



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 117326941 A

(43) 申请公布日 2024. 01. 02

(21) 申请号	202311017167.4	C08J 11/24 (2006.01)
(22) 申请日	2019.06.24	C08L 67/02 (2006.01)
(30) 优先权数据		C07C 29/09 (2006.01)
62/689,597	2018.06.25 US	C07C 29/128 (2006.01)
(62) 分案原申请数据		C07C 31/20 (2006.01)
201980056138.4	2019.06.24	C07C 51/09 (2006.01)
(71) 申请人	9449710加拿大公司	C07C 67/08 (2006.01)
地址	加拿大魁北克省	C07C 69/82 (2006.01)
(72) 发明人	法里斯·埃萨达姆	C07C 29/70 (2006.01)
	阿德尔·埃萨达姆	C07C 31/30 (2006.01)
(74) 专利代理机构	北京安信方达知识产权代理 有限公司 11262	
专利代理师	王纯婧 武晶晶	
(51) Int. Cl.		
	C07C 67/03 (2006.01)	

权利要求书1页 说明书22页

(54) 发明名称

对苯二甲酸酯的形成

(57) 摘要

本公开涉及通过使用乙二醇盐催化剂对聚对苯二甲酸乙二酯 (PET) 进行解聚而形成对苯二甲酸酯。优选地,该反应在甲醇中进行,该乙二醇盐是乙二醇单钠,并且对苯二甲酸酯产物是对苯二甲酸二甲酯 (DMT)。该乙二醇单钠催化剂优选地通过使氢氧化钠与单乙二醇反应、分离产物、然后将其悬浮在悬浮溶剂中而制备为悬浮液。

1. 一种聚对苯二甲酸乙二醇酯 (PET) 解聚以形成对苯二甲酸酯的方法;所述方法包括将聚对苯二甲酸乙二醇酯 (PET) 与包含乙二醇盐的混合物混合。

2. 根据权利要求1所述的方法,其中所述混合物进一步包含溶剂。

3. 根据权利要求2所述的方法,其中所述溶剂选自甲醇、乙醇、正丙醇、异丙醇、叔丁醇、乙二醇、甘油、环己烷-1,4-二甲醇、苯酚、苯甲醇及其任意组合。

4. 根据权利要求2或3所述的方法,其中所述溶剂是甲醇。

5. 根据权利要求2-4中任一项所述的方法,其中在添加乙二醇盐之前,将所述溶剂加入聚对苯二甲酸乙二醇酯 (PET) 中。

6. 根据权利要求5所述的方法,其中在添加乙二醇盐之前,将所述聚对苯二甲酸乙二醇酯 (PET) 与所述溶剂混合约15分钟至约120分钟。

7. 根据权利要求1-6所述的方法,其中所述乙二醇单钠悬浮液通过包括以下步骤的方法制备:

- a) 加热单乙二醇;
- b) 添加氢氧化钠,从而形成乙二醇单钠;
- c) 干燥所述乙二醇单钠;
- d) 将干燥的乙二醇单钠悬浮于悬浮溶剂中;以及
- e) 使悬浮液老化。

8. 一种聚对苯二甲酸乙二醇酯 (PET) 解聚以形成对苯二甲酸酯的方法;所述方法包括:

- (i) 将聚对苯二甲酸乙二醇酯 (PET) 与第一溶剂混合以产生第一混合物;
- (ii) 向第一混合物中加入乙二醇盐;
- (iii) 添加第二溶剂;以及
- (iv) 混合;

从而形成对苯二甲酸酯。

9. 根据权利要求1-8所述的方法,其中所述乙二醇单钠悬浮液通过包括以下步骤的方法制备:

- a) 加热单乙二醇;
- b) 添加氢氧化钠,从而形成乙二醇单钠;
- c) 干燥所述乙二醇单钠;
- d) 将干燥的乙二醇单钠悬浮于悬浮溶剂中;以及
- e) 使悬浮液老化。

10. 一种制备乙二醇单钠悬浮液的方法;所述方法包括:

- a) 加热单乙二醇;
- b) 添加氢氧化钠,从而形成乙二醇单钠;
- c) 干燥所述乙二醇单钠;
- d) 将干燥的乙二醇单钠悬浮于悬浮溶剂中;以及
- e) 使悬浮液老化。

## 对苯二甲酸酯的形成

[0001] 本申请是申请日为2019年06月24日、申请号为201980056138.4、发明名称为“对苯二甲酸酯的形成”的中国专利申请(其对应PCT申请的申请日为2019年06月24日、申请号为(PCT/IB2019/000816)的分案申请。

[0002] 交叉引用

[0003] 本申请要求2018年6月25日提交的系列号为62/689,597的美国临时申请的权益,该临时申请通过引用整体并入本文。

### 技术领域

[0004] 本公开涉及由聚酯形成酯衍生物,更具体地涉及由聚对苯二甲酸乙二酯(PET)形成对苯二甲酸酯。本公开还涉及对苯二甲酸二甲酯(DMT)的形成。

### 背景技术

[0005] 聚对苯二甲酸乙二酯(PET)瓶树脂市场一直在强劲增长,因为PET树脂已取代了碳酸软饮料、瓶装水和食品容器中的玻璃。

[0006] 对苯二甲酸二甲酯(DMT)主要用于制造用于纤维、薄膜、容器塑料和特种塑料应用的聚对苯二甲酸乙二酯(PET)。

[0007] 聚酯行业最大的一部分是纤维市场,在该市场中其用来制造衣服、诸如床单和窗帘的家用纺织品、地毯和毯子以及诸如轮胎帘线、安全带、软管和绳索等工业产品。PET薄膜用于电气应用,如介电金属箔电容器,以及用于食品包装。

[0008] 聚酯的增长尚未转化为DMT需求。对于纺织品以及食品和饮料容器中使用的大多数等级的聚酯,使用纯化的对苯二甲酸而不是DMT更为经济。

### 发明内容

[0009] 本文公开了一种聚对苯二甲酸乙二酯(PET)解聚以形成对苯二甲酸酯的方法;所述方法包括将聚对苯二甲酸乙二酯(PET)与包含乙二醇盐(glycoxide)的混合物混合。

[0010] 在所述方法的一些实施方案中,所述混合物进一步包含溶剂。

[0011] 在所述方法的一些实施方案中,所述溶剂选自甲醇、乙醇、正丙醇、异丙醇、叔丁醇、乙二醇、甘油、环己烷-1,4-二甲醇、苯酚、苯甲醇及其任意组合。在所述方法的一些实施方案中,所述溶剂是甲醇。

[0012] 在所述方法的一些实施方案中,在添加乙二醇盐之前,将所述溶剂加入聚对苯二甲酸乙二酯(PET)中。

[0013] 在所述方法的一些实施方案中,在添加乙二醇盐之前,将所述聚对苯二甲酸乙二酯(PET)与所述溶剂混合约15分钟至约120分钟。在所述方法的一些实施方案中,在添加乙二醇盐之前,将所述聚对苯二甲酸乙二酯(PET)与所述溶剂混合约60分钟。

[0014] 在所述方法的一些实施方案中,在添加乙二醇盐之前,在约50°C至约100°C的温度下,将所述聚对苯二甲酸乙二酯(PET)与所述溶剂混合。在所述方法的一些实施方案中,在

添加乙二醇盐之前,在约60℃的温度下,将所述聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)与所述溶剂混合。

[0015] 在所述方法的一些实施方案中,所述对苯二甲酸酯是对苯二甲酸二甲酯(DMT)。

[0016] 在所述方法的一些实施方案中,所述乙二醇盐是乙二醇钠。在所述方法的一些实施方案中,所述乙二醇盐是乙二醇单钠。在所述方法的一些实施方案中,乙二醇钠以悬浮液形式提供。

[0017] 在所述方法的一些实施方案中,所述乙二醇单钠悬浮液通过包括以下步骤的方法制备:

[0018] a) 加热单乙二醇;

[0019] b) 添加氢氧化钠,从而形成乙二醇单钠;

[0020] c) 干燥所述乙二醇单钠;

[0021] d) 将干燥的乙二醇单钠悬浮于悬浮溶剂中;以及

[0022] e) 使悬浮液老化。

[0023] 在所述方法的一些实施方案中,步骤(a)在约70℃至约100℃的温度下进行。在所述方法的一些实施方案中,步骤(a)在约90℃的温度下进行。

[0024] 在所述方法的一些实施方案中,乙二醇单钠与所述悬浮溶剂之比为约0.05:1至约0.5:1(mol/mol)。

[0025] 在所述方法的一些实施方案中,乙二醇单钠与所述悬浮溶剂之比为约0.2:1(mol/mol)。

[0026] 在所述方法的一些实施方案中,所述悬浮溶剂是甲醇。

[0027] 在所述方法的一些实施方案中,将所述悬浮液老化约1-14天。在所述方法的一些实施方案中,将所述悬浮液老化约1-7天。在所述方法的一些实施方案中,将所述悬浮液老化约7天。

[0028] 在所述方法的一些实施方案中,乙二醇盐与聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)之比为约1:2至约1:20(mol/mol)。

[0029] 在所述方法的一些实施方案中,乙二醇盐与聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)之比为约1:5至约1:20(mol/mol)。

[0030] 在所述方法的一些实施方案中,乙二醇盐与聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)之比为约1:10至约1:20(mol/mol)。

[0031] 在所述方法的一些实施方案中,乙二醇盐与聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)之比为约1:10至约1:15(mol/mol)。

[0032] 在所述方法的一些实施方案中,所述对苯二甲酸酯以至少约90mol%的收率获得。在所述方法的一些实施方案中,所述对苯二甲酸酯以至少约95mol%的收率获得。在所述方法的一些实施方案中,所述对苯二甲酸酯以至少约99mol%的收率获得。

[0033] 在所述方法的一些实施方案中,所述方法进一步产生单乙二醇。在所述方法的一些实施方案中,所述单乙二醇以至少约80mol%的收率获得。在所述方法的一些实施方案中,所述单乙二醇以至少约85mol%的收率获得。

[0034] 本文公开了一种聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)解聚以形成对苯二甲酸酯的方法;所述方法包括:

- [0035] (i) 将聚对苯二甲酸乙二酯 (PET) 与第一溶剂混合以产生第一混合物;
- [0036] (ii) 向第一混合物中加入乙二醇盐;
- [0037] (iii) 添加第二溶剂;以及
- [0038] (iv) 混合;
- [0039] 从而形成对苯二甲酸酯。
- [0040] 在所述方法的一些实施方案中,所述对苯二甲酸酯是对苯二甲酸二甲酯 (DMT)。
- [0041] 在所述方法的一些实施方案中,所述第一溶剂选自甲醇、乙醇、正丙醇、异丙醇、叔丁醇、乙二醇、甘油、环己烷-1,4-二甲醇、苯酚、苯甲醇及其任意组合。在所述方法的一些实施方案中,所述第一溶剂是甲醇。
- [0042] 在所述方法的一些实施方案中,步骤 (i) 进行约15分钟至约120分钟。在所述方法的一些实施方案中,步骤 (i) 进行约60分钟。
- [0043] 在所述方法的一些实施方案中,步骤 (i) 在约50℃至约100℃的温度下进行。在所述方法的一些实施方案中,步骤 (i) 在约60℃的温度下进行。
- [0044] 在所述方法的一些实施方案中,在步骤 (ii) 之前除去一部分所述第一溶剂以产生第二混合物。
- [0045] 在所述方法的一些实施方案中,在约70℃至约100℃的温度下加热所述第二混合物。
- [0046] 在所述方法的一些实施方案中,在约85℃的温度下加热所述第二混合物。
- [0047] 在所述方法的一些实施方案中,所述乙二醇盐是乙二醇钠。在所述方法的一些实施方案中,所述乙二醇盐是乙二醇单钠。在所述方法的一些实施方案中,所述乙二醇单钠以在悬浮溶剂中的悬浮液形式提供。
- [0048] 在所述方法的一些实施方案中,所述乙二醇单钠悬浮液通过包括以下步骤的方法制备:
- [0049] a) 加热单乙二醇;
- [0050] b) 添加氢氧化钠,从而形成乙二醇单钠;
- [0051] c) 干燥所述乙二醇单钠;
- [0052] d) 将干燥的乙二醇单钠悬浮于悬浮溶剂中;以及
- [0053] e) 使悬浮液老化。
- [0054] 在所述方法的一些实施方案中,步骤 (a) 在约70℃至约100℃的温度下进行。在所述方法的一些实施方案中,步骤 (a) 在约90℃的温度下进行。
- [0055] 在所述方法的一些实施方案中,乙二醇单钠与所述悬浮溶剂之比为约0.05:1至约0.5:1 (mol/mol)。
- [0056] 在所述方法的一些实施方案中,乙二醇单钠与所述悬浮溶剂之比为约0.2:1 (mol/mol)。
- [0057] 在所述方法的一些实施方案中,所述悬浮溶剂是甲醇。
- [0058] 在所述方法的一些实施方案中,将所述悬浮液老化约1-14天。在所述方法的一些实施方案中,将所述悬浮液老化约1-7天。在所述方法的一些实施方案中,将所述悬浮液老化约7天。
- [0059] 在所述方法的一些实施方案中,乙二醇盐与聚对苯二甲酸乙二酯 (PET) 之比为约

1:2至约1:20 (mol/mol)。在所述方法的一些实施方案中,乙二醇盐与聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)之比为约1:5至约1:20 (mol/mol)。在所述方法的一些实施方案中,乙二醇盐与聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)之比为约1:10至约1:20 (mol/mol)。在所述方法的一些实施方案中,乙二醇盐与聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)之比为约1:10至约1:15 (mol/mol)。

[0060] 在所述方法的一些实施方案中,所述第二溶剂选自甲醇、乙醇、正丙醇、异丙醇、叔丁醇、乙二醇、甘油、环己烷-1,4-二甲醇、苯酚、苯甲醇及其任意组合。在所述方法的一些实施方案中,所述第二溶剂是甲醇。

[0061] 在所述方法的一些实施方案中,步骤(iv)进行约60分钟至约600分钟。在所述方法的一些实施方案中,步骤(iv)进行约360分钟。

[0062] 在所述方法的一些实施方案中,步骤(iv)在约70℃至约100℃的温度下进行。在所述方法的一些实施方案中,步骤(iv)在约85℃的温度下进行。

[0063] 在所述方法的一些实施方案中,所述方法进一步包括步骤(v)过滤所述对苯二甲酸酯。

[0064] 在所述方法的一些实施方案中,所述对苯二甲酸酯以至少约90mol%的收率获得。在所述方法的一些实施方案中,所述对苯二甲酸酯以至少约95mol%的收率获得。在所述方法的一些实施方案中,所述对苯二甲酸酯以至少约99mol%的收率获得。

[0065] 在所述方法的一些实施方案中,所述方法进一步产生单乙二醇。在所述方法的一些实施方案中,所述单乙二醇以至少约80mol%的收率获得。在所述方法的一些实施方案中,所述单乙二醇以至少约85mol%的收率获得。

[0066] 本文还公开了制备乙二醇单钠悬浮液的方法;所述方法包括:

[0067] a) 加热单乙二醇;

[0068] b) 添加氢氧化钠,从而形成乙二醇单钠;

[0069] c) 干燥所述乙二醇单钠;

[0070] d) 将干燥的乙二醇单钠悬浮于悬浮溶剂中;以及

[0071] e) 使悬浮液老化。

[0072] 在所述方法的一些实施方案中,步骤(a)在约70℃至约100℃的温度下进行。在所述方法的一些实施方案中,步骤(a)在约90℃的温度下进行。

[0073] 在所述方法的一些实施方案中,乙二醇单钠与所述悬浮溶剂之比为约0.05:1至约0.5:1 (mol/mol)。在所述方法的一些实施方案中,乙二醇单钠与所述悬浮溶剂之比为约0.2:1 (mol/mol)。

[0074] 在所述方法的一些实施方案中,所述悬浮溶剂是甲醇。

[0075] 在所述方法的一些实施方案中,将所述悬浮液老化约1-14天。在所述方法的一些实施方案中,将所述悬浮液老化约1-7天。在所述方法的一些实施方案中,将所述悬浮液老化约7天。

## 具体实施方式

[0076] 对苯二甲酸二甲酯(DMT)用于生产聚酯,包括聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)、聚对苯二甲酸丙二酯(PTT)和聚对苯二甲酸丁二酯(PBT)。由于DMT易挥发,因此它是某些PET回收(例如从塑料瓶回收)方案中的中间体。DMT的氢化得到二醇1,4-环己烷二甲醇,后者在聚酯

树脂的形成中是有用的单体。

[0077] DMT已通过多种方式生产。传统上并且仍然具有商业价值的是对苯二甲酸的直接酯化。或者,其通过交替氧化和甲基酯化步骤由对二甲苯经由对甲苯甲酸甲酯制备。由对二甲苯和甲醇生产DMT的方法由四个主要步骤组成:氧化、酯化、蒸馏和结晶。在过渡金属催化剂(Co/Mn)的存在下,对二甲苯和对甲苯酸酯的混合物用空气氧化。由氧化产生的酸混合物用甲醇酯化以产生酯的混合物。蒸馏粗酯混合物,以除去所有重质沸腾物(heavy boiler)和产生的残余物;较轻的酯被再循环到氧化段。然后使粗DMT结晶以除去DMT异构体、残余酸和芳族醛。

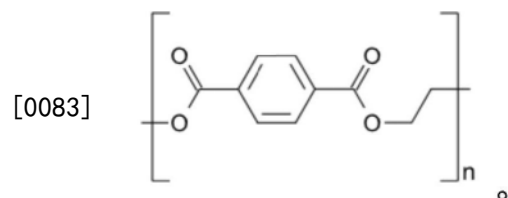
[0078] 由PET再循环生产DMT的改进:由于PET和PETG在包装和纤维(地毯和其他纺织品)工业中的使用日益增长,因此需要一种有效、低能、高产且成本有效的方式来从PET或PETG形成DMT。

[0079] 聚酯

[0080] 本文描述了一种将聚酯转化为酯衍生物的方法;该方法包括将聚酯与包含乙二醇盐的混合物混合。

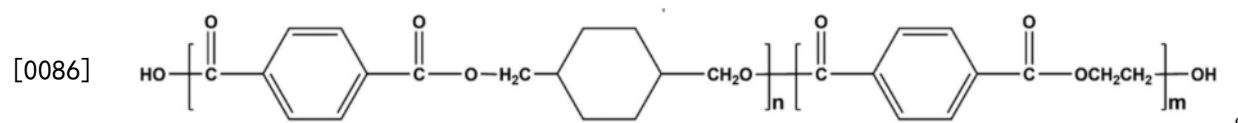
[0081] 在一些实施方案中,所述聚酯选自聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)、聚(乙二醇-共-1,4-环己烷二甲醇对苯二甲酸酯)(PETG)、聚乙交酯或聚乙醇酸(PGA)、聚乳酸(PLA)、聚己内酯(PCL)、聚羟基丁酸酯(PHB)、聚己二酸乙二醇酯(PEA)、聚琥珀酸丁二酯(PBS)、聚(3-羟基丁酸酯-共-3-羟基戊酸酯)(PHBV)、聚对苯二甲酸丁二酯(PBT)、聚对苯二甲酸丙二酯(PTT)、聚萘二甲酸乙二醇酯(PEN)、Vectran<sup>®</sup>、角质及其任意组合。

[0082] 在一些实施方案中,所述聚酯是聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET):

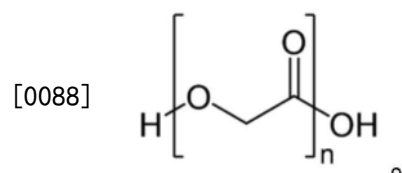


[0084] 在一些实施方案中,所述聚酯是对苯二甲酸/乙二醇寡聚物。

[0085] 在一些实施方案中,所述聚酯是聚(乙二醇-共-1,4-环己烷二甲醇对苯二甲酸酯)(PETG):

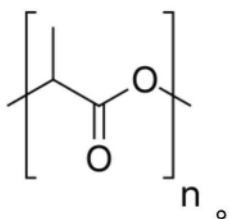


[0087] 在一些实施方案中,所述聚酯是聚乙交酯或聚乙醇酸(PGA):



[0089] 在一些实施方案中,所述聚酯是聚乳酸(PLA):

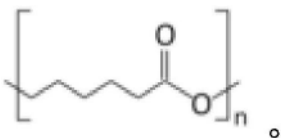
[0090]



[0091]

在一些实施方案中,所述聚酯是聚己内酯(PCL):

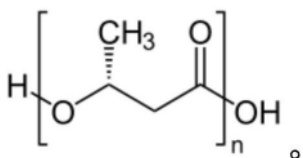
[0092]



[0093]

在一些实施方案中,所述聚酯是聚羟基丁酸酯(PHB):

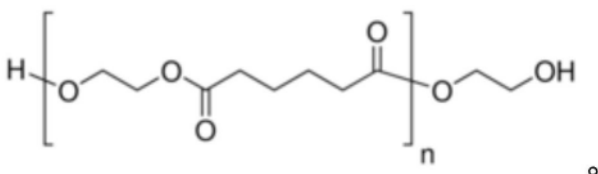
[0094]



[0095]

在一些实施方案中,所述聚酯是聚己二酸乙二醇酯(PEA):

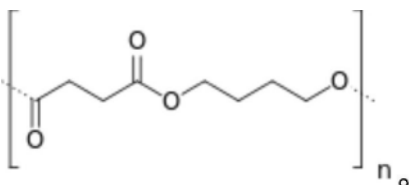
[0096]



[0097]

在一些实施方案中,所述聚酯是聚琥珀酸丁二酯(PBS):

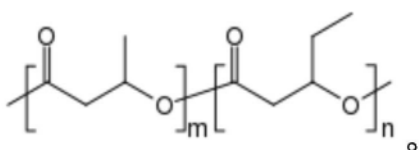
[0098]



[0099]

在一些实施方案中,所述聚酯是聚(3-羟基丁酸酯-共-3-羟基戊酸酯)(PHBV):

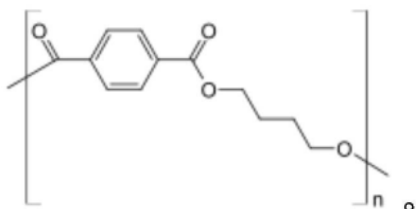
[0100]



[0101]

在一些实施方案中,所述聚酯是聚对苯二甲酸丁二酯(PBT):

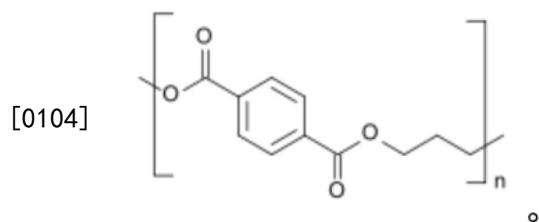
[0102]



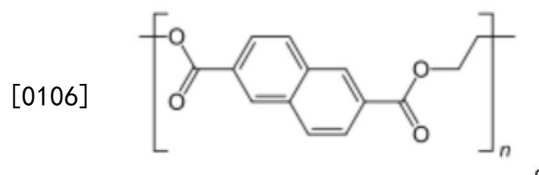
[0103]

在一些实施方案中,所述聚酯是聚对苯二甲酸丙二酯(PTT):

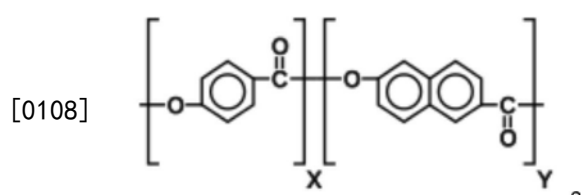




[0105] 在一些实施方案中,所述聚酯是聚萘二甲酸乙二醇酯 (PEN) :



[0107] 在一些实施方案中,所述聚酯是 Vectran<sup>®</sup> :



[0109] 在一些实施方案中,所述聚酯是角质。角质是作为植物角质层主要成分的一种蜡状聚合物之一,角质层覆盖植物的所有暴露于空气中的表面。角质由 $\omega$ -羟基酸及其衍生物组成,它们通过酯键相互连接,形成聚酯聚合物。角质有两个主要的单体家族,即C16和C18家族。C16家族主要由16-羟基棕榈酸和9,16-或10,16-二羟基棕榈酸组成。C18家族主要由18-羟基油酸、9,10-环氧-18-羟基硬脂酸和9,10,18-三羟基硬脂酸酯组成。番茄角质由16-羟基棕榈酸和10,16-二羟基棕榈酸组成,其中10-异构体占主导地位。番茄角质是一种经过酯交换的聚酯生物聚合物。显著比例的仲酯(在C-10仲羟基中的酯化)表明聚酯结构显著支化。

[0110] 酯衍生物

[0111] 本文描述了一种将聚酯转化为酯衍生物的方法;该方法包括将聚酯与包含乙二醇盐的混合物混合。

[0112] 在一些实施方案中,所述聚酯是聚乙交酯或聚乙醇酸(PGA),并且所述酯衍生物是2-羟基乙酸酯衍生物。在一些实施方案中,该酯衍生物是2-羟基乙酸甲酯。

[0113] 在一些实施方案中,所述聚酯是聚乳酸(PLA),并且所述酯衍生物是2-羟基丙酸酯衍生物。在一些实施方案中,该酯衍生物是2-羟基丙酸甲酯。

[0114] 在一些实施方案中,所述聚酯是聚己内酯(PCL),并且所述酯衍生物是6-羟基己酸酯衍生物。在一些实施方案中,该酯衍生物是6-羟基己酸甲酯。

[0115] 在一些实施方案中,所述聚酯是聚羟基丁酸酯(PHB),并且所述酯衍生物是羟基丁酸酯衍生物。在一些实施方案中,该酯衍生物是羟基丁酸甲酯。

[0116] 在一些实施方案中,所述聚酯是聚己二酸乙二醇酯(PEA),并且所述酯衍生物是己二酸酯衍生物。在一些实施方案中,该酯衍生物是己二酸二甲酯。

[0117] 在一些实施方案中,所述聚酯是聚琥珀酸丁二酯(PBS),并且所述酯衍生物是琥珀酸酯衍生物。在一些实施方案中,该酯衍生物是琥珀酸二甲酯。

[0118] 在一些实施方案中,所述聚酯是聚(3-羟基丁酸酯-共-3-羟基戊酸酯)(PHBV),并且所述酯衍生物是羟基丁酸酯衍生物、羟基戊酸酯衍生物或其组合。在一些实施方案中,该酯衍生物是羟基丁酸甲酯、羟基戊酸甲酯或其组合。

[0119] 在一些实施方案中,所述聚酯是聚萘二甲酸乙二酯(PEN),并且所述酯衍生物是萘二甲酸酯衍生物。在一些实施方案中,该酯衍生物是萘二甲酸二甲酯。

[0120] 在一些实施方案中,所述聚酯是vectran,并且所述酯衍生物是萘甲酸酯衍生物、苯甲酸酯衍生物或其组合。在一些实施方案中,该酯衍生物是羟基萘甲酸甲酯或羟基苯甲酸甲酯。

[0121] 在一些实施方案中,所述聚酯是角质,并且所述酯衍生物是羟基棕榈酸酯或二羟基棕榈酸酯衍生物。在一些实施方案中,该酯衍生物是羟基棕榈酸甲酯或二羟基棕榈酸甲酯。

[0122] 在一些实施方案中,所述聚酯是聚对苯二甲酸乙二酯(PET)、聚(乙二醇-共-1,4-环己烷二甲醇对苯二甲酸酯)(PETG)、聚对苯二甲酸丙二酯(PTT)或聚对苯二甲酸丁二酯(PBT),并且所述酯衍生物是对苯二甲酸酯。在一些实施方案中,所述对苯二甲酸酯是对苯二甲酸二甲酯。在一些实施方案中,所述对苯二甲酸酯是对苯二甲酸二乙酯。

[0123] 在一些实施方案中,所述酯衍生物含有少于约10%的杂质(w/w)。在一些实施方案中,所述酯衍生物含有少于约9%的杂质(w/w)。在一些实施方案中,所述酯衍生物含有少于约8%的杂质(w/w)。在一些实施方案中,所述酯衍生物含有少于约7%的杂质(w/w)。在一些实施方案中,所述酯衍生物含有少于约6%的杂质(w/w)。在一些实施方案中,所述酯衍生物含有少于约5%的杂质(w/w)。在一些实施方案中,所述酯衍生物含有少于约4%的杂质(w/w)。在一些实施方案中,所述酯衍生物含有少于约3%的杂质(w/w)。在一些实施方案中,所述酯衍生物含有少于约2%的杂质(w/w)。在一些实施方案中,所述酯衍生物含有少于约1%的杂质(w/w)。在一些实施方案中,所述酯衍生物含有少于约0.5%的杂质(w/w)。在一些实施方案中,所述酯衍生物含有少于约0.4%的杂质(w/w)。在一些实施方案中,所述酯衍生物含有少于约0.3%的杂质(w/w)。在一些实施方案中,所述酯衍生物含有少于约0.2%的杂质(w/w)。在一些实施方案中,所述酯衍生物含有少于约0.1%的杂质(w/w)。

[0124] 在一些实施方案中,所述酯衍生物含有少于约250ppm的任何金属、少于约240ppm的任何金属、少于约230ppm的任何金属、少于约220ppm的任何金属、少于约210ppm的任何金属、少于约200ppm的任何金属、少于约190ppm的任何金属、少于约180ppm的任何金属、少于约170ppm的任何金属、少于约160ppm的任何金属、少于约150ppm的任何金属、少于约140ppm的任何金属、少于约130ppm的任何金属、少于约120ppm的任何金属、少于约110ppm的任何金属、少于约100ppm的任何金属、少于约90ppm的任何金属、少于约80ppm的任何金属、少于约70ppm的任何金属、少于约60ppm的任何金属、少于约50ppm的任何金属、少于约40ppm的任何金属、少于约30ppm的任何金属、少于约20ppm的任何金属、少于约10ppm的任何金属、少于约5ppm的任何金属、少于约4ppm的任何金属、少于约3ppm的任何金属、少于约2ppm的任何金属、少于约1ppm的任何金属、少于约0.9ppm的任何金属、少于约0.8ppm的任何金属、少于约0.7ppm的任何金属、少于约0.6ppm的任何金属、少于约0.5ppm的任何金属、少于约0.4ppm的任何金属、少于约0.3ppm的任何金属、少于约0.2ppm的任何金属、少于约0.1ppm的任何金属、少于约0.09ppm的任何金属、少于约0.08ppm的任何金属、少于约0.07ppm的任何金属、少

于约0.06ppm的任何金属、少于约0.05ppm的任何金属、少于约0.04ppm的任何金属、少于约0.03ppm的任何金属、少于约0.02ppm的任何金属或少于约0.01ppm的任何金属。

[0125] 在一些实施方案中,所述酯衍生物含有少于约10ppm的乙二醇盐、少于约5ppm的乙二醇盐、少于约4ppm的乙二醇盐、少于约3ppm的乙二醇盐、少于约2ppm的乙二醇盐、少于约1ppm的乙二醇盐、少于约0.9ppm的乙二醇盐、少于约0.8ppm的乙二醇盐、少于约0.7ppm的乙二醇盐、少于约0.6ppm的乙二醇盐、少于约0.5ppm的乙二醇盐、少于约0.4ppm的乙二醇盐、少于约0.3ppm的乙二醇盐、少于约0.2ppm的乙二醇盐、少于约0.1ppm的乙二醇盐、少于约0.09ppm的乙二醇盐、少于约0.08ppm的乙二醇盐、少于约0.07ppm的乙二醇盐、少于约0.06ppm的乙二醇盐、少于约0.05ppm的乙二醇盐、少于约0.04ppm的乙二醇盐、少于约0.03ppm的乙二醇盐、少于约0.02ppm的乙二醇盐或少于约0.01ppm的乙二醇盐。

[0126] 在一些实施方案中,所述酯衍生物以约80mol%至约99mol%的收率获得。在一些实施方案中,所述酯衍生物以约85mol%至约99mol%的收率获得。在一些实施方案中,所述酯衍生物以约90mol%至约99mol%的收率获得。在一些实施方案中,所述酯衍生物以至少约90mol%的收率获得。在一些实施方案中,所述酯衍生物以至少约95mol%的收率获得。在一些实施方案中,所述酯衍生物以至少约99mol%的收率获得。

[0127] 在一些实施方案中,所述对苯二甲酸酯以约80mol%至约99mol%的收率获得。在一些实施方案中,所述对苯二甲酸酯以约85mol%至约99mol%的收率获得。在一些实施方案中,所述对苯二甲酸酯以约90mol%至约99mol%的收率获得。在一些实施方案中,所述对苯二甲酸酯以至少约80mol%的收率获得。在一些实施方案中,所述对苯二甲酸酯以至少约85mol%的收率获得。在一些实施方案中,所述对苯二甲酸酯以至少约90mol%的收率获得。在一些实施方案中,所述对苯二甲酸酯以至少约95mol%的收率获得。在一些实施方案中,所述对苯二甲酸酯以至少约99mol%的收率获得。

#### [0128] 二醇

[0129] 本文描述了一种将聚酯转化为酯衍生物和二醇的方法;该方法包括将聚酯与包含乙二醇盐的混合物混合。在一些实施方案中,该二醇是单乙二醇(MEG)(或乙二醇)。在一些实施方案中,该二醇是丙二醇。在一些实施方案中,该二醇是丁二醇。

[0130] 在一些实施方案中,该二醇以约80mol%至约99mol%的收率获得。在一些实施方案中,该二醇以约85mol%至约99mol%的收率获得。在一些实施方案中,该二醇以约90mol%至约99mol%的收率获得。在一些实施方案中,该二醇以至少约80mol%的收率获得。在一些实施方案中,该二醇以至少约85mol%的收率获得。在一些实施方案中,该二醇以至少约90mol%的收率获得。在一些实施方案中,该二醇以至少约95mol%的收率获得。

#### [0131] 乙二醇盐(glycoxide)

[0132] 在一些实施方案中,本文所述的方法包括衍生自沸点高于水的醇的醇盐。在一些实施方案中,该醇是单乙二醇(MEG)、甘油、山梨醇、1,3-丙二醇或环己烷-1,4-二甲醇。在一些实施方案中,该醇是单乙二醇(MEG)。

[0133] 在一些实施方案中,本文所述的方法包括成本有效的醇盐。在一些实施方案中,本文所述的方法包括以重量/重量比使用一定量的醇盐,与其他催化剂如甲醇钠相比,该量提供成本节约。在一些实施方案中,本文所述的方法包括以重量/重量比使用一定量的乙二醇钠,与其他催化剂如甲醇钠相比,该量提供成本节约。在一些实施方案中,本文所述的方法

包括能够与甲醇进行交换以产生甲醇钠的醇盐。

[0134] 在一些实施方案中,本文所述的方法包括乙二醇盐。在一些实施方案中,本文所述的方法包括催化量的乙二醇盐。在一些实施方案中,本文所述的方法包括亚化学计量量的乙二醇盐。

[0135] 如本文所用的,“亚化学计量量”用来表示所使用的材料的量小于化学计量量。该术语在本文中与“催化量”可互换使用。在一些实施方案中,亚化学计量量小于或等于化学计量量的约95%。在一些实施方案中,亚化学计量量小于或等于化学计量量的约90%。在一些实施方案中,亚化学计量量小于或等于化学计量量的约85%。在一些实施方案中,亚化学计量量小于或等于化学计量量的约80%。在一些实施方案中,亚化学计量量小于或等于化学计量量的约75%。在一些实施方案中,亚化学计量量小于或等于化学计量量的约70%。在一些实施方案中,亚化学计量量小于或等于化学计量量的约65%。在一些实施方案中,亚化学计量量小于或等于化学计量量的约60%。在一些实施方案中,亚化学计量量小于或等于化学计量量的约55%。在一些实施方案中,亚化学计量量小于或等于化学计量量的约50%。在一些实施方案中,亚化学计量量小于或等于化学计量量的约45%。在一些实施方案中,亚化学计量量小于或等于化学计量量的约40%。在一些实施方案中,亚化学计量量小于或等于化学计量量的约35%。在一些实施方案中,亚化学计量量小于或等于化学计量量的约30%。在一些实施方案中,亚化学计量量小于或等于化学计量量的约25%。在一些实施方案中,亚化学计量量小于或等于化学计量量的约20%。在一些实施方案中,亚化学计量量小于或等于化学计量量的约15%。在一些实施方案中,亚化学计量量小于或等于化学计量量的约10%。

[0136] 如本文所用的,“化学计量量”用来表示所使用的材料的量等于在聚酯中存在的酯键的数目。

[0137] 在一些实施方案中,包含乙二醇盐阴离子和阳离子的乙二醇盐选自碱金属乙二醇盐、碱土金属乙二醇盐、金属乙二醇盐、铵乙二醇盐及其任意组合。在一些实施方案中,该阳离子是锂、钠、钾、镁、钙、锶、钡、锌、铝或铵离子。在一些实施方案中,该乙二醇盐是乙二醇钠。在一些实施方案中,该乙二醇盐是乙二醇单钠。

[0138] 在一些实施方案中,该乙二醇盐是通过将碱金属、碱土金属或金属添加至单乙二醇(MEG)中而生成的。在一些实施方案中,该乙二醇盐是通过将氢氧化钠(sodium hydroxyde)添加至单乙二醇(MEG)中而生成的。

[0139] 在一些实施方案中,该乙二醇盐以悬浮液形式提供。

[0140] 本文公开了一种制备乙二醇单钠悬浮液的方法,该方法包括:

[0141] a) 加热单乙二醇;

[0142] b) 添加氢氧化钠,从而形成乙二醇单钠;

[0143] c) 干燥所述乙二醇单钠;

[0144] d) 将干燥的乙二醇单钠悬浮于悬浮溶剂中;以及

[0145] e) 使悬浮液老化。

[0146] 在一些实施方案中,所述悬浮溶剂是醇。在一些实施方案中,所述悬浮溶剂是甲醇。

[0147] 在一些实施方案中,步骤(a)在约70°C至约100°C的温度下进行。在一些实施方案

中,步骤(a)在约70℃至约90℃的温度下进行。在一些实施方案中,步骤(a)在约80℃至约100℃的温度下进行。在一些实施方案中,步骤(a)在约70℃、约75℃、约80℃、约85℃、约90℃、约95℃或约100℃的温度下进行。在一些实施方案中,步骤(a)在约90℃的温度下进行。

[0148] 在一些实施方案中,乙二醇单钠与所述悬浮溶剂之比为约0.05:1至约0.5:1(mol/mol)。在一些实施方案中,乙二醇单钠与所述悬浮溶剂之比为约0.1:1至约0.5:1(mol/mol)。在一些实施方案中,乙二醇单钠与所述悬浮溶剂之比为约0.1:1至约0.3:1(mol/mol)。在一些实施方案中,乙二醇单钠与所述悬浮溶剂之比为约0.05:1(mol/mol)、约0.06:1(mol/mol)、约0.07:1(mol/mol)、约0.08:1(mol/mol)、约0.09:1(mol/mol)、约0.1:1(mol/mol)、约0.11:1(mol/mol)、约0.12:1(mol/mol)、约0.13:1(mol/mol)、约0.14:1(mol/mol)、约0.15:1(mol/mol)、约0.16:1(mol/mol)、约0.17:1(mol/mol)、约0.18:1(mol/mol)、约0.19:1(mol/mol)、约0.2:1(mol/mol)、约0.21:1(mol/mol)、约0.22:1(mol/mol)、约0.23:1(mol/mol)、约0.24:1(mol/mol)、约0.25:1(mol/mol)、约0.26:1(mol/mol)、约0.27:1(mol/mol)、约0.28:1(mol/mol)、约0.29:1(mol/mol)、约0.30:1(mol/mol)、约0.35:1(mol/mol)、约0.40:1(mol/mol)、约0.45:1(mol/mol)或约0.5:1(mol/mol)。在一些实施方案中,乙二醇单钠与所述悬浮溶剂之比为约0.2:1(mol/mol)。

[0149] 在一些实施方案中,乙二醇盐与聚对苯二甲酸乙二酯(PET)之比为约1:2至约1:20(mol/mol)。在一些实施方案中,乙二醇盐与聚对苯二甲酸乙二酯(PET)之比为约1:2至约1:10(mol/mol)。在一些实施方案中,乙二醇盐与聚对苯二甲酸乙二酯(PET)之比为约1:2至约1:6(mol/mol)。在一些实施方案中,乙二醇盐与聚对苯二甲酸乙二酯(PET)之比为约1:5至约1:20(mol/mol)。在一些实施方案中,乙二醇盐与聚对苯二甲酸乙二酯(PET)之比为约1:10至约1:20(mol/mol)。在一些实施方案中,乙二醇盐与聚对苯二甲酸乙二酯(PET)之比为约1:10至约1:15(mol/mol)。在一些实施方案中,乙二醇盐与聚对苯二甲酸乙二酯(PET)之比为约1:2(mol/mol)、约1:3(mol/mol)、约1:4(mol/mol)、约1:5(mol/mol)、约1:6(mol/mol)、约1:7(mol/mol)、约1:8(mol/mol)、约1:9(mol/mol)、约1:10(mol/mol)、约1:11(mol/mol)、约1:12(mol/mol)、约1:13(mol/mol)、约1:14(mol/mol)、约1:15(mol/mol)、约1:16(mol/mol)、约1:17(mol/mol)、约1:18(mol/mol)、约1:19(mol/mol)或约1:20(mol/mol)。

[0150] 在一些实施方案中,将乙二醇单钠干燥以除去在反应过程中形成的水。在一些实施方案中,将乙二醇单钠在高于水的沸点的温度下干燥。在一些实施方案中,将乙二醇单钠在约100℃至约150℃的温度下干燥。在一些实施方案中,将乙二醇单钠在约110℃至约140℃的温度下干燥。在一些实施方案中,将乙二醇单钠在约120℃至约130℃的温度下干燥。在一些实施方案中,将乙二醇单钠在约100℃、约105℃、约110℃、约115℃、约120℃、约125℃、约130℃、约135℃、约140℃、约145℃或约150℃的温度下干燥。在一些实施方案中,将乙二醇单钠在约130℃的温度下干燥。

[0151] 在一些实施方案中,将所述悬浮液老化约1天至约2个月。在一些实施方案中,将所述悬浮液老化约1-14天。在一些实施方案中,将所述悬浮液老化约7-14天。在一些实施方案中,将所述悬浮液老化约5-8天。在一些实施方案中,将所述悬浮液老化约1-7天。在一些实施方案中,将所述悬浮液老化约1天、2天、约3天、约4天、约5天、约6天、约7天、约8天、约9天、约10天、约11天、约12天、约13天或约14天。在一些实施方案中,将所述悬浮液老化约7天。在一些实施方案中,如本文所用的“老化”是指在室温和环境压强下储存。在一些实施方案中,

老化步骤允许一部分乙二醇钠转化为甲醇钠。在一些实施方案中,老化的乙二醇盐悬浮液包含至多约85%的甲醇钠。在一些实施方案中,老化的乙二醇盐悬浮液包含至多约85%、至多约80%、至多约75%、至多约70%、至多约65%、至多约60%、至多约55%、至多约50%、至多约45%、至多约40%、至多约45%、至多约40%、至多约35%、至多约30%、至多约25%、至多约20%、至多约15%、至多约10%或至多约5%的甲醇钠。

[0152] 解聚

[0153] 本文描述了一种将聚酯转化为酯衍生物的方法;该方法包括将聚酯与包含乙二醇盐的混合物混合。本文描述了聚对苯二甲酸乙二醇酯 (PET) 解聚以形成对苯二甲酸酯的方法;该方法包括将聚对苯二甲酸乙二醇酯 (PET) 与包含乙二醇盐的混合物混合。

[0154] 在一些实施方案中,所述混合物进一步包含溶剂。

[0155] 在一些实施方案中,所述溶剂包括直链醇、支链醇、环状醇或其任意组合。在一些实施方案中,该溶剂选自甲醇、乙醇、正丙醇、异丙醇、叔丁醇、乙二醇、甘油、环己烷-1,4-二甲醇、苯酚、苯甲醇及其任意组合。

[0156] 在一些实施方案中,所述溶剂是直链 $C_1$ - $C_4$ 醇。在一些实施方案中,该溶剂是甲醇、乙醇、丙醇、丁醇或其组合。在一些实施方案中,该溶剂是甲醇、乙醇、丙醇或其组合。在一些实施方案中,该溶剂是甲醇。在一些实施方案中,该醇是乙醇。在一些实施方案中,该溶剂是支链 $C_3$ - $C_4$ 醇。在一些实施方案中,该溶剂是叔丁醇、仲丁醇、异丁醇、异丙醇或其任意组合。在一些实施方案中,该溶剂是环状 $C_3$ - $C_8$ 醇。在一些实施方案中,该溶剂是环丙醇、环丁醇、环戊醇、环己醇、环庚醇、环己烷-1,4-二甲醇或其任意组合。在一些实施方案中,该溶剂是环己烷-1,4-二甲醇。

[0157] 在一些实施方案中,该溶剂是多元醇。在一些实施方案中,该溶剂选自乙二醇、甘油及其任意组合。在一些实施方案中,该溶剂选自苯酚、苯甲醇及其任意组合。

[0158] 在一些实施方案中,在添加乙二醇盐之前,将所述溶剂加入聚对苯二甲酸乙二醇酯 (PET) 中。在一些实施方案中,在添加乙二醇盐之前,将所述聚对苯二甲酸乙二醇酯 (PET) 与所述溶剂混合约15分钟至约120分钟。在一些实施方案中,在添加乙二醇盐之前,将所述聚对苯二甲酸乙二醇酯 (PET) 与所述溶剂混合约15分钟至约90分钟。在一些实施方案中,在添加乙二醇盐之前,将所述聚对苯二甲酸乙二醇酯 (PET) 与所述溶剂混合约30分钟至约90分钟。在一些实施方案中,在添加乙二醇盐之前,将所述聚对苯二甲酸乙二醇酯 (PET) 与所述溶剂混合约45分钟至约90分钟。在一些实施方案中,在添加乙二醇盐之前,将所述聚对苯二甲酸乙二醇酯 (PET) 与所述溶剂混合约15分钟、约20分钟、约25分钟、约30分钟、约35分钟、约40分钟、约45分钟、约50分钟、约55分钟、约60分钟、约65分钟、约70分钟、约75分钟、约80分钟、约85分钟、约90分钟、约95分钟、约100分钟、约105分钟、约110分钟、约115分钟或约120分钟。在一些实施方案中,在添加乙二醇盐之前,将所述聚对苯二甲酸乙二醇酯 (PET) 与所述溶剂混合约60分钟。

[0159] 在一些实施方案中,在添加乙二醇盐之前,将所述聚对苯二甲酸乙二醇酯 (PET) 与所述溶剂混合,并加热至约50°C至约100°C的温度。在一些实施方案中,在添加乙二醇盐之前,将所述聚对苯二甲酸乙二醇酯 (PET) 与所述溶剂混合,并加热至约50°C至约90°C的温度。在一些实施方案中,在添加乙二醇盐之前,将所述聚对苯二甲酸乙二醇酯 (PET) 与所述溶剂混合,并加热至约50°C至约80°C的温度。在一些实施方案中,在添加乙二醇盐之前,将所述聚对苯

二甲酸乙二酯 (PET) 与所述溶剂混合,并加热至约50℃至约70℃的温度。在一些实施方案中,在添加乙二醇盐之前,将所述聚对苯二甲酸乙二酯 (PET) 与所述溶剂混合,并加热至约50℃、约55℃、约60℃、约65℃、约70℃、约75℃、约80℃、约85℃、约90℃、约95℃或约100℃的温度。在一些实施方案中,在添加乙二醇盐之前,将所述聚对苯二甲酸乙二酯 (PET) 与所述溶剂混合,并加热至约60℃的温度。

[0160] 本文描述了一种将聚酯转化为酯衍生物的方法;该方法包括:

[0161] (i) 将聚对苯二甲酸乙二酯 (PET) 与第一溶剂混合以产生第一混合物;

[0162] (ii) 向第一混合物中加入乙二醇盐;

[0163] (iii) 添加第二溶剂;以及

[0164] (iv) 混合;

[0165] 从而形成酯衍生物。

[0166] 本文还描述了一种聚对苯二甲酸乙二酯 (PET) 解聚以形成对苯二甲酸酯的方法;该方法包括:

[0167] (i) 将聚对苯二甲酸乙二酯 (PET) 与第一溶剂混合以产生第一混合物;

[0168] (ii) 向第一混合物中加入乙二醇盐;

[0169] (iii) 添加第二溶剂;以及

[0170] (iv) 混合;

[0171] 从而形成对苯二甲酸酯。

[0172] 在一些实施方案中,第一溶剂包括直链醇、支链醇、环状醇或其任意组合。在一些实施方案中,第一溶剂选自甲醇、乙醇、正丙醇、异丙醇、叔丁醇、乙二醇、甘油、环己烷-1,4-二甲醇、苯酚、苯甲醇及其任意组合。

[0173] 在一些实施方案中,第一溶剂是直链 $C_1$ - $C_4$ 醇。在一些实施方案中,第一溶剂是甲醇、乙醇、丙醇、丁醇或其组合。在一些实施方案中,第一溶剂是甲醇、乙醇、丙醇或其组合。在一些实施方案中,第一溶剂是甲醇。在一些实施方案中,该醇是乙醇。在一些实施方案中,第一溶剂是支链 $C_3$ - $C_4$ 醇。在一些实施方案中,第一溶剂是叔丁醇、仲丁醇、异丁醇、异丙醇或其任意组合。在一些实施方案中,第一溶剂是环状 $C_3$ - $C_8$ 醇。在一些实施方案中,第一溶剂是环丙醇、环丁醇、环戊醇、环己醇、环庚醇、环己烷-1,4-二甲醇或其任意组合。在一些实施方案中,第一溶剂是环己烷-1,4-二甲醇。

[0174] 在一些实施方案中,第一溶剂是多元醇。在一些实施方案中,第一溶剂选自乙二醇、甘油及其任意组合。在一些实施方案中,第一溶剂选自苯酚、苯甲醇及其任意组合。

[0175] 在一些实施方案中,步骤(i)进行约15分钟至约120分钟。在一些实施方案中,步骤(i)进行约15分钟至约90分钟。在一些实施方案中,步骤(i)进行约30分钟至约90分钟。在一些实施方案中,步骤(i)进行约45分钟至约90分钟。在一些实施方案中,步骤(i)进行约15分钟、约20分钟、约25分钟、约30分钟、约35分钟、约40分钟、约45分钟、约50分钟、约55分钟、约60分钟、约65分钟、约70分钟、约75分钟、约80分钟、约85分钟、约90分钟、约95分钟、约100分钟、约105分钟、约110分钟、约115分钟或约120分钟。在一些实施方案中,步骤(i)进行约60分钟。

[0176] 在一些实施方案中,步骤(i)在约50℃至约100℃的温度下进行。在一些实施方案中,步骤(i)在约50℃至约90℃的温度下进行。在一些实施方案中,步骤(i)在约50℃至约80

℃的温度下进行。在一些实施方案中,步骤(i)在约50℃至约70℃的温度下进行。在一些实施方案中,步骤(i)在约50℃、约55℃、约60℃、约65℃、约70℃、约75℃、约80℃、约85℃、约90℃、约95℃或约100℃的温度下进行。在一些实施方案中,步骤(i)在约60℃的温度下进行。

[0177] 在一些实施方案中,在步骤(ii)之前除去一部分第一溶剂以产生第二混合物。在一些实施方案中,一部分第一溶剂的去除允许去除在聚对苯二甲酸乙二酯(PET)原料中捕获的水。在一些实施方案中,每mol PET除去约1mol至约5mol第一溶剂。在一些实施方案中,每mol PET除去约1mol至约3mol第一溶剂。在一些实施方案中,每mol PET除去约2mol至约4mol第一溶剂。在一些实施方案中,每mol PET除去约1mol、约1.1mol、约1.2mol、约1.3mol、约1.4mol、约1.5mol、约1.6mol、约1.7mol、约1.8mol、约1.9mol、约2mol、约2.1mol、约2.2mol、约2.3mol、约2.4mol、约2.5mol、约2.6mol、约2.7mol、约2.8mol、约2.9mol、约3mol、约3.1mol、约3.2mol、约3.3mol、约3.4mol、约3.5mol、约3.6mol、约3.7mol、约3.8mol、约3.9mol、约4mol、约4.1mol、约4.2mol、约4.3mol、约4.4mol、约4.5mol、约4.6mol、约4.7mol、约4.8mol、约4.9mol或约5mol第一溶剂。

[0178] 在一些实施方案中,在约70℃至约100℃的温度下加热第二混合物。在一些实施方案中,在约80℃至约100℃的温度下加热第二混合物。在一些实施方案中,在约70℃至约90℃的温度下加热第二混合物。在一些实施方案中,在约70℃、约75℃、约80℃、约85℃、约90℃、约95℃或约100℃的温度下加热第二混合物。在一些实施方案中,在约85℃的温度下加热第二混合物。

[0179] 在一些实施方案中,第二溶剂包括直链醇、支链醇、环状醇或其任意组合。在一些实施方案中,第二溶剂选自甲醇、乙醇、正丙醇、异丙醇、叔丁醇、乙二醇、甘油、环己烷-1,4-二甲醇、苯酚、苯甲醇及其任意组合。

[0180] 在一些实施方案中,第二溶剂是直链 $C_1$ - $C_4$ 醇。在一些实施方案中,第二溶剂是甲醇、乙醇、丙醇、丁醇或其组合。在一些实施方案中,第二溶剂是甲醇、乙醇、丙醇或其组合。在一些实施方案中,第二溶剂是甲醇。在一些实施方案中,该醇是乙醇。在一些实施方案中,第二溶剂是支链 $C_3$ - $C_4$ 醇。在一些实施方案中,第二溶剂是叔丁醇、仲丁醇、异丁醇、异丙醇或其任意组合。在一些实施方案中,第二溶剂是环状 $C_3$ - $C_8$ 醇。在一些实施方案中,第二溶剂是环丙醇、环丁醇、环戊醇、环己醇、环庚醇、环己烷-1,4-二甲醇或其任意组合。在一些实施方案中,第二溶剂是环己烷-1,4-二甲醇。在一些实施方案中,第二溶剂是多元醇。在一些实施方案中,第二溶剂选自乙二醇、甘油及其任意组合。在一些实施方案中,第二溶剂选自苯酚、苯甲醇及其任意组合。

[0181] 在一些实施方案中,步骤(iv)进行约60分钟至约600分钟。在一些实施方案中,步骤(iv)进行约120分钟至约600分钟。在一些实施方案中,步骤(iv)进行约180分钟至约600分钟。在一些实施方案中,步骤(iv)进行约60分钟至约480分钟。在一些实施方案中,步骤(iv)进行约180分钟至约480分钟。在一些实施方案中,步骤(iv)进行约60分钟、90分钟、120分钟、180分钟、240分钟、300分钟、360分钟、420分钟、480分钟、540分钟或600分钟。在一些实施方案中,步骤(iv)进行约360分钟。

[0182] 在一些实施方案中,步骤(iv)在约70℃至约100℃的温度下进行。在一些实施方案中,步骤(iv)在约70℃至约90℃的温度下进行。在一些实施方案中,步骤(iv)在约80℃至约



100℃的温度下进行。在一些实施方案中,步骤(iv)在约70℃、约75℃、约80℃、约85℃、约90℃、约95℃或约100℃的温度下进行。在一些实施方案中,步骤(iv)在约85℃的温度下进行。

[0183] 在一些实施方案中,所述方法进一步包括步骤(v)过滤对苯二甲酸酯。

[0184] 在一些实施方案中,所述方法进一步包括步骤(vi)蒸馏对苯二甲酸酯。或者,在一些实施方案中,所述方法进一步包括步骤(vi)升华对苯二甲酸酯。

[0185] 本文还描述了一种聚对苯二甲酸乙二酯(PET)解聚以形成对苯二甲酸酯的方法;该方法包括:

[0186] (i) 将聚对苯二甲酸乙二酯(PET)与第一溶剂混合以产生第一混合物;

[0187] (ii) 向第一混合物中加入乙二醇盐;

[0188] (iii) 添加第二溶剂;

[0189] (iv) 混合;以及

[0190] (v) 过滤对苯二甲酸酯;

[0191] 从而分离出对苯二甲酸酯。

[0192] 本文还描述了一种聚对苯二甲酸乙二酯(PET)解聚以形成对苯二甲酸酯的方法;该方法包括:

[0193] (i) 将聚对苯二甲酸乙二酯(PET)与第一溶剂混合以产生第一混合物;

[0194] (ii) 向第一混合物中加入乙二醇盐;

[0195] (iii) 添加第二溶剂;

[0196] (iv) 混合;

[0197] (v) 过滤对苯二甲酸酯;以及

[0198] (vi) 蒸馏对苯二甲酸酯;

[0199] 从而分离出纯对苯二甲酸酯。

[0200] 本文还描述了一种聚对苯二甲酸乙二酯(PET)解聚以形成对苯二甲酸酯的方法;该方法包括:

[0201] (i) 将聚对苯二甲酸乙二酯(PET)与第一溶剂混合以产生第一混合物;

[0202] (ii) 向第一混合物中加入乙二醇盐;

[0203] (iii) 添加第二溶剂;

[0204] (iv) 混合;

[0205] (v) 过滤对苯二甲酸酯;以及

[0206] (vi) 升华对苯二甲酸酯;

[0207] 从而分离出纯对苯二甲酸酯。

[0208] 本文还描述了一种聚对苯二甲酸乙二酯(PET)解聚以形成对苯二甲酸酯的方法;该方法包括:

[0209] (i) 将聚对苯二甲酸乙二酯(PET)与第一溶剂混合以产生第一混合物;

[0210] (ii) 从第一混合物中除去一部分第一溶剂,以产生第二混合物;

[0211] (iii) 向第二混合物中加入乙二醇盐;

[0212] (iv) 添加第二溶剂;以及

[0213] (v) 混合;

[0214] 从而形成对苯二甲酸酯。

[0215] 本文还描述了一种聚对苯二甲酸乙二酯 (PET) 解聚以形成对苯二甲酸酯的方法；该方法包括：

[0216] (i) 将聚对苯二甲酸乙二酯 (PET) 与第一溶剂混合以产生第一混合物；

[0217] (ii) 从第一混合物中除去一部分第二溶剂，以产生第二混合物；

[0218] (iii) 向第二混合物中加入乙二醇盐；

[0219] (iv) 添加第二溶剂；

[0220] (v) 混合；以及

[0221] (vi) 过滤对苯二甲酸酯；

[0222] 从而分离出对苯二甲酸酯。

[0223] 本文还描述了一种聚对苯二甲酸乙二酯 (PET) 解聚以形成对苯二甲酸酯的方法；该方法包括：

[0224] (i) 将聚对苯二甲酸乙二酯 (PET) 与第一溶剂混合以产生第一混合物；

[0225] (ii) 从第一混合物中除去一部分第二溶剂，以产生第二混合物；

[0226] (iii) 向第二混合物中加入乙二醇盐；

[0227] (iv) 添加第二溶剂；

[0228] (v) 混合；

[0229] (vi) 过滤对苯二甲酸酯；以及

[0230] (vii) 蒸馏对苯二甲酸酯；

[0231] 从而分离出纯对苯二甲酸酯。

[0232] 本文还描述了一种聚对苯二甲酸乙二酯 (PET) 解聚以形成对苯二甲酸酯的方法；该方法包括：

[0233] (i) 将聚对苯二甲酸乙二酯 (PET) 与第一溶剂混合以产生第一混合物；

[0234] (ii) 从第一混合物中除去一部分第二溶剂，以产生第二混合物；

[0235] (iii) 向第二混合物中加入乙二醇盐；

[0236] (iv) 添加第二溶剂；

[0237] (v) 混合；

[0238] (vi) 过滤对苯二甲酸酯；以及

[0239] (vii) 升华对苯二甲酸酯；

[0240] 从而分离出纯对苯二甲酸酯。

[0241] 某些术语

[0242] 本文所用的章节标题仅用于组织编排的目的，而不应解释为限制所描述的主题。

[0243] 除非另有定义，否则本文中使用的所有技术和科学术语均与所请求保护的主体所属领域所一般了解的含义相同。在本文术语有多个定义的情况下，以本节中的定义为准。

[0244] 应当理解，一般描述和详细描述仅是示例性和说明性的，并非限制所请求保护的主体。在本申请中，除非另有特别说明，否则单数形式的使用包括复数形式。必须指出，除非上下文另有明确说明，否则本说明书和所附的权利要求书中使用的单数形式“一个”、“一种”和“该”包括复数形式的指示物。在本申请中，除非另有说明，否则“或”的使用意指“和/或”。此外，术语“包括”以及其他形式如“包含”、“含有”和“具有”的使用不是限制性的。

[0245] 除非上下文另有要求，否则在整个说明书和权利要求书中，词语“包括”及其变化

形式,如“包含”和“含有”,应被解释为开放式的包含性含义,即“包括但不限于”。此外,本文提供的标题仅仅是为了方便起见,并非解释请求保护的发明的范围或含义。

[0246] 除非上下文另有明确规定,否则如本说明书和所附权利要求书中所使用的,单数形式“一个”、“一种”和“该”包括复数指示物。还应指出,除非上下文另有明确规定,否则术语“或”通常以包括“和/或”的含义使用。

[0247] 如本文所用的,术语“约”或“大约”意指给定值或范围的10%以内,优选10%以内,且更优选5%以内。

[0248] 如本文所用的,环境温度是人们通常习惯的典型或优选室内(气候控制的)温度的通俗表述。它表示空气感觉不热也不冷的小范围温度,大约为21℃。在一些实施方案中,环境温度为25±5℃。在一些实施方案中,环境温度为18℃。在一些实施方案中,环境温度为19℃。在一些实施方案中,环境温度为20℃。在一些实施方案中,环境温度为21℃。在一些实施方案中,环境温度为22℃。在一些实施方案中,环境温度为23℃。在一些实施方案中,环境温度为24℃。在一些实施方案中,环境温度为25℃。在一些实施方案中,环境温度为26℃。在一些实施方案中,环境温度为27℃。在一些实施方案中,环境温度为28℃。在一些实施方案中,环境温度为29℃。在一些实施方案中,环境温度为30℃。

[0249] 如在本说明书和所附权利要求书中所使用的,解聚是指将聚合物分解为其起始材料的方法。它基本上是聚合的反义词。在一些实施方案中,通过糖酵解、甲醇分解或水解来实现解聚,它们分别根据所使用的解聚反应物如二醇、甲醇或水来分类。

[0250] 如本文所用的,术语“mol”在指代PET时为摩尔量,并使用“PET”单元的分子量192.17g/mol来计算。

[0251] 标准化学术语的定义可见于参考文献,包括但不限于Carey and Sundberg “Advanced Organic Chemistry第4版”Vols.A(2000)和B(2001),Plenum Press,New York。

[0252] 本发明提供了包括但不限于以下实施方式:

[0253] 1.一种聚对苯二甲酸乙二酯(PET)解聚以形成对苯二甲酸酯的方法;所述方法包括将聚对苯二甲酸乙二酯(PET)与包含乙二醇盐的混合物混合。

[0254] 2.根据实施方式1所述的方法,其中所述混合物进一步包含溶剂。

[0255] 3.根据实施方式2所述的方法,其中所述溶剂选自甲醇、乙醇、正丙醇、异丙醇、叔丁醇、乙二醇、甘油、环己烷-1,4-二甲醇、苯酚、苯甲醇及其任意组合。

[0256] 4.根据实施方式2或3所述的方法,其中所述溶剂是甲醇。

[0257] 5.根据实施方式2-4中任一项所述的方法,其中在添加乙二醇盐之前,将所述溶剂加入聚对苯二甲酸乙二酯(PET)中。

[0258] 6.根据实施方式5所述的方法,其中在添加乙二醇盐之前,将所述聚对苯二甲酸乙二酯(PET)与所述溶剂混合约15分钟至约120分钟。

[0259] 7.根据实施方式5所述的方法,其中在添加乙二醇盐之前,将所述聚对苯二甲酸乙二酯(PET)与所述溶剂混合约60分钟。

[0260] 8.根据实施方式2-5中任一项所述的方法,其中在添加乙二醇盐之前,在约50℃至约100℃的温度下,将所述聚对苯二甲酸乙二酯(PET)与所述溶剂混合。

[0261] 9.根据实施方式2-8中任一项所述的方法,其中在添加乙二醇盐之前,在约60℃的温度下,将所述聚对苯二甲酸乙二酯(PET)与所述溶剂混合。

- [0262] 10. 根据实施方式1-9中任一项所述的方法,其中所述对苯二甲酸酯是对苯二甲酸二甲酯(DMT)。
- [0263] 11. 根据实施方式1-10中任一项所述的方法,其中所述乙二醇盐是乙二醇钠。
- [0264] 12. 根据实施方式1-11中任一项所述的方法,其中所述乙二醇盐是乙二醇单钠。
- [0265] 13. 根据实施方式12所述的方法,其中所述乙二醇单钠以悬浮液形式提供。
- [0266] 14. 根据实施方式13所述的方法,其中所述乙二醇单钠悬浮液通过包括以下步骤的方法制备:
- [0267] f) 加热单乙二醇;
- [0268] g) 添加氢氧化钠,从而形成乙二醇单钠;
- [0269] h) 干燥所述乙二醇单钠;
- [0270] i) 将干燥的乙二醇单钠悬浮于悬浮溶剂中;以及
- [0271] j) 使悬浮液老化。
- [0272] 15. 根据实施方式14所述的方法,其中步骤(a)在约70℃至约100℃的温度下进行。
- [0273] 16. 根据实施方式14或15所述的方法,其中步骤(a)在约90℃的温度下进行。
- [0274] 17. 根据实施方式14-16中任一项所述的方法,其中乙二醇单钠与所述悬浮溶剂之比为约0.05:1至约0.5:1(mol/mol)。
- [0275] 18. 根据实施方式14-17中任一项所述的方法,其中乙二醇单钠与所述悬浮溶剂之比为约0.2:1(mol/mol)。
- [0276] 19. 根据实施方式14-18中任一项所述的方法,其中所述悬浮溶剂是甲醇。
- [0277] 20. 根据实施方式14-19中任一项所述的方法,其中将所述悬浮液老化约1-14天。
- [0278] 21. 根据实施方式14-20中任一项所述的方法,其中将所述悬浮液老化约1-7天。
- [0279] 22. 根据实施方式14-21中任一项所述的方法,其中将所述悬浮液老化约7天。
- [0280] 23. 根据实施方式1-22中任一项所述的方法,其中乙二醇盐与聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)之比为约1:2至约1:20(mol/mol)。
- [0281] 24. 根据实施方式1-23中任一项所述的方法,其中乙二醇盐与聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)之比为约1:5至约1:20(mol/mol)。
- [0282] 25. 根据实施方式1-24中任一项所述的方法,其中乙二醇盐与聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)之比为约1:10至约1:20(mol/mol)。
- [0283] 26. 根据实施方式1-25中任一项所述的方法,其中乙二醇盐与聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)之比为约1:10至约1:15(mol/mol)。
- [0284] 27. 根据实施方式1-26中任一项所述的方法,其中所述对苯二甲酸酯以至少约90mol%的收率获得。
- [0285] 28. 根据实施方式1-27中任一项所述的方法,其中所述对苯二甲酸酯以至少约95mol%的收率获得。
- [0286] 29. 根据实施方式1-28中任一项所述的方法,其中所述对苯二甲酸酯以至少约99mol%的收率获得。
- [0287] 30. 根据实施方式1-29中任一项所述的方法,其中所述方法进一步产生单乙二醇。
- [0288] 31. 根据实施方式30所述的方法,其中所述单乙二醇以至少约80mol%的收率获得。

- [0289] 32. 根据实施方式30所述的方法, 其中所述单乙二醇以至少约85mol %的收率获得。
- [0290] 33. 一种聚对苯二甲酸乙二醇酯 (PET) 解聚以形成对苯二甲酸酯的方法; 所述方法包括:
- [0291] (v) 将聚对苯二甲酸乙二醇酯 (PET) 与第一溶剂混合以产生第一混合物;
- [0292] (vi) 向第一混合物中加入乙二醇盐;
- [0293] (vii) 添加第二溶剂; 以及
- [0294] (viii) 混合;
- [0295] 从而形成对苯二甲酸酯。
- [0296] 34. 根据实施方式33所述的方法, 其中所述对苯二甲酸酯是对苯二甲酸二甲酯 (DMT)。
- [0297] 35. 根据实施方式33或34所述的方法, 其中所述第一溶剂选自甲醇、乙醇、正丙醇、异丙醇、叔丁醇、乙二醇、甘油、环己烷-1,4-二甲醇、苯酚、苯甲醇及其任意组合。
- [0298] 36. 根据实施方式33-35中任一项所述的方法, 其中所述第一溶剂是甲醇。
- [0299] 37. 根据实施方式33-36中任一项所述的方法, 其中步骤 (i) 进行约15分钟至约120分钟。
- [0300] 38. 根据实施方式33-37中任一项所述的方法, 其中步骤 (i) 进行约60分钟。
- [0301] 39. 根据实施方式33-38中任一项所述的方法, 其中步骤 (i) 在约50°C至约100°C的温度下进行。
- [0302] 40. 根据实施方式33-39中任一项所述的方法, 其中步骤 (i) 在约60°C的温度下进行。
- [0303] 41. 根据实施方式33-40中任一项所述的方法, 其中在步骤 (ii) 之前除去一部分所述第一溶剂以产生第二混合物。
- [0304] 42. 根据实施方式41所述的方法, 其中在约70°C至约100°C的温度下加热所述第二混合物。
- [0305] 43. 根据实施方式41或42所述的方法, 其中在约85°C的温度下加热所述第二混合物。
- [0306] 44. 根据实施方式33-43中任一项所述的方法, 其中所述乙二醇盐是乙二醇钠。
- [0307] 45. 根据实施方式33-44中任一项所述的方法, 其中所述乙二醇盐是乙二醇单钠。
- [0308] 46. 根据实施方式45所述的方法, 其中所述乙二醇单钠以在悬浮溶剂中的悬浮液形式提供。
- [0309] 47. 根据实施方式46所述的方法, 其中所述乙二醇单钠悬浮液通过包括以下步骤的方法制备:
- [0310] f) 加热单乙二醇;
- [0311] g) 添加氢氧化钠, 从而形成乙二醇单钠;
- [0312] h) 干燥所述乙二醇单钠;
- [0313] i) 将干燥的乙二醇单钠悬浮于悬浮溶剂中; 以及
- [0314] j) 使悬浮液老化。
- [0315] 48. 根据实施方式47所述的方法, 其中步骤 (a) 在约70°C至约100°C的温度下进行。

- [0316] 49. 根据实施方式47或48所述的方法, 其中步骤(a)在约90℃的温度下进行。
- [0317] 50. 根据实施方式47-49中任一项所述的方法, 其中乙二醇单钠与所述悬浮溶剂之比为约0.05:1至约0.5:1(mol/mol)。
- [0318] 51. 根据实施方式47-50中任一项所述的方法, 其中乙二醇单钠与所述悬浮溶剂之比为约0.2:1(mol/mol)。
- [0319] 52. 根据实施方式47-51中任一项所述的方法, 其中所述悬浮溶剂是甲醇。
- [0320] 53. 根据实施方式47-52中任一项所述的方法, 其中将所述悬浮液老化约1-14天。
- [0321] 54. 根据实施方式47-52中任一项所述的方法, 其中将所述悬浮液老化约1-7天。
- [0322] 55. 根据实施方式47-52中任一项所述的方法, 其中将所述悬浮液老化约7天。
- [0323] 56. 根据实施方式33-52中任一项所述的方法, 其中乙二醇盐与聚对苯二甲酸乙二酯(PET)之比为约1:2至约1:20(mol/mol)。
- [0324] 57. 根据实施方式33-56中任一项所述的方法, 其中乙二醇盐与聚对苯二甲酸乙二酯(PET)之比为约1:5至约1:20(mol/mol)。
- [0325] 58. 根据实施方式33-57中任一项所述的方法, 其中乙二醇盐与聚对苯二甲酸乙二酯(PET)之比为约1:10至约1:20(mol/mol)。
- [0326] 59. 根据实施方式33-58中任一项所述的方法, 其中乙二醇盐与聚对苯二甲酸乙二酯(PET)之比为约1:10至约1:15(mol/mol)。
- [0327] 60. 根据实施方式33-59中任一项所述的方法, 其中所述第二溶剂选自甲醇、乙醇、正丙醇、异丙醇、叔丁醇、乙二醇、甘油、环己烷-1,4-二甲醇、苯酚、苯甲醇及其任意组合。
- [0328] 61. 根据实施方式33-60中任一项所述的方法, 其中所述第二溶剂是甲醇。
- [0329] 62. 根据实施方式33-61中任一项所述的方法, 其中步骤(iv)进行约60分钟至约600分钟。
- [0330] 63. 根据实施方式33-62中任一项所述的方法, 其中步骤(iv)进行约360分钟。
- [0331] 64. 根据实施方式33-63中任一项所述的方法, 其中步骤(iv)在约70℃至约100℃的温度下进行。
- [0332] 65. 根据实施方式33-64中任一项所述的方法, 其中步骤(iv)在约85℃的温度下进行。
- [0333] 66. 根据实施方式33-65中任一项所述的方法, 其进一步包括步骤(v)过滤所述对苯二甲酸酯。
- [0334] 67. 根据实施方式33-66中任一项所述的方法, 其中所述对苯二甲酸酯以至少约90mol%的收率获得。
- [0335] 68. 根据实施方式33-67中任一项所述的方法, 其中所述对苯二甲酸酯以至少约95mol%的收率获得。
- [0336] 69. 根据实施方式33-68中任一项所述的方法, 其中所述对苯二甲酸酯以至少约99mol%的收率获得。
- [0337] 70. 根据实施方式33-69中任一项所述的方法, 其中所述方法进一步产生单乙二醇。
- [0338] 71. 根据实施方式70所述的方法, 其中所述单乙二醇以至少约80mol%的收率获得。

[0339] 72.根据实施方式70所述的方法,其中所述单乙二醇以至少约85mol%的收率获得。

[0340] 73.一种制备乙二醇单钠悬浮液的方法;所述方法包括:

[0341] f) 加热单乙二醇;

[0342] g) 添加氢氧化钠,从而形成乙二醇单钠;

[0343] h) 干燥所述乙二醇单钠;

[0344] i) 将干燥的乙二醇单钠悬浮于悬浮溶剂中;以及

[0345] j) 使悬浮液老化。

[0346] 74.根据实施方式73所述的方法,其中步骤(a)在约70℃至约100℃的温度下进行。

[0347] 75.根据实施方式73或74所述的方法,其中步骤(a)在约90℃的温度下进行。

[0348] 76.根据实施方式73-75中任一项所述的方法,其中乙二醇单钠与所述悬浮溶剂之比为约0.05:1至约0.5:1(mol/mol)。

[0349] 77.根据实施方式73-76中任一项所述的方法,其中乙二醇单钠与所述悬浮溶剂之比为约0.2:1(mol/mol)。

[0350] 78.根据实施方式73-77中任一项所述的方法,其中所述悬浮溶剂是甲醇。

[0351] 79.根据实施方式73-78中任一项所述的方法,其中将所述悬浮液老化约1-14天。

[0352] 80.根据实施方式73-79中任一项所述的方法,其中将所述悬浮液老化约1-7天。

[0353] 81.根据实施方式73-80中任一项所述的方法,其中将所述悬浮液老化约7天。

[0354] 实施例

[0355] 以下实施例旨在说明而非限制所公开的实施方案。

[0356] 实施例1:乙二醇单钠的形成

[0357] 溶解步骤:

[0358] 将单乙二醇(MEG, 2447.7g)加入到6L玻璃反应器中,并在以230RPM搅拌的同时加热至90℃。缓慢添加氢氧化钠(NaOH, 1770.6g, 为微粒)(非常放热)。MEG/NaOH(mol/mol):1至1.2:1。监测并记录添加氢氧化钠后的混合物温度。在将温度保持在150℃的同时搅拌(280RPM)混合物约10分钟(以确保所有氢氧化钠溶解)。将获得的液体涂在Pyrex®板上,并置于真空烘箱(130℃和-30英寸汞柱压强)中60分钟。用氮气吹扫真空烘箱室,并放回真空中。将板干燥约12小时。一旦催化剂干燥,就将其从真空烘箱中取出,磨碎,并再次放入真空烘箱(130℃和-30英寸汞柱压强)中。用氮气吹扫真空烘箱室,并放回真空中。将催化剂干燥约12小时。一旦催化剂干燥,就将其从真空烘箱中取出并添加到Pyrex®瓶中。添加甲醇(催化剂/MeOH之比(mol/mol):0.18:1)并搅拌30分钟。将悬浮液在安全柜中保持长达一周。

[0359] 实施例2:聚对苯二甲酸乙二酯的解聚

[0360] 溶胀和漂洗:

[0361] 将聚对苯二甲酸乙二酯原料(10Kg)添加到具有刮擦双动搅拌夹套的(密闭)反应器中。用氮气吹扫反应器3分钟。添加甲醇(6Kg),将所得混合物在约60℃下加热,并以60rpm搅拌约60分钟。记录压强和温度。排出一部分液体(3.5Kg)。

[0362] 反应:

[0363] 启动反应器的中央搅拌(155RPM)。启动刮板(70RPM)。将热量增加到约85℃。添加

乙二醇盐悬浮液(973.5g, 31.5重量%乙二醇盐), 并将混合物加热并搅拌5分钟。记录压强和温度。添加另外的甲醇(3.83Kg), 并使所得混合物反应约360分钟(达到温度后)。然后将混合物冷却至25℃。

[0364] 过滤:

[0365] 过滤固体, 并用甲醇(4.8Kg)洗涤。将滤饼(对苯二甲酸二甲酯)称重。

[0366] 蒸馏:

[0367] DMT回收: 将含有DMT和未反应的材料滤饼在150℃下熔融。然后将混合物在薄膜或蒸馏塔或任何蒸发或蒸馏系统中, 在2托真空和160℃下, 或在50托真空和180℃下蒸发或蒸馏。如果接收系统在150℃下加热, 则DMT以固体或液体形式回收。

[0368] MEG回收: 使含有MEG和甲醇的母液通过蒸发或蒸馏系统, 如薄膜、蒸馏塔、蒸发器等, 以除去约70%的甲醇(在30℃和全真空下)。然后将回收的浆液在3至-6℃下冷却并过滤。回收液体, 并通过蒸发或蒸馏除去残余的30%甲醇。然后将剩余的MEG在100℃和全真空下蒸馏或蒸发。

[0369] 下表中显示了使用不同量的催化剂和不同催化剂的DMT收率。对于所有示例:

[0370] • PET的摩尔量(使用“PET”单元分子量192.17g/mol计算)为52mol;

[0371] • 甲醇的摩尔量为218mol;

[0372] • 温度为70℃;

[0373] • 反应时间为480分钟。

[0374]

催化剂	催化剂的量(mol)	压强(psi) <sup>1</sup>	DMT收率(%) <sup>2</sup>
乙二醇单钠	9.2	9	99
甲醇钠	9.2	13	99
乙二醇单钠	5.5	8	99
甲醇钠	5.5	10	98
乙二醇单钠	3.7	8	99
甲醇钠	3.7	11	96

[0375] <sup>1</sup>在密闭反应器中生成的压强。

[0376] <sup>2</sup>在DMT蒸馏之前。

[0377] 下表中显示了使用不同催化剂的MEG收率:

[0378]

催化剂	催化剂 的量	压强(psi)	转化为 MEG 的	生成的 MEG 的	过滤后 母液中	通过一 次蒸馏	MEG 收 率(基于
-----	-----------	---------	--------------	--------------	------------	------------	---------------

[0379]

	(mol)		收率(%)	量(mol)	的 MEG 量(mol)	回收的 MEG 的 量(mol)	在母液 中发现 的量)
乙二醇 钠	5.2	8	99	51.5	46.7	38.7	83%
甲醇钠	5.2	10	98	51.0	46.0	32.1	70%