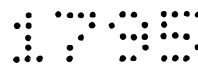


Eljárás műanyagok újrahasznosítására

K i v o n a t

A találmány tárgya olyan műanyag újrahasznosító eljárás, amelyben a műanyagot egy feloldására alkalmas oldószerrel érintkeztetik, és az oldószerben feloldott műanyagot egy fázisszétválasztó szer jelenlétében egy nem-oldószer alkalmazásával kicsapatják. Az eljárásban alkalmazott fázisszétválasztó szer az oldószerrel kompatibilis, a nem-oldószerrel nem kompatibilis, és akkor is jelen van, amikor a műanyagot az oldószerrel érintkeztetik, és elősegíti a műanyag oldószerben való oldhatóságát.

A₁**Eljárás műanyagok újrahasznosítására**

A találmány tárgya műanyagok újrahasznosítására alkalmas eljárás.

A műanyagokat széles körben használják különböző rugalmas és merev cikkek, például ponyvák, jármű belső textilhuzat bevonatok és egyéb elemek, csövek, ablakkeretek vagy polimerszigetelésű elektromos kábelek gyártására.

Az ilyen cikkek alapos őrlése olyan finomszemcsés heterogén keveréket eredményez, amelynek tisztítása és újrafelhasználása nehéz. Ezen túlmenően a szálerősítésű cikkek (például poliészter szálakkal erősített cikkek) esetén a szálak egyfajta vattát képeznek, ami az őrlött szemcsék újrahasznosítását tovább nehezíti.

Számos korábban javasolt eljárás szerves oldószerekben való feloldáson alapul. Így az EP-A-945481 számú szabadalmi iratban olyan eljárást ismertetnek, amely legalább egy vinil-klorid polimer alapú anyag újrahasznosítására alkalmas. Az eljárás lépései a következők:

- (a) az anyagot 1-50 cm átlagméretű darabokra darabolják – az anyag mérete meghaladja ezeket a méreteket;
- (b) a feldarabolt anyag száraz részeit egy olyan, lényegében vízmentes oldószerral érintkeztetik, amely a polimer feloldására képes, és a vízzel azeotróp elegyet alkot;
- (c) az oldószerben feloldott polimer kicsapását úgy végzik, hogy a kapott oldatba valamennyi gőzt fecskendeznek be, amely azután az oldószer-víz azeotrop elegyet magával viszi, és a maradó elegy lényegében vizet és szilárd szemcsés polimert tartalmaz; és
- (d) a szemcsés polimert kinyerik.

Az oldószer árával és a környezetbe való kibocsátásával kapcsolatos hátrányok kiküszöbölésére kívánatos az azeotrop rész oldószer-

visszanyerésre alkalmazott kezelése. A fenti szabadalmi iratban ismertetett eljárásban fázisszétválasztó szerként kalcium-kloridot alkalmaznak, és így a (folyékony) azeotrop elegyet egy vizes fázisra és egy lényegében oldószerből álló fázisra választják szét. A kalcium-klorid a vizes fázisban marad, és koncentráció után fázisszétválasztó szerként újra felhasználható. Ez az eljárás azonban mind energiafogyasztás, mind pedig a korróziót okozó kalcium-klorid alkalmazása miatt szükséges, igényes berendezés tekintetében költséges.

Az oldószer/nem-oldószer elegy alkotórészeinek kinyerése gyakorlatilag a legtöbb olyan műanyag újrahasznosítási eljárás problémája, amelyet oldószeres oldással és az oldott műanyag nem-oldószerrel megvalósított kicsapásával valósítanak meg.

A találmány azon a meglepő megfigyelésen alapul, hogy ha a műanyagot tartalmazó oldószer/nem-oldószer elegyhez egy bizonyos fázisszétválasztó szert adunk, akkor azon túlmenően, hogy az elegy könnyebben szétválik, javul az oldószerben dús fázis adott műanyagra vonatkozó oldóképessége is. Az eljárás így rugalmasabbá válik, kevesebb energiát és kisebb költségráfordítást igényel.

A találmány célkitűzése a fentieknek megfelelően egy olyan egyszerű, gazdaságos és megbízható újrahasznosító eljárás, amely a környezetet sokkal kevésbé szennyezi, és nagy tisztaságú műanyag visszanyerését teszi lehetővé.

A találmány még specifikusabban olyan műanyag újrahasznosító eljárásra vonatkozik, amelyben a műanyagot egy feloldására alkalmas oldószerrel érintkeztetjük, és az oldószerben feloldott műanyagot egy fázisszétválasztó szer jelenlétében, egy nem-oldószer alkalmazásával kicsapjuk. Az eljárásban alkalmazott fázisszétválasztó szer az oldószerrel kompatibilis, a nem-oldószerrel nem kompatibilis, akkor is jelen van, amikor a műanyagot az oldószerrel érintkeztetjük, és elősegíti a műanyag oldószerben való oldhatóságát.

Az újrahasznosított műanyag bármilyen típusú lehet. Lehet nem poláros polimer, például egy etilén polimer (PE) vagy egy propilén polimer (PP). A műanyag lehet poláros polimer, például egy vinil-klorid polimer (PVC) vagy egy vinilidén-klorid polimer (PVDC) is. Jó eredményeket kaptunk PVC-vel. A PVC kifejezésen bármilyen olyan homo- vagy kopolimert értünk, amely legalább 50 tömeg% vinil-kloridot tartalmaz.

A műanyag formája bármilyen lehet. Lehet például polimerizációs folyamatból, kompaundból vagy a műanyag használatából származó, adott esetben folyékony vagy paszta formájú hulladék vagy akár egy oldószeres oldat. Olyan szilárd anyagok, köztük erősítő szálak is lehetnek, amelyek egy vagy több szokásosan alkalmazott adalékanyagot, például lágyítót, stabilizátort, oxidáció-gátlót, láng-gátlót, színezéket és töltőanyagot tartalmaznak. Az erősítő szálak bármilyen típusúak, ezen belül természetes és szintetikus eredetűek lehetnek; különösen jól alkalmazhatók az üvegszálak, cellulózszálak és műanyag szálak. Az alkalmazott szálak gyakran műanyagból, elsősorban poliészterből készülnek. Jó eredmények érhetők el a poli(etilén-tereftalát)-tal (PET), amely különösen a ponyvaként alkalmazott lapok erősítésére alkalmas. Az ilyen szálak átmérője 10-100 μm . A szálak hosszúsága a szálerősítésű lapokban gyakran a több métert is eléri. Lehetnek természetesen viszonylag rövid szálak is, amelyek hosszúsága néhány mm-től néhány centiméterig terjed. Ezek adott esetben egy textil- vagy nem szövött vagy nemezformát öltenek. A szálak a szálerősítésű lapok tömegének például 1-50 tömeg%-át alkotják.

Ezek a cikkek lehetnek például rugalmas vagy merev csövek, tartályok, talajtakaró lemezek, ponyvák, ablakkeretek, elektromos kábelszigetelő burkolatok. Előállításuk bármilyen ismert eljárással, például extrudálással, bevonással vagy fröccsöntéssel történhet. Ezeket a cikkeket a méretük csökkentésére érdemes olyan kisebb darabokra feldarabolni, amelyek könnyen kezelhetők és a találmány szerinti eljárással könnyen feloldhatók. A fenti EP-A-945481 szá-



mű szabadalmi iratban egy megfelelően alkalmazható daraboló eljárást ismertetnek.

A találmány szerinti eljárásban a műanyagot egy feloldására képes oldószerrel, egy fázisszétválasztó szer jelenlétében érintkeztetjük. Szálerősítésű cikkek esetén az oldószer-fázisszétválasztó szer eleggyel nem oldunk mást fel, mint az újrahasznosítandó műanyagot. A szálerősítésű anyagok vagy a műanyaghoz társított vagy kapcsolt és a találmány szerinti eljárás kivitelezése előtt el nem távolított „tartozékok”, például fémtestecskék, címkék, fémvezetők visszanyerésére alkalmas eljárást ismertetnek az EP-A-945481 számú szabadalmi iratban.

A találmány céljaira alkalmazható fázisszétválasztó szer egy olyan vegyület, amely elősegíti a műanyagot tartalmazó oldószer/nem-oldószer elegy műanyag komponensének ülepedését. A találmány szerinti fázisszétválasztó szer emellett az oldószerrel kompatibilis, a nem-oldószerrel nem kompatibilis, és javítja a műanyag oldószerben való oldódását. Ez a fázisszétválasztó szer az ülepitő eljárásból eredő, nem-oldószerben dús fázisból gyakorlatilag hiányzik. Előnyös, ha a nem-oldószer a környezetbe kibocsátható (például ha ez a nem-oldószer víz), és az is előnyös, ha a műanyaggyártásban lényegében nem alkalmaznak ilyen szert.

Az feloldó eljárást általában legalább atmoszférikus nyomáson, és még specifikusabban legalább 0,15 MPa nyomáson végezzük; a nyomás előnyösen nem haladja meg az 1 MPa, még előnyösebben a 0,5 MPa értéket.

A feloldó eljárást általában legalább 75 °C-on, még specifikusabban 100 °C-on végezzük; a hőmérséklet általában nem haladja meg a 100 °C-t és még specifikusabban a 110 °C-t.

Ezen túlmenően előnyösen inert atmoszférában, például nitrogén-atmoszférában dolgozunk a robbanásveszély vagy az oldószerbomlás, a nem-oldószer bomlásának és/vagy a fázisszétválasztó szer bomlásának elkerülésére.



Az alkalmazott oldószer és kiválasztott fázisszétválasztó szer mennyiségének annyinak kell lennie, hogy a műanyag oldódásával kialakuló viszkozitás ne zavarja meg az eljárás (például szűrés) menetét. A feloldási lépés során a műanyag koncentrációja előnyösen ne haladja meg az oldószer-fázisszétválasztó szer elegyben a 200 g/liter és elsősorban a 100 g/liter értéket.

Az így visszanyert műanyag hasznosítása szempontjából a találmány szerinti eljárás egyik előnyös változatában a műanyag feloldása előtt vagy alatt az oldószerhez – a fázisszétválasztó szeren kívül – egy vagy több adalékanyagot (például stabilizátort, lágyítót) társítunk. Ezek mennyiségét és típusát a visszanyert műanyag kívánt tulajdonságaitól függően választjuk meg. Ebben az esetben kívánatos, hogy a társított adalékok az alkalmazott oldószerben oldódjanak. Az oldószerben azonban bármilyen oldhatatlan adalékot is alkalmazhatunk finoman diszpergált formában.

A műanyag feloldása és a jelen lévő, nem oldódott alkotóelemek szétválasztása után a feloldott műanyagot kicsapatjuk. Ezt adott esetben a nyomás csökkentésével (általában atmoszférikus nyomáson) végezzük, de elsősorban úgy járunk el, hogy a feloldott műanyagot tartalmazó oldószerhez az oldott műanyag teljes kicsapatásához elegendő mennyiségű nem-oldószert adunk. Ezt a kicsapatást előnyösen úgy végezzük, hogy a nem-oldószert folyékony és gázalakban is befecskendezzük, aminek következtében a műanyag kicsapódása gyorsul. Ha a befecskendezett nem-oldószer egy kis koncentrációjú oldószert tartalmaz, az nem káros; ez a tény csak annyira érdekes, hogy – amint azt a későbbiekben ismertetjük – az eljárás adott esetben alkalmazott későbbi szakaszában egy olyan nem-oldószer-forrás képződjön, ami különösebb tisztítás nélkül újrahasználható.

A kicsapatással kapott szemcsék méretének csökkentése szempontjából előnyös, ha a kicsapatást egy diszpergálószer jelenlétében végezzük. Gyakorlatilag úgy járunk el, hogy a hozzáadást a műanyag oldódásának kez-

detén végezzük. Úgy is eljárhatunk, hogy a diszpergálószer a kicsapásra alkalmazott nem-oldószer hozzáadásával egy időben társítjuk (ugyanazzal vagy eltérő anyagárammal), de ennek az eljárásnak a követése nehezebb, és a közeg homogenitásának elvesztéséhez vezethet. Ebben a változatban az alkalmazott diszpergálószernek elsősorban felületaktív anyagnak kell lennie. Ilyen anyagok például a következők: bentonit, poli(vinil-alkohol), zselatin, cellulóz-észterek vagy éterek és vízben oldható (ko)-polimerek. Jó eredmények érhetők el cellulóz-éterek alkalmazásával. Az alkalmazott diszpergálószer mennyisége ebben a változatban a PVC tömegére számítva általában 0,001 tömeg% vagy ennél nagyobb, előnyösen 0,01 tömeg% vagy ennél nagyobb vagy még előnyösebben 0,1 tömeg% vagy ennél nagyobb. Az alkalmazott diszpergálószer mennyisége általában 5 tömeg% vagy ennél kisebb, még specifikusabban 2 tömeg% és még inkább 1 tömeg%.

A kapott termék szemcseméretének csökkentésére alkalmazható másik eljárásban a feloldott műanyagot tartalmazó oldószerhez fokozatosan hozzáadjuk a nem-oldószer, és a nyomást ezalatt az atmoszférikus nyomásnál kisebb értékre csökkentjük. Ezután általában fázisfordítást figyelhetünk meg, ami azt jelent, hogy a kicsapítás közege az oldószerben képződött nem-oldószer diszperzióból a nem-oldószerben képződött oldószer diszperzióvá változik át. Ez a jelenség a viszkozitás hirtelen csökkenésével jár együtt, és ez attól a pillanattól kezdődik, amikor a feloldott műanyag fokozatosan sűrűsödő szemcsék formájában kicsapódik. Általában előnyös, ha a fentiekben javasolt nyomáscsökkenés a fázisfordítás előtt történik azért, hogy a fázisfordítás csökkentett nyomáson menjen végbe. A találmány szerinti eljárás egyik előnyös változatában a fázisfordítás alatt a nyomás általában 90 kPa vagy ennél kisebb, még specifikusabban 80 kPa és előnyösen 70 kPa. Ez a nyomás általában nagyobb, mint 20 kPa és még specifikusabban nagyobb, mint 40 kPa. A nem-oldószer fokozatos adagolása alatt végzett nyomáscsökkentés további előnye, hogy lehetőség van a műanyag kritikus koncentrációküszöbértékének olyan küszöbértékre való csökkentésére, amelynél a közeg

olyan küszöbértékre való csökkentésére, amelynél a közeg ülepedése megfigyelhető. Tehát a nyomáscsökkentéssel ugyanolyan mennyiségű oldószerrel több polimer kezelését végezhetjük.

Végül, a szemcseméret legnagyobb mértékű csökkentése és az agglomerátum-mentes termék előállítása érdekében előnyösen úgy járunk el, hogy a nem-oldószer fokozatos adagolása alatt diszpergálószer és atmoszférikus nyomás alá történő nyomáscsökkentést egyaránt alkalmazunk.

A műanyag feloldására képes oldószerrel előnyösen olyan oldószerek közül választjuk, amelyek oldhatósági paramétere [amelynek meghatározását és kísérleti értékeit a következő irodalmi helyeken ismertetik: „Properties of Polymers”, D.W. Van Krevelen, 1990 Edition, pp. 200-202; és „Polymer Handbook”, J. Brandrup and E.H. Immergut, Editors, Second Edition, p. (IV-337)-(IV-337)] a feloldandó műanyagéhoz közeli érték. A műanyagot nem oldó úgynevezett nem-oldószerrel előnyösen olyan oldószerek közül választjuk, amelyek oldhatósági paramétere jelentősen különbözik a műanyagot oldó oldószerétől. Az oldószer és nem-oldószer kifejezésen természetesen tiszta anyagokat vagy ilyen anyagokból álló legyeket értünk. A fázissztérválasztó szer oldhatósági paramétere előnyösen szintén különbözik a műanyagot oldó oldószerétől.

A találmány szerinti eljárás egyik előnyös változatában az oldószer oldhatósági paramétere a műanyagéhoz közeli érték, és a fázissztérválasztó szer oldhatósági paramétere:

- kisebb, mint a műanyagé, ha a nem-oldószer oldhatósági paramétere nagyobb, mint a műanyagé; és
- nagyobb, mint a műanyagé, ha a nem-oldószer oldhatósági paramétere kisebb, mint a műanyagé.

Fontos megjegyezni, hogy számos műanyag hulladék nem elhanyagolható mennyiségű vizet tartalmaz, amelynek oldhatósági paramétere – polaritása következtében – sokkal nagyobb, mint a műanyagé, és ezért a mű-

anyaggal szemben nem-oldószerként viselkedik. A találmány szerinti eljárás egyik előnyös változatában az oldószerben oldott műanyag kicsapására választott nem-oldószer víz, és a fázissztétválasztó szer egy nem poláros szerves vegyület (amelynek oldhatósági paramétere sokkal kisebb, mint a vízé.).

A találmány szerinti eljárás egyik előnyös változatában a csapadék közegből lényegében eltávolítjuk a fázissztétválasztó szert és az oldószert. Az eltávolítást a nem-oldószer forráspontjánál alacsonyabb hőmérsékleten végezzük. Az eltávolítás kivitelezését elsősorban olyan anyagok választásával végezzük, amelyek forráspontja kisebb, mint a nem-oldószeré és/vagy amelyek a nem-oldószerrel azeotrop elegyet alkotnak.

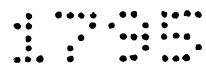
A találmány vonatkozásában előnyös az olyan oldószerek alkalmazása, amelyek a nem-oldószerrel elegyíthetők, és azzal azeotrop elegyet alkotnak. Ebben az esetben az oldószer nagyobb részét azeotrop elegy formában elpárologtatjuk a csapadék közegből.

Bizonyos esetekben az oldószert és a fázissztétválasztó szert tartalmazó gőzfázis lényeges mennyiségű nem-oldószer frakciót is tartalmaz. Ezt a gőzt ezután előnyösen kondenzáltatjuk, majd ülepítésnek vetjük alá, és ezt követően – a műanyagoldásra való újrahasználat előtt – a nem-oldószerben dús fázist eltávolítjuk az elegyből. Ez az újrahasználat – ha az eljárás szakaszos újrahasznosító eljárás – az eljárás egy későbbi szakaszában történhet; vagy – folyamatos eljárás esetén – a folyamat részét is képezheti. Az ülepítő eljárásból származó nem-oldószerben dús fázis a műanyag kicsapása során szintén újrahasználható – amint azt a fentiekben ismertettük.

A találmány szerinti eljárás fontos előnyös tulajdonsága, hogy kibocsátások képződése nélkül, zártkörű rendszerben működtethető, aminek eredményeként az oldószert és a fázissztétválasztó szert tartalmazó fázist, illetve a nem-oldószert tartalmazó fázist a folyamatba visszavezethetjük, és újrahasználhatjuk.

A találmány szerinti eljárás egy másik előnyös változatában az oldószer és a fázisszétválasztó szert tartalmazó gőzt egyszerűen kondenzáltatjuk, és – további feldolgozás nélkül – a műanyag feloldására újrahasználjuk anélkül, hogy bármilyen ülepítési eljárást alkalmaznánk. Ez olyankor előnyös, ha a gőz kis mennyiségű nem-oldószer tartalmaz és/vagy az eljárást két fázis egyensúlyi állapotában lehet kivitelezni. A két fázis közül az egyik egy oldószerben dús fázis, amely lényegében az összes fázisszétválasztó szert tartalmazza, mert ez a szer az oldószerrel kompatibilis és a nem-oldószerrel nem kompatibilis; és a másik egy nem-oldószerben dús fázis. A fázisszétválasztó szer koncentrációjának (azaz az oldhatósági paraméter megfelelő beállításához szükséges koncentráció) megfelelő megválasztásával az oldószerben dús fázis megbízhatóan szelektíven feloldja a műanyagot. A nem-oldószerben dús fázis ebben az oldódási folyamatban nem vesz részt. Az oldószerben dús fázis – lévén így a kétfázisú rendszer része – a hozzáadott nem-oldószer (például a visszanyert műanyagban lévő víz) mennyiségével szemben teljesen érzéketlen. Ezzel csupán a nem-oldószerben dús fázis mennyisége nő. A találmány szerinti eljárás ezért a nem-oldószer elfogadható koncentrációjának tekintetében sokkal rugalmasabb. A változat további előnye, hogy nem szükséges az újrahasznosítandó műanyaggal együtt bevitt víz elsődleges eltávolítása (szárítással) vagy valamely soros lépésben való eltávolítása. A találmány szerinti eljárásban tehát nem-oldószerként elegendő a víz alkalmazása, és a műanyagban lévő víz egyszerűen a nem-oldószerben dús fázis mennyiségét növeli. Ezzel jelentős energia-megtakarítást érhetünk el, ami a víz gőzzé válásához szükséges rejtett hőből származik.

A találmány sikerrel alkalmazható PVC olyan eljárással megvalósított újrahasznosítására, amelyben oldószerként metil-etil-ketont (MEK), nem-oldószerként vizet és fázisszétválasztó szerként egy 5-7 szénatomos alifás szénhidrogént alkalmazunk. Kiváló eredményt érhetünk el, ha fázisszétválasztó szerként n-hexánt alkalmazunk.



A találmány szerinti eljárás előnyösen beilleszthető bármilyen olyan eljárásba, amelyben műanyagként PVC-t alkalmaznak, és úgy járnak el, hogy:

- (a) a PVC-t az oldószerrel és a fázisszétválasztó szerrel érintkeztetik, és feloldják;
- (b) az oldószerben oldott PVC kicsapatását úgy végzik, hogy az oldatba gőzt fecskendeznek, amelynek hatására az oldószer és a fázisszétválasztó szer elpárolog, és a visszamaradó elegy lényegében vizet és szilárd szemcsés PVC-t tartalmaz; és
- (c) a szemcsés PVC-t kinyerik.

A találmány szerinti eljárás még specifikusabban beilleszthető az EP-A-945481 számú szabadalmi iratban ismertetett eljárásba. Ebben az esetben előnyösen egy olyan szakaszos eljárást választunk, amelyben az oldószert és a fázisszétválasztó szert tartalmazó gőzvisszanyerő zárt kört alkalmazunk. A gőzt kondenzáltatjuk, és egy frakcióját vagy teljes egészét a következő szakaszos oldási műveletben való alkalmazáshoz visszavezetjük a folyamatba. Ebben az eljárásban jó eredményeket érhetünk el, ha oldószerként MEK-et és fázisszétválasztó szerként n-hexánt alkalmazunk. A fázisszétválasztó szert az első szakaszos üzemben adjuk a folyamatba; a hozzáadást végezhetjük az oldási szakaszban vagy a gőz kondenzáltatása után. A második oldási műveletben jó eredményeket érünk el. A kondenzált gőz (egy frakciójának) visszavezetése előtt hasznos lehet a frakció ülepitése a fázisszétválasztó szer segítségével, és a nem-oldószerben dús fázis elvezetése. Úgy is eljárhatunk, hogy az összes kondenzált gőzt teljes egészében visszavezetjük addig, ameddig az alkalmazott fázisszétválasztó szer mennyisége megengedi. Ebben az esetben az oldó közeg jelentős mennyiségű nem-oldószert tartalmaz, és elegendő mennyiségű fázisszétválasztó szernek kell jelen lennie ahhoz, hogy a nem-oldószer műanyag oldására kifejtett ellentétes hatását ellensúlyozzuk. Bizonyos vegyületek, például MEK (oldószer), víz (mint nem-oldószer) és n-hexán (mint fázisszétválasztó szer) alkalmazásával az oldási eljárás során két fázis

képződése figyelhető meg. Ebben az esetben – mivel a közeg összes víztartalma általában legalább 5 tömeg% – a hexántartalom legalább 5 tömeg%-ra való beállítása kívánatos (így a közeg többi része MEK-et tartalmaz) azért, hogy olyan, MEK-ben dús fázist kapjunk, amely egy elfogadható hőmérséklet-tartományban a PVC oldására képes. A kívánatos víztartalom nem haladhatja meg a 15 tömeg%-ot, és így a hexántartalom 30 tömeg%-ra korlátozható.

1. példa

Egy olyan kísérletsorozatot végzünk, amely a következő lépésekből áll:

1. egy 250 liter hasznos térfogatú autoklávban, 147 kg MEK-ben és 8 kg vízben (a feloldás előtt meg nem szárított PVC-ből származik), keverés közben, ± 350 kPa (abszolút) nyomáson, 110°C -on (ez hőmérséklet szükséges ahhoz, hogy a PVC 10 perc alatt feloldódjon) feloldunk 15 kg PVC homopolimert;
2. az oldat nyomását 100 kPa-ra csökkentjük, és 90 kg vizet fecskendezünk bele (60 kg-ot gőz-, 30 kg-ot folyadékformában), ennek hatására a feloldott PVC kicsapódik; ameddig az oldatban még valamennyi MEK van, a hőmérsékletet közel 74°C -on tartjuk (ennyi az azeotrop elegy forráspontja 100 kPa nyomáson); amikor gyakorlatilag az összes MEK eltávozott, a hőmérsékletet 100°C -ra emeljük, és 30 percig ezen az értéken tartjuk;
3. a gőzt visszanyerjük, és 30°C -on kondenzáltatjuk; ezután annyi n-hexánt adunk hozzá, hogy egy 170 kg MEK-et (78,9 tömeg%), 23 kg vizet (10,8 tömeg%) és 22 kg hexánt (10,3 tömeg%) tartalmazó elegyet kapjunk;
4. az elegyet ezután erőteljesen keverjük, és 30 percig 30°C -on ülepítjük;
5. ennek eredményeként 155 kg olyan, oldószerben dús fázist kapunk, amely 83,5 tömeg% MEK-et, 5 tömeg% vizet és 11,5 tömeg% hexánt tartalmaz;
6. a kapott elegyet 115°C -on, 440 kPa nyomáson melegítjük, és az oldást végző reaktorba dekantáljuk;

7. lefolytatunk egy másik oldó eljárást úgy, hogy 15 kg PVC-t 83,5 tömeg% MEK-et, 5 tömeg% vizet és 11,5 tömeg% hexánt tartalmazó közegben oldunk; ezalatt a hőmérsékletet körülbelül 90 °C-on tartjuk úgy, hogy a PVC 280 kPa nyomáson, 10 perc alatt feloldódjon;
8. az oldat nyomását 100 kPa-ra csökkentjük, és 90 kg vizet fecskendezünk bele (60 kg-ot gőz-, 30 kg-ot folyadékformában), ennek hatására a feloldott PVC kicsapódik; a kapott gőzt kondenzáltatjuk;
9. folytatjuk a keverést, ennek hatására az elegy 5 perc alatt leülepszik; így 155 kg olyan, oldószerben dús fázis képződik, amely 83,5 tömeg% MEK-et, 5 tömeg% vizet és 11,5 tömeg% hexánt tartalmaz;
10. lefolytatunk egy másik oldó eljárást úgy, hogy 15 kg PVC-t 83,5 tömeg% MEK-et, 5 tömeg% vizet és 11,5 tömeg% hexánt tartalmazó közegben oldunk 90 °C-on, 10 perc alatt.

A mérések azt mutatják, hogy a vizes fázistól centrifugálással elválasztott PVC csak 60 ppm MEK-et és 13 ppm hexánt, a kicsapató víz pedig csak 100 ppm MEK-et és 10 ppm hexánt tartalmaz.

2. példa

Egy olyan kísérletsorozatot végzünk, amely a következő lépésekből áll:

1. egy 250 liter hasznos térfogatú autoklávban, 147 kg MEK-ben és 8 kg vízben (a feloldás előtt meg nem szárított PVC-ből származó), keverés közben, ± 350 kPa (abszolút) nyomáson, 110 °C-on (ez hőmérséklet szükséges ahhoz, hogy a PVC 10 perc alatt feloldódjon) feloldunk 15 kg PVC homopolimert;
2. az oldat nyomását 100 kPa-ra csökkentjük, és 90 kg vizet fecskendezünk bele (60 kg-ot gőz-, 30 kg-ot folyadékformában), ennek hatására a feloldott PVC kicsapódik; ameddig az oldatban még valamennyi MEK van, a hőmérsékletet közel 74 °C-on tartjuk (ennyi az azeotrop elegy forráspontja 100

- kPa nyomáson); amikor gyakorlatilag az összes MEK eltávozott, a hőmérsékletet 100 °C-ra emeljük, és 30 percig ezen az értéken tartjuk;
3. a gőzt visszanyerjük, és 30 °C-on kondenzáltatjuk; ezután annyi n-hexánt adunk hozzá, hogy 155 kg olyan elegyet kapjunk, amely 109,4 kg MEK-et (71 tömeg%), 22,4 kg vizet (14 tömeg%) és 23,3 kg hexánt (15 tömeg%) tartalmaz;
 4. ezt az elegyet további módosítás nélkül a következő oldó folyamatba visszük;
 5. az elegyet 110 °C-on, 440 kPa nyomáson melegítjük, és az oldást végző reaktorba dekantáljuk;
 6. lefolytatunk egy másik oldó eljárást úgy, hogy 15 kg PVC-t 71 tömeg% MEK-et, 14 tömeg% vizet és 15 tömeg% hexánt tartalmazó közegben oldunk; ezalatt a hőmérsékletet körülbelül 90 °C-on tartjuk úgy, hogy a PVC 330 kPa nyomáson, 10 perc alatt feloldódjon;
 7. az oldat nyomását 100 kPa-ra csökkentjük, és 90 kg vizet fecskendezünk bele (60 kg-ot gőz-, 30 kg-ot folyadékformában), ennek hatására a feloldott PVC kicsapódik; a kapott gőzt kondenzáltatjuk;
 8. a kondenzált gőzből annyit elveszünk, hogy a 3. pontban ismertetetteknek megfelelő arányú és tömegű legyen;
 9. lefolytatunk egy másik oldó eljárást úgy, hogy 15 kg PVC-t 71 tömeg% MEK-et, 14 tömeg% vizet és 15 tömeg% hexánt tartalmazó közegben oldunk 330 kPa nyomáson, 90 °C-on, 10 perc alatt.

3. példa

1. 155 kg olyan oldatot készítünk, amely 82 tömeg% MEK-et, 5 tömeg% vizet és 13 tömeg% hexánt tartalmaz;
2. ezt az oldatot 440 kPa nyomáson 115 °C-ra melegítjük, és az oldást végző reaktorba dekantáljuk;

3. lefolytatunk egy oldó eljárást úgy, hogy ebben a közegben, 100 °C-on, 280 kPa nyomáson, 10 perc alatt 15,5 kg PVC-t oldunk;
4. az oldat nyomását 100 kPa-ra csökkentjük, összesen 60 kg vizet (gőz- és folyékonyformában) fecskendezünk bele fokozatosan; amikor elérjük a stabil gőz-befecskendezés tartományát, a reaktor nyomását 65 kPa-ra csökkentjük úgy, hogy a kicsapódás és a fázisváltás csökkent hőmérsékleten, 63,8-66 °C tartományban menjen végbe;
5. az így kapott szemcsés PVC átlagos átmérője 375 μm , és a szemcsék 90 %-ának átlagos átmérője kisebb, mint 489 μm .

4. példa

1. 155 kg olyan oldatot készítünk, amely 82 tömeg% MEK-et, 5 tömeg% vizet és 13 tömeg% hexánt tartalmaz;
2. ezt az oldatot 440 kPa nyomáson 115 °C-ra melegítjük, és az oldást végző reaktorba dekantáljuk;
3. lefolytatunk egy oldó eljárást úgy, hogy ebben a közegben, 100 °C-on, 280 kPa nyomáson, 10 perc alatt 14 kg PVC-t oldunk;
4. az oldat nyomását 100 kPa-ra csökkentjük, összesen 60 kg vizet (gőz- és folyékonyformában) fecskendezünk bele fokozatosan; a reaktort a fázisváltás és a kicsapódás időtartamára atmoszférikus nyomáson tartjuk, ez a folyamat 72-75 °C-on megy végbe;
5. az így kapott szemcsés PVC átlagos átmérője 621 μm , és a szemcsék 90 %-ának átlagos átmérője kisebb, mint 883 μm .

5. példa

1. 155 kg olyan oldatot készítünk, amely 82 tömeg% MEK-et, 5 tömeg% vizet és 13 tömeg% hexánt tartalmaz;
2. ezt az oldatot 440 kPa nyomáson 115 °C-ra melegítjük, és az oldást végző reaktorba dekantáljuk;

3. lefolytatunk egy oldó eljárást úgy, hogy ebben a közegben, 100 °C-on, 280 kPa nyomáson, 10 perc alatt 14 kg PVC-t oldunk;
4. az oldat nyomását 100 kPa-ra csökkentjük, összesen 60 kg vizet (gőz- és folyékonyformában) fecskendezünk bele fokozatosan; amikor elérjük a stabil gőz-befecskendezés tartományát, a reaktor nyomását 55 kPa-ra csökkentjük úgy, hogy a kicsapódás és a fázisváltás csökkent hőmérsékleten, 64-65 °C tartományban menjen végbe;
5. az így kapott szemcsés PVC átlagos átmérője 324 μm , és a szemcsék 90 %-ának átlagos átmérője kisebb, mint 443 μm .

6. , 7. és 8. példák

1. Egy olyan oldatot készítünk, amely 82 tömeg% MEK-et, 5 tömeg% vizet és 13 tömeg% hexánt tartalmaz;
2. egy 5 literes üvegreaktorban, 2 667 g fenti oldatban 250 g PVC-t oldunk;
3. a reaktorba a következő táblázatban ismertetett mennyiségű diszpergáló szer (Methocel K100 cellulóz-éter) fecskendezünk;
4. a feloldott PVC-t atmoszférikus nyomáson befecskendezett gőzzel csapattjuk ki.

A kapott eredményeket a következő táblázatban foglaljuk össze:

Példa	diszpergáló szer [tömeg%]	átlagos átmérő [μm]
6.	0	480
7.	0,1	376
8.	0,2	325

9. példa

1. 155 kg olyan oldatot készítünk, amely 82 tömeg% MEK-et, 5 tömeg% vizet és 13 tömeg% hexánt tartalmaz;
2. ezt az oldatot 440 kPa nyomáson 115 °C-ra melegítjük, és az oldást végző reaktorba dekantáljuk;



3. lefolytatunk egy oldó eljárást úgy, hogy ebben a közegben, 100 °C-on, 280 kPa nyomáson, 10 perc alatt 17,25 kg PVC-t oldunk;
4. az oldat nyomását 100 kPa-ra csökkentjük, összesen 60 kg vizet (gőz- és folyékonyformában) fecskendezünk bele fokozatosan; a reaktort a fázisváltás és a kicsapódás időtartamára atmoszférikus nyomáson tartjuk, ez a folyamat 72-75 °C-on megy végbe;
5. így nagyon durva szemcsés PVC-t kapunk, amelynek csak 76 %-a megy át az 1 mm-es szitán.

10. példa

1. 155 kg olyan oldatot készítünk, amely 82 tömeg% MEK-et, 5 tömeg% vizet és 13 tömeg% hexánt tartalmaz;
2. ezt az oldatot 440 kPa nyomáson 115 °C-ra melegítjük, és az oldást végző reaktorba dekantáljuk;
3. lefolytatunk egy oldó eljárást úgy, hogy ebben a közegben, 100 °C-on, 280 kPa nyomáson, 10 perc alatt 16,7 kg PVC-t oldunk;
4. az oldódás alatt a PVC tömegére számítva 0,2 tömeg% 6-8. példában ismertetett diszpergáló szert adunk a közegbe;
5. az oldat nyomását 100 kPa-ra csökkentjük, összesen 60 kg vizet (gőz- és folyékonyformában) fecskendezünk bele fokozatosan; amikor elérjük a stabil gőz-befecskendezés tartományát, a reaktor nyomását 70 kPa-ra csökkentjük úgy, hogy a kicsapódás és a fázisváltás csökkent hőmérsékleten, 64-65 °C tartományban menjen végbe;
6. így sokkal kisebb szemcseméretű PVC-t kapunk, amelynek 99,8 %-a átmegy az 1 mm-es szitán.

Szabadalmi igénypontok

1. Eljárás műanyag újrahasznosítására, azzal jellemezve, hogy a műanyagot egy feloldására alkalmas oldószerrel érintkeztetjük, és az oldószerben feloldott műanyagot egy fázisszétválasztó szer jelenlétében egy nem-oldószer alkalmazásával kicsapatjuk, ahol az alkalmazott fázisszétválasztó szer az oldószerrel kompatibilis, a nem-oldószerrel nem kompatibilis, és akkor is jelen van, amikor a műanyagot az oldószerrel érintkeztetjük, és elősegíti a műanyag oldószerben való oldhatóságát.

2. Az 1. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a műanyag kicsapatását egy diszpergáló szer jelenlétében végezzük.

3. A fenti igénypontok bármelyike szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a nem-oldószert fokozatosan adjuk a feloldott műanyagot tartalmazó oldószerhez, amelynek nyomását a nem-oldószer fokozatos adagolása alatt atmoszférikus nyomás alá csökkentjük.

4. A fenti igénypontok bármelyike szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy az oldószer oldhatósági paramétere a műanyagéhoz közeli érték, és a fázisszétválasztó szer oldhatósági paramétere:

- kisebb, mint a műanyagé, ha a nem-oldószer oldhatósági paramétere nagyobb, mint a műanyagé; és
- nagyobb, mint a műanyagé, ha a nem-oldószer oldhatósági paramétere kisebb, mint a műanyagé.

5. A fenti igénypontok bármelyike szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a nem-oldószer víz és a fázisszétválasztó szer egy nem poláros szerves vegyület.

6. A fenti igénypontok bármelyike szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy az oldószert és fázisszétválasztó szert a nem-oldószer forráspontjánál kisebb hőmérsékleten, lényegében teljesen eltávolítjuk a kicsapató közegből.

7. A 6. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy az oldószer a nem-oldószerrel elegyedik, és vele azeotrop elegyet alkot.

8. A 6. vagy 7. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy az oldószert és a fázisszétválasztó szert tartalmazó gőzfázis lényeges mennyiségű nem-oldószer frakciót is tartalmaz, és ezt a gőzt kondenzáltatjuk, majd üleptetésnek vetjük alá, és ezt követően – a műanyagoldásra való újrahasználatára előtt – a nem-oldószerben dús fázist eltávolítjuk az elegyből.

9. A 6. vagy 7. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy az oldószert és a fázisszétválasztó szert tartalmazó gőzt kondenzáltatjuk, és – további feldolgozás nélkül – a műanyag feloldására újrahasználjuk anélkül, hogy bármilyen üleptési eljárást alkalmaznánk.

10. A fenti igénypontok bármelyike szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy az alkalmazott műanyag PVC, az oldószer a MEK, a nem-oldószer a víz és a fázisszétválasztó szer egy 5-7 szénatomos alifás szénhidrogén.

11. A 8. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a fázisszétválasztó szer n-hexán.

12. A fenti igénypontok bármelyike szerinti eljárás, amelyben műanyagként PVC-t alkalmazunk, és az eljárás lefolytatását a következőképpen végezzük:

(a) a PVC-t az oldószerrel és a fázisszétválasztó szerrel érintkeztetjük, és feloldjuk;

(b) az oldószerben oldott PVC kicsapatását úgy végezzük, hogy az oldatba gőzt fecskendezünk, amelynek hatására az oldószer és a fázisszétválasztó szer elpárolog, és a visszamaradó elegy lényegében vizet és szilárd szemcsés PVC-t tartalmaz; és

(c) a szemcsés PVC-t kinyerjük.

18 old. + 1 ábra
2003. 04. 03.
Sárpata

A meghatalmazott:


DANUBIA
Szabadalmi és Védjegy Iroda Kft.
dr. Török Ferenc
szabadalmi ügyvivő