểm soát nhiệt độ riêng lẻ sau đây:

Xy lanh 1: cửa nạp chính, Xy lanh 2: vòi phun trên, Xy lanh 3: xả khí bên với dòng ngược, Xy lanh 4: đầu cấp bên của natri hydroxit, Xy lanh 5: vòi phun trên, Xy lanh 6: các lỗ thông hơi trên, Xy lanh 7: đóng kín, Xy lanh 8: vòi phun trên, Xy lanh 9: xả khí bên với dòng ngược, Xy lanh 10: đóng kín, Xy lanh 11: xả khí, Xy lanh 12: đóng kín, Xy lanh 13: xả khí, Xy lanh 14: vòi phun, Xy lanh 15: vận chuyển, đầu ra sau xy lanh 15. Do đó, trong các xy lanh từ 1 đến 15, chất phản ứng trước hết được hút vào trong máy ép đùn và được xử lý cơ học trong thiết bị trong khi đi qua tất cả các vùng. Trong xy lanh cuối cùng, tức là xy lanh thứ mười lăm, sản phẩm được vận chuyển ra khỏi máy ép đùn. Đầu ra được lắp đặt dưới dạng lỗ mà sản phẩm được vận chuyển ra khỏi thiết bị qua đó.

Thiết bị được trang bị lên đến ba cảm biến áp suất được gài trong lỗ xy lanh của vòi phun. Các vỏ/xy lanh từ 2 đến 15 được kiểm soát nhiệt độ đến 160°C. Xy lanh 1

không được kiểm soát nhiệt độ. Tốc độ quay của các trục vít kép cùng quay được đặt ở 100 vòng/phút.

Kết cấu trục vít được chọn để việc trộn kỹ của hai nguyên liệu rắn có thể được đảm bảo trong quy trình. Các thành phần trục vít được sử dụng có thể được treo trên trục theo trình tự tùy ý. Khi số lượng ren của các thành phần trục vít thay đổi, các đĩa đệm hoặc các thành phần chuyển tiếp được sử dụng. Để đạt được sự biến dạng và ứng suất cơ học có thể có cao nhất và thời gian ngâm trung bình tương đối cao bằng khoảng 2 phút của sản phẩm thái PET nhiều lớp, các thành phần vận chuyển và nhào trộn vận chuyển trung lập được sử dụng trong thiết kế có kết cấu trục vít. Ngoài ra, bằng cách sử dụng các thành phần nhào trộn theo sáng chế, năng lượng được đưa vào trong hỗn hợp phản ứng và có thể tăng tốc phản ứng. Ngoài ra, các thành phần nhào trộn còn đảm bảo sự phân tán tốt của bazơ trong hỗn hợp phản ứng. Việc sử dụng thành phần vận chuyển ngược dẫn đến sự tích tụ của hỗn hợp phản ứng. Khe hẹp giữa các thành phần vận chuyển ngược ép buộc hỗn hợp phản ứng ngâm đến khi phân căn sản phẩm thái PET có thể được ép qua khe giữa các thành phần và thành xy lanh. Trong khu vực nhả khí và lỗ thông khí quyển, các thành phần trục vít có thể tích trục vít tự do cao được sử dụng. Điều này cho phép dung môi được loại bỏ liên tục khỏi hỗn hợp phản ứng. Ngoài ra, một loạt thành phần trộn vận chuyển được lắp đặt trong kết cấu trục vít và gây ứng suất cơ học sản phẩm phản ứng ít hơn các thành phần nhào trộn do lực trượt thấp hơn, nhưng đảm bảo việc trộn rất kỹ.

Trong khu vực xy lanh 1, PET được đo theo trọng lượng bằng thiết bị đo chất rắn. Nguyên liệu được vận chuyển vào trong máy ép đùn thông qua cửa nạp và các thành phần trục vít có thể tích trục vít tự do lớn và được làm ấm ở trong đó. Tuy nhiên, trong chính xy lanh 1, chỉ sự vận chuyển xảy ra, mà không có sự kiểm soát nhiệt độ. Trong xy lanh 2, MEG được bổ sung thông qua lỗ nạp trên bằng thiết bị đo trọng lượng. Natri hydroxit rắn ở dạng viên được bổ sung theo trọng lượng thông qua thiết bị đo bên ở trong xy lanh 4 và thông qua thiết bị đo thứ hai bằng bộ tiếp liệu cưỡng bức. Xy lanh 4 còn chứa lỗ thông khí quyển. Cả thiết bị đo chất rắn đối với PET và thiết bị đo chất rắn đối với natri hydroxit được tạo lớp phủ bằng khí trơ để ngăn chặn dòng vào của oxy và hơi ẩm và để đảm bảo việc đo ổn định. Khi không tạo lớp phủ bằng khí trơ, natri hydroxit hút ẩm ở mức độ cao rất nhanh sẽ dính kết và gây bít tắc, làm cho quy trình tiến đến bị tạm dừng. MEG được sử dụng và MEG hình thành do ngưng tụ có thể

được thu hồi thông qua lỗ thông khí quyển ở trong xy lanh 6 và xy lanh 10.

Kết cấu trục vít được thể hiện trong Bảng 1. Các giá trị góc được chỉ ra dùng để chỉ góc giữa các đĩa của các thành phần nhào trộn trong mỗi trường hợp. Trình tự của các thành phần nhào trộn, trộn, vận chuyển, và vận chuyển ngược khác nhau được sử dụng để đảm bảo sự trộn đồng nhất của các chất rắn và để nghiền và phá vỡ cơ học nguyên liệu PET và hệ nhiều lớp để tạo ra diện tích bề mặt có thể có lớn nhất cho phản ứng xà phòng hóa. Ứng suất cơ học làm hư hại các liên kết nguyên liệu giữa các lớp khác nhau và bản thân các lớp, để phản ứng có thể diễn ra theo cách có lợi trên các phía khác nhau của PET bằng sự xử lý này. Trái ngược với điều đó, khi không có ứng suất cơ học, bazơ sẽ chỉ tấn công bề mặt PET và mép PET được lộ ra của vảy PET được phủ trên một hoặc nhiều phía. Bằng cách chọn lọc kết cấu trục vít được thể hiện, thời gian ngâm trung bình của sản phẩm thải PET trong máy ép đùn được đặt đến khoảng 2 phút. Trong thời gian phản ứng này, sự chuyển hóa của hàm lượng PET của sản phẩm thải PET xảy ra ở 92–97%.

Bảng 1: Kết cấu trục vít để khử polyme hóa PET

Xy lanh	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	
Kết cấu trục vít	Cửa nạp PET	Nhả khí,	Cửa nạp MEG	Cửa nạp NaOH	Vận chuyển Nhào trộn (45°)	Vận chuyển ngược	Vận chuyển Nhào trộn (45°)	Nhào trộn (90°)	Vận chuyển	Trộn	Nhả khí	Nhào trộn (45°)	Trộn	Vận chuyển	Vận chuyển

Đầu ra phản ứng dạng bột nhão được tạo hạt, nghiền nhỏ, và tải lên trên băng tải được kiểm soát nhiệt độ có chiết ở bước tiếp theo “sau xử lý” 4. Hơi MEG được ngưng tụ và thu gom ở bộ làm lạnh.

Ở bước phương pháp tiếp theo “hòa tan” 5, đầu ra phản ứng được hòa tan trong nước trong bình khuấy hoặc trục vít trộn (55 kg/h, độ hòa tan 133 g/l của dinatri

terephthalat). Phần cặn không tan (phần cặn PET, PE, PP, kim loại, PS, các tông) được tách ra bằng cách lọc 6.

Sau khi lọc 6, ở bước phương pháp “tinh chế” 11, các tạp chất và sản phẩm phụ của phương pháp được tách ra. Trong ngữ cảnh của sáng chế, các phương pháp khác nhau có thể biết được ở đây và thực chất đã được người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này biết đến.

Ở bước phương pháp tiếp theo “kết tủa TPA” 7, axit sulfuric (9,6 kg/h, 25% (trọng lượng/trọng lượng)) được bổ sung vào dung dịch. TPA đã kết tủa được thu lấy bằng cách lọc 8 và rửa 9 bằng nước và được lọc ra. TPA được rửa bằng nước để loại bỏ phần cặn của axit sulfuric và natri sulfat đã tạo thành trong quá trình kết tủa.

Sau khi rửa 10, việc tách chất rắn và chất lỏng 10 diễn ra để tách TPA rắn, không tan trong nước, khỏi nước rửa.

Bằng phương pháp theo sáng chế, thiết bị theo sáng chế, và việc sử dụng theo sáng chế, cụ thể là sản phẩm thải PET nhiều lớp có thể được chuyển hóa một cách hiệu quả ở lưu lượng cao và chất lượng cao và tạo thành nguyên liệu ban đầu sẵn sàng để polyme hóa mà không giới hạn ở việc tái xử lý, tức là, ở việc tạo ra polyalkylen terephthalat. Do đó, một phần của alkylen glycol được tạo ra có thể nhờ đó được sử dụng trong dòng ngược để khử polyme hóa trong phương pháp theo sáng chế.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp tái xử lý sản phẩm thải có chứa về cơ bản là polyalkylen terephthalat, cụ thể là polyetylen terephthalat và/hoặc polybutylen terephthalat, trong quy trình liên tục bằng cách khử polyme hóa, hydroxit kiềm và/hoặc hydroxit kiềm thổ tốt hơn là dạng rắn, cụ thể là natri hydroxit, được bổ sung vào sản phẩm thải để tạo ra hỗn hợp phản ứng, khác biệt ở chỗ, alkylen glycol được bổ sung thêm vào hỗn hợp phản ứng làm chất phản ứng, trong đó alkylen glycol là alkylen glycol được tạo ra dưới dạng sản phẩm của sự khử polyme hóa dự kiến, cụ thể là MEG, và trong đó không có các thành phần phản ứng khác được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng, trong đó máy ép đùn trực vít kép được sử dụng để vận chuyển, trong đó các trục vít tốt hơn là cùng quay.
2. Phương pháp theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, sản phẩm thải tốt hơn là được nghiền nhỏ đến kích thước không lớn hơn 3mm trước khi tạo ra hỗn hợp phản ứng.
3. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, khác biệt ở chỗ, alkylen glycol được bổ sung ở tốc độ dòng chất được chọn sao cho tỉ lệ tốc độ dòng chất của sản phẩm thải với alkylen glycol bằng ít nhất là 3, cụ thể là khoảng 3,3.
4. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, hydroxit kiềm và/hoặc kiềm thổ được bổ sung ở tốc độ dòng chất sao cho tỉ lệ của hydroxit kiềm và/hoặc kiềm thổ với polyalkylen terephthalat là khoảng hệ số tỷ lệ với đơn vị lập cấu thành, cụ thể là khoảng 2,4.
5. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, hỗn hợp phản ứng để khử polyme hóa được vận chuyển liên tục qua bình phản ứng.
6. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, sự khử polyme hóa được thực hiện ở nhiệt độ dưới điểm sôi của polyalkylen terephthalat và/hoặc dưới điểm sôi của monoetylen glycol, cụ thể là ở 160°C, và/hoặc ở áp suất nằm trong khoảng từ 1 bar ($1 \cdot 10^5$ Pa) đến 3 bar ($3 \cdot 10^5$ Pa).
7. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, khí trơ, tốt hơn là nitơ, được cấp vào trong bình phản ứng.
8. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, hỗn hợp phản ứng được nhào trộn và/hoặc được trộn và/hoặc được vận chuyển và/hoặc được vận chuyển ngược.

9. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, alkylen glycol được loại bỏ khỏi đầu ra phản ứng, tốt hơn là bằng cách làm bay hơi.
10. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, nước được bổ sung vào đầu ra phản ứng để hòa tan các thành phần rắn.
11. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, các chất rắn được lọc ra khỏi đầu ra phản ứng.
12. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, axit được bổ sung vào đầu ra phản ứng để chuyển hóa ion carboxylat được tạo ra bằng cách khử polyme hóa và có mặt trong đầu ra phản ứng thành axit.
13. Thiết bị để thực hiện phương pháp tái xử lý theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 12, thiết bị này có bình phản ứng có chứa phương tiện tải, và có phương tiện cấp liệu hydroxit kiềm và/hoặc kiềm thổ tốt hơn là dạng rắn, và có phương tiện cấp liệu alkylen glycol vào trong bình phản ứng, trong đó bình phản ứng được lắp đặt dưới dạng máy ép đùn trục vít kép, tốt hơn là cùng quay.
14. Thiết bị theo điểm 13, khác biệt ở chỗ, máy ép đùn có chứa ít nhất một thành phần trục vít, đường kính ngoài của nó có tỉ lệ với đường kính trong bằng khoảng 1,7.
15. Thiết bị theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 13 đến 14, khác biệt ở chỗ, tỉ lệ của chiều dài thành phần trục vít với đường kính ngoài của nó bằng khoảng 60.
16. Thiết bị theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 13 đến 15, khác biệt ở chỗ, phương tiện tải có chứa các thành phần trục vít vận chuyển, vận chuyển trung lập, và/hoặc vận chuyển ngược được bố trí cái này sau cái kia để tải, nhào trộn, hoặc vận chuyển ngược ngắt quãng hỗn hợp phản ứng trong thiết bị phản ứng.
17. Thiết bị theo điểm 16, khác biệt ở chỗ, bình phản ứng có phương tiện kiểm soát nhiệt độ trong các đoạn được làm thích ứng với các thành phần trục vít.

