



(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)



1-0048966

(51)^{2021.01} C08J 11/16

(13) B

(21) 1-2022-03076

(22) 25/05/2021

(86) PCT/EP2021/063917 25/05/2021

(87) WO2022/033735 17/02/2022

(30) 10 2020 123 772.3 11/09/2020 DE

(45) 25/07/2025 448

(43) 25/04/2023 421A

(73) RITTEC UMWELTTECHNIK GMBH (DE)

Feldstrasse 29 Lüneburg , 21335 Germany

(72) Lars BIERMANN (DE); Esther BREPOHL (DE); Carsten EICHERT (DE); Clemens MÜLLER (DE); Vitalij SALIKOV (DE); Stephan SCHOLL (DE).

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

(54) PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT HỖN HỢP CỦA AXIT TEREPHTHALIC ĐƯỢC TÁI CHẾ VÀ AXIT ISOPHTHALIC ĐƯỢC TÁI CHẾ

(21) 1-2022-03076

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất hỗn hợp axit terephthalic được tái chế (r-TA) và axit iso-terephthalic được tái chế (r-IA) từ chất thải polyme ngưng tụ (chất thải CP) để thu được hỗn hợp của r-TA và r-IA có hàm lượng đồng phân r-IA được thiết lập nằm trong khoảng từ 0,001% khối lượng đến 25% khối lượng của hỗn hợp, trong đó chất thải có các hàm lượng IA khác nhau được trộn và xử lý. Ngoài ra, sáng chế còn đề cập đến hỗn hợp thu được bằng phương pháp này.

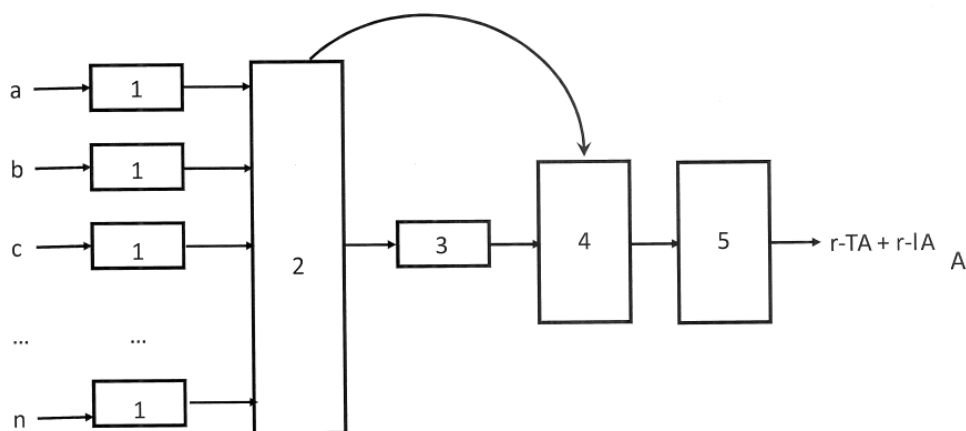


Fig. 1

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất hỗn hợp axit terephthalic được tái chế (r-TA) và axit isophthalic được tái chế (r-IA), tỷ lệ trộn của chúng có thể được thiết lập theo sáng chế một cách có mục tiêu và hỗn hợp tương ứng được tạo ra.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Nhựa polyetylen terephthalat (PET) được sử dụng trong quy mô lớn, trong số những thứ khác như chai nước giải khát, bao bì thực phẩm như bát đựng rau sống, bao bì xúc xích và pho mát, sợi, nguyên liệu dệt, linh kiện ô tô, chai chất tẩy rửa trong, mờ hoặc có màu và chất thải trong sản xuất. Polyme ngưng tụ thường được sử dụng cho những mục đích này, cụ thể là polyetylen naphtalat, copolyme poly(etylen terephthalat-co-isophthalat), polypropylen terephthalat, polybutylen terephthalat, copolyme polyetylen terephthalat với các đơn vị cấu trúc 1,4-xyclohexandiacboxylat.

Chúng được sản xuất trực tiếp từ các hóa chất cơ bản có nguồn gốc hóa thạch được gọi là PET nguyên sinh và/hoặc thu được từ nhựa được tái chế hoàn toàn hoặc một phần từ quy trình tái chế vật liệu cơ học và được gọi là r-PET. Các quy trình tái chế này thường tốn nhiều thời gian nếu nhựa được tái chế là vật liệu composit nhiều lớp gốc polyme. Ngoài PET, chúng cũng thường có lớp mỏng polyetylen (PE) hoặc polyamit (PA) hoặc copolyme rượu etylen vinyl (EVOH) làm lớp chặn, hoặc một lớp làm từ copolyme etylen vinyl axetat (EVA) làm từ lớp chống thấm nước. Các lớp sau có thể có mặt riêng lẻ hoặc trong hỗn hợp: bìa cứng, rượu polyvinyl (PVOH), polypropylen (PP), polystyren (PS) hoặc các copolyme và kim loại của chúng. Việc tái chế không hề dễ dàng ngay cả khi chất thải nhựa đã được phân loại gần như hoàn toàn. Một số quy trình đã được biết đến trong lĩnh vực kỹ thuật này để thu được axit terephthalic từ chất thải PET, axit terephthalic có thể được tái sử dụng làm nguyên liệu thô và được gọi là r-TA. Các quá trình này hoạt động với áp suất cao và/hoặc với nhiệt độ cao và thường cũng là các quá trình sản xuất hàng loạt và do đó không có tính kinh tế. Được biết, chất thải có chứa PET được phân hủy trong quá trình liên tục bằng sự khử polyme hóa được xúc tác bởi bazơ sử dụng NaOH và thêm rượu.

Khi sản xuất PET và các polyme ngưng tụ khác theo quy trình đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này, axit isophthalic đã tinh sạch (PIA) được thêm vào hỗn hợp polyme hóa cùng với axit terephthalic đã tinh sạch (PTA), để ảnh hưởng đến các đặc tính của polyme tương lai. Tỷ lệ mol thường là 99:1 (mol PTA so với mol PIA). PTA và PIA cũng được sử dụng để sản xuất nhựa polyeste bão hòa và không bão hòa và nhựa alkyt. Chúng được sử dụng, trong số những thứ khác, làm vật liệu rắn hoặc như một phần của vật liệu composit để sản xuất các thành phần cấu trúc và sản xuất chất phủ, chất bịt kín, chất kết dính, sơn và vecni.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Đối tượng của sáng chế là đề xuất phương pháp sản xuất r-TA và r-TA cải tiến.

Nhiệm vụ quy trình đạt được với phương pháp bao gồm các bước:

- phân tích chất thải PET về hàm lượng IA của nó,
- chia chất thải PET thành hai hoặc nhiều phần có hàm lượng IA khác nhau,
- trộn các phần để đạt được hàm lượng IA mong muốn trong hỗn hợp,
- xử lý hỗn hợp thu được hỗn hợp của r-TA và r-IA có hàm lượng đồng phân r-IA được điều chỉnh trong khoảng từ 0,001% khối lượng đến 25% khối lượng của hỗn hợp.

Mô tả vắn tắt hình vẽ

Fig. 1: sơ đồ phương pháp theo sáng chế và

Fig. 2: sơ đồ các bước xử lý của phương pháp theo sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Với lợi thế lớn, sáng chế mở ra khả năng tái chế vật liệu nhựa từ các nguồn khác nhau, từ đó thiết lập tỷ lệ r-TA/r-IA rất có lợi cho việc sử dụng sau này. Chất dẻo được tái chế được xử lý trong lò phản ứng liên tục và các axit dicarboxylic và diol tương ứng thu được dưới dạng sản phẩm, nghĩa là, trong trường hợp PET, axit benzen dicarboxylic ở dạng đồng phân r-TA và r-IA và monoetylen glycol (MEG). Tỷ lệ được tạo ra theo sáng chế là rất thuận lợi để giảm nỗ lực quy trình đối với việc sản xuất r-PET sử dụng r-TA, vì nó đã chứa sẵn tỷ lệ r-IA, do đó, việc pha trộn tiếp theo và bước công đoạn có thể được bỏ qua.

Trong bước phương pháp phân tích theo sáng chế, các mẫu lấy từ vật liệu tái chế được xử lý và, cụ thể là được phân tích bằng HPLC. Vật liệu tái chế sau đó được chia thành, cụ thể là, hai phần, phần thứ nhất có tỷ lệ IA < 0,1% khối lượng và phần thứ hai có tỷ lệ IA > 0,1% khối lượng, tốt hơn là > 1% khối lượng, cụ thể tốt hơn là > 1,5 % khối lượng. Tốt hơn là nên chia thành ba phần, trong đó phần thứ ba có tỷ lệ IA > 3% khối lượng. Nếu vật liệu tái chế cần được phân loại, nó thường có một hàm lượng IA duy nhất, gần như không đổi. Các vật liệu tái chế khác nhau được phân loại theo độ tinh khiết cao như chai lọ, bao bì nhiệt dẻo, nguyên liệu dệt polyester, chất thải sản xuất và các vật liệu tương tự do đó cũng có các hàm lượng IA khác nhau, cụ thể là các hàm lượng IA khác nhau đặc trưng cho vật liệu tái chế tương ứng. Do đó, chúng có thể được sử dụng dưới dạng những phần theo sáng chế. Cũng theo sáng chế là tạo ra một phần có hàm lượng IA cần thiết cho bước trộn sau đó từ các vật liệu tái chế có các hàm lượng IA khác nhau. Điều này cũng bao gồm việc giảm hàm lượng IA của vật liệu tái chế thứ nhất bằng cách trộn với vật liệu tái chế thứ hai có IA thấp theo tỷ lệ mong muốn, và tăng hàm lượng IA của vật liệu thứ nhất bằng cách trộn với vật liệu thứ hai có hàm lượng cao hơn, cũng với tỷ lệ mong muốn. Hàm lượng IA được điều chỉnh cho phù hợp với đơn sáng chế sau đó có thể đạt được một cách thuận lợi theo cách này.

Theo sáng chế, bước nén chặt một hoặc nhiều phần là tùy ý miễn là trước khi bước trộn diễn ra. Điều này có thể là cần thiết hoặc mong muốn, cụ thể là đối với vật liệu ban đầu dạng sợi để cải thiện khả năng xử lý sau này.

Trong bước trộn các phần, chúng được trộn với nhau theo quy trình trộn từ bước phương pháp “phân tích”, cụ thể là thông qua đo trọng lượng bằng thiết bị phân phối chất rắn trong thiết bị trộn thích hợp như máy trộn trống. Một cách khác và đặc biệt thuận lợi, chất thải được trộn trực tiếp khi chất thải được định lượng vào máy ép đùn với sự hỗ trợ của một số thiết bị đo trọng lượng tương ứng. Theo sáng chế, hỗn hợp được điều chỉnh để tỷ lệ đồng phân (mol TA so với mol IA) được xác định từ bước phân tích là nằm trong khoảng từ 100:0 đến 75:25, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 99:1 đến 90:10 và tối ưu là nằm trong khoảng từ 99:1 đến 97:3.

Sau khi trộn, hỗn hợp chất thải PET được xử lý để thu được hỗn hợp của r-TA và r-IA có hàm lượng đồng phân r-IA được điều chỉnh nằm trong khoảng từ 0,001% khối lượng đến 25% khối lượng của hỗn hợp thu được của r-TA và r-IA. Quy trình xử

lý cụ thể bao gồm các bước khử polyme hóa được xúc tác bởi bazơ, trong đó diol được tạo thành có thể thu được, và các bước phân tách và tinh sạch r-TA và r-IA.

Hỗn hợp r-TA/r-IA thu được thường có tỷ lệ đồng phân giống hoặc rất giống với polyme ban đầu hoặc giống như hỗn hợp của các phần trước bước xử lý, thường là 99:1 (mol r-TA : mol r-IA). Kết quả là, theo sáng chế, hỗn hợp đồng phân thu được có thể được đưa đến bước đa trùng ngưng với PET mà không cần hoặc chỉ bổ sung một lượng nhỏ axit isophthalic hoặc axit terephthalic. Đây là một lợi thế về chi phí do IA có giá thị trường cao hơn TA. Bằng cách sử dụng hỗn hợp theo sáng chế, việc tách các đồng phân một cách tốn công sức trong quá trình tái chế và điều chỉnh lại hỗn hợp đồng phân trước khi sự polyme hóa r-PET được diễn ra mang lại lợi ích lớn.

Theo phương án thay thế của phương pháp này, hỗn hợp r-TA/r-IA thu được sau bước xử lý được phân tách thành các đồng phân của nó bằng cách sử dụng các phương pháp đã biết trong lĩnh vực này, ví dụ như sự tái kết tinh hoặc kết tinh nóng chảy, để thu được r-IA được quan tâm hơn.

Đối tượng vật chất thu được bằng hỗn hợp r-TA và r-IA có hàm lượng đồng phân r-IA được điều chỉnh nằm trong khoảng từ 1,5% khối lượng đến 3% khối lượng của hỗn hợp r-TA và r-IA, cụ thể là có thể thu được bằng phương pháp như được mô tả.

Mục tiêu của đơn sáng chế đạt được bằng cách sử dụng hỗn hợp như được mô tả trong phản ứng polyme hóa để tạo thành r-PET.

Phương pháp này cũng được mô tả dưới đây dưới dạng phương án và mô tả chi tiết bằng cách sử dụng các hình vẽ kèm theo.

Quy trình chung

Để xác định hàm lượng axit isophthalic (IA) của nó, mẫu chất thải được chuẩn bị để phân tích thông qua bước tiền xử lý như sự khử polyme hóa hoặc sự chuyển hóa este, và sau đó phân tích được thực hiện bằng cách sử dụng phương pháp sắc ký (GC, HPLC) hoặc quang phổ NMR.

Thông tin về hàm lượng thu được theo cách này đối với các phần chất thải riêng lẻ được xử lý theo quy cách trộn. Điều này được sử dụng để thiết lập hàm lượng mong muốn của axit isophthalic trong sản phẩm thô ở cuối bước xử lý.

Các phần chất thải đã có mặt hoặc đã được tổng hợp theo sáng chế được tùy ý chia nhỏ và/hoặc được nén chặt trong bước phương pháp tiếp theo. Điều này có lợi cho

sợi và các phần chất thải dạng sợi và vật liệu màng có độ bền thấp để đảm bảo việc cấp liệu vào giai đoạn phương pháp “khử polyme hóa” không xảy ra vấn đề gì.

Sau khi đầm nén tùy ý, các phần chất thải được trộn với nhau trong bước phương pháp “trộn” phù hợp với quy cách trộn từ bước phương pháp “phân tích”. Quá trình trộn diễn ra thông qua việc đo trọng lượng bằng cách sử dụng thiết bị phân phối chất rắn trong máy trộn thích hợp, ví dụ, máy trộn trống. Tuy nhiên, ưu tiên trộn chất thải trực tiếp khi chất thải được định lượng vào máy ép đùn bằng cách sử dụng thiết bị đo trọng lượng cho mỗi phần chất thải. Theo sáng chế, tỷ lệ đồng phân (mol TA : mol IA) được thiết lập nằm trong khoảng từ 100:0 đến 75:25, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 99:1 đến 90:10 và tối ưu là nằm trong khoảng từ 99:1 đến 97:3.

Bước xử lý chất thải polyme ngưng tụ, ví dụ như polyetylen naphtalat, polyetylen terephthalat, copolyme poly(etylen terephthalat-co-isophthalat), polybutylen terephthalat và copolyme polyetylen terephthalat với chất thải đơn vị cấu trúc 1,4-xyclohexandicacboxylat, là bước phụ “sự khử polyme hóa” trong máy đùn trực vít đôi hoạt động liên tục, trong đó tỷ lệ của các phần được đo trọng lượng phù hợp với quy cách trộn. Phản ứng xà phòng hóa hoặc khử polyme hóa của polyme ngưng tụ diễn ra liên tục trong máy ép đùn với việc bổ sung natri hydroxit rắn. Theo sáng chế, lượng nước được tùy ý đo ở các mức thích hợp. 6,66 kg/giờ chất thải chứa PET, 2,91 kg/giờ natri hydroxit và lên đến 10 kg/giờ nước được xử lý theo phương án này. Tỷ lệ natri hydroxit đối với chất thải PET được thiết lập trong quá trình sao cho tỷ lệ hệ số tỷ lượng không đổi khoảng 2,1 được duy trì dựa trên đơn vị lặp lại cấu thành của polyalkylen terephthalat hoặc copolyme polyetylen isophthalat nêu trên, polybutylen terephthalat và copolyme polyetylen terephthalat với đơn vị cấu trúc 1,4-xyclohexandicacboxylat.

Khi polyme ngưng tụ phản ứng với natri hydroxit, một mol dialcohol được giải phóng trên mỗi đơn vị lặp lại của polyme, trong trường hợp này là PET monoetylen glycol (MEG) và vi lượng của dietylen glycol (DEG). MEG hoặc DEG này được thu hồi trong hoặc sau quá trình ép đùn bằng cách chưng cất và nó được nạp vào quá trình xử lý hoặc chu trình nhựa sau khi tinh sạch bằng cách chưng cất, tinh cất hoặc hấp phụ.

Bước phụ này tạo ra sản phẩm phản ứng tiếp theo, muối của axit dicarboxylic, dinatri terephthalat trong trường hợp PET và natri hydroxit làm nguyên liệu ban đầu.

Nó có thể hòa tan trong nước (ở 20°C, khoảng 140 g/L dung dịch), do đó, việc bổ sung nước vào máy ép đùn bắt đầu quá trình hòa tan trong máy ép đùn, giúp rút ngắn bước phụ xử lý tiếp theo, sẽ mất nhiều thời gian hơn. Việc bổ sung nước vào máy ép đùn làm giảm độ nhớt và do đó cải thiện khả năng vận chuyển của dòng vật liệu, tạo điều kiện thuận lợi cho quá trình liên tục. Việc bổ sung thêm nước sau khi ép đùn được thực hiện tùy ý theo sáng chế, ví dụ, trong thùng khuấy hoặc bằng bộ phân tán trong dòng, vận chuyển đồng thời sản phẩm thô đã hòa tan đi xa hơn trong hệ thống bằng hoạt động bơm của nó.

Phản ứng xảy ra khỏi máy ép đùn bao gồm huyền phù chứa nước của dinatri terephthalat và isophthalat, MEG, các phần chưa phản ứng của natri hydroxit và chất thải PET, ví dụ như phần cặn PET. Tùy thuộc vào thành phần của nguyên liệu đầu vào, nó cũng có thể chứa lượng nhỏ các sản phẩm phân hủy từ PA và thuốc nhuộm và các polyme khác như PE, PP và PS.

Polyolefin, ví dụ như PE hoặc PP, và polyamit, ví dụ như PA 6,6, không thay đổi về mặt hóa học so với quy trình trong các điều kiện vận hành ưu tiên ($T = 130^{\circ}\text{C}$ — 160°C) và có thể được phân tách một cách dễ dàng và hiệu quả trong lần “lọc” tiếp theo bước phụ xử lý. Từ 92% đến 97% polyalkylen được khử polyme hóa trong quá trình vận chuyển duy nhất nguyên liệu ban đầu chứa polyalkylen qua máy ép đùn. Dung dịch sản phẩm thô của dinatri terephthalat sau đó thu được bằng cách thêm nhiều nước, trong trường hợp PET làm nguyên liệu đầu vào, được làm sạch tạp chất và các chất lạ bằng tăng tinh sạch bao gồm nhiều giai đoạn lọc và hấp phụ và/hoặc chiết xuất tiếp theo.

Hỗn hợp của r-TA và r-IA được kết tủa từ dung dịch sản phẩm thô đã tinh sạch bằng cách thêm axit trong điều kiện thích hợp và sau đó thu được bằng phương pháp lọc liên tục. Nước xử lý và muối tương ứng có thể được thu hồi từ dịch cái bằng cách sử dụng các phương pháp thích hợp như bay hơi và kết tinh. Nếu cần, độ tinh khiết và hình thái của hỗn hợp r-TA/r-IA có thể được điều chỉnh thích hợp hơn nữa trong sự tái kết tinh tiếp theo. Đối với PET làm nguyên liệu ban đầu, hỗn hợp đồng phân đã điều chỉnh thu được bao gồm từ 75% khối lượng đến 100% khối lượng r-TA và từ 25% khối lượng đến 0% khối lượng r-IA.

Theo sáng chế, bước cuối cùng này có thể được theo sau bởi bước polymer hóa trong đó MEG hoặc r-MEG và hỗn hợp thu được được polymer hóa theo cách đã biết để tạo ra r-PET.

Phương án 1

Chất thải sản xuất từ quá trình sản xuất khay đựng thực phẩm nhiều lớp, bao gồm PET có lớp PE, tạo thành phần 1. Nguyên liệu dệt polyester tạo thành phần 2 và các chai PET sau khi sử dụng tạo thành phần 3. Ba phần được chuẩn bị cho quá trình tái chế bằng cách rửa, làm khô và chia nhỏ thành kích thước thông thường của ngành công nghiệp là < 14 mm, cũng có thể đến kích thước < 3 mm, nếu được yêu cầu.

Sau đó, mẫu được lấy cho mỗi phần chất thải. 30 g của mỗi mẫu đã lấy được trộn trong máy nhào trong phòng thí nghiệm (Haake PolyLab Rheomix 600) trong 5 phút ở 140°C với 13,1 g natri hydroxit. Hỗn hợp nhào thu được sau đó được hòa tan trong 500 mL nước và các phần cặn được lọc bỏ. Dịch lọc được pha loãng 1:25 với nước và được đo bằng cách sử dụng HPLC. Các thông số vận hành sau được thiết lập trong quá trình đo HPLC:

Bảng 1: Các thông số vận hành của HPLC

Thông số	
Cột	Phenomenex Gemini 3u C18 110A, pha đảo ngược
Thiết bị	Thermo Fisher Ultimate 3000
Chiều dài cột	100 mm
Đường kính cột	3 mm
Thời gian đo lường	25 phút
Dung môi rửa giải	Axit phosphoric 0,06%: Axetonitril
=	
	82:18
Dòng chảy	0,4 mL/phút
Nhiệt độ cột	35°C
Thể tích phun	0,1 µL
Bộ phát hiện	UV/Vis
Bước sóng phát hiện	240 nm
Thời gian lưu axit	3,603 phút

terephthalic

Thời gian lưu axit

4,363 phút

isophthalic

Việc xác định hàm lượng IA này dẫn đến hàm lượng IA là 1,65% đối với phần thứ nhất, hàm lượng 0,09% đối với phần thứ hai và hàm lượng 3,17% đối với phần thứ ba.

Sau đó, chất thải có chứa PET được nghiền được đo liên tục trong môi trường khí tro vào máy đun trực vít đôi quay đồng thời bằng thiết bị đo trên mỗi phần có tổng lưu lượng là 10 kg/giờ, do đó có tỷ lệ đồng phân số mol TA so với số mol IA là 98,5:1,5 trong tổng dòng. 4,37 kg/giờ NaOH được đo vào máy đun trực vít đôi bằng cách sử dụng thêm thiết bị đo lường khác. Các dòng cấp liệu giúp duy trì tỷ lệ hệ số tỷ lượng không đổi khoảng 2,1 mol PET trên mỗi mol NaOH dựa trên đơn vị lặp lại cấu thành của PET. Vỏ của máy ép đun được kiểm soát nhiệt độ ở nhiệt độ từ 80°C đến 180°C ở một số vùng. Trong phần xử lý của máy ép đun, 10 kg/giờ nước được tiếp tục thêm vào bằng cách sử dụng thiết bị đo lường để hòa tan hỗn hợp dinatri terephthalat / dinatri isophthalat trong sản phẩm phản ứng. Máy đun trực vít đôi có các chi tiết vít khớp nhau chặt chẽ đảm bảo trộn đều hỗn hợp phản ứng, cụ thể là khi sử dụng natri hydroxit ở dạng hạt. Chất rắn đồng thời chịu ứng suất cơ học cao. Nhiệt độ của sự khử polyme hóa được chọn dưới điểm phân hủy của nhựa tương ứng và cụ thể là dưới điểm sôi của MEG. Từ 92% đến 97% nhựa được khử polyme hóa trong quá trình vận chuyển một lần qua máy ép đun.

Quá trình thải ra của máy ép đun bao gồm huyền phù của dung dịch bão hòa của hỗn hợp dinatri terephthalat / dinatri isophthalat, hỗn hợp dinatri terephthalat / dinatri isophthalat chưa hòa tan, phần cặn PET chưa phản ứng, phần cặn của MEG, DEG, thuốc nhuộm và phần cặn PE. Khi mẫu được lấy từ quá trình thải ra của máy ép đun, có thể xác định mức độ xà phòng hóa từ 92% đến 97% dựa trên hàm lượng PET của chất thải chứa PET.

Lượng nước vừa đủ được thêm vào huyền phù thu được ở bước tiếp theo để hòa tan hoàn toàn hỗn hợp dinatri terephthalat / dinatri isophthalat và sau đó đưa nó vào tầng tinh sạch nhiều giai đoạn, trong đó các tạp chất được tách ra bằng cách lọc cũng như bằng các quá trình tinh sạch hấp phụ và/hoặc chiết xuất theo các tài liệu kỹ thuật đã

biết. Tại thời điểm này trong quá trình tái chế, phần cặn PE được tách ra khỏi vật liệu đa lớp PET/PE và thuốc nhuộm từ vật liệu dệt.

Dung dịch đã tinh sạch sau đó được xử lý bằng axit để tạo kết tủa hỗn hợp của r-TA và r-IA. Axit sulfuric ở nồng độ 25% (khối lượng/khối lượng) đặc biệt thích hợp làm axit theo sáng chế.

Hỗn hợp này được xử lý thành sản phẩm cuối cùng bằng cách lọc, tái tạo huyền phù, tái kết tinh, quá trình lọc khác, và nhiều bước đánh sập và làm khô tiếp theo. Bất kỳ tạp chất còn lại nào như thuốc nhuộm hoặc bisphenol A đều được loại bỏ. Ưu điểm của phương pháp theo sáng chế là cũng dung nạp các tạp chất như chất phụ gia, chất độn, chất tạo màu, bột màu, vỏ bọc, nhãn, kim loại và lớp phủ kim loại, bìa cứng và các loại tương tự. Các tạp chất được loại bỏ bằng cách lọc và/hoặc các bước quy trình khác.

Bước polyme hóa hỗn hợp r-TA/r-IA thu được với MEG thu được từ phương pháp theo sáng chế, hoặc MEG từ các nguồn khác, được thực hiện bằng cách trộn hai monome trong lò phản ứng có thể gia nhiệt, được khuấy. r-MEG có phần khối lượng là 30,8% khối lượng và r-DEG có phần khối lượng là 0,33% khối lượng và chất xúc tác là antimon glycolat có xấp xỉ 0,025% khối lượng và tetrametylamoni hydroxit có 0,028% khối lượng được thêm vào hỗn hợp r-TA/r-IA có phần khối lượng là 68,8% khối lượng của hỗn hợp polyme hóa. Quá trình polyme hóa diễn ra ở nhiệt độ từ 230°C đến 280°C, cụ thể là ở 240°C, với sự khuấy mạnh trong môi trường khí trơ. Phản ứng đa trùng ngưng buộc phải về phía sản phẩm của trạng thái cân bằng bằng cách áp dụng chân không và chưng cất nước được giải phóng ra khỏi phản ứng. Sau khi kết thúc phản ứng, r-PET thu được từ hỗn hợp r-TA/r-IA thu được theo sáng chế.

Các số liệu được mô tả dưới đây cho thấy:

Fig. 1 cho thấy sơ đồ khối của phương pháp theo sáng chế. Các chất thải thích hợp a-n được rửa sạch và được nghiền trong bước thứ nhất 1, tùy ý làm khô trước, trước khi chúng được phân tích hàm lượng IA của chúng trong bước thứ hai 2. Dựa trên kết quả phân tích này, chất thải được chia thành các phần nhỏ hoặc được phân loại như vậy và tạo ra quy cách trộn. Tùy ý, có bước 3 là nén chặt, chỉ hiển thị ở đây đối với phần chất thải c, trước khi bước bắt buộc 4 là trộn các phần này diễn ra để tạo ra chất thải PET có hàm lượng IA mong muốn. Điều này được minh họa bằng mũi tên cong, tượng trưng cho việc chuyển các phần mong muốn theo tỷ lệ tương ứng của

chúng theo quy cách trộn vào thiết bị trộn, cụ thể là máy ép đùn trục vít. Các phần hỗn hợp sau đó được xử lý ở bước 5 sao cho cuối cùng, hỗn hợp gồm r-TA và r-IA có hàm lượng đồng phân r-IA đã điều chỉnh nằm trong khoảng từ 0,001% khối lượng đến 25% khối lượng của hỗn hợp thu được.

Fig. 2 cho thấy chi tiết hơn về bước xử lý 5. Quá trình này bắt đầu với bước khử polyme hóa 6 được xúc tác bởi bazơ với việc thêm NaOH và nước tùy ý. Vào cuối bước này, sẽ thu được dòng MEG, DEG và nước, dòng này trải qua bước tinh sạch MEG 7, cuối cùng sẽ thu được MEG và DEG. Dòng vật liệu nhão từ bước khử polyme hóa 6 trải qua bước hòa tan 8 với việc bổ sung nước và axit sulfuric và phần cặn RES được tách ra trong bước lọc 9. Sản phẩm mong muốn và, trong số những chất khác, thu được NaSO₄ trong bước kết tinh 10 với việc bổ sung nước và axit sulfuric, bao gồm cả bước lọc tiếp theo.

Với ưu điểm lớn, phương pháp này tạo điều kiện thuận lợi để thu được hỗn hợp của r-TA và r-IA có tỷ lệ r-IA được xác định trước để tiếp tục sử dụng làm nguyên liệu ban đầu chất lượng cao để làm mới quy trình sản xuất các sản phẩm PET. Nếu nguyên liệu thô chất lượng cao này được sử dụng, bước bổ sung IA trong quá trình sản xuất các sản phẩm r-PET được coi là không cần thiết, do đó các sản phẩm r-PET có các đặc tính tốt như nhau sẽ trở nên ít tốn kém hơn. Điều này có thể thực hiện được bằng cách phân tích theo sáng chế của các nguyên liệu ban đầu và sự trộn lẫn của chúng trước khi xử lý. Chính những bước phân tích và pha trộn bổ sung này cho phép sản xuất sản phẩm chất lượng cao.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất hỗn hợp của axit terephthalic được tái chế (r-TA) và axit iso-phthalic được tái chế (r-IA) từ chất thải polyme ngưng tụ (chất thải CP), bao gồm các bước:

phân tích chất thải CP về hàm lượng IA của nó,
chia chất thải CP thành hai hoặc nhiều phần có hàm lượng IA khác nhau,
trộn các phần để đạt được hàm lượng IA mong muốn trong hỗn hợp,
xử lý hỗn hợp để thu được hỗn hợp của r-TA và r-IA có hàm lượng đồng phân r-IA được điều chỉnh nằm trong khoảng từ 0,001% khối lượng đến 25% khối lượng của hỗn hợp.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó chất thải CP được chọn từ polyetylen terephthalat, polyetylen terephthalat cải biến glycol, polypropylen terephthalat, copolyme poly(etylen terephthalat-co-isophthalat), polybutylen terephthalat, copolyme polyetylen terephthalat, riêng lẻ hoặc ở dạng hỗn hợp với các đơn vị cấu trúc 1,4-xyclohexandicarboxylat.

3. Các phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, trong đó bước chia chất thải CP thành phần thứ nhất có tỷ lệ IA < 0,1% khối lượng và phần thứ hai có tỷ lệ IA > 0,1% khối lượng được xây ra.

4. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó bước nén chặt và/hoặc nghiền nhỏ một hoặc nhiều phần xảy ra trước bước trộn phần.

5. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó bước trộn phần xảy ra thông qua việc đo trọng lượng, trong máy ép đùn, trong đó hỗn hợp được điều chỉnh sao cho tỷ lệ đồng phân (mol TA so với mol IA) nằm trong khoảng từ 99,999:0,001 đến 75:25.

6. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó bước xử lý để thu được hỗn hợp của r-TA và r-IA của quá trình xử lý bao gồm việc khử polyme

hóa được xúc tác bởi bazơ, trong đó thu được diol và việc phân tách và tinh sạch r-TA và r-IA.

7. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó các sản phẩm r-TA và r-IA thu được dưới dạng muối mà không phải các axit tự do.

8. Phương pháp theo điểm 7, trong đó các sản phẩm thu được là được polyme hóa trong bước polyme hóa để tạo thành các sản phẩm r-PET hoặc để tạo thành các sản phẩm r-PBT hoặc để tạo thành các sản phẩm r-polypropylen terephthalat.

1/2

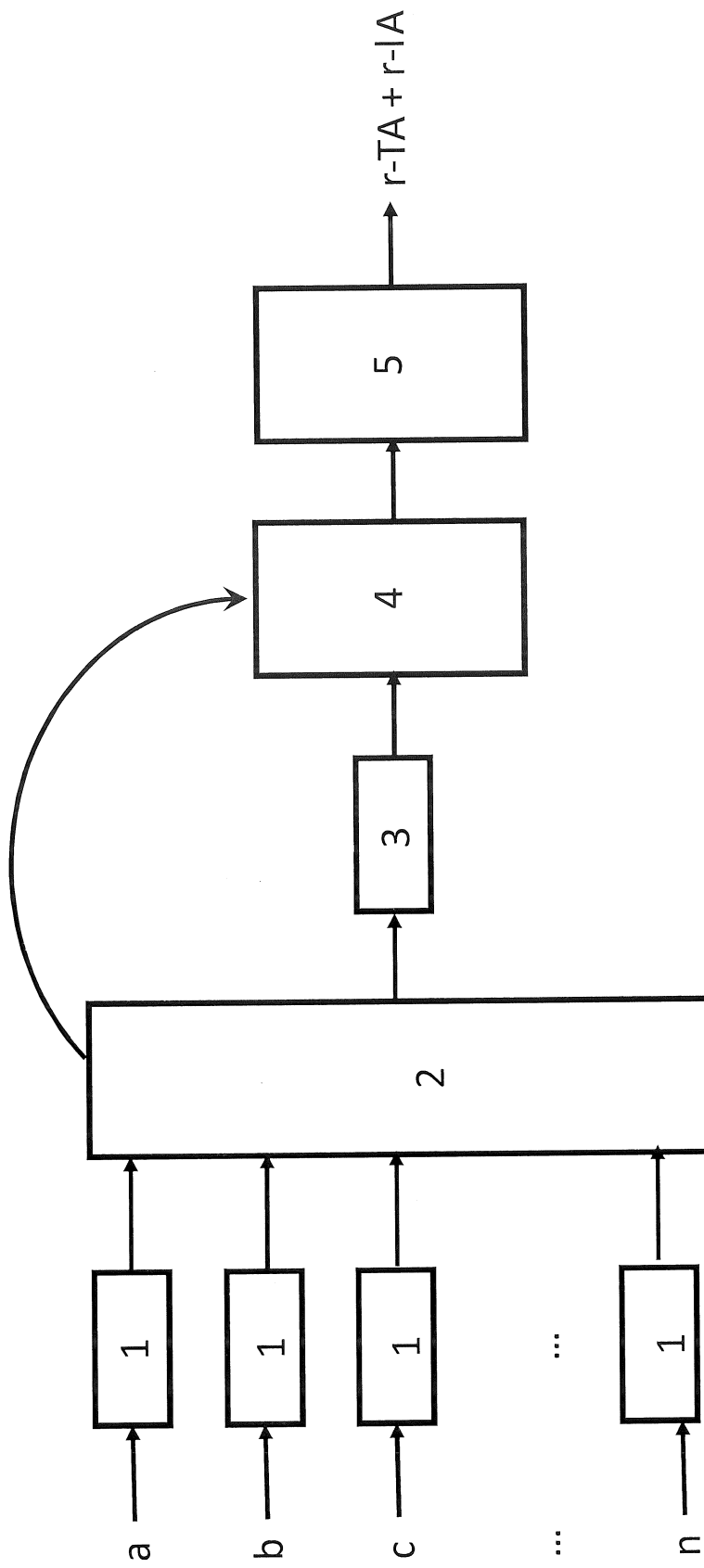


Fig. 1

2/2

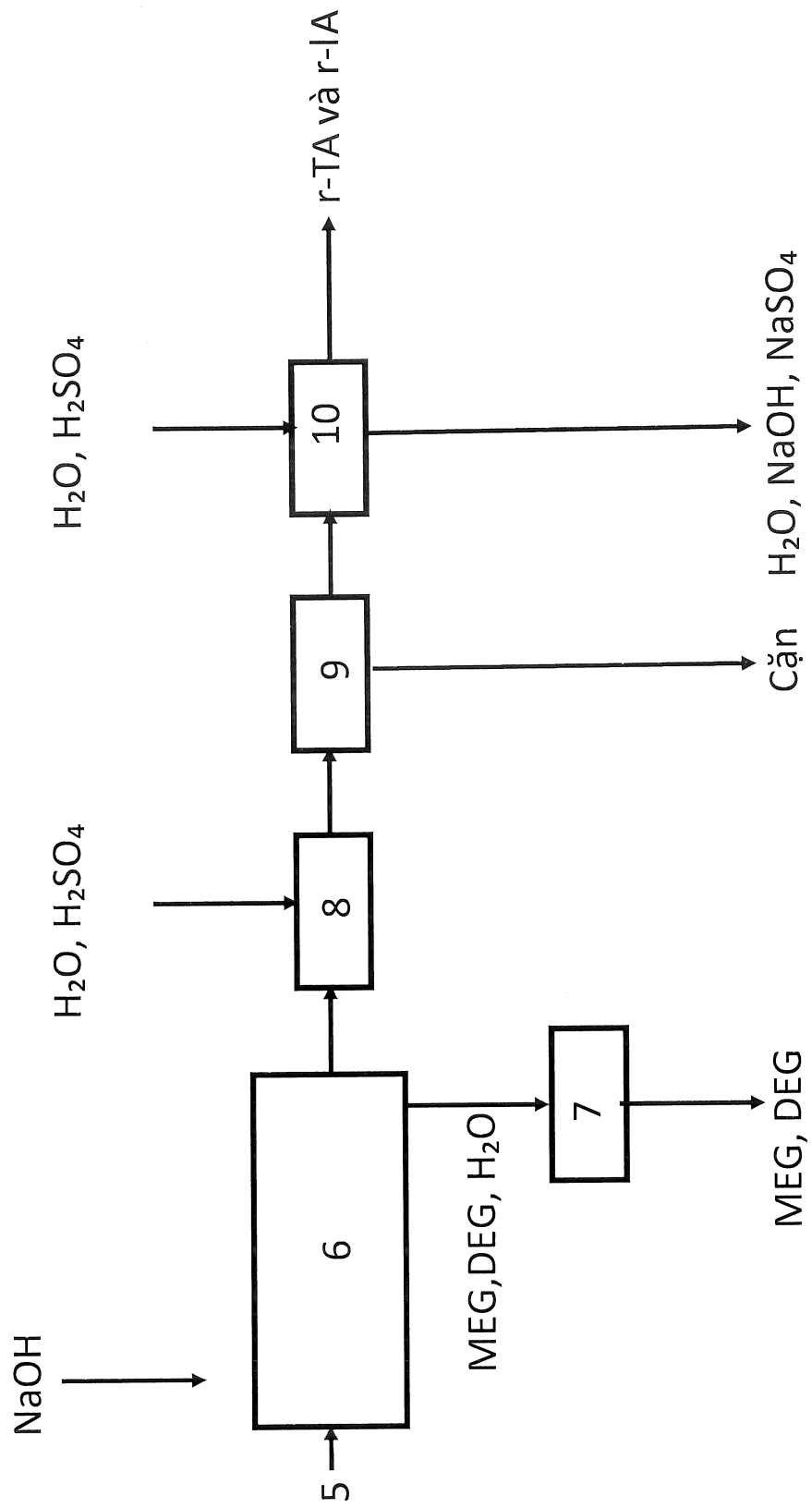


Fig. 2