



(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)



1-0051625

(51)^{2020.01} C08J 11/10

(13) B

(21) 1-2020-07168

(22) 24/02/2020

(86) PCT/CN2020/076451 24/02/2020

(87) WO2021/004068 14/01/2021

(30) 201910617806.8 10/07/2019 CN

(45) 25/09/2025 450

(43) 25/05/2022 410A

(73) AVANTGARDE (SHANGHAI) ENVIRONMENTAL TECHNOLOGY CO., LTD.
(CN)

Room A3-7338, No. 58 Fumin Branch Road, Hengsha, Town, Chongming District,
(Hengtai Economic, Development Zone, Shanghai), Shanghai 201500, China

(72) FANG, Huayu (CN); ZHU, Enbin (CN); LI, Tian Yuan (CN); WANG, Dubin (CN);
YU, Guoqing (CN); CHEN, Jincheng (CN); WU, Jiantong (CN); CHEN, Jianhua
(CN); LIN, Shengyao (CN).

(74) CÔNG TY TRÁCH NHIỆM HỮU HẠN TƯ VẤN ĐẦU TƯ VÀ SỞ HỮU TRÍ TUỆ
INTERFIVE (INTERFIVE CO., LTD)

(54) PHƯƠNG PHÁP TÁI CHẾ CHẤT THẢI POLYESTE

(21) 1-2020-07168

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp tái chế nguyên liệu chất thải polyeste, cụ thể hơn là phương pháp tái chế nguyên liệu chất thải polyeste bằng phương pháp hóa học để sản xuất DMT. Sáng chế thuộc lĩnh vực kỹ thuật tái chế và sử dụng nguyên liệu chất thải polyeste. Sáng chế đề xuất kỹ thuật nạp liệu liên tục và rượu phân liên tục, sao cho nguyên liệu được rượu phân đồng nhất ở trạng thái nóng chảy, và thời gian rượu phân ngắn. Hai hoặc nhiều bình rượu phân được sử dụng để rượu phân liên tục. Chất lượng sản phẩm ổn định. Đồng thời, do tối ưu hóa lượng EG trong quy trình rượu phân nên không cần chưng cất và cô đặc sau khi bước rượu phân hoàn thành. Sản phẩm rượu phân được đưa trực tiếp vào bình phản ứng trao đổi giữa rượu và este để thực hiện phản ứng trao đổi giữa rượu và este và sau đó tạo ra sản phẩm DMT tinh khiết.

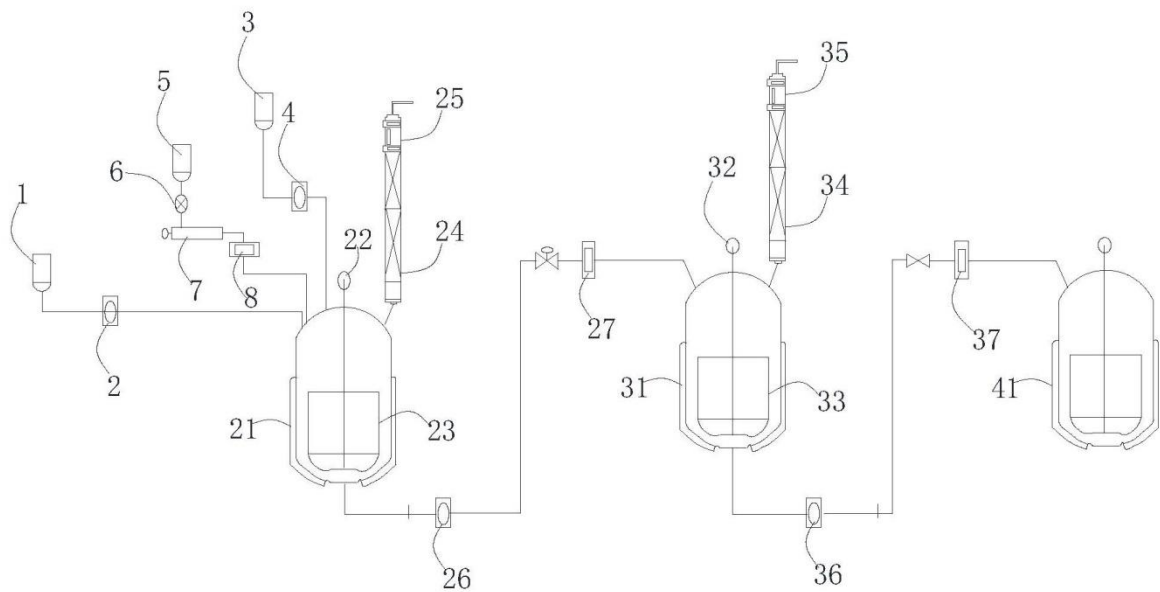


FIG. 1

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến kỹ thuật tái chế chất thải polyeste và đề cập đến phương pháp tái chế chất thải polyeste, cụ thể là phương pháp tái chế chất thải polyeste bằng phương pháp hóa học để điều chế DMT. Sáng chế thuộc lĩnh vực tái chế và sử dụng chất thải polyeste.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Polyeste (polyetylen terephthalat, PET) là vật liệu sợi tổng hợp được sản xuất nhiều nhất, được sử dụng rộng rãi trong ngành vải sợi, sợi may mặc, quần áo, chai polyeste, phim ảnh, tấm phủ và các sản phẩm khác. Dựa trên mong muốn tăng ý thức bảo vệ môi trường, bảo tồn và duy trì nguồn tài nguyên, việc xử lý các mảnh vụn được tạo ra trong quá trình sản xuất sản phẩm polyeste và chất thải được tạo ra khi sử dụng các sản phẩm polyeste đã trở thành vấn đề cấp thiết cần giải quyết và việc tái chế chất thải polyeste trở thành hướng phát triển của ngành công nghiệp dệt may xanh.

Hiện tại, các phương pháp tái chế chất thải polyeste chủ yếu bao gồm các phương pháp tái chế vật lý và hóa học. Các phương pháp tái chế vật lý tương đối đơn giản và kinh tế, nhưng hình thức của sản phẩm tái chế rất nghèo nàn. Một hướng quan trọng khác của phương pháp tái chế hóa học là rượu phân chất thải polyeste bằng etylen glycol (EG) thành bishydroxy terephthalat (BHET) hoặc

oligome, và sau đó qua quá trình phản ứng trao đổi giữa rượu và este trong metanol để sản xuất Dimethyl Terephthalat (DMT) và etylen glycol. DMT tinh khiết thu được bằng cách tinh chế và được sử dụng làm nguyên liệu thô để sản xuất polyester, trong khi đó metanol và etylen glycol được sử dụng trong hệ phản ứng thông qua tinh chế và tái chế nhằm tái chế chất thải polyester.

Patent Mỹ số US6706843B1 đề xuất phương pháp tái chế chất thải polyester để sản xuất DMT. Patent này sử dụng EG có trọng lượng gấp từ 0,5 đến 20 lần trọng lượng của chất thải polyester và rượu hóa chất thải polyester khi có mặt một chất xúc tác và ở nhiệt độ 175°C-190°C. Sau đó, sản phẩm rượu phân được chưng cất và được cô đặc để loại bỏ EG, và tỉ lệ trọng lượng của EG so với chất thải polyester trong sản phẩm rượu phân cô đặc được kiểm soát trong khoảng từ 0,5 đến 2. Sản phẩm rượu phân cô đặc sau đó được este hóa chuyển đổi bằng metanol để tạo thành DMT và được tinh chế bằng cách tinh cất để sản xuất DMT tinh khiết. Kỹ thuật này được áp dụng cho polyester rắn và phản ứng rượu phân EG. Phản ứng rượu phân là phản ứng dị thể rắn-lỏng với thời gian phản ứng dài. Đồng thời, trong quá trình rượu phân chất thải polyester, cần lượng lớn EG để rượu phân. Để thực hiện tốt phản ứng phản ứng trao đổi giữa rượu và este, cần chưng cất loại bỏ một phần EG trong sản phẩm rượu phân, cần quy trình cô đặc sản phẩm rượu phân, dẫn đến cần thêm thiết bị cô đặc và năng lượng tiêu thụ.

Do đó, cần có phương pháp tái chế liên tục chất thải polyester để giải quyết vấn đề là thời gian phản ứng kéo dài và nhiều tạp chất của phản ứng dị thể rắn-lỏng và cần thêm nhiều thiết bị cô đặc đi kèm, gây ra các vấn đề về tiêu hao năng lượng và

giá thành duy trì.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Để đạt được mục đích trên, sáng chế đề xuất phương pháp rượu phân liên tục chất thải polyeste bao gồm các bước sau:

xử lý sơ bộ nguyên liệu: khử nước và khử oxy nguyên liệu chất thải polyeste để thu được chất thải polyeste thô;

rượu phân: chất thải polyeste thô, chất rượu phân, và chất xúc tác rượu phân ở trạng thái nóng chảy được nạp liên tục và đồng thời vào bình rượu phân thứ nhất thực hiện phản ứng rượu phân thứ nhất để thu được chất nóng chảy thứ nhất, trong đó chất nóng chảy thứ nhất được nạp liên tục vào bình rượu phân thứ hai để thực hiện phản ứng rượu phân thứ hai, để thu được sản phẩm rượu phân; và

phản ứng trao đổi giữa rượu và este: sản phẩm rượu phân, chất phản ứng trao đổi giữa rượu và este, chất xúc tác phản ứng trao đổi giữa rượu và este trong trạng thái nóng chảy được nạp vào bình este hóa để thực hiện phản ứng phản ứng trao đổi giữa rượu và este để thu được DMT thô và kết tinh, tách và tinh chế DMT thô, trong đó bình rượu phân thứ nhất và bình rượu phân thứ hai được nối với nhau.

So sánh với giải pháp đã biết trong tình trạng kỹ thuật, sáng chế bao gồm ít nhất các hiệu quả sau đây:

Phương pháp tái chế theo sáng chế sử dụng kỹ thuật nạp liệu liên tục và rượu phân liên tục để nguyên liệu được rượu phân đồng nhất trong trạng thái nóng chảy.

Thời gian rượu phân ngắn, và hai bình rượu phân được nối với nhau để rượu phân liên tục tạo ra sản phẩm ổn định. Ngoài ra, lượng EG trong quá trình rượu phân được tối ưu hóa không cần chưng cất hay cô đặc thêm. Do đó, sản phẩm rượu phân được đi trực tiếp vào bình phản ứng trao đổi giữa rượu và este để thực hiện phản ứng phản ứng trao đổi giữa rượu và este để tiết kiệm được các thiết bị cô đặc.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Các đối tượng, tinh thần và các ưu điểm của các phương án được ưu tiên theo sáng chế sẽ được hiểu rõ bằng hình vẽ và mô tả chi tiết đi kèm, trong đó:

Fig. 1 là sơ đồ mô tả phương pháp tái chế rượu phân liên tục chất thải polyeste theo sáng chế.

Mô tả chi tiết các phương án thực hiện sáng chế

Nội dung kỹ thuật, các dấu hiệu cấu trúc, các đối tượng cần đạt được và hiệu quả của giải pháp kỹ thuật theo sáng chế được mô tả chi tiết dưới đây.

Phương pháp tái chế rượu phân liên tục chất thải polyeste bao gồm các bước sau:

xử lý sơ bộ nguyên liệu: khử nước và khử oxy nguyên liệu chất thải polyeste để thu được nguyên liệu chất thải polyeste thô

Rượu phân: nguyên liệu chất thải polyeste thô, chất rượu phân và an chất xúc tác rượu phân ở trạng thái nóng chảy được nạp liên tục và đồng thời vào bình rượu phân thứ nhất để thực hiện phản ứng rượu phân thứ nhất để thu được chất

nóng chảy thứ nhất, trong đó chất nóng chảy thứ nhất được nạp liên tục vào bình rượu phân thứ hai để thực hiện phản ứng rượu phân thứ hai, để thu được sản phẩm rượu phân; và

phản ứng trao đổi giữa rượu và este: sản phẩm rượu phân, chất phản ứng trao đổi giữa rượu và este, chất xúc tác phản ứng trao đổi giữa rượu và este trong trạng thái nóng chảy được nạp vào bình este hóa để thực hiện phản ứng phản ứng trao đổi giữa rượu và este để thu được DMT thô và kết tinh, tách và tinh chế DMT thô này, trong đó bình rượu phân thứ nhất và bình rượu phân thứ hai được nối với nhau.

Bằng các nghiên cứu tổng quát, các tác giả sáng chế phát hiện ra rằng, nếu không khử nước và khử oxy hóa cho nguyên liệu chất thải polyeste, hàm lượng nước và oxy bề mặt có thể gây ảnh hưởng rất lớn đến phản ứng rượu phân sau đó và sản phẩm tạo ra. Nếu không, nguyên liệu chất thải polyeste thường được khử nước và khử oxy làm giảm từ 2% đến 300 phần triệu hàm lượng nước để thu được nguyên liệu chất thải polyeste thô. Do đó, ở điều kiện trực vít được nóng chảy, khả năng xảy ra phản ứng phụ giảm xuống rất nhiều, đảm bảo độ tinh khiết và hiệu quả của phản ứng.

Nguyên liệu chất thải polyeste thô, chất rượu phân và chất xúc tác rượu phân ở trạng thái nóng chảy được nạp liên tục và đồng thời vào bình rượu phân thứ nhất để thực hiện phản ứng rượu phân thứ nhất. Ví dụ, bằng cách sử dụng trực vít để gia nhiệt nguyên liệu chất thải polyeste thô thành trạng thái nóng chảy. Như vậy, trực vít có thể được nóng chảy và được nạp liên tục bằng phương pháp quay đầy. Tốc

độ quay của trục vít điều chỉnh lượng phân phối nguyên liệu chất thải polyeste thô nóng chảy. Tốc độ quay của trục vít được kiểm soát bằng mức độ lỏng trong bình rượu phân thứ nhất để đạt được độ ổn định tương đối của mức chất lỏng trong bình rượu phân thứ nhất. Chất rượu phân và chất xúc tác rượu phân ở trạng thái lỏng được nạp liên tục và đồng thời vào bình rượu phân thứ nhất với một lượng cố định được kiểm soát bởi bơm định lượng để thu được chất nóng chảy A sau phản ứng rượu phân thứ nhất. Chất nóng chảy A sau đó được nạp vào bình rượu phân thứ hai được nối với bình rượu phân thứ nhất để thực hiện phản ứng rượu phân thứ hai. Có nghĩa là, tốc độ quay bơm kiểm soát lượng phân phối chất nóng chảy A, và tốc độ quay của bơm được quyết định bởi mức chất lỏng trong bình rượu phân thứ hai để đạt được độ ổn định tương đối của mức chất lỏng trong bình rượu phân thứ hai. Sáng chế có ưu điểm là phản ứng rượu phân được thực hiện kỹ lưỡng hơn và độ ổn định của mức độ rượu phân được đảm bảo, để thu được DMT, có mức độ thu hồi và độ tinh khiết tăng, sau phản ứng phản ứng trao đổi giữa rượu và este.

Ngoài ra, dạng nguyên liệu chất thải polyeste thô có ảnh hưởng nhất định đến hiệu quả của phản ứng rượu phân tái chế. Trước khi nguyên liệu chất thải polyeste thô được nạp vào bình rượu phân, trạng thái nóng chảy trở thành trạng thái lỏng từ trạng thái rắn. Bằng quy trình lọc, các tạp chất biến mất, tăng mức độ phụ hồi và tốc độ phản ứng của phản ứng rượu phân. Có nghĩa là, sẽ tiết kiệm được năng lượng của phản ứng và chi phí thiết bị. Cụ thể hơn là, sau phản ứng rượu phân thứ nhất, chất lượng phân tử và độ nhớt của chất nóng chảy A được nạp vào bình rượu phân

thứ hai là tương đối thấp. Do đó, cỡ lọc của chương trình lọc, trước khi chất nóng chảy A được nạp vào bình rượu phân thứ hai, là chính xác hơn so với cỡ lọc của chương trình lọc trước khi chất nóng chảy A được nạp vào bình rượu phân thứ nhất.

Tốt hơn là, bước lọc nguyên liệu chất thải polyeste thô thực hiện trước bước rượu phân.

Ngoài ra, tỉ lệ trọng lượng của nguyên liệu chất thải polyeste thô và chất rượu phân có ảnh hưởng nhất định đến phản ứng khử polyme. Nếu lượng chất rượu phân quá nhiều, có thể gây dư thừa chất rượu phân trộn lẫn vào sản phẩm rượu phân, và các sản phẩm phụ khác sẽ được hình thành trong quá phân rượu. Quá ít chất rượu phân có thể làm cho phản ứng rượu phân không hoàn thành và sản phẩm rượu phân chứa nhiều chất thải polyeste mạch dài, cả hai tình huống này đều ảnh hưởng đến độ ổn định chất lượng sản phẩm của sản phẩm rượu phân, do đó ảnh hưởng đến phản ứng trao đổi giữa rượu và este tiếp theo.

Tốt hơn là, tỉ lệ trọng lượng của nguyên liệu chất thải polyeste thô so với chất rượu phân là 1,0:1,0~2,0, nguyên liệu chất thải polyeste thô và chất rượu phân được nạp liên tục và đồng thời vào bình rượu phân thứ nhất.

Lượng chất xúc tác rượu phân trong phản ứng rượu phân là yếu tố quan trọng đối với sản phẩm rượu phân. Chỉ khi lượng chất xúc tác rượu phân nằm trong khoảng thích hợp thì mới đảm bảo hiệu quả của rượu phân mà không gây lãng phí.

Tốt hơn là, lượng bổ sung chất xúc tác rượu phân trong khoảng từ 0,3% trọng lượng~3,0% trọng lượng dựa trên trọng lượng của nguyên liệu chất thải polyeste.

Một nghiên cứu khác thấy rằng, sau khi chất rượu phân và chất xúc tác rượu phân được nạp vào bình rượu phân thứ nhất liên tục và đồng thời ở trạng thái lỏng, hỗn hợp của chất rượu phân và chất xúc tác rượu phân theo tỉ lệ định lượng ở trạng thái lỏng với tỉ lệ -COOH và -OH tốt nhất, và sau đó kết hợp với nguyên liệu chất thải polyeste thô trong một phạm vi định lượng, trong đó nguyên liệu chất thải polyeste thô được lấy ra từ tạp chất không nóng chảy. Do đó, có thể khẳng định được là chắc chắn sẽ thu được sản phẩm rượu phân với mức độ mong muốn.

Tốt hơn là, chất xúc tác rượu phân được hòa tan trong chất rượu phân để thu được chất xúc tác rượu phân lỏng. Chất xúc tác rượu phân lỏng và nguyên liệu chất thải rượu phân thô được nạp liên tục và đồng thời vào bình rượu phân thứ nhất. Lượng bổ sung chất xúc tác rượu phân chiếm 10% trọng lượng~70% trọng lượng dựa trên trọng lượng của chất rượu phân.

Nhiệt độ phản ứng và thời gian phản ứng trong bình rượu phân là hai yếu tố quan trọng trong việc ổn định chất lượng của sản phẩm. Nhiệt độ của bình rượu phân đạt được bằng cách bổ sung môi trường gia nhiệt vào vỏ áo gia nhiệt của bình rượu phân và ống của tấm gia nhiệt bên trong, và kiểm soát lượng môi trường gia nhiệt. Cần chú ý rằng, nhiệt độ rượu phân quá thấp sẽ không thích hợp cho tiến trình của phản ứng rượu phân, ngược lại, nhiệt độ quá cao thì sẽ gây ra các phản

ứng phụ.

Tốt hơn là, khoảng nhiệt độ của phản ứng rượu phân trong bình rượu phân thứ nhất là từ $180^{\circ}\text{C}\sim 200^{\circ}\text{C}$, và khoảng thời gian của phản ứng rượu phân là từ 40phút~90phút.

Tốt hơn là, khoảng nhiệt độ của phản ứng rượu phân trong bình rượu phân thứ hai là $180^{\circ}\text{C}\sim 200^{\circ}\text{C}$, và khoảng thời gian rượu phân là 40phút~90phút.

Hơn nữa, các loại chất xúc tác khác nhau cũng là các yếu tố quan trọng đối với phản ứng rượu phân. Theo các nghiên cứu trên quy mô lớn, kali cacbonat và kẽm axetat là các chất xúc tác rượu phân được ưu tiên để rượu phân polyeste.

Bằng nhiều nghiên cứu, các tác giả sáng chế phát hiện thêm rằng, dạng của nguyên liệu chất thải polyeste có ảnh hưởng lớn đến quy trình nạp liệu qua việc gia nhiệt của trục vít. Do đó, nguyên liệu chất thải polyeste cần được khử polyme được xử lý bằng kỹ thuật nén ép để khử polyme cho nguyên liệu chất thải polyeste. Nguyên liệu chất thải polyeste được xử lý thành nguyên liệu hạt đồng đều kích thước $5\text{-}10\text{mm}\times 5\text{-}10\text{mm}$, giúp cho nguyên liệu dễ vận chuyển. Kỹ thuật nén ép có thể là kỹ thuật thông thường, như nén ép ma sát bán nóng chảy, nén ép tạo hạt nóng chảy, v.v..., để xử lý sơ bộ nguyên liệu chất thải polyeste. Điều này có nghĩa là một hoặc hỗn hợp của hai hoặc nhiều mảnh chai chất thải polyeste, màng mỏng polyeste, sợi polyeste và chất thải vải dệt có thể được sử dụng làm nguyên liệu thô, và các hạt đồng đều được xử lý bằng kỹ thuật nén ép có thể được sử dụng làm

nguyên liệu thô hoặc có thể được mua trực tiếp sau khi xử lý các viên chất thải polyeste đồng đều để làm nguyên liệu thô.

Theo các khía cạnh khác, các ưu điểm và lợi ích của sáng chế sẽ trở nên rõ ràng trong phần mô tả dưới đây kèm theo các hình vẽ. Cần hiểu rằng các mô tả chung nêu trên và phần mô tả chi tiết dưới đây là để lấy làm ví dụ và giải thích chứ không làm giới hạn phạm vi của sáng chế. Các hình vẽ đi kèm được đưa vào cấu tạo nên một phần của sáng chế, và cùng với phần mô tả, có vai trò giải thích các nguyên tắc của sáng chế bằng các thuật ngữ chung. Các số giống nhau dùng để chỉ các phần giống nhau trong toàn bộ bản mô tả.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Để mô tả chi tiết nội dung kỹ thuật, các dấu hiệu cấu trúc, các đối tượng đạt được và hiệu quả của sáng chế, các mô tả chi tiết được nêu dưới đây kết hợp với các hình vẽ và các phương án cụ thể. Cần hiểu rằng các phương án này chỉ sử dụng để minh họa sáng chế chứ không làm giới hạn phạm vi của sáng chế.

Xem xét Fig. 1, mô tả sơ đồ phương pháp tái chế rượu phân liên tục chất thải polyeste.

Phương án 1

Nguyên liệu thô là các hạt chất thải polyeste đồng đều có cỡ hạt trung bình $\leq 10\text{mm}$. Hàm lượng ẩm $\leq 0,5\%$. Các hạt chất thải polyeste được nạp vào máy ép

đùn trực vít 7 từ bình chứa 5 ở trên cao qua bộ phận nạp liệu quay 6 để nóng chảy, và được lọc bằng chương trình lọc 8 để loại bỏ tạp chất không nóng chảy và liên tục đưa vào bình rượu phân thứ nhất 21 ở trạng thái nóng chảy. Nhiệt độ nóng chảy của máy ép đùn trực vít 7 là 275°C, và cỡ lọc của chương trình lọc 8 này là 150 μm .

Nguyên liệu nóng chảy được nạp liên tục vào bình rượu phân thứ nhất 21 với tốc độ 1000 kg/giờ và lượng luân chuyển nguyên liệu nóng chảy được điều chỉnh bằng tốc độ quay của máy ép đùn trực vít 7. Tốc độ quay được điều khiển bằng mức chất lỏng của bình rượu phân thứ nhất 21 để đạt được mức độ chất lỏng tương đối ổn định của bình rượu phân thứ nhất 21, trong đó mức độ lỏng-giá trị tốc độ quay có thể được cài đặt bằng hệ điều khiển trung tâm.

Lượng EG trong bình chứa EG 1 và chất xúc tác rượu phân trong bình chứa chất xúc tác rượu phân 3 được chuyển vào bình rượu phân thứ nhất 21 lần lượt bằng bơm định lượng 2 và bơm định lượng 4. Tốc độ quay của bơm định lượng 2 và 4 và tốc độ quay của trục vít mang chất thải polyeste 9 được điều chỉnh bằng cách sử dụng tỉ lệ cố định. Tốc độ nạp liệu EG là 1500kg/giờ. Trong dung dịch hỗn hợp chất xúc tác rượu phân (kali cacbonat) và chất rượu phân (etylen glycol), nồng độ kali cacbonat là 25%, và dung dịch kali cacbonat được nạp với tốc độ 80kg/giờ.

Bình rượu phân thứ nhất 21 chứa 2000 kg nguyên liệu rượu phân cùng loại. Nguyên liệu chất thải polyeste được nạp liên tục vào bình rượu phân thứ nhất 21 ở trạng thái nóng chảy, và sau đó khuấy bằng máy khuấy 23, và trộn đều với nguyên

liệu ban đầu, EG mới cho vào và chất xúc tác rượu phân mới cho vào, để rượu phân đồng nhất. Nhiệt độ rượu phân là 190°C , và thời gian lưu nguyên liệu (thời gian rượu phân) là 60 phút.

Nguyên liệu trong bình rượu phân thứ nhất 21 được nạp bằng bơm phân phối 26 và chương trình lọc 27 và sau đó được nạp liên tục vào bình rượu phân thứ hai 31 để tiếp tục rượu phân. Tốc độ quay của bơm phân phối 26 được kiểm soát bằng mức chất lỏng trong bình rượu phân thứ hai 31 để đảm bảo mức chất lỏng trong bình rượu phân thứ hai 31 là tương đối ổn định. Cỡ lọc của chương trình lọc 27 là $80\text{ }\mu\text{m}$. Nhiệt độ trong bình rượu phân thứ hai 31 là 195°C , và thời gian rượu phân là 50 phút. Sau khi lấy mẫu và phân tích, hàm lượng của một trong số các monome của sản phẩm rượu phân BHET là 75%, và tổng hàm lượng của các monome, dime, trime và tetrame là 97%.

Sản phẩm rượu phân trong bình rượu phân thứ hai 31 được cho liên tục và được định lượng vào bình phản ứng trao đổi giữa rượu và este 41. Methanol, chất xúc tác phản ứng trao đổi giữa rượu và este và sản phẩm rượu phân được cho vào bình phản ứng trao đổi giữa rượu và este 41 theo tỉ lệ cố định. Nguyên liệu rượu phân và metanol được phản ứng trao đổi giữa rượu và este khi có mặt chất xúc tác để tạo ra DMT thô. Tỉ lệ trọng lượng của methanol so với sản phẩm rượu phân có thể được chuyển thành tỉ lệ nguyên liệu chất thải polyeste ban đầu: methanol=1:2. Để phản ứng trao đổi giữa rượu và este được thực hiện khi có mặt chất xúc tác, nhiệt độ phản ứng là 75°C và thời gian phản ứng là 70 phút.

Chất xúc tác rượu phân là kali cacbonat. Lượng kali cacbonat là 2,0% lượng nguyên liệu chất thải polyeste. Kali cacbonat được cho vào ở dạng dung dịch EG. Nồng độ chất xúc tác trong dung dịch EG là 25%.

Sản phẩm phản ứng trao đổi giữa rượu và este nêu trên được cho vào thiết bị kết tinh DMT và nhiệt độ thấp hơn 40°C , và tinh thể DMT sẽ kết tủa. Lọc để thu được bánh DMT thô và dịch lọc. Bánh DMT thô có thể được rửa bằng metanol nhiều lần để thu được bánh DMT. Bánh DMT được tinh chế bằng hệ chưng cất dòng ngắn ở điều kiện áp suất 6,65Kpa và 200°C để thu được DMT thô. Độ tinh khiết của DMT thu hồi được bằng phương pháp thu hồi nêu trên là 99,5%, và tốc độ thu hồi là 92%.

Phương án 2

Chất thải polyeste được tái chế bằng phương pháp rượu phân liên tục giống như phương pháp trong Phương án 1, ngoại trừ là chất xúc tác phản ứng trao đổi giữa rượu và este là dung dịch metanol của kali cacbonat, và nồng độ kali cacbonat là 25%. Độ tinh khiết của DMT thu được bằng phương pháp này là 99,5%, và tốc độ thu hồi là 92%.

Phương án 3

Chất thải polyeste được tái chế bằng phương pháp rượu phân liên tục giống như trong Ví dụ 1, ngoại trừ là nguyên liệu thô là màng mỏng chất thải polyeste, được xử lý thành các viên cỡ 5-10 mm×5-10 mm. Độ tinh khiết của DMT thu được

bằng phương pháp này là 99,5%, và hiệu suất là 92,5%.

Phương án so sánh 1

Nguyên liệu thô là các viên chất thải polyeste, cỡ hạt trung bình nhỏ hơn hoặc bằng 10mm, và hàm lượng ẩm thấp hơn hoặc bằng 0,5%.

Sự khác biệt của các Phương án 1-3 là ở chỗ, cách mà nguyên liệu cần cho phản ứng rượu phân đi vào bình rượu phân là cách nạp liệu gián đoạn. Trong bình rượu phân thứ nhất 21 chứa 2000kg nguyên liệu rượu phân cùng loại, 1500kg EG, 80kg dung dịch kali cacbonat 25% được cho vào bình rượu phân thứ nhất 21, và 1000kg viên chất thải polyeste được cho vào trong khi khuấy và gia nhiệt từ từ đến 190°C để thực hiện phản ứng rượu phân, thời gian phản ứng ở 190°C trong 60 phút. Việc lấy mẫu và phân tích hàm lượng monome sản phẩm rượu phân BHET là 57%, hàm lượng tổng số của monome, dime, trime và tetrame là 74%.

Sau khi lọc bằng chương trình lọc 7 trong bình rượu phân thứ nhất 21, sản phẩm được đưa vào bình phản ứng trao đổi giữa rượu và este 41 trong cùng một lần, và phần còn lại 2000kg trong bình rượu phân thứ nhất 21 được sử dụng cho lần rượu phân tiếp theo. Cỡ lọc chính xác của chương trình lọc 27 là 80 μ m. Trong bình phản ứng trao đổi giữa rượu và este 41, 2000 kg metanol và chất xúc tác phản ứng trao đổi giữa rượu và este được cho vào và phản ứng trao đổi giữa rượu và este được thực hiện khi có mặt chất xúc tác. Nhiệt độ phản ứng là 75°C và thời gian phản ứng là 70 phút. Chất xúc tác là kali cacbonat. Lượng kali cacbonat chiếm

2,0% chất thải polyeste. Kali cacbonat được cho vào ở dạng dung dịch EG. Nồng độ chất xúc tác trong dung dịch EG là 25%.

Sản phẩm phản ứng trao đổi giữa rượu và este nêu trên đi vào máy kết tinh DMT và nhiệt độ của nguyên liệu được hạ thấp dưới 40°C , và tinh thể DMT sẽ kết tinh. Sau khi lọc, bánh DMT thô và thu được dịch lọc. Bánh DMT thô có thể được rửa bằng metanol nhiều lần để thu được bánh DMT. Bánh DMT được tinh chế bằng hệ thống tinh cất dòng ngắn ở điều kiện áp suất 6,65 Kpa và nhiệt độ 200°C để thu được DMT tinh khiết. Độ tinh khiết của DMT thu được là 99,4%, và tỉ lệ thu hồi là 82%.

Phương án so sánh 2

Nguyên liệu thô là hạt chất thải polyeste có cỡ hạt trung bình bằng hoặc nhỏ hơn 10mm. Hàm lượng ẩm nhỏ hơn hoặc bằng 0,5%. Ví dụ so sánh 2 tương tự với Ví dụ so sánh 1, và cả hai Ví dụ đều thực hiện phương pháp nạp liệu gián đoạn trong phản ứng rượu phân.

Cho 2500kg EG, 80kg dung dịch kali cacbonat 25% vào bình rượu phân thứ nhất 21 chứa 2000kg nguyên liệu rượu phân cùng loại, cho 1000kg viên polyeste trong khi khuấy và tăng nhiệt độ từ từ đến 190°C để rượu phân. Thời gian thực hiện phản ứng ở 190°C là 120 phút. Lấy mẫu và phân tích hàm lượng sản phẩm rượu phân monome BHET là 74%, tổng hàm lượng monome, dime, trime và tetrame là 89%.

Sau khi nguyên liệu trong bình rượu phân thứ nhất 21 được lọc bằng chương trình lọc 27, đưa vào bình phản ứng trao đổi giữa rượu và este 41 cùng một lần, và phần 2000kg trong bình rượu phân thứ nhất 21 được sử dụng cho lần rượu phân thứ tiếp theo. Cỡ lọc của chương trình lọc 27 là $80\mu\text{m}$. Trong bình phản ứng trao đổi giữa rượu và este 41, 2000kg metanol và chất xúc tác phản ứng trao đổi giữa rượu và este được cho vào và phản ứng trao đổi giữa rượu và este được thực hiện khi có mặt chất xúc tác. Nhiệt độ phản ứng là 75°C và thời gian phản ứng là 70 phút. Chất xúc tác là kali cacbonat. Lượng kali cacbonat là 2,0% chất thải polyeste. Kali cacbonat được cho vào ở dạng dung dịch EG. Nồng độ chất xúc tác trong dung dịch EG là 25%.

Sản phẩm phản ứng trao đổi giữa rượu và este đi vào máy kết tinh DMT và nhiệt độ nguyên liệu được hạ thấp dưới 40°C , và tinh thể DMT sẽ kết tinh. Sau khi lọc, thu được bánh DMT thô và dịch lọc. Bánh DMT thô có thể được rửa nhiều lần bằng metanol để thu được bánh DMT. Bánh DMT được tinh chế bằng hệ thống tinh cất dòng ngắn trong các điều kiện áp suất 6,65Kpa và nhiệt độ 200°C để thu được DMT tinh khiết. Độ tinh khiết của DMT đạt đến 99,4%, và tỉ lệ thu hồi là 78%.

Mặc dù sáng chế được mô tả và minh họa bằng cách tham khảo các phương án cụ thể nhưng các nguyên tắc liên quan dễ dàng được áp dụng để sử dụng các phương án khác nhau đối với người có kiến thức trung bình trong lĩnh vực này. Do đó, sáng chế chỉ bị giới hạn bởi phạm vi của các yêu cầu bảo hộ.

Yêu cầu bảo hộ

1. Phương pháp tái chế nguyên liệu chất thải polyeste bằng cách rượu phân liên tục bao gồm:

(a) xử lý sơ bộ nguyên liệu: loại nước và khử oxy nguyên liệu chất thải polyeste để thu được nguyên liệu chất thải polyeste thô;

(b) làm nóng chảy: làm nóng chảy nguyên liệu thô là chất thải polyeste; điều chế dung dịch xúc tác rượu phân và chất xúc tác rượu phân được hòa tan trong chất rượu phân để thu được dung dịch xúc tác rượu phân;

(c) rượu phân: nguyên liệu chất thải polyeste thô nóng chảy và chất rượu phân và dung dịch xúc tác rượu phân ở trạng thái nóng chảy được nạp liên tục và đồng thời vào bình rượu phân thứ nhất để thực hiện phản ứng rượu phân thứ nhất để thu được chất nóng chảy thứ nhất, trong đó chất nóng chảy thứ nhất được nạp liên tục vào bình rượu phân thứ hai để thực hiện phản ứng rượu phân thứ hai, để thu được sản phẩm rượu phân; và

(c) phản ứng trao đổi giữa rượu và este: sản phẩm rượu phân, chất phản ứng trao đổi giữa rượu và este, chất xúc tác phản ứng trao đổi giữa rượu và este trong trạng thái nóng chảy được nạp vào bình este hóa để thực hiện phản ứng trao đổi giữa rượu và este để thu được DMT (Dimethyl Terephthalat) thô và kết tinh, tách và tinh chế DMT thô, trong đó bình rượu phân thứ nhất và bình rượu phân thứ hai được nối với nhau.

2. Phương pháp tái chế nguyên liệu chất thải polyeste bằng cách rượu phân liên tục theo điểm 1, trong đó bước (a1) giữa bước (a) và bước (b) là bước lọc nguyên liệu chất thải polyeste thô.

3. Phương pháp tái chế nguyên liệu chất thải polyeste bằng cách rượu phân liên tục theo điểm 1, trong đó chất rượu phân là etylen glycol, tỉ lệ trọng lượng của nguyên liệu chất thải polyeste thô so với chất rượu phân là 1,0:1,0~2,0, nguyên liệu chất thải polyeste thô và chất rượu phân được nạp liên tục và đồng thời vào bình rượu phân thứ nhất.

4. Phương pháp tái chế nguyên liệu chất thải polyeste bằng cách rượu phân liên tục theo điểm 1, trong đó chất xúc tác rượu phân được chọn từ nhóm bao gồm: kali cacbonat và kẽm axetat, lượng chất xúc tác rượu phân được bổ sung nằm trong khoảng từ 0,3% đến khoảng 3,0% dựa trên trọng lượng của nguyên liệu chất thải polyeste.

5. Phương pháp tái chế nguyên liệu chất thải polyeste bằng cách rượu phân liên tục theo điểm 3 hoặc 4, trong đó chất xúc tác rượu phân được hòa tan trong chất rượu phân để thu được chất xúc tác rượu phân dạng lỏng, lượng chất xúc tác rượu phân được bổ sung nằm trong khoảng từ 10% đến khoảng 70% dựa trên trọng lượng của chất rượu phân.

6. Phương pháp tái chế nguyên liệu chất thải polyeste bằng cách rượu phân liên tục theo điểm 5, trong đó các điều kiện phản ứng của bình rượu phân thứ nhất và bình

rượu phân thứ hai là: nhiệt độ rượu phân nằm trong khoảng từ 180°C ~ 200°C và thời gian rượu phân là nằm trong khoảng 40 phút đến 90 phút.

7. Phương pháp tái chế nguyên liệu chất thải polyeste bằng cách rượu phân liên tục theo điểm 1, trong đó chất phản ứng trao đổi giữa rượu và este là metanol, tỉ lệ trọng lượng nguyên liệu chất thải polyeste thô so với chất phản ứng trao đổi giữa rượu và este là 1,0:1,0~3,0.

8. Phương pháp tái chế nguyên liệu chất thải polyeste bằng cách rượu phân liên tục theo điểm 1, trong đó chất xúc tác phản ứng trao đổi giữa rượu và este được chọn từ nhóm bao gồm: natri hydroxit và kali cacbonat, lượng bổ sung chất xúc tác phản ứng trao đổi giữa rượu và este là từ 0,2% trọng lượng~5,0% trọng lượng theo trọng lượng nguyên liệu chất thải polyeste.

9. Phương pháp tái chế nguyên liệu chất thải polyeste bằng cách rượu phân liên tục theo điểm 8, trong đó lượng bổ sung chất xúc tác phản ứng trao đổi giữa rượu và este là từ 0,3% trọng lượng~2,0% trọng lượng dựa trên theo trọng lượng của liệu chất thải polyeste.

10. Phương pháp tái chế nguyên liệu chất thải polyeste bằng cách rượu phân liên tục theo điểm 7 hoặc 8, trong đó các điều kiện phản ứng của phản ứng trao đổi giữa rượu và este là: nhiệt độ phản ứng nằm trong khoảng từ 60°C đến 80°C và thời gian phản ứng nằm trong khoảng từ 30 phút đến 90 phút.

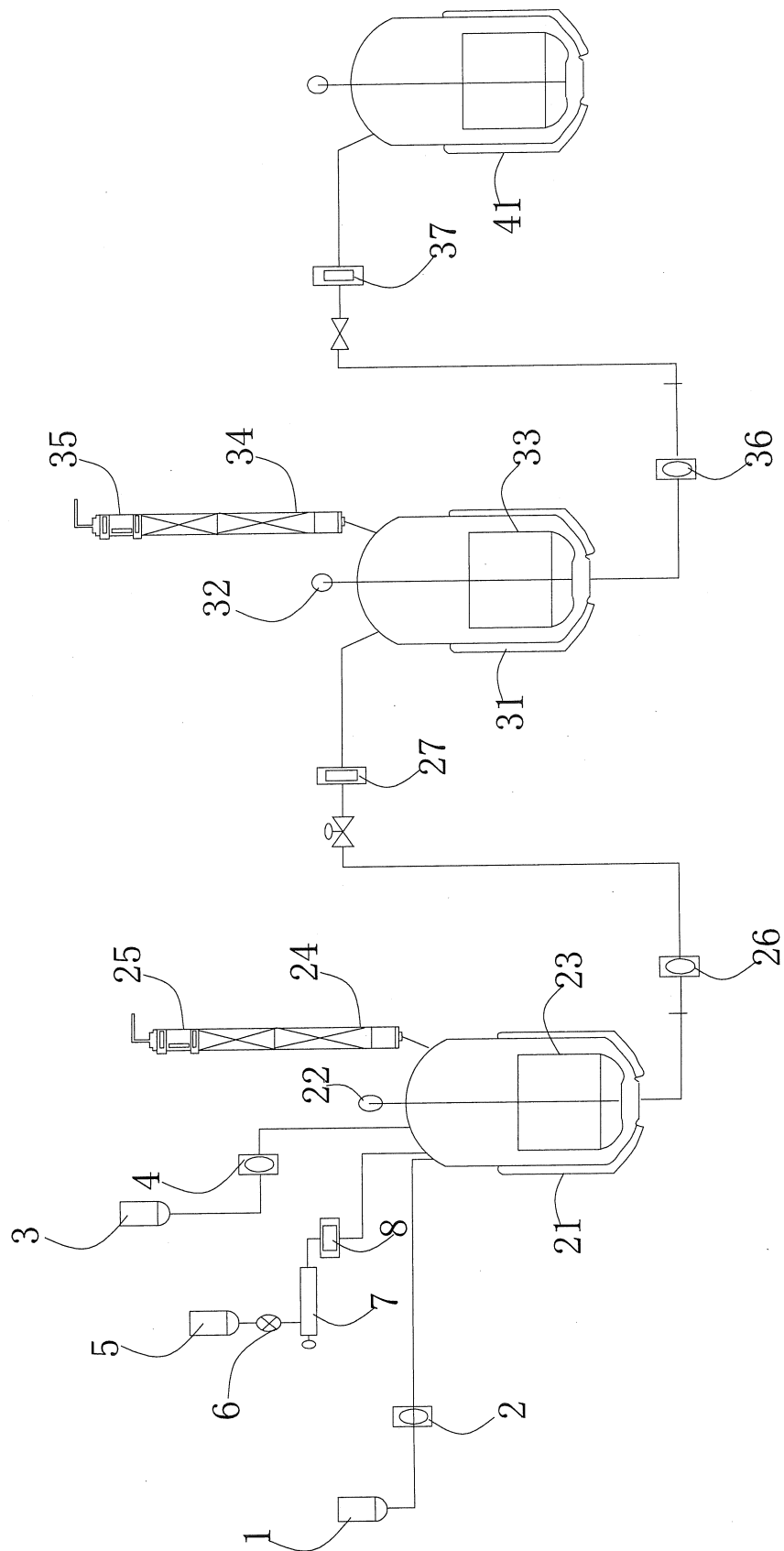


Fig.1