(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104395383 B
(45)授权公告日 2017.10.10

(21)申请号 201380020725.0
(22)申请日 2013.04.18
(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 104395383 A
(43)申请公布日 2015.03.04
(30)优先权数据
1271/MUM/2012 2012.04.20 IN
(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2014.10.17
(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/IN2013/000256 2013.04.18
(87)PCT国际申请的公布数据
WO2013/175497 EN 2013.11.28
(73)专利权人 恒进全球技术有限公司
地址 毛里求斯埃本
(72)发明人 S·德弗拉杰
(74)专利代理机构 北京市金杜律师事务所 11256
代理人 陈文平
(51)Int.Cl.
C08J 11/04(2006.01)
C08G 63/183(2006.01)
C08G 63/78(2006.01)
(56)对比文件
JP 特開2005-154671 A,2005.06.16,说明书全文.
WO 2006/028757 A2,2006.03.16,说明书全文.
审查员 崔明

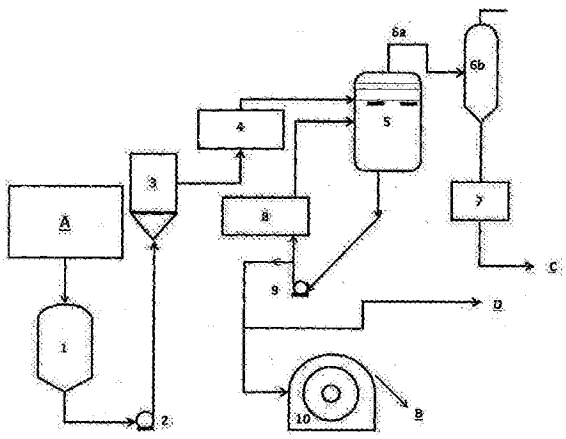
权利要求书2页 说明书6页 附图1页

(54)发明名称

酯混合物的薄片及其生产方法

(57)摘要

本发明提供了酯混合物的薄片，所述酯混合物包含乙烷-1,2-二醇与对苯二甲酸的对苯二甲酸双羟乙酯、二聚物、三聚物、四聚物、五聚物和更高级的低聚物。



CN 104395383 B

1.一种制备酯混合物薄片的方法，所述酯混合物包含乙烷-1,2-二醇与对苯二甲酸的对苯二甲酸双羟乙酯、二聚物、三聚物、四聚物、五聚物和更高级的低聚物，所述方法包括步骤：

a)从所述酯混合物闪蒸乙烷-1,2-二醇，其中所述酯混合物是从PET(聚对苯二甲酸乙二醇酯)的乙二醇醇解获得的；和

b)产生步骤(a)的所述酯混合物的薄片，其中所述薄片是结晶的、自由流动的、不粘的、稳定的、可贮存的并且可重复使用的。

2.根据权利要求1所述的方法，其中步骤(b)通过骤冷和固化步骤(a)的所述酯混合物来进行。

3.根据权利要求2所述的方法，其中所述骤冷和固化使用转鼓切片机进行。

4.根据权利要求3所述的方法，其中步骤(b)中的所述转鼓切片机具有在8℃至90℃范围内的温度下的冷却介质。

5.根据权利要求3所述的方法，其中步骤(b)中的所述转鼓切片机具有在70℃至80℃范围内的温度下的冷却介质。

6.根据权利要求1所述的方法，其中所述薄片具有150℃或低于150℃的熔点。

7.根据权利要求1所述的方法，其中所述薄片具有2.5%或更少的二乙二醇含量。

8.根据权利要求1所述的方法，其中所述薄片包含2.5%或更少的二乙二醇、45至55%的对苯二甲酸双羟乙酯、25至35%的二聚物、10至15%的三聚物、3至8%的四聚物、1至2%的五聚物，余量包含更高级的低聚物。

9.根据权利要求1至5中任一项所述的方法，其中所述酯混合物包含从PET废料的乙二醇醇解获得的再循环酯。

10.根据权利要求1至5中任一项所述的方法，其中所述酯混合物在步骤(a)后的游离二醇含量小于12%。

11.根据权利要求1至5中任一项所述的方法，其中所述酯混合物在步骤(a)后的游离二醇含量为2%或更少。

12.根据权利要求1至5中任一项所述的方法，其中来自步骤(a)的所述酯混合物具有2.5%或更少的二乙二醇(DEG)含量。

13.根据权利要求1至5中任一项所述的方法，其中来自步骤(a)的所述酯混合物具有150℃或低于150℃的熔点。

14.根据权利要求1至5中任一项所述的方法，其中所述闪蒸在220℃或低于220℃的温度下进行。

15.根据权利要求1至5中任一项所述的方法，其中所述闪蒸在190℃至220℃范围内的温度下进行。

16.根据权利要求1至5中任一项所述的方法，其中所述闪蒸在减压下进行。

17.根据权利要求16所述的方法，其中所述闪蒸在100至300mbar(10至30kPa)范围内的压力下进行。

18.根据权利要求16所述的方法，其中所述闪蒸在200mbar(20kPa)下进行。

19.一种自酯混合物产生PET产品的方法，所述酯混合物包含乙烷-1,2-二醇与对苯二甲酸的对苯二甲酸双羟乙酯、二聚物、三聚物、四聚物、五聚物和更高级的低聚物，所述方法

包括步骤：

a)从所述酯混合物闪蒸乙烷-1,2-二醇,其中所述酯混合物是从PET的乙二醇醇解获得的;和

b)使来自步骤(a)的所述酯混合物聚合以产生PET产品。

20.根据权利要求19所述的方法,其中所述酯混合物在步骤(a)后的游离二醇含量小于12%。

21.根据权利要求19所述的方法,其中所述酯混合物在步骤(a)后的游离二醇含量为2%或更少。

22.根据权利要求19所述的方法,其中来自步骤(a)的所述酯混合物具有2.5%或更少的二乙二醇(DEG)含量。

23.根据权利要求19所述的方法,其中来自步骤(a)的所述酯混合物具有150℃或低于150℃的熔点。

24.根据权利要求19所述的方法,其中所述闪蒸在220℃或低于220℃的温度下进行。

25.根据权利要求19所述的方法,其中所述闪蒸在190℃至220℃范围内的温度下进行。

26.根据权利要求19所述的方法,其中所述闪蒸在减压下进行。

27.根据权利要求26所述的方法,其中所述闪蒸在100至300mbar(10至30kPa)范围内的压力下进行。

28.根据权利要求26所述的方法,其中所述闪蒸在200mbar(20kPa)下进行。

29.根据权利要求19至28中任一项所述的方法,其中所述酯混合物包含从PET废料的乙二醇醇解获得的再循环酯。

30.酯混合物的薄片,所述酯混合物包含乙烷-1,2-二醇与对苯二甲酸的对苯二甲酸双羟乙酯、二聚物、三聚物、四聚物、五聚物和更高级的低聚物,其中所述薄片是结晶的、自由流动的、不粘的、稳定的、可贮存的并且可重复使用的。

31.根据权利要求30所述的薄片,其中所述薄片具有150℃或低于150℃的熔点。

32.根据权利要求30或31所述的薄片,其中所述薄片具有2.5%或更少的二乙二醇含量。

33.根据权利要求30或31所述的薄片,其中所述薄片包含2.5%或更少的二乙二醇、45至55%的对苯二甲酸双羟乙酯、25至35%的二聚物、10至15%的三聚物、3至8%的四聚物、1至2%的五聚物,余量包含更高级的低聚物。

34.根据权利要求30或31所述的薄片,其中所述酯混合物包含从PET废料的乙二醇醇解获得的再循环酯。

酯混合物的薄片及其生产方法

技术领域

[0001] 本发明涉及与聚对苯二甲酸乙二醇酯工艺相关的产物和方法。特别地，本发明涉及酯混合物的薄片、生产所述薄片的方法和使用具有低的游离二醇含量的酯混合物的方法。

背景技术

[0002] 在本说明书中，在提及或讨论文件、法案或知识条目时，该提及或讨论不是承认该文件、法案或知识条目或者它们的任何组合在优先权日、公众可得的、公众已知的、构成公知常识的一部分；或已知与试图解决本说明书所涉及的任何问题的尝试相关。

[0003] 聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)是一种热塑性聚酯，其通过乙烷-1,2-二醇(也称乙二醇、1,2-二羟基乙烷、单乙二醇或MEG)与经纯化的对苯二甲酸(PTA)的反应形成，二者通过直接酯化形成对苯二甲酸双羟乙酯(“BHET”)，BHET再通过催化的酯交换聚合为有用的聚合物。

[0004] 传统上，PET已被广泛使用，因为其可形成为取向膜或纤维，具有高的韧度、良好的电阻、低的吸湿性和高于245℃的熔点。已发现PET对于用以容纳碳酸饮料的瓶的制造特别有价值，在用以容纳碳酸饮料的情况下，瓶必须具有良好的拉伸强度、表现出优异的力学性质、容忍压力并具有轻的质量以便于运输和使用。这样的PET瓶也被广泛用于非碳酸饮料。

[0005] PET瓶的广泛使用已产生在其内容物被消费后再循环PET瓶的需要。类似地，需要再循环使用后的PET膜、PET纺织品和服装产品以及源自所有PET产品制造的加工中的PET废料。今天，PET主要采用两种截然不同的方法再循环，即机械方法和化学方法。

[0006] 在机械方法中，PET废物(其包括消费后的PET)被切割和洗涤以 获得PET薄片。然后使用常规聚酯工艺将这些薄片转化为各种最终产品。然而，这样的薄片常常被污染，导致产品质量无法与自通常用于制备聚酯的高纯度未经使用的石化原料所制得的产品相媲美。

[0007] 常规地，PET的化学再循环依赖于高温下使用显著浓度的二醇处理PET废物所致的PET废物的解聚。该乙二醇醇解产生主要由不同分子量的酯组成的产物。酯的混合物通常包括BHET、二聚物、三聚物、四聚物和更高级的低聚物。来自常规化学再循环方法的此类酯不能作为液体长时间贮存，因为高温(200℃以上)导致酯的混合物的降解和对最终产品的期望品质和均一性有害的不利副产物的形成。因此，在给定的工厂，废物PET的化学再循环器通常直接加工用于狭窄的单一应用或最终产品形式的回收酯。

[0008] 例如，GB 610,136公开了一种通过使用乙二醇经聚酯废料的解聚获得BHET和更高级的低聚物并然后通过使BHET和更高级的低聚物立即聚合获得重构的聚酯的工艺。这样做是因为，当贮存在高温下时如此获得的BHET和更高级的低聚物是不稳定的并降解。

[0009] 在另一个实例中，US 4609680公开了一种用于聚酯废料的解聚的工艺，其中通过与乙二醇一起向含熔融BHET的反应器中供给PET废料而使所述废料解聚为对苯二甲酸双羟乙酯(BHET)和/或其低聚物，所述反应器中的一部分产物被移除到聚合反应器。

[0010] 当前的化学PET再循环方法因此排除了来自单个再循环车间的回收酯在更宽范围

的下游产品应用中的应用。对于使用此类化学再循环方法的再循环器，在狭窄地针对特定最终产品和市场定制的相同复合体内安装此类下游转化设施，将增大商业风险和资本投入负担。

[0011] 因此，需要一种方法，其中通过PET废料的乙二醇醇解产生的酯可根据期望和在期望时贮存以应用。

发明内容

[0012] 现已发现可根据期望和在期望时贮存以应用的酯混合物的固体薄片。本发明的固体薄片通过减少酯混合物的二醇含量来制备。本发明非 常适合用于再循环PET废料。

[0013] 根据本发明的第一个方面，提供了酯混合物的薄片，所述酯混合物包含乙烷-1,2-二醇与对苯二甲酸的对苯二甲酸双羟乙酯、二聚物、三聚物、四聚物、五聚物和更高级的低聚物。

[0014] 本发明的酯混合物的薄片是结晶的、自由流动的、不粘的、稳定的、可贮存的并且可重复使用的。除使所述酯薄片聚合以制备热塑性行业中的PET产品(例如，纺织品、瓶和刚性包装、及PET膜)外，本发明的酯的薄片还可直接用作不饱和聚酯、聚氨酯泡沫和聚合物混凝土的主要原料或用作对苯二甲酸二甲酯(DMT)的前体(通过甲醇解)或对苯二甲酸的前体(通过水解)。

[0015] 在一个优选的实施方式中，酯混合物的薄片具有约150℃或低于约150℃的熔点。优选地，酯混合物的薄片具有120至150℃范围内的熔点。

[0016] 在一个优选的实施方式中，酯混合物的薄片包含2.5％或更少的二乙二醇、45至55％的对苯二甲酸双羟乙酯、25至35％的二聚物、10至15％的三聚物、3至8％的四聚物、1至2％的五聚物和更高级的低聚物。

[0017] 根据本发明的第二个方面，提供了一种制备酯混合物的薄片的方法，所述酯混合物包含乙烷-1,2-二醇与对苯二甲酸的对苯二甲酸双羟乙酯、二聚物、三聚物、四聚物、五聚物和更高级的低聚物，所述方法包括：

[0018] a)从所述酯混合物闪蒸乙烷-1,2-二醇(乙二醇)；和

[0019] b)产生步骤(a)的酯混合物的薄片。

[0020] 在本说明书(包括权利要求书)中，“游离二醇”定义为未通过任何化学键化学结合到酯分子的乙烷-1,2-二醇(单乙二醇)。其可使用本领域技术人员已知的标准测试作为一种单独的且截然不同的已知化合物被鉴别和定量。

[0021] 来自步骤(a)的酯混合物的游离二醇含量将影响步骤(b)中薄片的产生。在一个优选的实施方式中，步骤(a)的酯混合物具有小于约12％的游离二醇含量。更优选地，所述游离二醇含量小于约5％。最优选地，所述游离二醇含量为约2％或更少。

[0022] 在本说明书(包括权利要求书)中，“闪蒸”用来指其中将含游离二醇的酯混合物自高压区泵送到减压区的现象。酯混合物一暴露于减压(例如，真空)，乙烷-1,2-二醇就立即蒸发。蒸发的程度取决于所用的条件，即压力和温度。酯混合物中低聚物的混合物的组成可以提高乙烷-1,2-二醇的沸点并因此影响移除的乙烷-1,2-二醇的量。

[0023] 步骤(a)中的闪蒸通常在减压下和预定的温度下进行。用于闪蒸的减压优选在100至300mbar(10至30kPa)的范围内。更优选地，闪蒸在约200mbar(约20kPa)下进行。用于闪蒸

的预定温度取决于所述减压。优选地，以使得二醇的闪蒸在约220℃下或低于约220℃下发生的方式施加减压。更优选地，在190℃至220℃的范围内的温度下进行闪蒸。

[0024] 惊奇地发现，闪蒸过程中采用的条件不改变酯混合物的熔点(即其保持在150℃或低于150℃)。通常，作为减压的使用和温度升高的结果，酯混合物预期将聚合为稍高级的低聚物。如果在这些条件下发生了任何此类聚合，则熔点应已变高。在本发明的方法中，混合物中各种低聚物(二聚物、三聚物、四聚物和五聚物)的相对比例变化极小并且熔点保持在150℃或低于150℃。

[0025] 还惊奇地发现，最终薄片化的酯中二乙二醇(DEG)含量的变化极小。二乙二醇为来自副反应的杂质，其不能通过下游聚合工艺移除。二乙二醇因乙烷-1,2-二醇分子和/或酯分子的化学反应而在工艺中形成。不是所有的二乙二醇都被结合到酯中，一些将以游离形式存在。二乙二醇含量的任何增大将损害下游聚酯的应用(如长丝纱线或瓶)价值。

[0026] 二乙二醇含量测试为估计酯混合物中总的二乙二醇的测试方法。所述测试使DEG自酯分子离解并使用常规气相色谱技术测量它们。在一个优选的实施方式中，步骤(a)的酯混合物具有约2.5％或更少的二乙二醇(游离和结合二者)含量。

[0027] 步骤(b)中可使用任何可行的方法来产生薄片。在一个优选的实施方式中，采用常规的转鼓切片机来骤冷和固化该酯混合物以获得本发明的薄片。也可采用任何其它已知的设备或方法如骤冷带或造粒工艺来 产生薄片。

[0028] 在本说明书(包括权利要求书)中，术语“骤冷”指这样一种方法，其中在切片机鼓表面上冷却来自步骤(a)的熔融酯混合物以便适当结晶以改变薄片的性质，从而允许使薄片保持到鼓金属表面上的粘附力减小而使得其更易于脱落。

[0029] 来自步骤(a)的酯混合物的温度和步骤(b)中采用的冷却剂的温度将直接影响最终酯薄片中获得的结晶度。例如，可适当地控制在转鼓切片机上的冷却速率以产生具有薄外结晶面的再循环酯薄片，从而确保结晶薄片的自由流动。旋转切片机中冷却介质的温度优选保持在8℃至90℃的范围内。更优选地，冷却介质的温度保持在70℃至80℃的范围内。可采用任何已知的冷却介质来保持设备处于期望的温度下。例如，冷却介质可为冷水或冷冻水、盐水、热水、热油、乙烷-1,2-二醇或任何其它已知的冷却或制冷措施。

[0030] 本发明的方法可用在连续工艺、间歇工艺或半连续工艺中。

[0031] 在一个优选的实施方式中，用来制备薄片的酯混合物从PET废料的乙二醇醇解获得。本发明中使用的用来形成再循环酯的PET废料可为适于再循环的任何形式的PET，包括但不限于消费后的PET瓶、PET膜、聚酯纺织品废料、刚性包装等。可使用本领域技术人员已知的任何方法使PET废料经受乙二醇醇解。如果PET废料被污染，则合适的方法包括US5504121、US5602187、US6518322和US 7214723中所公开的那些。这些专利的内容以引用方式全文并入本文。

[0032] 另外，自步骤(a)中的闪蒸获得的酯混合物可直接用于聚合以产生PET切片或其它PET产品。较低的游离二醇含量允许聚合在比现有技术中讨论的当前技术低的温度下发生并且所花时间更少。

[0033] 根据本发明的第三个方面，提供了一种自酯混合物产生PET产品的方法，所述酯混合物包含乙烷-1,2-二醇与对苯二甲酸的对苯二甲酸双羟乙酯、二聚物、三聚物、四聚物、五聚物和更高级的低聚物，所述方法包括步骤：

[0034] (a)从所述酯混合物闪蒸乙烷-1,2-二醇;和

[0035] (b)使来自步骤(a)的酯混合物聚合以产生PET产品。

[0036] 本发明允许再循环原料在任何客户现场的广泛使用和低成本重复利用,以制造聚酯瓶树脂、长丝纱线或需要聚酯的任何应用。另外,本发明是环境有利的,因为其允许来自PET废料的去污染的可再循环酯的更广泛用途。

[0037] 应理解,前面的概述和后面的本发明具体实施方式二者都是示例性和说明性的并意在提供对如所要求保护的本发明的进一步说明。已提及本发明的优选实施方式,其实例可能在附图中示出。虽然本发明通常在这些实施方式的环境中描述,但应理解,其非意在限制本发明的范围于这些特定的实施方式。

附图说明

[0038] 现在结合下面的非限制性附图描述本发明的各种实施方式/方面,在附图中:

[0039] 图1为流程图,示意了根据本发明从PET废料制备再循环酯的薄片的方法的一个实施方式。

具体实施方式

[0040] 虽然本文中本发明的描述使用特定的示例性实施方案以便更好地理解本发明,但这不是将本发明限制在此特定的实施方式。

[0041] 图1示出了流程图,示意了根据本发明的一个优选实施方式从PET废料制备再循环酯的薄片的方法。

[0042] PET废料的乙二醇醇解(未示出)使用乙烷-1,2-二醇进行。在乙二醇醇解之前,采用已知的方法使PET废料经受预处理,所述已知的方法包括去污染和减小PET废料的尺寸以方便PET废料的物理运输。US7214,723中公开的乙二醇醇解方法依照用于乙二醇醇解的乙烷-1,2-二醇的量产生游离二醇含量在17至80%范围内的再循环酯。

[0043] 在图1中,来自PET废料的去污染和乙二醇醇解的熔融再循环酯(包括过量的乙烷-1,2-二醇)(A)进入试验容器(1)中。再循环酯经由泵(2)行进到过滤器(3)以移除固体颗粒(如果有的话),然后被送往预热器(4),之后进入闪蒸器(5)以闪蒸二醇来获得游离二醇含量小于约12%、优选小于约2%的再循环酯。闪蒸过程中移除的乙烷-1,2-二醇(C)经由蒸汽管线(6a)和喷雾冷凝器(6b)捕获到收集容器(7)中以回收和再循环。

[0044] 由于从PET废料的乙二醇醇解获得的再循环酯中二醇的闪蒸在低于220℃下进行,因此再循环酯中二乙二醇(一种杂质,其常常在较高的温度下形成)含量没有显著增大。闪蒸后再循环酯中所得二乙二醇含量优选保持低于2.5%。另外,再循环酯中较低分子量酯(包括BHET、二聚物、三聚物、四聚物和五聚物)的相对比例保持与闪蒸前所存在的相似。

[0045] 如图1中所示,从闪蒸器(5)获得的酯混合物然后经由泵(9)行进到转鼓切片机(10)以骤冷和固化而获得再循环酯的薄片(B)。或者,酯混合物可被送到聚合(D)以制造PET产品如PET切片、瓶、纺织品、PET膜等。

[0046] 在图1中,采用常规的转鼓切片机(10)来骤冷和固化酯混合物以获得本发明的薄片。可采用任何已知的冷却介质来保持转鼓切片机处于期望的温度下。例如,冷却介质可为冷水或冷冻水、盐水、热水、热油或任何其它已知的冷却或制冷措施。

[0047] 酯混合物形成结晶的固体酯薄片(B),所述薄片使用转鼓切片机中的固定叶片从鼓切下。切下的材料呈不规则形薄片的形式,尺寸在3mm至20mm的范围内。该不规则形薄片然后在重力作用下从转鼓切片机落到传送带(未示出)上并被允许在传送带(未示出)上进一步冷却到约50℃至室温范围内的温度。在传送带的末端,材料然后被允许落入包装站(未示出)中,以根据其出售后终端用户的需要包装成袋。

[0048] 所述酯混合物的薄片是结晶的、自由流动的、不粘的、室温下稳定的、可贮存的并且可运输和可重复使用的。在重复使用时,可使用常规的搅拌和加热反应器在约150℃下使酯薄片熔化为液体。该液体可然后被注入到任何现有的现场或远程第三方聚酯工厂的预聚步骤中以制造PET产品。

[0049] 实施例

[0050] 现在将以在Polygenta位于Nashik,India的制造工厂(“工厂”)中进行的以下非限制性实施例进一步示意本发明。本领域普通技术人员应理解,可对温度、压力和二醇含量作各种改变或可用等价物替代而不偏离本发明的真实精神和范围。

[0051] 实施例1-使用试验性工厂进行间歇工艺

[0052] 在工厂中采用已知的工艺在约220℃下进行PET废料的乙二醇醇解以产生酯。将50kg稀的再循环酯收集在盘中并让其在室温下冷却为蜡状不流动固体。然后将此再循环酯装入试验性反应器中并加热到约210℃,同时施加约300mbar的真空。这实现来自再循环酯的乙烷-1,2-二醇的闪蒸。闪蒸进行15分钟并测得反应器中的剩余酯中游离二醇含量为约11.8%。然后使具有减少的游离二醇含量的再循环酯落入盘中并让在室温下凝固成硬且脆的固体。在150℃下使约20kg该硬且脆的固体熔化形成自由流动的低粘度液体并然后将其倒入旋转切片机中,鼓内循环着约10℃的冷水。这允许低粘度液体凝固和结片成再循环酯的薄片。

[0053] 此时,经纯化的再循环酯呈结晶形式。酯组成测试显示,薄片包含50%的对苯二甲酸双羟乙酯、32%的二聚物、10%的三聚物、4%的四聚物、1%的五聚物,余量酯为更高级的低聚物。另外,薄片具有1.9%的游离二醇含量和2.3%的二乙二醇含量。熔点为120℃至135℃。

[0054] 然后将薄片在55±1℃/90±2%相对湿度下贮存7天并然后测试和在更下游现场重复使用。酯中未观察到变化并且其是可再用的。

[0055] 实施例2-使用试验性工厂进行间歇工艺

[0056] 在工厂中采用已知的工艺在约220℃下进行PET废料的乙二醇醇解以产生酯。将50kg再循环酯收集在盘中并让在室温下冷却为蜡状不流动固体。然后将该酯装入试验性反应器中并加热到约205℃,同时施加 约300mbar的真空。这实现来自酯的二醇的闪蒸。当闪蒸完成并对反应器中的剩余酯进行测试时,其具有1.9%的游离二醇含量。然后使该再循环酯落入盘中并让在其室温下凝固成硬且脆的固体。首先在150℃下使约20kg该硬且脆的固体熔化形成自由流动的低粘度液体,然后将其倒入旋转切片机中,鼓内循环着约10℃的冷水。这允许低粘度液体凝固和结片成再循环酯的薄片。该再循环酯薄片是结晶的。

[0057] 酯组成测试结果显示,薄片包含49.5%的对苯二甲酸双羟乙酯、32.27%的二聚物、11.86%的三聚物、7.12%的四聚物、1.11%的五聚物,余量酯为更高级的低聚物。另外,薄片具有1.9%的游离二醇含量和2.4%的二乙二醇含量。熔点为120℃至135℃。

[0058] 通过将再循环酯在55±1℃和90±2%的相对湿度下贮存七天进行暴露研究来研究薄片的稳定性。产品在自由流动性方面无物理变化并且在这样的贮存条件下的重量损失可忽略不计(0.24%)。

[0059] 实施例3-使用连续工艺制备聚酯熔体

[0060] 使用根据图1的工艺进行本实施例。

[0061] 将得自PET废料的乙二醇醇解和过滤的、具有约18%的游离二醇含量的熔融酯混合物(A)收集在试验容器(1)中并然后使其经由泵(2)和最终过滤器(3)在1300kg/h的速率下通向下游工艺。然后将该液体连续地传送通过预热器(4),该预热器使酯混合物的温度从约185℃增至约220℃。然后将在约220℃的温度下的热酯混合物连续地引入到在200mbar压力的真空下运行的闪蒸器(5)中。闪蒸出的二醇被连续地通向喷雾冷凝器(6b),在这里,二醇被冷凝并过冷到40℃的温度。然后将冷凝的二醇收集在收集容器(7)中。然后将此冷凝的二醇送去回收(C)。使闪蒸器(5)的内容物保持在约50%的水平下并经由再沸器(8)和酯循环泵(9)在21,000m^3/hr的速率下连续地再循环流动。此时,闪蒸器(5)的内容物具有约1.0%的游离二醇含量。然后将一部分该再循环流动的流(流率850kg/h)连续地通向连续聚合车间以转化为固有粘度为0.63±0.005的聚酯熔体。然后使用该聚酯熔体来制备高质量的100%再循环聚酯长丝纱线。

[0062] 实施例4-使用连续工艺制备聚酯薄片

[0063] 使用根据图1的工艺进行本实施例。

[0064] 将得自PET废料的乙二醇醇解和过滤的、具有约18%的游离二醇含量的熔融酯混合物(A)收集在试验容器(1)中并使其然后经由泵(2)和最终过滤器(3)在1300kg/h的速率下通向下游工艺。然后将该液体连续地传送通过预热器(4),该预热器使酯混合物的温度从约185℃增至约200℃。然后将在约200℃的温度下的热酯混合物连续地引入到在300mbar压力的真空下运行的闪蒸器(5)中。闪蒸出的二醇被连续地通向喷雾冷凝器(6b),在这里,二醇被冷凝并过冷到40℃的温度。然后将冷凝的二醇收集在收集容器(7)中。然后将此冷凝的二醇送去回收(C)。使闪蒸器(5)的内容物保持在约50%的水平下并使其经由再沸器(8)和酯循环泵(9)在21,000m^3/hr的速率下连续地再循环流动。然后将一部分该再循环流动的流(流率850kg/h)连续地流向常规的转鼓切片机(10)。此时,该流具有约2.0%的游离二醇含量。通过循环约80℃的热水使转鼓切片机(10)保持冷却。随着浓缩的酯混合物落在转鼓切片机(10)的鼓表面上(在850kg/h的流率下),其在较冷的鼓表面上骤冷为固体。然后使用固定叶片将固体表面从鼓表面刮除以形成薄片(B)。薄片在重力作用下从固定叶片下落到传送带(未示出)上,传送带带着薄片来到包装站(未示出),在这里,薄片被允许在重力作用下落入袋(未示出)中。

[0065] 如本说明书中和权利要求书中所用,词语“包含”及词语“包含”的形式不将所要求保护的发明限制为排除任何变型或增补。

[0066] 虽然本文中已结合各种示例性实施方式描述了本发明,但对于本领域普通技术人员来说,将很明显地可对本发明作出改进和子组合而不偏离其精神和范围。本发明的范围旨在涵盖这样的改变、组合和改进。

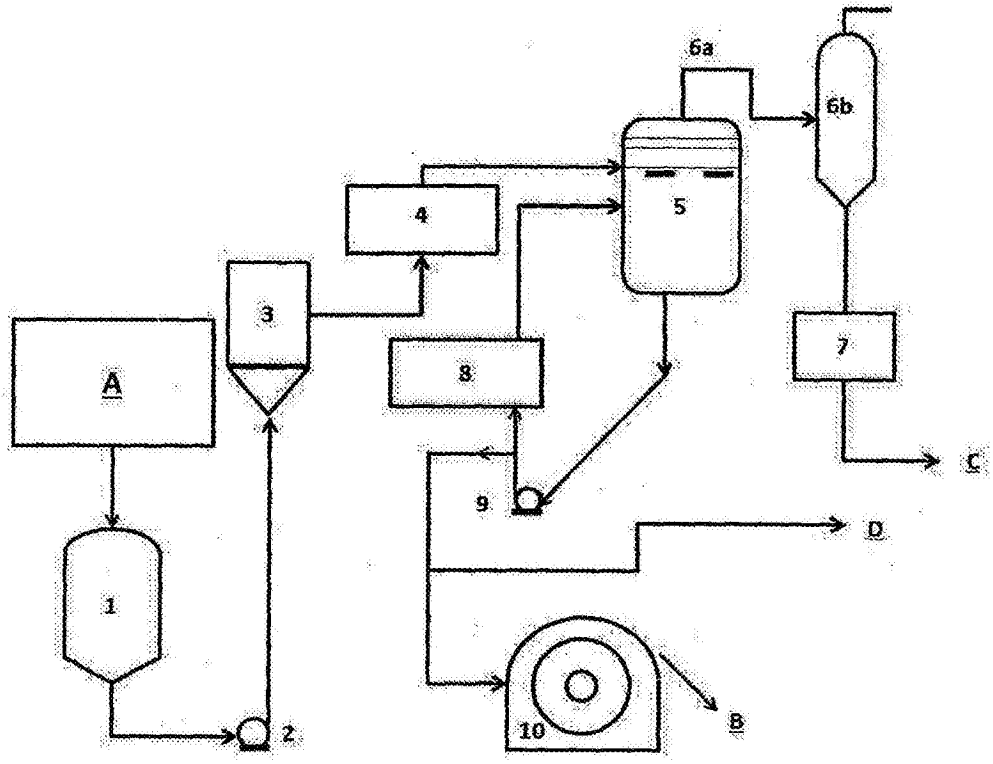


图1