



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК
C08J 11/08 (2021.05); B29B 17/00 (2021.05)

(21)(22) Заявка: 2020136469, 18.06.2019

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
18.06.2019

Дата регистрации:
07.02.2022

Приоритет(ы):

(30) Конвенционный приоритет:
20.06.2018 US 62/687,388

(45) Опубликовано: 07.02.2022 Бюл. № 4

(85) Дата начала рассмотрения заявки РСТ на
национальной фазе: 20.01.2021

(86) Заявка РСТ:
US 2019/037611 (18.06.2019)

(87) Публикация заявки РСТ:
WO 2019/246016 (26.12.2019)

Адрес для переписки:
105215, Москва, а/я 26, Рыбина Н. А.

(72) Автор(ы):

ЛАЙМАН, Джон, Монкриф (US),
КОЛЛИАС, Димитрис, Иоаннис (US),
ШОНЕМАНН, Ганс (US),
УИЛЬЯМС, Кара (US)

(73) Патентообладатель(и):

ДЗЕ ПРОКТЕР ЭНД ГЭМБЛ КОМПАНИ
(US)

(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: EP 3112406 A1, 04.01.2017. SU
1472093 A1, 15.04.1989. WO 2017003802 A1,
05.01.2017. WO 2017003798 A1, 05.01.2017. WO
2017003799 A1, 05.01.2017.

(54) Способ очистки регенерированного полиэтилена

(57) Реферат:

Изобретение относится к способам очистки. Описан способ очистки регенерированного полиэтилена, причем регенерированный полиэтилен выбирают из группы, состоящей из полимеров после бытового использования, полимеров после промышленного использования и их комбинаций, включающий приведение регенерированного полиэтилена в контакт с первым жидким растворителем, растворение экстрагированного регенерированного полиэтилена в растворителе, выбранном из группы, состоящей из первого жидкого растворителя, второго жидкого растворителя и их смесей, отстаивание первого раствора, содержащего полиэтилен, по меньшей мере одну растворенную загрязняющую примесь и по

меньшей мере одну взвешенную загрязняющую примесь, с получением второго раствора, содержащего полиэтилен, по меньшей мере одну растворенную загрязняющую примесь и меньшее количество по меньшей мере одной взвешенной загрязняющей примеси; фильтрование второго раствора с получением третьего раствора, содержащего более чистый полиэтилен, по меньшей мере одну растворенную загрязняющую примесь и еще меньшее количество по меньшей мере одной взвешенной загрязняющей примеси; отделение более чистого полиэтилена от третьего раствора; причем второй жидкий растворитель имеет тот же химический состав, что и первый жидкий растворитель, или другой химический состав, и жидкий растворитель выбирают из

группы, состоящей из олефиновых углеводородов, алифатических углеводородов и их смесей, причем алифатический углеводород предпочтительно выбирают из группы, состоящей

из алифатических углеводородов C_1-C_6 и их смесей. Технический результат - получение очищенного полиэтилена. 13 з.п. ф-лы, 3 ил.

R U 2 7 6 5 9 5 4 C 1

R U 2 7 6 5 9 5 4 C 1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC
C08J 11/08 (2021.05); *B29B 17/00* (2021.05)

(21)(22) Application: **2020136469, 18.06.2019**

(24) Effective date for property rights:
18.06.2019

Registration date:
07.02.2022

Priority:

(30) Convention priority:
20.06.2018 US 62/687,388

(45) Date of publication: **07.02.2022** Bull. № 4

(85) Commencement of national phase: **20.01.2021**

(86) PCT application:
US 2019/037611 (18.06.2019)

(87) PCT publication:
WO 2019/246016 (26.12.2019)

Mail address:
105215, Moskva, a/ya 26, Rybina N. A.

(72) Inventor(s):

**LAYMAN, John, Moncrief (US),
COLLIAS, Dimitris, Ioannis (US),
SCHONEMANN, Hans (US),
WILLIAMS, Kara (US)**

(73) Proprietor(s):

THE PROCTER & GAMBLE COMPANY (US)

(54) **METHOD FOR PURIFYING REGENERATED POLYETHYLENE**

(57) Abstract:

FIELD: purification methods.

SUBSTANCE: method for purifying regenerated polyethylene is described, wherein regenerated polyethylene is selected from a group consisting of polymers after domestic use, polymers after industrial use and combinations thereof, including bringing regenerated polyethylene into contact with the first liquid solvent, dissolving extracted regenerated polyethylene in a solvent selected from a group consisting of the first liquid solvent, the second liquid solvent and mixtures thereof, settling the first solution containing polyethylene, at least one dissolved contaminating impurity and at least one suspended contaminating impurity to obtain the second solution containing polyethylene, at least one dissolved contaminating impurity and smaller amount of at least

one suspended contaminating impurity; filtrating the second solution to obtain the third solution containing purer polyethylene, at least one dissolved contaminating impurity and even smaller amount of at least one suspended contaminating impurity; separating purer polyethylene from the third solution; wherein the second liquid solvent has the same chemical composition as the first liquid solvent, or another chemical composition, and the liquid solvent is selected from a group consisting of olefin hydrocarbons, aliphatic hydrocarbons and mixtures thereof, wherein aliphatic hydrocarbon is preferably selected from a group consisting of aliphatic hydrocarbons C₁-C₆ and mixtures thereof.

EFFECT: obtaining purified polyethylene.

14 cl, 3 dwg

ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ ИЗОБРЕТЕНИЯ

Настоящее изобретение по существу относится к способу очистки загрязненных полимеров с использованием растворителя под давлением, отстаивания и/или фильтрования. В частности, настоящее изобретение относится к способу очистки 5 утилизированных полимеров, например пластмасс, утилизированных после бытового использования и промышленного использования, с получением бесцветного или прозрачного не имеющего запаха полимера, близкого к исходному полимеру. Он особенно эффективен для очистки полиэтилена.

ПРЕДПОСЫЛКИ СОЗДАНИЯ ИЗОБРЕТЕНИЯ

10 Полимеры, в частности синтетические пластмассы, широко используются в повседневной жизни благодаря их сравнительно низкой себестоимости и оптимальному сочетанию свойств материалов. Синтетические пластмассы используются в самых разных областях, например как упаковочные материалы, компоненты автомобилей, медицинские устройства и потребительские товары. Чтобы удовлетворить высокий 15 спрос для этих видов применения, ежегодно в мире производятся сотни миллиардов фунтов синтетических пластмасс. Подавляющее большинство синтетических пластмасс производится из постепенно истощающегося ископаемого сырья, например из нефти и природного газа. Кроме того, производство синтетических пластмасс из ископаемого сырья приводит к образованию CO_2 в качестве побочного продукта.

20 Повсеместное применение синтетических пластмасс привело к ежегодному образованию миллионов тонн отходов пластмасс. Несмотря на то что большая часть отходов пластмасс захораниваются в рамках муниципальных программ утилизации твердых отходов, значительная часть отходов пластмасс попадает в окружающую 25 среду в виде мусора, который неприглядно смотрится и потенциально опасен для экосистем. Отходы пластмасс часто смываются в речные системы и в конечном счете попадают в море.

Переработка пластмасс стала одним из решений, позволяющих уменьшить проблемы, связанные с повсеместным использованием пластмасс. Извлечение и повторное 30 использование пластмасс позволяет перенаправлять отходы со свалок и снижает потребность в исходных пластмассах, производимых из ископаемых ресурсов, что, соответственно, снижает выбросы парниковых газов. В развитых регионах, например США и Европейском союзе, уровни переработки пластмасс возрастают благодаря более широкой информированности потребителей, торговых и промышленных 35 предприятий. Большинство повторно переработанных материалов, в том числе пластмасс, объединяется в единый поток, который собирается и перерабатывается на специализированных предприятиях по повторной переработке материалов (MRF). На MRF производится сортировка, промывка и упаковка материалов для последующей перепродажи. Пластмассы можно сортировать по отдельным материалам, таким как 40 полиэтилен высокой плотности (ПЭВП) или полиэтилентерефталат (ПЭТФ), или по смешанным потокам других распространенных пластмасс, таких как полипропилен (ПП), полиэтилен низкой плотности (ПЭНП), поливинилхлорид (ПВХ), полистирол (ПС), поликарбонат (ПК) и полиамиды (ПА). Отдельные или смешанные потоки могут затем проходить дополнительную сортировку, промывку и повторную обработку в гранулы, подходящие для повторного использования в переработке пластмасс, например 45 для раздувного формования и литья под давлением.

Несмотря на то что утилизированные пластмассы преимущественно сортируются по однородным потокам и промываются водными и/или щелочными растворами, конечные переработанные гранулы часто сохраняют высокий уровень загрязнений с

нежелательными примесями отходов, такими как остатки разложившихся продуктов питания и остаточные компоненты ароматических веществ. Кроме того, гранулы переработанных пластмасс, за исключением переработанной тары от напитков, имеют темную окраску из-за смеси красителей и пигментов, широко используемых для окрашивания изделий из пластмассы. Несмотря на то что для некоторых видов применения окраска и загрязнение не имеют значения (например, черные пластмассовые контейнеры для краски и не скрытые от глаз автомобильные компоненты), для большинства видов применения необходимы бесцветные гранулы. Потребность в высококачественных близких к исходным переработанных смолах особенно важна для тех видов применения, в которых полимер контактирует с продуктами питания или лекарственными средствами, например для упаковки продуктов питания. Кроме загрязнений примесями и смесью красящих веществ, многие переработанные продукты из смол часто неоднородны по своему химическому составу и могут содержать значительное количество полимерных загрязняющих примесей, например переработанный полипропилен может быть загрязнен полиэтиленом и наоборот.

Механическая переработка, также известная как вторичная переработка, представляет собой процесс преобразования повторно переработанных отходов пластмасс в повторно используемую форму для последующего производства. Более подробный обзор механической переработки и других процессов восстановления приведен в публикации S.M. Al-Salem, P. Lettieri, J. Baeyens, "Recycling and recovery routes of plastic solid waste (PSW): A review", Waste Management, Volume 29, Issue 10, October 2009, Pages 2625-2643, ISSN 0956-053X. Несмотря на то что достижения в области механических технологий переработки позволили до некоторой степени улучшить качество переработанных полимеров, способы механической очистки имеют фундаментальные ограничения, такие как физический захват пигментов полимерной матрицей. Таким образом, даже при всех усовершенствованиях технологий механической переработки темная окраска и высокие уровни химического загрязнения в доступных в настоящее время переработанных пластмассах препятствуют более широкому использованию переработанных смол в производстве пластмасс.

Для преодоления фундаментальных ограничений механической переработки было разработано множество способов очистки загрязненных полимеров с использованием химических способов или способов химической переработки. В большинстве таких способов для удаления примесей и очистки полимеров используются растворители. Применение растворителей позволяет экстрагировать примеси и растворять полимеры, что дополнительно позволяет применять альтернативные технологии разделения.

Например, в патенте США №7,935,736 описан способ переработки сложного полиэфира из отходов, содержащих сложный полиэфир, с использованием растворителя для растворения сложного полиэфира перед очисткой. В патенте '736 также описана необходимость использования осаждающего реагента для извлечения сложного полиэфира из растворителя.

В качестве другого примера в патенте США №6,555,588 описан способ получения полипропиленовой смеси из смеси пластмасс, содержащей другие полимеры. В патенте '588 описана экстракция загрязнителей из полимера при температуре ниже температуры растворения полимера в выбранном растворителе, например в гексане, в течение определенного периода обработки. В патенте '588 дополнительно описано увеличение температуры растворителя (или второго растворителя) для растворения полимера перед фильтрованием. В патенте '588 дополнительно описано использование сдвига или потока для осаждения полипропилена из раствора. Полипропиленовая смесь,

описанная в патенте '588, содержала загрязняющие примеси полиэтилена в количестве до 5,6 масс. %.

В другом примере в заявке на европейский патент №849,312 (в переводе с немецкого языка на английский) описан способ получения очищенных полиолефинов из содержащей полиолефины смеси пластмасс или содержащих полиолефины отходов. В заявке на патент '312 описана экстракция полиолефиновых смесей или отходов углеводородной фракцией бензина или дизельного топлива с температурой кипения выше 90°C при температурах от 90°C до температуры кипения углеводородного растворителя. В заявке на патент '312 дополнительно описано приведение горячего раствора полиолефинов в контакт с отбеливающей глиной и/или активированным углем для удаления посторонних компонентов из раствора. В патенте '312 также дополнительно описано охлаждение раствора до температур ниже 70°C для кристаллизации полиолефина и последующее удаление присоединенного растворителя посредством нагревания полиолефина выше температуры плавления полиолефина, или выпаривания присоединенного растворителя под вакуумом, или пропускания потока газа через осадок полиолефина, и/или экстракции растворителя спиртом или кетоном, которые кипят при температуре ниже температуры плавления полиолефина.

В другом примере в патенте США №5,198,471 описан способ разделения полимеров из физически соединенной твердой смеси (например, отходов пластмасс), содержащей множество полимеров, с использованием растворителя при первой более низкой температуре с образованием первого однофазного раствора и остатков твердого компонента. В патенте '471 дополнительно описано нагревание растворителя до более высоких температур для растворения дополнительных полимеров, которые не растворились при первой более низкой температуре. В патенте '471 описано фильтрование нерастворимых полимерных компонентов.

В другом примере в патенте США №5,233,021 описан способ экстракции чистых полимерных компонентов из многокомпонентной структуры (например, отходов ковровой ткани) посредством растворения каждого компонента при соответствующей температуре и давлении в сверхкритической жидкости с последующим изменением температуры и/или давления для последовательной экстракции определенных компонентов. Однако, как и в патенте '471, в патенте '021 описано только фильтрование нерастворенных компонентов.

В другом примере в патенте США №5,739,270 описан способ и устройство для непрерывного отделения полимерного компонента пластмассы от загрязняющих примесей и других компонентов пластмассы с использованием вспомогательного растворителя и рабочей текучей среды. Вспомогательный растворитель по меньшей мере частично растворяет полимер, а вторая текучая среда (которая находится в жидком, критическом или сверхкритическом состоянии) растворяет компоненты полимера и осаждает часть растворенного полимера из вспомогательного растворителя. В патенте '270 дополнительно описана стадия фильтрования смеси термопласта и вспомогательного растворителя (в присутствии или при отсутствии рабочей текучей среды) для удаления загрязняющих частиц, таких как частицы стекла.

Известные способы очистки загрязненных полимеров с использованием растворителей, которые описаны выше, не позволяют получать подобный исходному полимер. В предлагаемых ранее способах часто происходит совместное растворение, что приводит к перекрестному загрязнению другими полимерами. При использовании адсорбента часто используется стадия фильтрования и/или центрифугирования для удаления адсорбента из раствора. Кроме того, для получения полимера, не содержащего

остаточного растворителя, применяются процессы выделения для удаления растворителя, например нагревание, выпаривание под вакуумом и/или осаждение с использованием осаждающего химического агента.

Соответственно, для очистки загрязненных полимеров по-прежнему существует
5 потребность в более совершенном способе, основанном на применении растворителей, в котором используется растворитель, который легко и экономически выгодным образом удаляется из полимера, и такой способ отличается сравнительной простотой с точки зрения числа отдельных операций, позволяет получать полимер без
10 значительного количества взаимно загрязняющих полимеров, обеспечивает получение полимера, по существу не имеющего цвета, и дает возможность извлекать полимер, по существу не имеющий запаха.

ИЗЛОЖЕНИЕ СУЩНОСТИ ИЗОБРЕТЕНИЯ

Описан способ очистки регенерированного полиэтилена. В одном варианте осуществления способ включает получение регенерированного полиэтилена, причем
15 регенерированный полиэтилен выбирают из группы, состоящей из полимеров после бытового использования, полимеров после промышленного использования и их комбинаций; приведение регенерированного полиэтилена при температуре от около 80°C до около 280°C и при давлении от около 150 фунтов/кв. дюйм изб. (1,03 МПа) до около 8000 фунтов/кв. дюйм изб. (55,16 МПа) в контакт с первым жидким растворителем
20 со стандартной температурой кипения менее чем около 70°C с получением экстрагированного регенерированного полиэтилена; растворение экстрагированного регенерированного полиэтилена в растворителе, выбранном из группы, состоящей из первого жидкого растворителя, второго жидкого растворителя и их смесей, при температуре от около 90°C до около 280°C и давлении от около 200 фунтов на кв. дюйм
25 изб. (1,38 МПа) до около 8000 фунтов на кв. дюйм изб. (55,16 МПа) с получением первого раствора, содержащего полиэтилен, по меньшей мере одну растворенную загрязняющую примесь и по меньшей мере одну взвешенную загрязняющую примесь; отстаивание первого раствора, содержащего полиэтилен, по меньшей мере одну растворенную загрязняющую примесь и по меньшей мере одну взвешенную
30 загрязняющую примесь, при температуре от около 90°C до около 280°C и под давлением от около 200 фунтов на кв. дюйм изб. (1,38 МПа) до около 8000 фунтов на кв. дюйм изб. (55,16 МПа) с получением второго раствора, содержащего полиэтилен, по меньшей мере одну растворенную загрязняющую примесь и меньшее количество по меньшей мере одной взвешенной загрязняющей примеси; фильтрование второго раствора при
35 температуре от около 90°C до около 280°C и под давлением от около 200 фунтов на кв. дюйм изб. (1,38 МПа) до около 8000 фунтов на кв. дюйм изб. (55,16 МПа) с получением третьего раствора, содержащего более чистый полиэтилен, по меньшей мере одну растворенную загрязняющую примесь и еще меньшее количество по меньшей мере одной взвешенной загрязняющей примеси; и отделение более чистого полиэтилена
40 от третьего раствора; и причем второй жидкий растворитель имеет тот же химический состав, что и первый жидкий растворитель, или другой химический состав.

В другом варианте осуществления более чистый полиэтилен отделяют от третьего раствора при температуре от около 0°C до около 280°C и давлении от около 0 фунтов на кв. дюйм изб. (0 МПа) до около 2000 фунтов на кв. дюйм изб. (13,79 МПа). В другом
45 варианте осуществления регенерированный полиэтилен растворяют в жидком растворителе или в смеси жидких растворителей при массовой процентной концентрации по меньшей мере 0,5%. В еще одном варианте осуществления регенерированный полиэтилен растворяют в жидком растворителе или в смеси жидких растворителей при

массовой процентной концентрации по меньшей мере 1%. В одном варианте осуществления регенерированный полиэтилен растворяют в жидком растворителе или в смеси жидких растворителей при массовой процентной концентрации по меньшей мере 2%. В другом варианте осуществления регенерированный полиэтилен растворяют в жидком растворителе или в смеси жидких растворителей при массовой процентной концентрации по меньшей мере 3%. В еще одном варианте осуществления регенерированный полиэтилен растворяют в жидком растворителе или в смеси жидких растворителей при массовой процентной концентрации по меньшей мере 4%. В другом варианте осуществления регенерированный полиэтилен растворяют в жидком растворителе или в смеси жидких растворителей при массовой процентной концентрации по меньшей мере 5%. В одном варианте осуществления регенерированный полиэтилен растворяют в жидком растворителе или в смеси жидких растворителей при массовой процентной концентрации до 20%. В другом варианте осуществления регенерированный полиэтилен растворяют в жидком растворителе или в смеси жидких растворителей при массовой процентной концентрации до 18%. В еще одном варианте осуществления регенерированный полиэтилен растворяют в жидком растворителе или в смеси жидких растворителей при массовой процентной концентрации до 16%. В другом варианте осуществления регенерированный полиэтилен растворяют в жидком растворителе или в смеси жидких растворителей при массовой процентной концентрации до 14%. В одном варианте осуществления регенерированный полиэтилен растворяют в жидком растворителе или в смеси жидких растворителей при массовой процентной концентрации до 12%.

В одном из вариантов осуществления регенерированный полиэтилен представляет собой полиэтилен, полученный в результате переработки после бытового использования. В другом варианте осуществления регенерированный полиэтилен представляет собой гомополимер полиэтилена или в основном сополимер полиэтилена.

В одном варианте осуществления жидкий растворитель имеет стандартную температуру кипения менее около 0°C и более около -45°C и стандартное изменение энтальпии при испарении менее около +25 кДж/моль. В другом варианте осуществления жидкий растворитель выбирают из группы, состоящей из олефиновых углеводородов, алифатических углеводородов и их смесей. В еще одном варианте осуществления алифатический углеводород выбирают из группы, состоящей из алифатических углеводородов C1-C6 и их смесей. В еще одном варианте осуществления алифатические углеводороды и их смеси состоят в основном из алифатических углеводородов C4.

В другом варианте осуществления жидкий растворитель состоит по существу из сжиженного нефтяного газа C4. В еще одном варианте осуществления жидкий растворитель содержит н-бутан, изомеры бутана или их смеси. В еще одном варианте осуществления жидкий растворитель содержит н-пентан, изомеры пентана или их смеси.

В одном варианте осуществления температура на стадиях приведения в контакт, растворения, отстаивания и фильтрования составляет от около 110°C до около 220°C. В другом варианте осуществления давление на стадии приведения в контакт составляет от около 400 фунтов на кв. дюйм (2,76 МПа) до около 2400 фунтов на кв. дюйм (16,55 МПа). В еще одном варианте осуществления давление на стадии приведения в контакт составляет менее около 1100 фунтов на кв. дюйм (7,58 МПа). В одном варианте осуществления давление на стадиях растворения, отстаивания и фильтрования составляет от около 400 фунтов на кв. дюйм (2,76 МПа) до около 6000 (41,37 МПа).

В одном варианте осуществления фильтрование осуществляют в осевом направлении потока. В другом варианте осуществления фильтрование осуществляют в радиальном

направлении потока. В еще одном варианте осуществления фильтрацию осуществляют в фильтровальном устройстве свечного типа. В другом варианте осуществления свечное фильтровальное устройство предварительно покрывают вспомогательной фильтровальной присадкой. В одном варианте осуществления свечное фильтровальное устройство предварительно покрывают вспомогательной фильтровальной присадкой, выбираемой из группы, состоящей из диатомовой земли, перлита, целлюлозного волокна, глины, активированного угля, глинозема, кремнезема, алюмосиликата, цеолита и их смесей. В другом варианте осуществления свечное фильтровальное устройство предварительно покрывают вспомогательной фильтровальной присадкой, имеющей размер частиц от около 10 мкм до около 100 мкм.

В другом варианте осуществления фильтрацию включает добавление одной или более вспомогательных фильтровальных присадок. В еще одном варианте осуществления одну или большее количество вспомогательных фильтровальных присадок выбирают из группы, состоящей из диатомовой земли, перлита, целлюлозного волокна, глины, активированного угля, глинозема, кремнезема, алюмосиликата, цеолита и их смесей.

В другом варианте осуществления описан способ очистки регенерированного полиэтилена. Способ включает получение регенерированного полиэтилена, причем регенерированный полиэтилен выбирают из группы, состоящей из полимеров после бытового использования, полимеров после промышленного использования и их комбинаций; приведение регенерированного полиэтилена при температуре от около 80°C до около 280°C и при давлении от около 150 фунтов/кв. дюйм изб. (1,03 МПа) до около 8000 фунтов/кв. дюйм изб. (55,16 МПа) в контакт с первым жидким растворителем со стандартной температурой кипения менее чем около 70°C с получением экстрагированного регенерированного полиэтилена; растворение экстрагированного регенерированного полиэтилена в растворителе, выбранном из группы, состоящей из первого жидкого растворителя, второго жидкого растворителя и их смесей, при температуре от около 90°C до около 280°C и давлении от около 200 фунтов на кв. дюйм изб. (1,38 МПа) до около 8000 фунтов на кв. дюйм изб. (55,16 МПа) с получением первого раствора, содержащего полиэтилен, по меньшей мере одну растворенную загрязняющую примесь и по меньшей мере одну взвешенную загрязняющую примесь; отстаивание первого раствора, содержащего полиэтилен, по меньшей мере одну растворенную загрязняющую примесь и по меньшей мере одну взвешенную загрязняющую примесь, при температуре от около 90°C до около 280°C и под давлением от около 200 фунтов на кв. дюйм изб. (1,38 МПа) до около 8000 фунтов на кв. дюйм изб. (55,16 МПа) с получением второго раствора, содержащего полиэтилен, по меньшей мере одну растворенную загрязняющую примесь и меньшее количество по меньшей мере одной взвешенной загрязняющей примеси; фильтрацию второго раствора при температуре от около 90°C до около 280°C и под давлением от около 200 фунтов на кв. дюйм изб. (1,38 МПа) до около 8000 фунтов на кв. дюйм изб. (55,16 МПа) с получением третьего раствора, содержащего более чистый полиэтилен, по меньшей мере одну растворенную загрязняющую примесь и еще меньшее количество по меньшей мере одной взвешенной загрязняющей примеси; и очистку посредством дальнейшего фильтрования третьего раствора при температуре от около 90°C до около 280°C и при давлении от около 200 фунтов на кв. дюйм изб. (1,38 МПа) до около 8000 фунтов на кв. дюйм изб. (55,16 МПа) посредством приведения в контакт третьего раствора с одной или более твердыми средами, с получением четвертого раствора, содержащего более чистый полиэтилен; и отделение более чистого полиэтилена от четвертого раствора; и причем второй жидкий растворитель имеет тот же химический состав, что и первый

жидкий растворитель, или другой химический состав.

В другом варианте осуществления более чистый полиэтилен отделяют от третьего раствора при температуре от около 0°C до около 280°C и давлении от около 0 фунтов на кв. дюйм изб. (0 МПа) до около 2000 фунтов на кв. дюйм изб. (13,79 МПа). В еще
5 одном варианте осуществления регенерированный полиэтилен растворяют в жидком растворителе или в смеси жидких растворителей при массовой процентной концентрации по меньшей мере 0,5%. В одном варианте осуществления регенерированный полиэтилен растворяют в жидком растворителе или в смеси жидких растворителей при массовой
10 процентной концентрации по меньшей мере 1%. В другом варианте осуществления регенерированный полиэтилен растворяют в жидком растворителе или в смеси жидких растворителей при массовой процентной концентрации по меньшей мере 2%. В еще одном варианте осуществления регенерированный полиэтилен растворяют в жидком растворителе или в смеси жидких растворителей при массовой процентной концентрации по меньшей мере 3%. В другом варианте осуществления регенерированный полиэтилен
15 растворяют в жидком растворителе или в смеси жидкого растворителя при массовой процентной концентрации по меньшей мере 4%. В одном варианте осуществления регенерированный полиэтилен растворяют в жидком растворителе или в смеси жидких растворителей при массовой процентной концентрации по меньшей мере 5%. В другом варианте осуществления регенерированный полиэтилен растворяют в жидком
20 растворителе или в смеси жидких растворителей при массовой процентной концентрации до 20%. В еще одном варианте осуществления регенерированный полиэтилен растворяют в жидком растворителе или в смеси жидких растворителей при массовой процентной концентрации до 18%. В еще одном варианте осуществления регенерированный полиэтилен растворяют в жидком растворителе или в смеси жидких растворителей при
25 массовой процентной концентрации до 16%. В одном варианте осуществления регенерированный полиэтилен растворяют в жидком растворителе или в смеси жидких растворителей при массовой процентной концентрации до 14%. В другом варианте осуществления регенерированный полиэтилен растворяют в жидком растворителе или в смеси жидких растворителей при массовой процентной концентрации до 12%.

30 В одном из вариантов осуществления регенерированный полиэтилен представляет собой полиэтилен, полученный в результате переработки после бытового использования. В другом варианте осуществления регенерированный полиэтилен представляет собой гомополимер полиэтилена или в основном сополимер полиэтилена.

В другом варианте осуществления жидкий растворитель имеет стандартную
35 температуру кипения менее около 0°C и более около -45°C и стандартное изменение энтальпии при испарении менее около +25 кДж/моль. В еще одном варианте осуществления жидкий растворитель выбирают из группы, состоящей из олефиновых углеводородов, алифатических углеводородов и их смесей. В еще одном варианте осуществления алифатический углеводород выбран из группы, состоящей из
40 алифатических углеводородов C1-C6 и их смесей. В одном варианте осуществления алифатические углеводороды и их смеси состоят в основном из алифатических углеводородов C4. В другом варианте осуществления жидкий растворитель состоит по существу из сжиженного нефтяного газа C4. В еще одном варианте осуществления жидкий растворитель содержит н-бутан, изомеры бутана или их смеси. В еще одном
45 варианте осуществления жидкий растворитель содержит н-пентан, изомеры пентана или их смеси.

В одном варианте осуществления температура на стадиях приведения в контакт, растворения, отстаивания и фильтрования составляет от около 110°C до около 220°C.

В другом варианте осуществления давление на стадии приведения в контакт составляет от около 400 фунтов на кв. дюйм (2,76 МПа) до около 2400 фунтов на кв. дюйм (16,55 МПа). В еще одном варианте осуществления давление на стадии приведения в контакт составляет менее около 1100 фунтов на кв. дюйм (7,58 МПа).

5 В другом варианте осуществления давление на стадии приведения в контакт составляет от около 400 фунтов на кв. дюйм (2,76 МПа) до около 6000 фунтов на кв. дюйм (41,37 МПа). В еще одном варианте осуществления фильтрование осуществляют в осевом направлении потока. В еще одном варианте осуществления фильтрование осуществляют в радиальном направлении потока. В одном варианте осуществления фильтрование осуществляют в фильтровальном устройстве свечного типа. В другом варианте осуществления свечное фильтровальное устройство предварительно покрывают вспомогательной фильтровальной присадкой. В еще одном варианте осуществления свечное фильтровальное устройство предварительно покрывают вспомогательной фильтровальной присадкой, выбираемой из группы, состоящей из

10 диатомовой земли, перлита, целлюлозного волокна, глины, активированного угля, глинозема, кремнезема, алюмосиликата, цеолита и их смесей. В еще одном варианте осуществления свечное фильтровальное устройство предварительно покрывают вспомогательной фильтровальной присадкой, имеющей размер частиц от около 10 мкм до около 100 мкм. В одном варианте осуществления фильтрование содержит добавление

20 одной или более вспомогательных фильтровальных присадок. В другом варианте осуществления одну или большее вспомогательных фильтровальных присадок выбирают из группы, состоящей из диатомовой земли, перлита, целлюлозного волокна, глины, активированного угля, глинозема, кремнезема, алюмосиликата, цеолита и их смесей.

В одном варианте осуществления твердую среду выбирают из группы, состоящей

25 из неорганических веществ. В другом варианте осуществления одну или более твердых сред выбирают из группы, состоящей из оксидов кремния, оксидов алюминия, оксидов железа, алюмосиликатов, аморфных вулканических стекол и их смесей. В еще одном варианте осуществления одну или более твердых сред выбирают из группы, состоящей из силикагеля, диатомита, песка, кварца, активированного глинозема, перлита,

30 фуллеровой земли, бентонита и их смесей. В еще одном варианте осуществления приведение в контакт третьего раствора с одной или более твердыми средами осуществляют в уплотненном слое одной или более твердых сред.

КРАТКОЕ ОПИСАНИЕ ЧЕРТЕЖЕЙ

На ФИГ. 1 представлена технологическая блок-схема, отражающая основные стадии

35 одного варианта осуществления настоящего изобретения.

На ФИГ. 2А изображена схема экспериментальной установки, используемой на стадии экстракции.

На ФИГ. 2В изображена схема экспериментальной установки, используемой для растворения, осаждения, фильтрования и очистки.

40 ПОДРОБНОЕ ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

I. Определения

Используемый в настоящем документе термин «регенерированный полимер» относится к полимеру, использованному для ранее существовавших целей, а затем восстановленному для дополнительной переработки.

45 Используемый в настоящем документе термин «регенерированный полиэтилен» относится к полиэтиленовому полимеру, ранее использованному каким-либо образом, а затем извлеченному для дополнительной переработки.

Термин «после бытового использования» в контексте настоящего документа

относится к источнику материала, который поступает после того, как конечный потребитель использовал материал в потребительском товаре или продукте.

Термин «регенерация после бытового использования» (PCR) в контексте настоящего документа относится к материалу, получаемому после того, как потребитель

5 использовал и утилизировал материал, направив его в поток отходов.

Термин «после промышленного использования» в контексте настоящего документа относится к источнику материала, который образуется в процессе производства товара или продукта.

Используемый в настоящем документе термин «жидкий растворитель» относится к

10 веществу, которое может существовать в жидком состоянии в заданных условиях температуры и давления. В некоторых вариантах осуществления жидкий растворитель может быть преимущественно однородной химической композицией из одной молекулы или изомера, тогда как в других вариантах осуществления жидкий растворитель может представлять собой смесь нескольких различных молекулярных композиций или

15 изомеров. Кроме того, в некоторых вариантах осуществления настоящего изобретения термин «жидкий растворитель» может также применяться в отношении веществ, которые находятся в точке, вблизи или выше критической температуры и критического давления (критическая точка) такого вещества. Специалистам в данной области хорошо известно, что вещества, находящиеся выше критической точки такого вещества, известны как

20 сверхкритические текучие среды, которые не обладают характерными физическими свойствами жидкости (например, плотностью).

Используемый в настоящем документе термин «растворенный» означает по меньшей мере частичное включение растворенного вещества (полимерного или не являющегося полимером) в растворитель на молекулярном уровне. Кроме того, термодинамическая

25 стабильность раствора с растворенным веществом/растворителем может описываться следующим уравнением 1:

Уравнение 1

$$\Delta G_{\text{mix}} = \Delta H_{\text{mix}} - T \Delta S_{\text{mix}}$$

где ΔG_{mix} обозначает изменение свободной энергии Гиббса при смешивании

30 растворенного вещества с растворителем, ΔH_{mix} обозначает изменение энтальпии при смешивании, T - абсолютная температура, и ΔS_{mix} обозначает энтропию при смешивании.

Для сохранения стабильного раствора растворенного вещества в растворителе свободная энергия Гиббса должна быть отрицательной и находиться в минимуме. Таким

35 образом, в настоящем изобретении может использоваться любая комбинация растворенного вещества и растворителя, которая минимизирует отрицательную свободную энергию Гиббса при соответствующих показателях температуры и давления.

Используемый в настоящем документе термин «стандартная температура кипения» относится к температуре кипения при абсолютном давлении, равном точно 100 кПа (1

40 бар, 14,5 фунтов на кв. дюйм абс, 0,9869 атм), в соответствии с правилами Международного союза теоретической и прикладной химии (ИЮПАК).

Используемый в настоящем документе термин «стандартное изменение энтальпии при испарении» относится к изменению энтальпии, которое требуется для преобразования определенного количества вещества из жидкого в газообразное

45 состояние при стандартной температуре кипения вещества.

Используемый в настоящем документе термин «раствор полиэтилена» относится к раствору полиэтилена, растворенного в растворителе. Раствор полиэтилена может содержать нерастворенное вещество, а потому раствор полиэтилена может также

представлять собой «суспензию» нерастворенного вещества, суспендированного в растворе полиэтилена, растворенного в растворителе.

В настоящем документе термины «осаждение» и «отстаивание» относятся к тенденции частиц внутри суспензии отделяться от жидкости в ответ на усилие (как правило, гравитационное усилие), воздействующее на частицы.

Используемый в настоящем документе термин «взвешенная загрязняющая примесь» относится к ненужному или нежелательному компоненту, присутствующему в основной массе среды неоднородной смеси.

Используемый в настоящем документе термин «растворенная загрязняющая примесь» относится к ненужному или нежелательному компоненту, по меньшей мере частично включенному в растворитель на молекулярном уровне.

Используемые в настоящем документе термины «фильтрация» и «фильтрование» относятся к отделению по меньшей мере одной растворенной и/или взвешенной загрязняющей примеси от жидкости с помощью механических и/или физических операций (например, пропусканию загрязненной жидкости через систему фильтрации).

Используемые в настоящем документе термины «система фильтрации» и «фильтр» применяются взаимозаменяемо.

Используемый в настоящем документе термин «меньшее количество взвешенной загрязняющей примеси» относится к последующему состоянию раствора относительно предыдущего состояния (например, перед стадией удаления загрязняющей примеси), при котором предыдущий раствор имел относительно большее количество взвешенной загрязняющей примеси.

Используемый в настоящем документе термин «содержащий еще меньшее количество взвешенной загрязняющей примеси» относится к последующему состоянию раствора относительно предыдущего состояния (например, «содержащий меньшее количество взвешенной загрязняющей примеси»), при котором предыдущий раствор имел относительно большее количество взвешенной загрязняющей примеси.

Используемые в настоящем документе термины «твердые среды» и «твердая среда» относятся к веществу, которое в условиях его использования существует в твердом состоянии. Твердая среда может быть кристаллической, полукристаллической или аморфной. Твердая среда может быть гранулированной и может поставляться в гранулах различной формы (например, сферы, цилиндры, шарики и т.п.). В случае с гранулированными твердыми средами размер частиц и распределение частиц твердых сред по размерам могут определяться размером ячейки сита, используемого для сортировки гранулированных сред. Пример стандартных обозначений размеров ячейки сита можно найти в стандарте ASTM E11 Американского общества по испытаниям и материалам (ASTM), имеющем название «Стандартная спецификация на металлотканую испытательную ситовую ткань и испытательные сита». Твердая среда также может представлять собой нетканый волокнистый мат или тканое полотно.

Используемый в настоящем документе термин «более чистый раствор полиэтилена» относится к раствору полиэтилена с меньшим количеством одной или более загрязняющих примесей по сравнению с тем же раствором полиэтилена до стадии очистки.

Термин «экстракция», в контексте настоящего документа, относится к способу переноса растворенного вещества из жидкой фазы (или твердой матрицы) через границу фазы к отдельной несмешивающейся жидкой фазе. Движущая сила (силы) для экстракции описана в теории разделения.

Термин «экстрагированный», в контексте настоящего документа, относится к

материалу, имеющему меньшее количество одного или более растворенных веществ по сравнению с тем же материалом перед стадией экстракции. Термин «экстрагированный регенерированный полиэтилен», в контексте настоящего документа, относится к регенерированному полиэтилену, имеющему меньшее количество одного или более растворенных веществ по сравнению с тем же регенерированным полиэтиленом перед стадией экстракции.

Используемый в настоящем документе термин «подобный исходному» означает по существу не содержащий загрязнений, не содержащий пигментов, не имеющий запаха, однородный и подобный по свойствам исходным полимерам.

Используемый в настоящем документе термин «в основном сополимер полиэтилена» относится к сополимеру, содержащему более 70% мол. повторяющихся звеньев этилена.

В настоящем документе любое упоминание международных единиц давления (например, МПа) относится к избыточному манометрическому давлению.

Используемый в настоящем документе термин «осевое направление потока» относится к жидкости, поток которой проходит параллельно длинной оси фильтровальной среды.

Используемый в настоящем документе термин «радиальное направление потока» относится к жидкости, поток которой проходит перпендикулярно длинной оси фильтровальной среды.

Используемые в настоящем документе термины «фильтровальное устройство свечного типа» и «свечной фильтр», в более общем смысле называемые «трубчатым фильтром с наружным образованием осадка», относятся к устройству, которое использует давление для отделения твердых веществ от жидкости. Подробное описание фильтров свечного типа, а также других устройств разделения твердых и жидких веществ приведено в следующем документе: Perry, Robert H, and Don W. Green. Perry's Chemical Engineers' Handbook. New York: McGraw-Hill, 2008. Print.

Используемый в настоящем документе термин «предварительно покрытый вспомогательной фильтровальной присадкой» относится к устройству разделения твердых и жидких веществ, в котором фильтровальная среда состоит из жесткого или полужесткого сита, на которое осажден слой или слои мелкого твердого материала (например, диатомовой земли, перлита, целлюлозного волокна, глины, активированного угля, глинозема, кремнезема, алюмосиликата, цеолита и их смесей).

Используемый в настоящем документе термин «добавление вспомогательной фильтровальной присадки» или «добавка вспомогательной фильтровальной присадки» относится к добавлению вспомогательной фильтровальной присадки к жидкости перед фильтрованием жидкости.

II. Способ очистки загрязненного полиэтилена

Неожиданно было обнаружено, что загрязненные высокомолекулярные полимеры очищаются посредством фильтрации. Данный способ, пример которого приведен на ФИГ. 1, включает 1) получение регенерированного полиэтилена (стадия a на ФИГ. 1), с последующей 2) экстракцией полиэтилена жидким растворителем при температуре экстракции (T_E) и при давлении экстракции (P_E) (стадия b на ФИГ. 1), с последующим 3) растворением полиэтилена в жидком растворителе при температуре растворения (T_D) и при давлении растворения (P_D) (стадия c на ФИГ. 1), с последующим 4) отстаиванием раствора полимера при температуре растворения (T_D) и давлении растворения (P_D) (стадия d на ФИГ. 1), с последующим 5) фильтрованием раствора полимера при температуре растворения (T_D) и при давлении растворения (P_D) (стадия

е на ФИГ. 1), с последующей б) очисткой раствора полиэтилена с твердой средой при температуре растворения (T_D) и давлении растворения (P_D) (стадия f на ФИГ. 1), с последующим отделением полиэтилена от жидкого растворителя (стадия g на ФИГ. 1). Следует отметить, что значения вышеупомянутых членов T_E , P_E , T_D , P_D могут варьироваться от одной стадии к другой.

В одном варианте осуществления настоящего изобретения очищенный полиэтилен, источником которого могут быть потоки отходов после бытового использования, по существу не содержит загрязняющих примесей, пигментов, не имеет запаха, однороден и близок по своим свойствам к исходным полимерам.

Регенерированный полиэтилен

В одном варианте осуществления настоящего изобретения способ очистки регенерированного полиэтилена включает получение регенерированного полиэтилена. Для целей настоящего изобретения источником регенерированного полиэтилена являются потоки отходов после бытового использования, после промышленного использования, после коммерческого использования и/или другие специфичные потоки отходов. Например, отходы полиэтилена после бытового использования могут быть получены от потоков перерабатываемого уличного мусора, где конечные потребители помещают использованные полимеры из упаковок и других изделий в специально обозначенные контейнеры для сбора мусоровозами или компаниями по переработке. Отходы полимеров после бытового использования могут быть также получены от программ возврата тары в магазинах, при этом потребители приносят отходы полимеров в магазин и помещают отходы полимеров в специально обозначенные контейнеры для сбора. Примером отходов полимеров после промышленного использования могут быть отходы полимеров, которые образуются в процессе производства или отгрузки товара или изделия и которые собираются производителем в качестве не подлежащего использованию материала (например, кромочная обрезь, не соответствующий спецификации материал, отходы после предварительной обработки). Примером отработанных полимеров из специфичного потока отходов могут быть отходы полимеров, получаемых после переработки отходов электроники, также называемых электронным ломом. Другим примером отходов полимеров из специфичного потока отходов могут быть отходы полимеров, получаемые после утилизации автомобилей. Еще одним примером отходов полимеров из специфичного потока отходов могут быть отходы полимеров, получаемые после переработки использованного коврового покрытия и текстиля.

Для целей настоящего изобретения регенерированный полиэтилен представляет собой однородную композицию отдельного полимера или смесь нескольких различных композиций полиэтилена. Не имеющие ограничительного характера примеры композиций полиэтилена представляют собой гомополимеры и сополимеры этилена, например полиэтилен высокой плотности (ПЭВП), полиэтилен низкой плотности (ПЭНП), линейный полиэтилен низкой плотности (ЛПЭНП), сополимеры этилена и альфа-олефинов и другие растворимые полимеры полиэтилена, которые могут быть очевидны специалистам в данной области.

Регенерированный полиэтилен может также содержать различные пигменты, красители, технологические вспомогательные вещества, стабилизирующие добавки, наполнители и другие технологические добавки, которые вносятся в полимер в процессе полимеризации или превращения исходного полимера в конечную форму изделия. Не имеющими ограничительного характера примерами пигментов являются органические пигменты, например фталоцианин меди, неорганические пигменты, например диоксид

титана, и другие пигменты, которые могут быть очевидны специалистам в данной области. Не имеющим ограничительного характера примером органического красителя является желтый краситель Basic Yellow 51. Не имеющими ограничительного характера примерами технологических вспомогательных веществ являются антистатик, например глицеринмоноостеарат, а также снижающие трение вещества, например эрукамид. Не имеющим ограничительного характера примером стабилизирующей добавки является октадецил-3-(3,5-ди-трет-бутил-4-гидроксифенил)пропионат. Не имеющими ограничительного характера примерами наполнителей являются карбонат кальция, тальк и стекловолокна.

10 Растворитель

Жидкий растворитель настоящего изобретения имеет стандартную температуру кипения менее около 70°C. Повышение давления позволяет поддерживать растворитель со стандартными температурами кипения ниже диапазона рабочих температур настоящего изобретения в состоянии, при котором наблюдаются незначительное испарение растворителя или полное отсутствие испарения. В одном варианте осуществления жидкий растворитель со стандартной температурой кипения менее чем около 70°C выбран из группы, состоящей из диоксида углерода, кетонов, спиртов, простых эфиров, сложных эфиров, алкенов, алканов и их смесей. Не имеющими ограничительного характера примерами жидких растворителей со стандартными температурами кипения меньше около 70°C являются диоксид углерода, ацетон, метанол, диметиловый простой эфир, диэтиловый простой эфир, этилметиловый простой эфир, тетрагидрофуран, метилацетат, этилен, пропилен, 1-бутен, 2-бутен, изобутилен, 1-пентен, 2-пентен, разветвленные изомеры пентена, 1-гексен, 2-гексен, метан, этан, пропан, н-бутан, изобутан, н-пентан, изопентан, неопентан, н-гексен, изомеры изогексана и другие вещества, которые могут быть очевидны специалистам в данной области техники.

Выбор используемого жидкого растворителя будет определять диапазоны температуры и давления, применяемые для проведения стадий настоящего изобретения. Ниже приведена ссылка на обзор поведения фазы полимера в растворителях, подобных описанным в настоящем изобретении: McHugh et al. (1999) Chem. Rev. 99:565-602.

30 Экстракция

В одном варианте осуществления настоящего изобретения способ очистки полиэтилена включает приведение регенерированного полиэтилена в контакт с жидким растворителем при значениях температуры и давления, при которых полимер по существу нерастворим в жидком растворителе. Без привязки к какой-либо теории заявители полагают, что зависимую от температуры и давления растворимость можно контролировать таким образом, чтобы исключить полную солубилизацию полимера жидким растворителем, при этом жидкий растворитель может диффундировать в полимер для экстракции из него любых экстрагируемых загрязняющих примесей. К экстрагируемым загрязняющим примесям могут относиться остаточные технологические вспомогательные вещества, добавляемые в полимер, остаточные компоненты изделия, которое контактировало с полимером, например отдушки и ароматизаторы, красители и любой другой экстрагируемый материал, который мог быть специально добавлен или случайно включен в полимер, например, в процессе сбора отходов и их последующего накопления вместе с другими материалами отходов.

45 В одном варианте осуществления контролируемая экстракция может осуществляться посредством фиксации температуры в системе полимер/жидкий растворитель с последующим снижением давления ниже уровня или диапазона давлений, при которых полимер растворяется в жидком растворителе. В другом варианте осуществления

контролируемая экстракция осуществляется посредством фиксации давления в системе полимер/растворитель с последующим снижением температуры ниже уровня или диапазона температур, при которых полимер растворяется в жидком растворителе. Для экстракции полимера жидким растворителем при контролируемой температуре и давлении используется подходящий аппарат высокого давления, который может быть выполнен таким образом, чтобы обеспечивать возможность непрерывной экстракции полимера жидким растворителем. В одном варианте осуществления настоящего изобретения аппарат высокого давления может представлять собой экстракционную колонну для непрерывной экстракции из жидкой фазы, причем с одного конца такой экстракционной колонны подается расплавленный полимер, и с того же или противоположного конца экстракционной колонны подается жидкий растворитель. В другом варианте осуществления процесс предусматривает отвод жидкости, содержащей экстрагированные загрязняющие примеси. В другом варианте осуществления жидкость, содержащая экстрагированные загрязняющие примеси, очищается, регенерируется и возвращается для использования на стадии экстракции или на другой стадии процесса. В одном варианте осуществления настоящего изобретения экстракция может проводиться периодическим способом, при котором регенерированный полиэтилен представляет собой неподвижный слой в аппарате высокого давления, а жидкий растворитель непрерывно пропускают через фазу неподвижного слоя полимера. Время экстракции или количество используемого жидкого растворителя будут зависеть от желаемой чистоты конечного более чистого полимера и количества экстрагируемых загрязняющих примесей в исходном регенерированном полиэтилене. В другом варианте осуществления жидкость, содержащая экстрагированные загрязняющие примеси, контактирует с твердой средой на отдельной стадии, как описано ниже в разделе «Очистка». В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает приведение регенерированного полиэтилена в контакт с жидким растворителем при таких значениях температуры и давления, при которых полимер находится в расплавленном и жидком состоянии. В другом варианте осуществления регенерированный полиэтилен приводится в контакт с жидким растворителем при таких значениях температуры и давления, при которых полимер находится в твердом состоянии.

В одном варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает приведение полиэтилена в контакт с жидким растворителем при таких значениях температуры и давления, при которых полиэтилен остается по существу нерастворенным. В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает приведение полиэтилена в контакт с жидким растворителем при температуре от около 80°C до около 280°C. В еще одном варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает приведение полиэтилена в контакт с жидким растворителем при температуре от около 110°C до около 220°C. В одном варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает приведение полиэтилена в контакт с жидким растворителем при давлении от около 150 фунтов на кв. дюйм изб. (1,03 МПа) до около 8000 фунтов на кв. дюйм изб. (55,16 МПа). В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает приведение полиэтилена в контакт с жидким растворителем при давлении от около 400 фунтов на кв. дюйм изб. (2,76 МПа) до около 2400 фунтов на кв. дюйм изб. (16,55 МПа).

В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает приведение полиэтилена в контакт с н-бутаном при температуре от около

80°C до около 280°C. В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает приведение полиэтилена в контакт с н-бутаном при температуре от около 100°C до около 220°C. В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает приведение

5 полиэтилена в контакт с н-бутаном при температуре от около 130°C до около 180°C. В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает в себя приведение полиэтилена в контакт с н-бутаном при давлении от около 400 фунтов/кв. дюйм изб. (2,78 МПа) до около 6000 фунтов/кв. дюйм изб. (34,47 МПа). В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена

10 включает в себя приведение полиэтилена в контакт с н-бутаном при давлении от около 800 фунтов/кв. дюйм изб. (5,51 МПа) до около 5000 фунтов/кв. дюйм изб. (34,47 МПа). В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает в себя приведение полиэтилена в контакт с н-бутаном при давлении от около 1000 фунтов/кв. дюйм изб. (6,81 МПа) до около 4500 фунтов/кв. дюйм изб. (31,03 МПа).

15 В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает приведение полиэтилена в контакт с н-пентаном при температуре от около 80°C до около 280°C. В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает приведение полиэтилена в контакт с н-пентаном при температуре от около 100°C до около 220°C. В другом варианте

20 осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает приведение полиэтилена в контакт с н-пентаном при температуре от около 130°C до около 180°C. В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает приведение полиэтилена в контакт с н-пентаном при давлении от около 400 фунтов на кв. дюйм изб. (2,78 МПа) до около 3000 фунтов на кв. дюйм изб. (20,68 МПа).

25 В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает в себя приведение полиэтилена в контакт с н-пентаном при давлении от около 800 фунтов/кв. дюйм изб. (5,52 МПа) до около 2 800 фунтов/кв. дюйм изб. (19,31 МПа). В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает в себя приведение полиэтилена в контакт с н-пентаном при давлении от около

30 1000 фунтов/кв. дюйм изб. (6,89 МПа) до около 2 400 фунтов/кв. дюйм изб. (16,55 МПа).

Растворение

В одном варианте осуществления настоящего изобретения способ очистки регенерированного полиэтилена включает растворение регенерированного полиэтилена в жидком растворителе при таких показателях температуры и давления, при которых

35 полимер растворяется в жидком растворителе. Без привязки к какой-либо теории заявители полагают, что температуру и давление можно контролировать таким образом, чтобы обеспечить термодинамически благоприятное растворение регенерированного полимера в жидком растворителе. Кроме того, температуру и давление можно контролировать таким образом, чтобы обеспечить растворение конкретного полимера

40 или смеси полимеров, не допуская растворения других полимеров или смесей полимеров. Такое контролируемое растворение позволяет отделять полимеры от смесей полимеров.

В одном варианте осуществления настоящего изобретения способ очистки полимеров включает растворение загрязненного регенерированного полиэтилена в растворителе, который при тех же условиях температуры и давления не растворяет загрязнители.

45 Загрязнители могут включать пигменты, наполнители, грязь и другие полимеры. Такие загрязнители высвобождаются из регенерированного полиэтилена при растворении, а затем удаляются из раствора полимера на последующей стадии разделения твердой и жидкой фазы. В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного

включает в себя растворение полиэтилена в н-пентане при температуре от около 90°C до около 280°C. В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает в себя растворение полиэтилена в н-пентане при температуре от около 100°C до около 220°C. В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает в себя растворение полиэтилена в н-пентане при температуре от около 130°C до около 180°C. В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает в себя растворение полиэтилена в н-пентане при давлении от около 800 фунтов на кв. дюйм изб. (5,52 МПа) до около 4000 фунтов на кв. дюйм изб. (27,58 МПа). В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает в себя растворение полиэтилена в н-пентане при давлении от около 900 фунтов/кв. дюйм изб. (6,21 МПа) до около 3000 фунтов/кв. дюйм изб. (20,68 МПа). В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает в себя растворение полиэтилена в н-пентане при давлении от около 1000 фунтов/кв. дюйм изб. (6,89 МПа) до около 2 400 фунтов/кв. дюйм изб. (16,55 МПа). В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает в себя растворение полиэтилена в н-пентане при массовой процентной концентрации по меньшей мере 0,5%. В другом варианте осуществления полиэтилен растворяют при массовой процентной концентрации по меньшей мере 1%. В другом варианте осуществления полиэтилен растворяют при массовой процентной концентрации по меньшей мере 2%. В другом варианте осуществления полиэтилен растворяют при массовой процентной концентрации по меньшей мере 3%. В другом варианте осуществления полиэтилен растворяют при массовой процентной концентрации по меньшей мере 4%. В другом варианте осуществления полиэтилен растворяют при массовой процентной концентрации по меньшей мере 5%. В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает в себя растворение полиэтилена в н-пентане при массовой процентной концентрации до 20%. В другом варианте осуществления полиэтилен растворяют при массовой процентной концентрации до 18%. В другом варианте осуществления полиэтилен растворяют при массовой процентной концентрации до 16%. В другом варианте осуществления полиэтилен растворяют при массовой процентной концентрации до 14%. В другом варианте осуществления полиэтилен растворяют при массовой процентной концентрации до 12%.

Осаждение

В одном варианте осуществления настоящего изобретения способ очистки полиэтилена включает в себя отделение нерастворенных загрязняющих примесей от раствора полиэтилена при помощи стадии осаждения (также известной как отстаивание) при таких значениях температуры и давления, при которых полимер остается растворенным в жидком растворителе. В одном варианте осуществления стадия отстаивания приводит к тому, что нерастворенные загрязняющие примеси испытывают силу, которая равномерно перемещает нерастворенные загрязняющие примеси в направлении силы. Обычно действующая осаждающая сила представляет собой силу тяжести, но она также может представлять собой центробежную, центростремительную или какую-либо другую силу. Количество приложенного усилия и продолжительность времени отстаивания будет зависеть от нескольких параметров, включая, без ограничений: размер частиц загрязняющих частиц, плотность загрязняющих частиц, плотность текучей среды или раствора, и вязкость текучей среды или раствора. Следующее уравнение (уравнение 2) представляет собой соотношение между указанными выше параметрами и скоростью отстаивания, которое является мерой скорости

осаждения загрязняющих примесей:

$$\text{Уравнение 2} \quad v = \frac{2(\rho_p - \rho_f)gr^2}{9\eta}$$

5 где v - скорость отстаивания, ρ_p - плотность загрязняющей частицы, ρ_f - плотность
 текучей среды или раствора, g - ускорение под действием приложенной силы (обычно
 под действием силы тяжести), r - загрязняющей частицы и η - динамическая вязкость
 текучей среды или раствора. Некоторые из ключевых параметров, определяющих
 10 вязкость раствора, представляют собой: химическую композицию жидкого растворителя,
 молекулярную массу полимера, растворенного в жидком растворителе, концентрацию
 растворенного полимера в жидком растворителе, температуру раствора жидкого
 растворителя и давление раствора жидкого растворителя.

В одном варианте осуществления способ очистки регенерированных полимеров
 15 включает в себя отстаивание загрязняющих примесей из раствора полиэтилена/жидкого
 растворителя при таких значениях температуры и давления, при которых полиэтилен
 остается растворенным в жидком растворителе. В другом варианте осуществления
 способ очистки регенерированного полиэтилена включает отстаивание загрязняющих
 примесей из раствора полиэтилен/жидкий растворитель при температуре от около 90°C
 до около 280°C. В еще одном варианте осуществления способ очистки
 20 регенерированного полиэтилена включает отстаивание загрязняющих примесей из
 раствора полиэтилен/жидкий растворитель при температуре от около 110°C до около
 220°C. В одном варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена
 включает отстаивание загрязняющих примесей из раствора полиэтилен/жидкий
 25 растворитель при давлении от около 200 фунтов на кв. дюйм изб. (1,38 МПа) до около
 8000 фунтов на кв. дюйм изб. (55,16 МПа). В другом варианте осуществления способ
 очистки регенерированного полиэтилена включает отстаивание загрязняющих примесей
 из раствора полиэтилен/жидкий растворитель при давлении от около 400 фунтов на
 кв. дюйм изб. (2,76 МПа) до около 2 600 фунтов на кв. дюйм изб. (17,93 МПа).

В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена
 30 включает отстаивание загрязняющих примесей из раствора полиэтилен/н-бутан при
 температуре от около 90°C до около 280°C. В другом варианте осуществления способ
 очистки регенерированного полиэтилена включает отстаивание загрязняющих примесей
 из раствора полиэтилен/н-бутан при температуре от около 100°C до около 220°C. В
 другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена
 35 включает отстаивание загрязняющих примесей из раствора полиэтилен/н-бутан при
 температуре от около 130°C до около 180°C. В другом варианте осуществления способ
 очистки регенерированного полиэтилена включает отстаивание загрязняющих примесей
 из раствора полиэтилен/н-бутан при давлении от около 4000 фунтов/кв. дюйм изб.
 (27,58 МПа) до около 8000 фунтов/кв. дюйм изб. (55,16 МПа). В другом варианте
 40 осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает отстаивание
 загрязняющих примесей из раствора полиэтилен/н-бутан при давлении от около 4200
 фунтов/кв. дюйм изб. (28,96 МПа) до около 7000 фунтов/кв. дюйм изб. (48,26 МПа). В
 другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена
 45 включает отстаивание загрязняющих примесей из раствора полиэтилен/н-бутан при
 давлении от около 4500 фунтов/кв. дюйм изб. (31,03 МПа) до около 6000 фунтов/кв.
 дюйм изб. (41,37 МПа). В другом варианте осуществления способ очистки
 регенерированного полиэтилена включает отстаивание загрязняющих примесей из
 раствора полиэтилена/н-бутана, причем полиэтилен растворяют при массовой

варианте осуществления полиэтилен растворяют при массовой процентной концентрации до 18%. В другом варианте осуществления полиэтилен растворяют при массовой процентной концентрации до 16%. В другом варианте осуществления полиэтилен растворяют при массовой процентной концентрации до 14%. В другом варианте осуществления полиэтилен растворяют при массовой процентной концентрации до 12%.

Фильтрация

Типичная система фильтрации содержит фильтровальную среду, фильтровальный контейнер, впуск фильтра и выпуск фильтра. Фильтровальная среда содержит фильтровальные частицы, которые содержатся в фильтровальном контейнере. Впуск фильтра находится в сообщении по текучей среде с фильтровальным контейнером и переносит поток фильтруемого материала в фильтровальный контейнер, а выпуск фильтра находится в сообщении по текучей среде с системой фильтрации и выносит поток фильтрата из фильтровального контейнера. Система фильтрации может содержать одну или более фильтровальных сред, фильтровальных контейнеров и впусков и выпусков фильтра, расположенных последовательно или параллельно. Кроме того, система фильтрации может работать в радиальном или осевом потоке, или она может работать в восходящем потоке, нисходящем потоке или поперечном потоке. Неограничивающим примером фильтра для радиального потока является свечной фильтр. Кроме того, фильтрация может относиться к типу поверхностного или глубинного фильтрования и основано на механическом механизме действия.

Фильтровальная среда, используемая при глубинном фильтровании, содержит агрегат из фильтровальных частиц, которые могут быть однородными или неоднородными. Фильтровальные частицы могут быть равномерно или неравномерно распределены (например, слои разных фильтровальных частиц) внутри фильтровальной среды. Фильтровальные частицы, формирующие фильтровальную среду, также не обязательно должны быть идентичными по форме или размеру и могут быть либо в свободной, либо во взаимосвязанной форме. Например, фильтровальная среда может содержать фильтровальные частицы, которые могут состоять либо в свободной ассоциации, либо быть частично или полностью связаны посредством полимерного связующего вещества или других средств для формирования цельной структуры.

Кроме того, фильтровальные частицы могут быть представлены в различных формах и размерах. Например, и не в качестве ограничения, фильтровальные частицы могут быть представлены в простых формах, таких как порошок, гранулы, волокна и шарики. Фильтровальные частицы могут быть представлены в форме сферы, многогранника, полиэдра, а также других симметричных, асимметричных и неправильных форм. Далее, фильтровальным частицам также могут придаваться сложные формы, такие как паутины, сита, сетки, неплетеные структуры, плетеные структуры и связанные блоки, которые могут быть сформированы или не быть сформированы из простых форм, описанных выше.

Фильтровальные частицы могут варьироваться по размеру от неощущаемых фильтровальных частиц (например, очень мелкий порошок) до ощущаемых фильтровальных частиц. Кроме того, размер фильтровальных частиц не обязательно должен быть одинаковым для фильтровальных частиц, которые используются в какой-либо одной системе фильтрации. Более того, может быть желательно предусмотреть в одном фильтре фильтровальные частицы, имеющие различные размеры.

В одном варианте осуществления настоящего изобретения размер фильтровальных частиц варьируется от около 0,1 мм до около 10 мм. В другом варианте осуществления

настоящего изобретения размер фильтровальных частиц варьируется от около 10 мм до около 8 мм. В еще одном варианте осуществления настоящего изобретения размер фильтровальных частиц варьируется от около 100 мм до около 5 мм. В еще одном варианте осуществления настоящего изобретения размер фильтровальных частиц варьируется от около 1 мм до около 4 мм. В одном варианте осуществления настоящего изобретения размер фильтровальных частиц варьируется от около 10 мкм до около 100 мкм. Для сферических и цилиндрических частиц (например, волокон, шариков и т.д.) вышеописанные габаритные параметры относятся к диаметру фильтровальных частиц. Для фильтровальных частиц, имеющих по существу разные формы, вышеописанные габаритные параметры относятся к наибольшему габаритному параметру (например, длине, ширине или высоте).

Неограничивающим примером механического механизма действия является эксклюзия по размеру, при которой взвешенная (диспергированная) загрязняющая примесь удерживается фильтровальной средой и, таким образом, отделяется от потока фильтруемого материала, поскольку размер взвешенной загрязняющей примеси больше пор фильтровальной среды. Как описано, эксклюзия представляет собой межчастичное явление.

Неограничивающими примерами фильтровальных частиц выступают оксид кремния (кремнезем), силикагель, оксид алюминия (глинозем), активированный глинозем, оксид железа, алюмосиликат, силикат магния, аморфное вулканическое стекло, регенерированное стекло, песок, кварц, диатомовая земля, цеолит, молекулярное сито, перлит, глина, фуллерова землю, бентонитовая глина, металлоорганическая каркасная структура (MOF), ковалентная органическая каркасная структура (COF), цеолитоподобная имидазолятная каркасная структура (ZIF), целлюлоза, лигноцеллюлоза, антрацитовый уголь, сажа, кокс и активированный уголь. В одном варианте осуществления настоящего изобретения фильтровальные частицы выбирают из группы, состоящей из кремнезема, активированного глинозема, силикагеля, вулканического стекла, фуллеровой земли, бентонитовой глины и их смесей. В другом варианте осуществления настоящего изобретения фильтровальные частицы выбирают из группы, состоящей из активированного угля, активированного глинозема, диатомовой земли и их смесей. В еще одном варианте осуществления настоящего изобретения фильтровальные частицы выбирают из группы, состоящей из MOF, COF, ZIF, активированного угля, активированного глинозема и их смесей. В еще одном варианте осуществления настоящего изобретения фильтровальные частицы выбирают из группы, состоящей из диатомовой земли, активированного глинозема и их смесей.

Неограничивающими примерами фильтровальной среды, используемой при поверхностном фильтровании, выступают тонкий слой фильтровальных частиц, пористая керамика, фильтровальная бумага, фильтровальная ткань, пластмассовая мембрана, сито, неплетеная структура, плетеная структура, пористый сплавленный/спеченный металл и перфорированная пластина. При типичном поверхностном фильтровании удерживаемые загрязняющие примеси формируют осадок сверху фильтровальной среды, который увеличивается по толщине в процессе фильтрования. Как правило, по истечении определенного времени фильтрации осадок на фильтре необходимо удалять, поскольку он вызывает нестабильный перепад давления, посредством либо механического действия, либо обратной промывки. В одном варианте осуществления настоящего изобретения фильтровальную среду, используемую для поверхностного фильтрования, выбирают из группы, состоящей из тонкого слоя частиц диатомовой земли, осажденных на плетеную металлическую пористую сердцевину (обычно

называемую чулком). Пористая сердцевина поддерживает фильтровальную среду и обеспечивает возможность прохождения потока фильтруемого материала. Неограничивающими примерами сердцевин являются перфорированные трубки и ситчатые рукава.

5 При фильтровании могут использоваться вспомогательные фильтровальные присадки. Неограничивающими примерами вспомогательных фильтровальных присадок являются диатомовая земля (также называемая кизельгуром), целлюлоза и перлит. Эти вспомогательные фильтровальные присадки могут использоваться либо как
10 предварительное покрытие фильтровальной среды, либо добавляться в поток фильтруемого материала. В последнем случае (также называемом добавкой вспомогательной фильтровальной присадки) вспомогательные фильтровальные присадки увеличивают пористость осадка, формирующегося на фильтровальной среде, тем самым уменьшая перепад давления в осадке при фильтровании.

15 В конце срока службы фильтры могут быть либо выведены из эксплуатации и заменены на свежие, либо регенерированы. Неограничивающими примерами регенерации выступают обратная промывка, термическая регенерация и регенерация растворителем.

В одном варианте осуществления настоящего изобретения поверхностный фильтр содержит свечной фильтр. В другом варианте осуществления настоящего изобретения свечной фильтр содержит тонкий слой диатомовой земли, осажженный на плетеную
20 металлическую пористую сердцевину. В еще одном варианте осуществления настоящего изобретения толщина слоя диатомовой земли составляет от около 1 мм до около 20 мм. В еще одном варианте осуществления настоящего изобретения толщина слоя диатомовой земли составляет от около 2 мм до около 10 мм. В одном варианте осуществления настоящего изобретения толщина диатомового слоя составляет от
25 около 3 мм до около 5 мм.

Проницаемость фильтровальной среды измеряют (как хорошо известно специалистам в данной области техники) посредством пропускания потока текучей среды через фильтровальную среду и измерения скорости потока и перепада давления. Единицей измерения является миллидарси (мД), и 1 мД эквивалентна пропусканию 1 мл текучей
30 среды с вязкостью 1 мПа·с (1 сП), протекающей за 1 с под давлением 1 ат через фильтровальную среду с площадью поперечного сечения 1 см² и толщиной 1 см. В одном варианте осуществления настоящего изобретения проницаемость среды диатомовой земли составляет от около 30 мД до около 20000 мД. В другом варианте осуществления настоящего изобретения проницаемость среды диатомовой земли
35 составляет от около 400 мД до около 8000 мД. В еще одном варианте осуществления настоящего изобретения проницаемость среды диатомовой земли составляет от около 1000 мД до около 4000 мД. В еще одном варианте осуществления настоящего изобретения проницаемость среды диатомовой земли составляет от около 2300 мД до около 3 400 мД.

40 В другом варианте осуществления настоящего изобретения среда диатомовой земли удерживает взвешенные частицы диаметром более около 0,3 мкм. В еще одном варианте осуществления настоящего изобретения среда диатомовой земли удерживает взвешенные частицы диаметром более около 0,8 мкм. В еще одном варианте осуществления настоящего изобретения среда диатомовой земли удерживает взвешенные частицы
45 диаметром более около 1 мкм. В одном варианте осуществления настоящего изобретения среда диатомовой земли удерживает взвешенные частицы диаметром более около 1,7 мкм. В другом варианте осуществления настоящего изобретения среда диатомовой земли удерживает взвешенные частицы диаметром более около 4 мкм.

В одном варианте осуществления настоящего изобретения свечной фильтр содержит тонкую среду диатомовой земли, осажденную на плетеную металлическую сердцевину; причем толщина среды диатомовой земли составляет от около 2 мм до около 10 мм; причем проницаемость среды диатомовой земли составляет от около 2 300 мД до 3 400 мД; и причем среда диатомовой земли удерживает взвешенные частицы диаметром более около 1.7 мкм.

В одном варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает в себя отфильтровывание загрязняющих примесей из раствора полиэтилен/жидкий растворитель при таких значениях температуры и давления, при которых полиэтилен остается растворенным в жидком растворителе. В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает отфильтровывание загрязняющих примесей из раствора полиэтилен/жидкий растворитель при температуре от около 90°C до около 280°C. В еще одном варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает отфильтровывание загрязняющих примесей из раствора полиэтилен/жидкий растворитель при температуре от около 110°C до около 220°C. В одном варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает отфильтровывание загрязняющих примесей из раствора полиэтилен/жидкий растворитель при давлении от около 200 фунтов на кв. дюйм изб. (1,38 МПа) до около 8000 фунтов на кв. дюйм изб. (55,16 МПа). В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает отфильтровывание загрязняющих примесей из раствора полиэтилен/жидкий растворитель при давлении от около 400 фунтов на кв. дюйм изб. (2,76 МПа) до около 2 600 фунтов на кв. дюйм изб. (17,93 МПа).

В одном варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает отфильтровывание загрязняющих примесей из раствора полиэтилен/н-бутан при температуре от около 90°C до около 280°C. В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает отфильтровывание загрязняющих примесей из раствора полиэтилен/н-бутан при температуре от около 100°C до около 220°C. В еще одном варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает отфильтровывание загрязняющих примесей из раствора полиэтилен/н-бутан при температуре от около 130°C до около 180°C. В одном варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает отфильтровывание загрязняющих примесей из раствора полиэтилен/н-бутан при давлении от около 4000 фунтов на кв. дюйм изб. (27,58 МПа) до около 8000 фунтов на кв. дюйм изб. (55,16 МПа). В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает отфильтровывание загрязняющих примесей из раствора полиэтилен/н-бутан при давлении от около 4200 фунтов на кв. дюйм изб. (28,96 МПа) до около 7000 фунтов на кв. дюйм изб. (48,26 МПа). В еще одном варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает отфильтровывание загрязняющих примесей из раствора полиэтилен/н-бутан при давлении от около 4500 фунтов на кв. дюйм (31,03 МПа) до около 6000 фунтов на кв. дюйм (41,37 МПа). В одном варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает отфильтровывание загрязняющих примесей из раствора полиэтилен/н-бутан, причем полиэтилен растворяют при массовой процентной концентрации по меньшей мере 0,5%. В другом варианте осуществления полиэтилен растворяют при массовой процентной концентрации по меньшей мере 1%. В еще одном варианте осуществления полиэтилен растворяют при массовой процентной концентрации по меньшей мере 2%. В еще одном варианте осуществления полиэтилен растворяют

растворяют при массовой процентной концентрации до 14%. В другом варианте осуществления полиэтилен растворяют при массовой процентной концентрации до 12%.

Очистка

5 В одном варианте осуществления настоящего изобретения способ очистки полиэтилена включает приведение раствора загрязненного полимера в контакт с твердой средой при таких значениях температуры и давления, при которых полимер остается растворенным в жидком растворителе. Твердая среда по настоящему изобретению, также называемая в рамках настоящего изобретения адсорбционной
10 средой или адсорбционной фильтровальной средой, содержит твердые частицы среды и представляет собой любые твердые материалы, которые удаляют по меньшей мере некоторые загрязняющие примеси из раствора регенерированного полиэтилена, растворенного в жидком растворителе по настоящему изобретению. Без привязки к какой-либо теории заявители полагают, что твердая среда удаляет загрязняющие
15 примеси посредством различных механизмов. Неограничивающие примеры возможных механизмов включают в себя адсорбцию, абсорбцию, электростатику, эксклюзию по размерам, эксклюзию ионов, ионный обмен и другие механизмы, которые могут быть очевидны средним специалистам в данной области техники. Кроме того, пигменты и другие загрязняющие примеси, которые обычно присутствуют в регенерированном
20 полиэтилене, могут представлять собой полярные соединения или могут иметь полярные соединения на своих поверхностях и могут предпочтительным образом взаимодействовать с твердой средой, которая также может быть по меньшей мере малополярной. Взаимодействия между полярными компонентами могут быть особенно эффективными, если в качестве жидкого растворителя используются неполярные
25 растворители, например алканы.

В одном варианте осуществления настоящего изобретения твердую среду выбирают из группы, состоящей из неорганических веществ, углеродсодержащих веществ или их смесей. К подходящим примерам неорганических соединений относятся оксиды кремния, оксиды алюминия, оксиды железа, алюмосиликаты, силикаты магния, аморфные
30 вулканические стекла, кремнезем, силикагель, диатомит, песок, кварц, регенерированное стекло, глинозем, перлит, фуллерова земля, бентонит и их смеси. К подходящим примерам углеродсодержащих соединений относятся антрацитовый уголь, углеродная сажа, кокс, активированный углерод, целлюлоза и их смеси. В другом варианте осуществления настоящего изобретения твердая среда представляет собой стекло
35 вторичной обработки. В еще одном варианте осуществления настоящего изобретения частицы твердой среды выбирают из группы, состоящей из твердых частиц оксида кремния (кремнезема), силикагеля, оксида алюминия (глинозема), активированного глинозема, оксида железа, алюмосиликата, силиката магния, песка, кварца, диатомовой земли, цеолита, молекулярного сита, перлита, глины, фуллеровой земли, бентонитовой
40 глины, металлоорганической каркасной структуры (MOF), ковалентной органической каркасной структуры (COF), цеолитоподобной имидазольной каркасной структуры (ZIF), целлюлозы и лигноцеллюлозы. В еще одном варианте осуществления настоящего изобретения твердую среду выбирают из группы, состоящей из кремнезема, активированного глинозема, силикагеля, фуллеровой земли, бентонитовой глины и их
45 смесей. В одном варианте осуществления настоящего изобретения твердую среду выбирают из группы, состоящей из активированного угля, активированного глинозема, диатомовой земли и их смесей. В другом варианте осуществления настоящего изобретения твердую среду выбирают из группы, состоящей из MOF, COF, ZIF,

активированного угля, активированного глинозема и их смесей. В еще одном варианте осуществления настоящего изобретения твердую среду выбирают из группы, состоящей из диатомовой земли, активированного глинозема и их смесей.

5 Неограничивающим примером физического механизма действия является физическая адсорбция (также называемая физической сорбцией), при которой растворенная загрязняющая примесь адсорбируется на внешней поверхности или внутренней поверхности пор фильтровальной частицы под действием вандерваальсовых сил и, таким образом, отделяется от потока фильтруемого материала. Другим неограничивающим примером физического механизма действия является

10 электростатическая адсорбция, при которой взвешенная загрязняющая примесь адсорбируется на поверхности фильтровальной частицы вследствие электростатического притяжения. Фильтровальные частицы и среда, которые удаляют загрязняющие примеси главным образом посредством адсорбции, называются адсорбционными

15 фильтровальными частицами и адсорбционной фильтровальной средой соответственно. Адсорбционная фильтровальная среда обычно содержится в цилиндрическом фильтровальном контейнере в виде либо свободной среды, либо связанного блока, причем адсорбционное фильтрование может осуществляться либо при осевом потоке, либо при радиальном потоке. Цилиндрическая адсорбционная фильтровальная среда в осевом потоке имеет коэффициент пропорциональности, определяемый как отношение

20 высоты к диаметру цилиндрической адсорбционной фильтровальной среды. В одном варианте осуществления настоящего изобретения коэффициент пропорциональности цилиндрической адсорбционной фильтровальной среды больше или равен около 1. В другом варианте осуществления настоящего изобретения коэффициент пропорциональности цилиндрической адсорбционной фильтровальной среды больше или равен около 2. В еще одном варианте осуществления настоящего изобретения коэффициент пропорциональности цилиндрической адсорбционной фильтровальной среды больше или равен около 5. В еще одном варианте осуществления настоящего изобретения коэффициент пропорциональности цилиндрической адсорбционной фильтровальной среды больше или равен около 10. В одном варианте осуществления

30 настоящего изобретения коэффициент пропорциональности цилиндрической адсорбционной фильтровальной среды больше или равен около 30. В другом варианте осуществления настоящего изобретения коэффициент пропорциональности цилиндрической адсорбционной фильтровальной среды больше или равен около 50. В еще одном варианте осуществления настоящего изобретения коэффициент пропорциональности цилиндрической адсорбционной фильтровальной среды больше или равен около 70.

В одном варианте осуществления настоящего изобретения высота цилиндрической адсорбционной фильтровальной среды больше или равна около 5 см. В другом варианте осуществления настоящего изобретения высота цилиндрической адсорбционной

40 фильтровальной среды больше или равна около 20 см. В еще одном варианте осуществления настоящего изобретения высота цилиндрической адсорбционной фильтровальной среды больше или равна около 50 см. В еще одном варианте осуществления настоящего изобретения высота цилиндрической адсорбционной фильтровальной среды больше или равна около 1 мм. В одном варианте осуществления настоящего изобретения высота цилиндрической адсорбционной фильтровальной среды больше или равна около 1,5 мм. В другом варианте осуществления настоящего изобретения высота цилиндрической адсорбционной фильтровальной среды больше или равна около 3 мм. В еще одном варианте осуществления настоящего изобретения

высота цилиндрической адсорбционной фильтровальной среды больше или равна около 6 мм.

5 В одном варианте осуществления настоящего изобретения адсорбционная фильтровальная среда является цилиндрической; причем фильтровальная среда содержит свободные адсорбционные фильтровальные частицы; причем высота цилиндрической адсорбционной среды составляет около 122 см; причем диаметр цилиндрической адсорбционной среды составляет около 1,7 см; причем адсорбционные фильтровальные частицы содержат активированный глинозем; и причем размер частиц адсорбционного фильтра составляет 7×14 ячеек.

10 В одном варианте осуществления настоящего изобретения твердая среда контактирует с полимером в резервуаре в течение заданного периода времени, причем твердую среду перемешивают. В другом варианте осуществления твердую среду удаляют из раствора более чистого полимера на стадии разделения твердой и жидкой фаз. Не имеющие ограничительного характера примеры стадий разделения твердой и жидкой фаз
15 включают фильтрацию, декантацию, центрифугирование и отстаивание. В другом варианте осуществления настоящего изобретения загрязненный раствор полимера пропускают через неподвижный слой твердой среды. В другом варианте осуществления настоящего изобретения твердую среду при необходимости заменяют для поддержания желаемой чистоты полимера. В еще одном варианте осуществления твердую среду
20 регенерируют и повторно используют на стадии очистки. В другом варианте осуществления твердую среду регенерируют, создавая псевдооживленный слой твердой среды на стадии обратной промывки.

В одном варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена
25 включает приведение раствора полиэтилен/жидкий растворитель в контакт с твердой средой при таких значениях температуры и давления, при которых полиэтилен остается растворенным в жидком растворителе. В одном варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает приведение в контакт раствора полиэтилен/
30 жидкий растворитель с твердой средой при температуре от около 90°C до около 280°C. В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает приведение в контакт раствора полиэтилен/жидкий растворитель с твердой средой при температуре от около 110°C до около 220°C. В одном варианте
35 осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает приведение в контакт раствора полиэтилен/жидкий растворитель с твердой средой при давлении от около 200 фунтов на кв. дюйм изб. (1,38 МПа) до около 8000 фунтов на кв. дюйм изб. (55,16 МПа). В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает приведение в контакт раствора полиэтилен/жидкий растворитель с твердой средой при давлении от около 400 фунтов на кв. дюйм изб. (2,76 МПа) до около 2600 фунтов на кв. дюйм изб. (17,93 МПа).

В одном варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена
40 включает приведение в контакт раствора полиэтилен/н-бутан с твердой средой при температуре от около 90°C до около 280°C. В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает в себя приведение раствора полиэтилен/н-бутан в контакт с твердой средой при температуре от около 100°C до
45 около 220°C. В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает в себя приведение раствора полиэтилен/н-бутан в контакт с твердой средой при температуре от около 130°C до около 180°C. В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает в себя приведение раствора полиэтилен/н-бутан в контакт с твердой средой при давлении от

В другом варианте осуществления полиэтилен растворяют при массовой процентной концентрации по меньшей мере 1%. В другом варианте осуществления полиэтилен растворяют при массовой процентной концентрации по меньшей мере 2%. В другом варианте осуществления полиэтилен растворяют при массовой процентной концентрации по меньшей мере 3%. В другом варианте осуществления полиэтилен растворяют при массовой процентной концентрации по меньшей мере 4%. В другом варианте осуществления полиэтилен растворяют при массовой процентной концентрации по меньшей мере 5%. В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает в себя приведение раствора полиэтилен/н-пентан в контакт с твердой средой, причем полиэтилен растворяют при массовой процентной концентрации до 20%. В другом варианте осуществления полиэтилен растворяют при массовой процентной концентрации до 18%. В другом варианте осуществления полиэтилен растворяют при массовой процентной концентрации до 16%. В другом варианте осуществления полиэтилен растворяют при массовой процентной концентрации до 14%. В другом варианте осуществления полиэтилен растворяют при массовой процентной концентрации до 12%.

Разделение

В одном варианте осуществления настоящего изобретения способ очистки регенерированного полиэтилена включает отделение более чистого полимера от жидкого растворителя при таких показателях температуры и давления, при которых полимер осаждается из раствора и не остается растворенным в жидком растворителе. В другом варианте осуществления осаждение более чистого полимера из жидкого растворителя достигается посредством снижения давления при фиксированной температуре. В другом варианте осуществления осаждение более чистого полимера из жидкого растворителя достигается посредством снижения температуры при фиксированном давлении. В другом варианте осуществления осаждение более чистого полимера из жидкого растворителя достигается посредством повышения температуры при фиксированном давлении. В другом варианте осуществления осаждение более чистого полимера из жидкого растворителя достигается посредством снижения как температуры, так и давления. Растворитель может быть частично или полностью преобразован из жидкой фазы в парообразную посредством управления температурой и давлением. В другом варианте осуществления осажденный полимер отделяется от жидкого растворителя без полного превращения жидкого растворителя в 100% в парообразную фазу посредством управления температурой и давлением растворителя на стадии разделения. Отделение осажденного более чистого полимера осуществляется любым способом разделения жидких фаз или твердой и жидкой фазы. Не имеющими ограничительного характера примерами разделения жидких фаз или твердой и жидкой фазы являются фильтрование, декантация, центрифугирование и отстаивание.

В одном варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает отделение полиэтилена от раствора полиэтилен/жидкий растворитель при таких показателях температуры и давления, при которых полиэтилен осаждается из раствора. В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает отделение полиэтилена от раствора полиэтилен/н-бутан при температуре от около 0°C до около 280°C. В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает отделение полиэтилена от раствора полиэтилен/н-бутан при температуре от около 50°C до около 175°C. В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает отделение полиэтилена от раствора полиэтилен/н-бутан при температуре от около 100°C до около

220°C. В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает отделение полиэтилена от раствора полиэтилен/н-бутан при давлении от около 0 фунтов/кв. дюйм изб. (0 МПа) до около 2000 фунтов/кв. дюйм изб. (13,79 МПа). В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного

5 полиэтилена включает отделение полиэтилена от раствора полиэтилен/н-бутан при давлении от около 50 фунтов/кв. дюйм изб. (0,34 МПа) до около 1500 фунтов/кв. дюйм изб. (10,34 МПа). В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает отделение полиэтилена от раствора полиэтилен/н-бутан при давлении от около 75 фунтов/кв. дюйм изб. (0,52 МПа) до около 1000 фунтов/кв. дюйм

10 изб. (6,89 МПа).

В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает отделение полиэтилена от раствора полиэтилен/н-пентан при температуре от около 0°C до около 280°C. В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает отделение полиэтилена от раствора

15 полиэтилен/н-пентан при температуре от около 30°C до около 150°C. В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает отделение полиэтилена от раствора полиэтилен/н-пентан при температуре от около 50°C до около 130°C. В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает отделение полиэтилена от раствора полиэтилен/н-пентан при давлении от около 0 фунтов на кв. дюйм изб. (0 МПа) до около 2000 фунтов на кв. дюйм изб. (13,79 МПа). В другом варианте осуществления способ очистки

20 регенерированного полиэтилена включает отделение полиэтилена от раствора полиэтилен/н-пентан при давлении от около 50 фунтов на кв. дюйм изб. (0,34 МПа) до около 1 500 фунтов на кв. дюйм изб. (10,34 МПа). В другом варианте осуществления способ очистки регенерированного полиэтилена включает отделение полиэтилена от раствора полиэтилен/н-пентан при давлении от около 75 фунтов/кв. дюйм изб. (0,52 МПа) до около 1000 фунтов/кв. дюйм изб. (6,89 МПа).

III. Методы испытаний

Описанные в настоящем документе методы испытаний использовались для измерения

30 эффективности различных способов очистки полимеров. В частности, описанные методы демонстрируют эффективность определенного способа очистки в отношении улучшения цвета или светопрозрачности/прозрачности (например, достижение окраски и степени непрозрачности регенерированного полиэтилена, близких к характеристикам бесцветного исходного полимера), снижения или удаления элементарных загрязняющих

35 примесей (например, удаление тяжелых металлов), снижения или удаления негорючих загрязняющих примесей (например, неорганических наполнителей) и снижения или удаления летучих соединений (особенно летучих соединений, которые являются причиной неприятного запаха регенерированного полиэтилена).

Измерение цвета и степени непрозрачности

40 Цвет и степень непрозрачности/светопрозрачности полимера являются важными параметрами, которые определяют, можно ли при использовании данного полимера добиться желаемых визуальных эстетических качеств изделия, изготавливаемого из данного полимера. Регенерированный полиэтилен, в частности полиэтилен, полученный регенерацией после бытового использования, обычно отличается темной окраской и

45 является непрозрачным из-за присутствия остаточных пигментов, наполнителей и других загрязняющих примесей. Поэтому измерения цвета и степени непрозрачности являются важными параметрами для определения эффективности способа очистки полимеров.

Перед измерением показателей цвета проводят компрессионное формование образцов полимерных порошков или гранул, чтобы получить квадратные образцы для испытаний (с закругленными углами) размерами 30 мм ширина × 30 мм длина × 1 мм толщина. Порошковые образцы вначале уплотняют при комнатной температуре (около 20-23°C) холодным прессованием порошка в лист между прижимными плитами из нержавеющей стали с использованием в качестве разделительного слоя чистой, ранее не использованной алюминиевой фольги. Затем около 0,85 г порошка после холодного прессования или гранул прессуют в образцы для испытаний с помощью пресса Carver Press Model C (Carver, Inc., г. Уобаш, штат Индиана, IN 46992-0554, США), предварительно нагретого до 200°C, с помощью алюминиевых прижимных плит, с использованием в качестве разделительных слоев ранее не использованной алюминиевой фольги и прокладки из нержавеющей стали с полостью, соответствующей приведенным выше размерам квадратных образцов для испытаний. Прежде чем прикладывать давление, образцы нагревают в течение 5 минут. Через 5 минут включают пресс с гидравлическим давлением, составляющим по меньшей мере 2 тонны (1,81 метрической тонны) по меньшей мере на 5 секунд, после чего давление убирают. Затем извлекают формованную стопку и помещают ее между двумя толстыми плоскими металлическими устройствами теплоотвода для охлаждения. После этого отделяют от образца и утилизируют разделительные слои алюминиевой фольги. По меньшей мере с одной стороны отделяют выпрессовку вокруг образца до края пресс-формы, а затем извлекают образец из формы. Каждый образец для испытаний визуально осматривают на предмет наличия дефектов в виде пустот/пузырьков и для измерения показателей цвета используют только образцы, в которых в зоне измерения показателей цвета (с минимальным диаметром 0,7 дюйма (17,78 мм)) отсутствуют какие-либо дефекты.

Цвет каждого образца описывали с использованием показателей трехмерного цветового пространства $L^* a^* b^*$ от Международной комиссии по освещению (CIE). Параметр L^* представляет собой меру светлоты образца, при этом $L^*=0$ соответствует наиболее темному черному образцу, а $L^*=100$ соответствует наиболее светлому белому образцу. Параметр a^* является мерой цветности красного или зеленого цвета образца, при этом положительные значения a^* соответствуют красному цвету, а отрицательные значения a^* соответствуют зеленому цвету. Параметр b^* является мерой цветности синего или желтого цвета образца, при этом положительные значения b^* соответствуют желтому цвету, а отрицательные значения b^* соответствуют синему цвету. Значения $L^*a^*b^*$ каждого квадратного образца для испытаний размерами 30 мм ширина × 30 мм длина × 1 мм толщина измеряли с помощью спектрофотометра HunterLab модели LabScan XE (Hunter Associates Laboratory, Inc., г. Рестон, штат Вирджиния, VA 20190-5280, США). Спектрофотометр был выполнен с возможностью использования D65 в качестве стандартного осветителя, с углом наблюдателя 10°, диаметром поля зрения 1,75 дюйма (44,45 мм) и диаметром порта 0,7 дюйма (17,78 мм).

Степень непрозрачности каждого образца, которая является мерой количества света, проходящего через образец (то есть мерой светопропускаемости образца), определяли с помощью упомянутого выше спектрофотометра HunterLab в режиме светонепропускаемости с контрастным соотношением. Для определения степени непрозрачности каждого образца проводили два измерения. Одно для измерения значения яркости образца с белым фоном, $Y_{\text{бел. фон}}$, и одно для измерения яркости образца с черным фоном, $Y_{\text{черн. фон}}$. Затем рассчитывали степень непрозрачности по значениям яркости с использованием следующего уравнения 3:

Уравнение 3

$$\% \text{ Степени непрозрачности} = \frac{Y_{\text{черный фон}}}{Y_{\text{(белый фон)}}} * 100$$

Элементный анализ

5 Многие источники регенерированного полиэтилена отличаются недопустимо высокими концентрациями загрязняющих примесей тяжелых металлов. Присутствие тяжелых металлов, например свинца, ртути, кадмия и хрома, может ограничивать использование регенерированного полиэтилена в некоторых видах применения, например в видах применения, где присутствует контакт с продуктами питания или
10 лекарственными средствами, или в видах применения, связанных с медицинскими устройствами. Поэтому измерение концентрации тяжелых металлов имеет важное значение для определения эффективности способа очистки полимеров.

Элементный анализ осуществляется с использованием масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-МС). Растворы для испытаний готовили в
15 количестве от n=2 до n=6 в зависимости от доступности образца, смешивая ~0,25 г образца с 4 мл концентрированной азотной кислоты и 1 мл концентрированной фтористоводородной кислоты (HF). Образцы дегазировали с использованием протокола микроволнового разложения Ultrawave, предусматривающего линейное изменение температуры до 125°C в течение 20 мин, линейное изменение температуры до 250°C в
20 течение 10 мин и выдерживание при температуре 250°C в течение 20 мин. Разложившиеся образцы охлаждали до комнатной температуры. Разложившиеся образцы разбавляли до 50 мл после добавления 0,25 мл 100 ч/млн Ge и Rh в качестве внутреннего стандарта. Чтобы оценить точность измерений, готовили стандарты до разложения путем введения добавок в исходный полимер. Образцы содержащего добавки исходного полимера
25 взвешивали в соответствии с упомянутой выше процедурой и добавляли необходимое количество стандарта каждого отдельного представляющего интерес элемента, к которым относились следующие: Na, Al, Ca, Ti, Cr, Fe, Ni, Cu, Zn, Cd и Pb. Стандарты готовились для двух различных уровней: «низкий уровень добавки» и «высокий уровень добавки». Каждый стандарт готовили в трех экземплярах. Кроме введения добавок в
30 исходный полимер, добавляли также контрольную добавку, чтобы убедиться в отсутствии ошибок при отборе проб пипеткой и для отслеживания восстановления в ходе процесса. Образцы с контрольными добавками также готовили в трех экземплярах с двумя различными уровнями и их обрабатывали таким же образом, как и образцы содержащего добавки исходного полимера и образцы для испытаний. Для построения
35 калибровочной кривой использовали 9 точек, которые получали, приготовляя растворы 0, 0,5, 1, 5, 10, 50, 100 и 500 ч/млрд, содержащие Na, Al, Ca, Ti, Cr, Fe, Ni, Cu, Zn, Cd и Pb. Все стандарты для калибровки готовили разбавлением чистых стандартных эталонных растворов и 0,25 мл 100 ч/млн Ge и Rh в качестве внутреннего стандарта с 4 мл концентрированной азотной кислоты и 1 мл концентрированной HF.

40 Приготовленные стандарты, образцы для испытаний и образцы для испытаний с добавками анализировали с помощью прибора Agilent 8800 ICP- QQQMS, с оптимизацией в соответствии с рекомендациями производителя. Ниже приводятся отслеживаемые значения m/z для каждого анализируемого элемента и газ столкновительной ячейки, который использовался для анализа: Na, 23 m/z, H₂; Al, 27 m/z, H₂; Ca, 40 m/z, H₂; Ti, 48 m/z, H₂; Cr, 52 m/z, He; Fe, 56 m/z, H₂; Ni, 60 m/z; без газа; Cu, 65 m/z, без газа; Zn, 64 m/z, He; Cd, 112 m/z; H₂; Pb, сумма 206 ≥206, 207 ≥207, 208 ≥208 m/z, без газа; Ge, 72 m/z, все режимы; Rh, 103 m/z, все режимы. Ge использовали в качестве внутреннего стандарта для всех элементов <103 m/z, а Rh использовали для всех элементов 103 m/z.

Остаточная зольность

Многие источники регенерированного полиэтилена содержат различные наполнители, например карбонат кальция, тальк и стекловолокно. Несмотря на свои полезные функциональные свойства для первоначальных видов применения регенерированного
 5 полиэтилена, такие наполнители изменяют физические свойства полимера таким образом, который может быть нежелательным для последующего использования регенерированного полиэтилена. Поэтому измерение количества наполнителей имеет важное значение для определения эффективности способа очистки полимеров.

Для количественного определения негорючих материалов в образце (также иногда
 10 называемого зольностью) проводили измерения с помощью термогравиметрического анализа (ТГА). Около 5-15 мг образца загружали в платиновый тигель для образца и нагревали до 700°C со скоростью 20°C/мин в атмосфере воздуха в приборе TA Instruments, модель Q500 TGA. Образец выдерживали в изотермических условиях в течение 10 мин при 700°C.

15 Процентную остаточную массу измеряли при 700°C после изотермического выдерживания.

Анализ запаха

Органолептический анализ запаха проводили, помещая около 3 г каждого образца в стеклянный флакон объемом 20 мл и выдерживая образец при комнатной температуре
 20 по меньшей мере 30 мин для уравнивания. После уравнивания каждый флакон открывали, и квалифицированный оценщик вдыхал верхнюю пробу воздуха (вдох носом), чтобы определить интенсивность запаха и профиль его описания. Интенсивность запаха оценивали в соответствии со следующей шкалой:

5=очень сильный

25 4=сильный

3=умеренный

2=от слабого до умеренного

1=слабый

0=запах отсутствует

30 Каждый документ, указанный в настоящем описании, включая перекрестные ссылки, или родственный патент, или заявку на патент, включен в настоящий документ в полном объеме путем ссылки, если только не исключен в явной форме или не ограничен иным образом. Упоминание любого документа не является признанием того, что он
 35 представляет собой предшествующий уровень техники в отношении любого описанного или заявленного в настоящем документе изобретения или что он сам по себе или в любой комбинации с любой другой ссылкой или ссылками представляет, предлагает или описывает любое такое изобретение. Кроме того, если какое-либо значение или определение термина в этом документе противоречит какому-либо значению или
 40 определению этого же термина в документе, включенном в настоящий документ путем ссылки, преимущество имеет значение или определение, закрепленное за этим термином в настоящем документе.

Хотя в настоящем документе показаны и описаны конкретные варианты осуществления настоящего изобретения, специалистам в данной области будет понятно, что допустимы и другие различные изменения и модификации без отступления от
 45 сущности и объема изобретения. Таким образом, предполагается, что прилагаемая формула изобретения охватывает все эти изменения и модификации в пределах объема настоящего изобретения.

(57) Формула изобретения

1. Способ очистки регенерированного полиэтилена, включающий:

а. получение регенерированного полиэтилена, причем регенерированный полиэтилен
5 выбирают из группы, состоящей из полимеров после бытового использования, полимеров после промышленного использования и их комбинаций;

б. приведение регенерированного полиэтилена при температуре от 80°C до 280°C и при давлении от 150 фунтов/кв. дюйм изб. (1,03 МПа) до 8000 фунтов/кв. дюйм изб. (55,16 МПа) в контакт с первым жидким растворителем со стандартной температурой
10 кипения менее 70°C с получением экстрагированного регенерированного полиэтилена;

с. растворение экстрагированного регенерированного полиэтилена в растворителе, выбранном из группы, состоящей из первого жидкого растворителя, второго жидкого растворителя и их смесей, при температуре от 90°C до 280°C и давлении от 200 фунтов на кв. дюйм изб. (1,38 МПа) до 8000 фунтов на кв. дюйм изб. (55,16 МПа) с получением
15 первого раствора, содержащего полиэтилен, по меньшей мере одну растворенную загрязняющую примесь и по меньшей мере одну взвешенную загрязняющую примесь;

д. отстаивание первого раствора, содержащего полиэтилен, по меньшей мере одну растворенную загрязняющую примесь и по меньшей мере одну взвешенную загрязняющую примесь, при температуре от 90°C до 280°C и под давлением от 200
20 фунтов на кв. дюйм изб. (1,38 МПа) до 8000 фунтов на кв. дюйм изб. (55,16 МПа) с получением второго раствора, содержащего полиэтилен, по меньшей мере одну растворенную загрязняющую примесь и меньшее количество по меньшей мере одной взвешенной загрязняющей примеси;

е. фильтрование второго раствора при температуре от 90°C до 280°C и под давлением от 200 фунтов на кв. дюйм изб. (1,38 МПа) до 8000 фунтов на кв. дюйм изб. (55,16 МПа) с получением третьего раствора, содержащего более чистый полиэтилен, по меньшей мере одну растворенную загрязняющую примесь и еще меньшее количество по меньшей мере одной взвешенной загрязняющей примеси; и

ф. отделение более чистого полиэтилена от третьего раствора;

причем второй жидкий растворитель имеет тот же химический состав, что и первый жидкий растворитель, или другой химический состав, и

причем жидкий растворитель выбирают из группы, состоящей из олефиновых углеводородов, алифатических углеводородов и их смесей, причем алифатический углеводород предпочтительно выбирают из группы, состоящей из алифатических углеводородов C₁-C₆ и их смесей.
35

2. Способ по п. 1, в котором более чистый полиэтилен отделяют от третьего раствора при температуре от 0°C до 280°C и давлении от 0 фунтов на кв. дюйм изб. (0 МПа) до 2000 фунтов на кв. дюйм изб. (13,79 МПа).

3. Способ по п. 1 или 2, в котором регенерированный полиэтилен растворяют в жидком растворителе или в смеси жидкого растворителя при массовой процентной концентрации по меньшей мере 0,5%.

4. Способ по п. 1 или 2, в котором регенерированный полиэтилен представляет собой полиэтилен, полученный в результате переработки после бытового использования.

5. Способ по п. 1 или 2, в котором регенерированный полиэтилен представляет собой гомополимер полиэтилена или в основном сополимер полиэтилена.
45

6. Способ по любому из пп. 1-5, в котором жидкий растворитель имеет стандартную температуру кипения менее 0°C и более -45°C и стандартное изменение энтальпии при испарении менее +25 кДж/моль.

7. Способ по любому из предшествующих пунктов, в котором жидкий растворитель содержит сжиженный нефтяной газ C_4 , причем жидкий растворитель предпочтительно содержит н-бутан, изомеры бутана или их смеси.

5 8. Способ по пп. 1-6, в котором жидкий растворитель содержит н-пентан, изомеры пентана или их смеси.

9. Способ по любому из предшествующих пунктов, в котором температура на стадиях приведения в контакт, растворения, отстаивания и фильтрования составляет от $110^{\circ}C$ до $220^{\circ}C$.

10 10. Способ по любому из предшествующих пунктов, в котором давление на стадии приведения в контакт составляет от 400 фунтов на кв. дюйм (2,76 МПа) до 2400 фунтов на кв. дюйм (16,55 МПа).

11. Способ по любому из предшествующих пунктов, в котором указанное давление на стадиях растворения, отстаивания и фильтрования составляет от 400 фунтов на кв. дюйм изб. (2,76 МПа) до 6000 фунтов на кв. дюйм изб. (41,37 МПа).

15 12. Способ по любому из предшествующих пунктов, в котором фильтрование осуществляют в фильтровальном устройстве свечного типа, причем предпочтительно свечное фильтровальное устройство предварительно покрывают вспомогательной фильтровальной присадкой, причем более предпочтительно вспомогательную
20 фильтровальную присадку выбирают из группы, состоящей из диатомовой земли, перлита, целлюлозного волокна, глины, активированного угля, глинозема, кремнезема, алюмосиликата, цеолита и их смесей.

13. Способ по п. 12, в котором свечное фильтровальное устройство предварительно покрывают вспомогательной фильтровальной присадкой, имеющей размер частиц от 10 мкм до 100 мкм.

25 14. Способ по любому из предшествующих пунктов, в котором фильтрование осуществляют в осевом направлении потока.

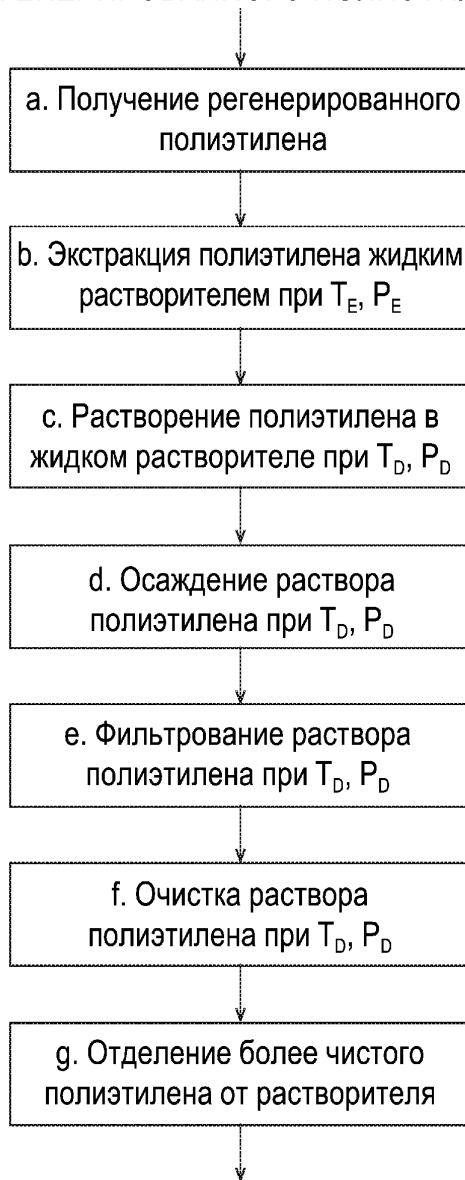
30

35

40

45

СПОСОБ ОЧИСТКИ
РЕГЕНЕРИРОВАННОГО ПОЛИЭТИЛЕНА



Фиг. 1

