

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **08.09.2006**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **19.03.2008**
(Věstník č. 12/2008)

(21) Číslo dokumentu:

2006-550

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl.:

<i>C08J 11/04</i>	(2006.01)
<i>C08J 11/24</i>	(2006.01)
<i>C08J 11/16</i>	(2006.01)
<i>C08J 11/22</i>	(2006.01)
<i>C07C 51/43</i>	(2006.01)
<i>C07C 51/48</i>	(2006.01)
<i>C07C 63/26</i>	(2006.01)

(71) Přihlašovatel:

Ústav chemických procesů Akademie věd ČR, Praha, CZ

(72) Původce:

Veselý Václav Ing., Praha, CZ

Drahoš Jiří Prof. Ing. DrSc., Praha, CZ

Šírek Milan Ing., Praha, CZ

(74) Zástupce:

Ing. Petr Řezáč, Jihozápadní III 1145/4, Praha 4 -
Spořilov, 14100

(54) Název přihlášky vynálezu:

**Způsob chemické recyklace odpadního
polyethylentereftalátu**

(57) Anotace:

Způsob chemické recyklace odpadního polyethylentereftalátu, při kterém se odpadní polyethylentereftalát podrobí alkalické hydroglykolýze roztokem louhu sodného nebo draselného a glykolu při současném oddestilování vody z reaktoru, načež se oddělí suspenze krystalů sodné soli kyseliny tereftalové a glykolu a tato suspenze se zředí vodou a zbaví sorbentem nečistot a poté se podrobí elektrolyze při které se oddělí vzniklé krystaly kyseliny tereftalové od vodného roztoku hydroxidu alkalického kovu a glykolu.

CZ 2006 - 550 A3

Způsob chemické recyklace odpadního polyethyltereftalátu.

Oblast techniky

Vynález se týká způsobu chemické recyklace odpadního polyethyltereftalátu (PET) s výchozí alkalickou hydroglykolýzou zahrnující v kombinaci bazickou hydrolyzu a následnou glykolýzu. Předpokládá se, že odpadní PET se získává separací sběrových plastů a jejich následným třídění, kdy se především mechanicky separují nápojové láhve. Produktem chemické recyklace PET je kyselina tereftalová a ethylenglykol.

Dosavadní stav techniky

Z patentu U.S.3,544,622 je známá alkalická glykolýza polyethyltereftalátu při zvýšené teplotě která se provádí za atmosférického tlaku. Reakční směs se přefiltruje a získává se sodná sůl kyseliny tereftalové. Sodná sůl se promyje a pak se rozpustí a odfiltrují se nečistoty. Roztok sodné soli se okyslí minerální kyselinou a kyselina tereftalová se izoluje filtrací.

Z Evropského patentu 587 751 je známý způsob basické glykolýzy prováděné hydroxidem sodným nebo draselným při atmosférickém tlaku při teplotě 140 až 180°C. Vzniklá sůl kyseliny tereftalové se rozpustí ve vodě. Alkoholem C₃ až C₈ se extrahují nečistoty a glykol. Z extraktu se pak srazí minerální kyselinou kyselina tereftalová a ta se filtruje a suší.

V jiném evropském patentu 597 751 se uvádí způsob rozkladu polyethyltereftalátu louhem sodným v tavenině přímo v extrudéru. Opět se vzniklá sůl odděluje od zbytků rozpouštěním ve vodě a následně se z roztoku izoluje kyselina tereftalová neutralizací minerální kyselinou.

V U.S.patentu č. 5,395,858 se uvádí polyethyltereftalát do roztoku louhu sodného za varu. Odpaří se ethylenglykol. Zbývá sodná sůl se rozpustí ve vodě, okyslí se a vypadlá kyselina tereftalová se filtruje a suší.

V patentu U.S. 6,031,128 se provádí opět alkalická hydrolyza drceného polyethyltereftalátu. Kyselina tereftalová se izoluje pomocí minerální kyseliny a vzniklý filtrát obsahující sůl minerální kyseliny (NaCl) se zpracovává elektrodialýzou na HCl. Ta se pak opět používá k rozkladu soli kyseliny tereftalové. Vzniklý louh se vrací do hydrolyzy.

Podle české přihlášky PV 2004-748 se provádí dvoustupňová hydrolyza, přičemž v prvním stupni se provádí basická hydrolyza a glykolýza v extrudéru a vzniklé oligomerní produkty reagují ve druhém stupni ve vodném roztoku hydroxidu alkalického kovu.



Úlohou předkládaného vynálezu je zvýšení výtěžnosti procesů a optimalizovat energetickou potřebu tak, aby celá technologie recyklace v nové kombinaci byla ekonomicky přijatelná při současných cenových relacích surovin a energií.

Podstata vynálezu

Podstata způsobu chemické recyklace odpadního polyethylentereftalátu s výchozí alkalickou hydroglykolýzou, při naplnění výše uvedené úlohy spočívá v tom, že se odpadní polyethylentereftalát podrobí alkalické hydroglykolýze roztokem louhu sodného nebo draselného při současném oddestilování vody z reaktoru, načež se oddělí suspenze krystalů sodné soli kyseliny tereftalové a glykolu a tato suspenze se zředí vodou a zbaví sorbentem nečistot a poté se podrobí elektrolýze, při které se oddělí vzniklé krystaly kyseliny tereftalové od vodného roztoku hydroxidu alkalického kovu a glykolu.

Podle dalších výhodných konkrétních provedení vynálezu se udržuje hmotnostní poměr glykolu a polyethylentereftalátu při alkalické hydroglykolýze v relaci 1:1 až 1:10, přednostně 1:4 až 1:6 a vodný roztok hydroxidu a glykolu vzniklý z elektrolýzy se opět vrací do prvního stupně hydroglykolýzy.

Podrobněji lze podstatu vynálezu popsat tak, že drcený PET se dávkuje do vodného roztoku ethylenglykolu a louhu alkalického kovu. Tato suspenze se míchá a vaří tak dlouho, až se odpaří voda. Z reakční směsi se vyloučí málo rozpustná sůl kyseliny tereftalové. Reakce je ukončena po oddestilování přebytečné vody a to se řídí teplotou. Sůl se oddělí od přebytečného glykolu a rozpustí se ve vodě. Vzniklý roztok se zbaví zbytků barviva a nerozpuštěných podílů adsorpcí na povrchu aktivního uhlí. Odbarvený roztok se vede do elektrolyzéry, kde se účinkem elektrického proudu dělí ionty na kationy a aniony. Elektrolýzou vody vzniklý vodíkový iont reaguje v anodickém prostoru s anionem kyseliny tereftalové a ta se z roztoku vylučuje ve formě krystalů. Podobný popis této části procesu obsahuje také česká patentová přihláška PV 2006-313. Katolyt obsahuje vodný roztok glykolu a hydroxidu alkalického kovu. Tento roztok se vrací zpět do prvního stupně, kde se provádí glykolýza PET. Anolyt pak obsahuje suspenzi krystalů kyseliny tereftalové, která se oddělí filtrací, promyje a suší. Vzniklé krystaly jsou jedním z produktů recyklace PET. Druhým produktem je ethylenglykol, který se získává destilací z glykolu z základní glykolýzy PET po oddělení solí kyseliny tereftalové.

Výhodou vynálezu je zvýšení výtěžnosti procesů a optimalizace energetické spotřeby tak, aby celá technologie recyklace v nové kombinaci byla ekonomicky přijatelná při současných cenových relacích surovin a energií. Množství chemikálií potřebných při aplikaci elektrolýzy v posledním stupni procesu je vzhledem k použití zředěných roztoků

nepoměrně nižší než u tradičního způsobu vysrážení minerální kyselinou. V rámci recyklace se navíc produkt elektrolyzy pocházející z katolytu vrací zpět do prvního stupně, kde se provádí glykolýza PET.

Příklad provedení vynálezu

Do třilitrové sulfonační baňky opatřené míchadlem a destilačním nástavcem bylo vloženo 1830 ml recyklovaného alkalického vodného roztoku ethylenglykolu, 200 g drceného PET a 60 ml čistého glykolu. Koncentrace hydroxidu sodného v roztoku byla 5 % hm a koncentrace ethylenglykolu byla 15% hm. Směs byla zahřívána dle následujícího režimu teplot:

Čas	10:30	10:45	10:55	11:00	11:15	12:00
Teplota	30 start	100	135	145	165	195 konec

Destilačním nástavcem bylo oddestilováno 1450 ml vody. Po ukončení destilace při 195°C bylo odstaveno topení a obsah baňky ponechán vychladnout. Vzniklo 680 ml matečného louhu a ten byl slit z vrstvy usazených krystalů. Suspenze krystalů a glykolu byla naředěna destilátem z reaktoru. Vznikl roztok sodné soli kyseliny tereftalové a glykolu. Tento roztok byl zahříván v průtočném tlakovém reaktoru na teplotu 200°C při atmosférickém tlaku. Doba zdržení při teplotě byla 15 min. Roztok byl po hydrolyze ochlazen. K tomuto roztoku bylo přidáno práškové aktivní uhlí až do odbarvení. Pak byl roztok přefiltrován a vložen do katodového prostoru elektrolyzátoru s Pt elektrodami. Do anodového prostoru byl nalit 1 % roztok kyseliny sírové. Proudová hustota byla 25 A/dm², napětí na elektrodách bylo 6 V. Ze suspenze byly odfiltrovány krystaly kyseliny tereftalové a promyty demineralizovanou vodou.

Matečný luh glykolu byl podroben destilaci za vakua (20 torr) při teplotě 150°C a vzniklý destilovaný glykol byl vrácen zpět do procesu bázecké glykolýzy. Pokud se z destilačního zbytku vyloučily krystaly sodné soli kyseliny tereftalové, bylo možné je odfiltrovat a vložit do rozpouštění před tlakovou hydrolyzou.

Průmyslové využití

Vynález je využitelný pro chemickou recyklaci polyethylentereftalových obalů, zejména se jedná o PET láhve a folie včetně filmových pásů.

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob chemické recyklace odpadního polyethyltereftalátu s výchozí alkalickou hydroglykolózou vyznačující se tím, že odpadní polyethyltereftalát se podrobí alkalické hydroglykolýze roztokem louhu sodného nebo draselného při současném oddestilování vody z reaktoru, načež se oddělí suspenze krystalů sodné soli kyseliny tereftalové a glykolu a tato suspenze se zředí vodou a zbaví sorbentem nečistot a poté se podrobí elektrolýze při které se oddělí vzniklé krystaly kyseliny tereftalové od vodného roztoku hydroxidu alkalického kovu a glykolu.
2. Způsob chemické recyklace odpadního polyethyltereftalátu podle nároku 1 vyznačující se tím, že hmotnostní poměr glykolu a polyethyltereftalátu při alkalické hydroglykolýze je 1:1 až 1:10 přednostně 1:4 až 1:6.
3. Způsob chemické recyklace odpadního polyethyltereftalátu podle nároku 1 vyznačující se tím, že vodný roztok hydroxidu a glykolu vzniklý z elektrolýzy se opět vrací do prvního stupně hydroglykolýzy.

~~X~~AnotaceNázev vynálezu: Způsob chemické recyklace odpadního polyethyltereftalátu.

a glykolu
Způsob chemické recyklace odpadního polyethyltereftalátu, při kterém se odpadní polyethyltereftalát podrobí alkalické hydroglykolýze roztokem louhu sodného nebo draselného při současném oddestilování vody z reaktoru, načež se oddělí suspenze krystalů sodné soli kyseliny tereftalové a glykolu a tato suspenze se zředí vodou a zbaví sorbentem nečistot a poté se podrobí elektrolyze při které se oddělí vzniklé krystaly kyseliny tereftalové od vodného roztoku hydroxidu alkalického kovu a glykolu.

jn