(19)国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 114524924 A
(43)申请公布日 2022.05.24

(21)申请号 202011322930.0

(22)申请日 2020.11.23

(71)申请人 华润化学材料科技股份有限公司
地址 213000 江苏省常州市常州新北区春江镇圩塘综合工业园

(72)发明人 冯浪 林铭昌 宗建平 胡广君 朱振达

(74)专利代理机构 北京景闻知识产权代理有限公司 11742
专利代理师 张强

(51)Int.Cl.
C08G 63/80(2006.01)
C08G 63/183(2006.01)
C08G 63/181(2006.01)
C08G 63/672(2006.01)

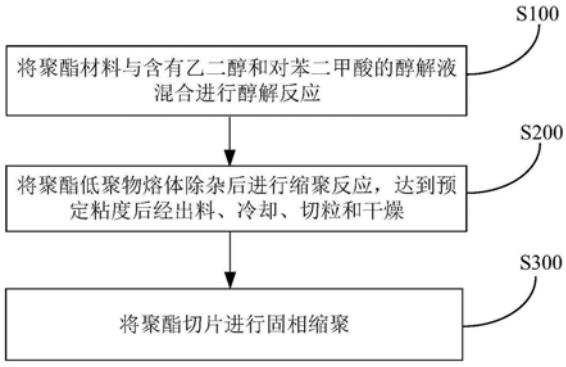
权利要求书2页 说明书11页 附图1页

(54)发明名称

再生聚酯及其制备方法和应用

(57)摘要

本发明公开了再生聚酯及其制备方法和应用，其中，制备再生聚酯的方法包括：(1)将聚酯材料与含有乙二醇和对苯二甲酸的醇解液混合进行醇解反应，以便得到聚酯低聚物熔体；(2)将所述聚酯低聚物熔体除杂后进行缩聚反应，达到预定粘度后经出料、冷却、切粒和干燥，得到聚酯切片；(3)将所述聚酯切片进行固相缩聚，以便得到再生聚酯。由此，采用该方法得到的再生聚酯透明性高，VOC气体含量较低，并且采用的原料均为无毒或低毒类物质，从而使得制备得到的再生聚酯使用安全可靠。



CN 114524924 A

1.一种制备再生聚酯的方法,其特征在于,包括:

(1)将聚酯材料与含有乙二醇和对苯二甲酸的醇解液混合进行醇解反应,以便得到聚酯低聚物熔体;

(2)将所述聚酯低聚物熔体除杂后进行缩聚反应,达到预定粘度后经出料、冷却、切粒和干燥,得到聚酯切片;

(3)将所述聚酯切片进行固相缩聚,以便得到再生聚酯。

2.根据权利要求1所述的方法,其特征在于,在步骤(1)中,所述聚酯材料占所述再生聚酯的10～60wt%。

3.根据权利要求1或2所述的方法,其特征在于,在步骤(1)中,所述聚酯材料与所述醇解液的质量比为(1～6):(3～20)。

4.根据权利要求1所述的方法,其特征在于,在步骤(1)中,所述聚酯材料包括回收聚酯碎片和/或所述回收聚酯碎片经熔融过滤后得到的熔体。

5.根据权利要求1所述的方法,其特征在于,在步骤(1)中,所述醇解液中醇酸摩尔比为(1～5):1。

6.根据权利要求5所述的方法,其特征在于,在步骤(1)中,所述醇解液进一步包括其他二元醇和/其他二元酸;

任选的,所述其他二元醇包括异山梨醇和新戊二醇中的至少之一;

任选的,所述醇解液中所述其他二元醇占二元醇总质量的1～50%;

任选的,所述其他二元酸包括间苯二甲酸;

任选的,所述醇解液中对所述其他二元酸占二元酸总质量的1～50%。

7.根据权利要求1或6所述的方法,其特征在于,在步骤(1)中,所述醇解液进一步包括助剂,所述助剂包括催化剂、稳定剂和调色剂中的至少之一;

任选的,所述催化剂包括含钛化合物、含锑化合物和含锌化合物中的至少之一;

任选的,所述催化剂的用量占所述再生聚酯的50～500ppm;

任选的,所述稳定剂包括多聚磷酸、磷酸、磷酸三苯酯、磷酸三甲酯和亚磷酸中的至少一种;

任选的,所述稳定剂的用量占所述再生聚酯的20～250ppm;

任选的,所述调色剂包括酞菁绿颜料、蒽醌类颜料、酞菁类颜料、酞菁蓝颜料、镉红类颜料和碱性蓝染料中的至少之一;

任选的,所述调色剂的用量占所述再生聚酯的5～100ppm。

8.根据权利要求1所述的方法,其特征在于,在步骤(1)中,所述醇解反应的温度为160～250℃,搅拌速度为20～80rpm/min,体系压力为0.1～0.3Mpa,反应时间为1～6h。

9.根据权利要求7所述的方法,其特征在于,在步骤(2)中,将所述聚酯低聚物熔体除杂后与步骤(1)未加入的所述助剂混合搅拌10～20min后在缩聚釜中进行所述缩聚反应。

10.根据权利要求9所述的方法,其特征在于,在步骤(2)中,所述缩聚反应在真空状态下进行,所述真空度不高于100pa,反应温度250～290℃,搅拌速度为10～60rpm/min,反应时间为1～5h。

11.根据权利要求1所述的方法,其特征在于,在步骤(2)中,所述预定粘度为0.6～0.7dL/g。

12.根据权利要求1所述的方法，其特征在于，在步骤(3)中，所述固相缩聚反应的温度为160～240℃，时间为6～18h。

13.根据权利要求1所述的方法，其特征在于，在步骤(3)中，所述再生聚酯的粘度在0.8～0.9dL/g，黑白度值不低于80，乙醛含量低于1.0ppm。

14.一种再生聚酯，其特征在于，所述再生聚酯采用权利要求1-13中任一项所述的方法制备得到。

15.一种包装盒，所述包装盒采用权利要求14所述的再生聚酯制备得到。

再生聚酯及其制备方法和应用

技术领域

[0001] 本发明属于材料领域，具体涉及一种再生聚酯及其制备方法和应用。

背景技术

[0002] 聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)是由对苯二甲酸或对苯二甲酸二甲酯与乙二醇聚合而成。由于具有良好的物理化学稳定性、可加工性等，广泛应用于纺织服装、装饰、食品包装等领域。但是由于PET在自然条件下具有极强的化学惰性，难以被生物降解，大量的废弃聚酯给环境造成巨大的压力，因此，对废旧聚酯制品进行回收，实现资源的有效循环利用，减少环境污染，成为聚酯工业的重要课题。

[0003] 当前回收聚酯碎片再生主要有物理法和化学法，物理法回收的聚酯较为单一，多用于工程塑料、再生纤维等领域，同时在回收再生过程中回收聚酯碎片降解严重、分子量降低、粘度波动大，同时再生聚酯的乙醛含量过高、色值差、产品不能广泛使用。化学再生法主要是经水解或醇解后再生，其中水解反应需要在较高浓度的酸或碱条件下进行；甲醇醇解法中用甲醇与PET反应醇解生成对苯二甲酸甲酯，再用乙二醇进行酯交换生成BHET，这种方法回收率与产品质量都较为可观，但是在工业上甲醇易燃易爆，工艺实施较为复杂、提纯工艺繁琐，使得生产成本急剧增加。同时传统化学法再生聚酯乙醛含量较高，色值较差，只能降级使用到对色值和乙醛要求不高的领域。

[0004] 因此，现有的再生聚酯的技术有待改进。

发明内容

[0005] 本发明旨在至少在一定程度上解决相关技术中的技术问题之一。为此，本发明的一个目的在于提出一种再生聚酯及其制备方法和应用，采用该方法得到的再生聚酯透明性高，VOC气体含量较低，并且采用的原料均为无毒或低毒类物质，从而使得制备得到的再生聚酯使用安全可靠。

[0006] 在本发明的一个方面，本发明提出了一种制备再生聚酯的方法。根据本发明的实施例，所述方法包括：

[0007] (1)将聚酯材料与含有乙二醇和对苯二甲酸的醇解液混合进行醇解反应，以便得到聚酯低聚物熔体；

[0008] (2)将所述聚酯低聚物熔体除杂后进行缩聚反应，达到预定粘度后经出料、冷却、切粒和干燥，得到聚酯切片；

[0009] (3)将所述聚酯切片进行固相缩聚，以便得到再生聚酯。

[0010] 根据本发明实施例的制备再生聚酯的方法，通过将聚酯材料与含有乙二醇和对苯二甲酸的醇解液混合进行醇解反应，醇解反应中聚酯材料与乙二醇发生酯交换反应生成对苯二甲酸双羟乙酯(BHET)和二聚体等低聚物，同时还有对苯二甲酸和乙二醇发生酯化反应生成类似的产物，但前者的聚合度偏大，然后将醇解反应得到的聚酯低聚物熔体除杂后进行缩聚反应得到聚酯切片，最后对得到的聚酯切片进行固相缩聚，可以大幅降低再生聚酯

中的VOC气体，扩大再生聚酯的应用领域，同时整个制备过程采用的原料均为无毒或低毒类物质，从而使得制备得到的再生聚酯使用安全可靠，并且本申请的方法相对简单，反应过程易于控制，具有良好的推广应用前景。

[0011] 另外，根据本发明上述实施例的制备再生聚酯的方法还可以具有如下附加的技术特征：

[0012] 在本发明的一些实施例中，在步骤(1)中，所述聚酯材料占所述再生聚酯的10～60wt％。

[0013] 在本发明的一些实施例中，其特征在于，在步骤(1)中，所述聚酯材料与所述醇解液的质量比为(1～6)：(3～20)。

[0014] 在本发明的一些实施例中，在步骤(1)中，所述聚酯材料包括回收聚酯碎片和/或所述回收聚酯碎片经熔融过滤后得到的熔体。由此，可以实现聚酯材料的资源化利用。

[0015] 在本发明的一些实施例中，在步骤(1)中，所述醇解液中醇酸摩尔比为(1～5)：1。

[0016] 在本发明的一些实施例中，在步骤(1)中，所述醇解液进一步包括其他二元醇和/其他二元酸。由此，可以调整再生聚酯的分子链的规整性，从而提高再生聚酯的透明度。

[0017] 在本发明的一些实施例中，所述其他二元醇包括异山梨醇和新戊二醇中的至少之一。由此，可以调整再生聚酯的分子链的规整性，从而提高再生聚酯的透明度。

[0018] 在本发明的一些实施例中，所述醇解液中所述其他二元醇占二元醇总质量的1～50％。

[0019] 在本发明的一些实施例中，所述其他二元酸包括间苯二甲酸。由此，可以调整再生聚酯的分子链的规整性，从而提高再生聚酯的透明度。

[0020] 在本发明的一些实施例中，所述醇解液中所述其他二元酸占二元酸总质量的1～50％。

[0021] 在本发明的一些实施例中，在步骤(1)中，所述醇解液进一步包括助剂，所述助剂包括催化剂、稳定剂和调色剂中的至少之一。

[0022] 在本发明的一些实施例中，所述催化剂包括含钛化合物、含锑化合物和含锌化合物中的至少之一。

[0023] 在本发明的一些实施例中，所述催化剂的用量占所述再生聚酯的50～500ppm。

[0024] 在本发明的一些实施例中，所述稳定剂包括多聚磷酸、磷酸、磷酸三苯酯、磷酸三甲酯和亚磷酸中的至少之一。

[0025] 在本发明的一些实施例中，所述稳定剂的用量占所述再生聚酯的20～250ppm。

[0026] 在本发明的一些实施例中，所述调色剂包括酞菁绿颜料、蒽醌类颜料、酞菁类颜料、酞菁蓝颜料、镉红类颜料和碱性蓝染料中的至少之一。

[0027] 在本发明的一些实施例中，所述调色剂的用量占所述再生聚酯的10～100ppm。

[0028] 在本发明的一些实施例中，在步骤(1)中，所述醇解反应的温度为160～250℃，搅拌速度为20～80rpm/min，体系压力为0.1～0.3Mpa，反应时间为1～6h。

[0029] 在本发明的一些实施例中，在步骤(2)中，将所述聚酯低聚物熔体除杂后与步骤(1)未加入的所述助剂混合搅拌10～20min后在缩聚釜中进行所述缩聚反应。

[0030] 在本发明的一些实施例中，在步骤(2)中，所述缩聚反应在真空状态下进行，所述真空度不高于100pa，反应温度250～290℃，搅拌速度为10～60rpm/min，反应时间为1～5h。

[0031] 在本发明的一些实施例中，在步骤(2)中，所述预定粘度为0.6～0.7dL/g。

[0032] 在本发明的一些实施例中，在步骤(3)中，所述固相缩聚反应的温度为160～240℃，时间为6～18h。

[0033] 在本发明的一些实施例中，在步骤(3)中，所述再生聚酯的粘度在0.8～0.9dL/g，黑白度值不低于80，乙醛含量低于1.0ppm。

[0034] 在本发明的第二个方面，本发明提出了一种再生聚酯。根据本发明的实施例，所述再生聚酯采用上述的方法制备得到。由此，该再生聚酯透明性高，VOC气体含量较低。

[0035] 在本发明的第三个方面，本发明提出了一种包装盒。根据本发明的实施例，所述包装盒采用上述的再生聚酯制备得到。由此，该包装盒采用上述透明度高且VOC气体含量低的再生聚酯制备得到，可以在降低包装盒成本的同时实现聚酯材料的资源化利用。

[0036] 本发明的附加方面和优点将在下面的描述中部分给出，部分将从下面的描述中变得明显，或通过本发明的实践了解到。

附图说明

[0037] 本发明的上述和/或附加的方面和优点从结合下面附图对实施例的描述中将变得明显和容易理解，其中：

[0038] 图1是根据本发明一个实施例的制备再生聚酯的方法流程示意图。

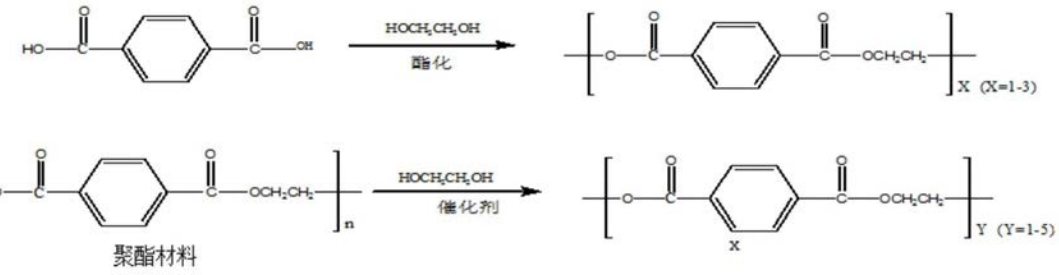
具体实施方式

[0039] 下面详细描述本发明的实施例，旨在用于解释本发明，而不能理解为对本发明的限制。

[0040] 在本发明的一个方面，本发明提出了一种制备再生聚酯的方法。根据本发明的实施例，参考图1，该方法包括：

[0041] S100:将聚酯材料与含有乙二醇和对苯二甲酸的醇解液混合进行醇解反应

[0042] 具体的，聚酯材料为包括回收聚酯碎片和/或回收聚酯碎片经熔融过滤后得到的熔体，并且回收聚酯碎片的粒径为1～30mm，并且预先对回收聚酯碎片进行包括分拣、洗涤、除杂和干燥等工序的预处理，优选聚酯材料为采用双螺杆挤出机对回收聚酯碎片进行挤出熔融后过滤除杂得到熔体，从而可以避免直接将聚酯碎片加入反应釜后聚酯碎片漂浮在醇解液上面的问题。该步骤中，通过将聚酯材料与含有乙二醇和对苯二甲酸的醇解液混合进行醇解反应，其中醇解反应的温度为160～250℃，搅拌速度为20～80rpm/min，体系压力为0.1～0.3Mpa，反应时间为1～6h，其醇解反应过程如式1所示，聚酯材料与乙二醇发生酯交换反应生成对苯二甲酸双羟乙酯(BHET)和二聚体等低聚物，同时还有对苯二甲酸和乙二醇发生酯化反应生成类似的产物，但前者的聚合度偏大，从而经醇解反应得到聚酯低聚物熔体。



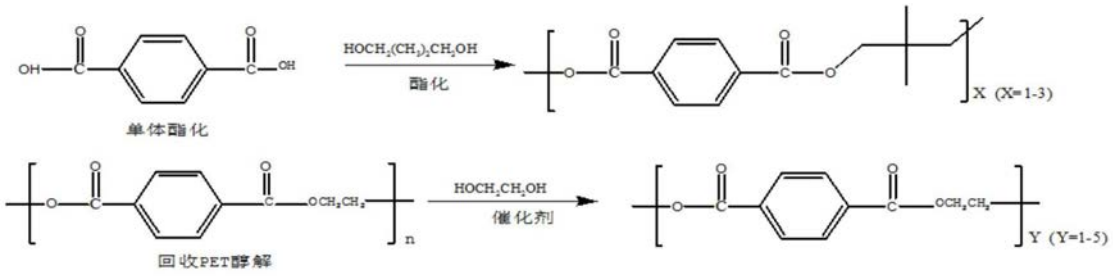
式1

[0044] 进一步地，聚酯材料的加入量按照其占最终所得再生聚酯质量的10～60wt％添加。发明人发现，聚酯材料添加量过低时醇解反应较快，过程所需的时间较短，相反聚酯材料添加量过高时醇解反应所需的时间较长，原因为聚酯材料添加量较低时醇解液含量较高，可加速酯交换反应的进行，但聚酯材料的回收率降低，而聚酯材料添加量较高时醇解液含量较低，酯交换反应进行缓慢；同时聚酯材料添加量过高时再生聚酯材料色值有所下降，可能的原因为聚酯材料中含有的催化剂促进了副反应的发生，生色物质增加。同时聚酯碎片与醇解液的质量比为(1～6)：(3～20)。发明人发现，醇解液含量较高时，醇解反应进行较快；醇解液含量较低时，醇解反应进行缓慢；原因为醇解液含量较多时二元醇或二元酸含量较高，可提高酯交换反应或酸解反应的速率，但此时聚酯材料的回收率降低，且未参与反应的醇会加重缩聚阶段真空系统的负担；相反醇解液含量较低二元醇或二元酸的浓度也降低，醇解或酸解反应进行较慢。并且醇解液中醇酸摩尔比为(1～5)：1。发明人发现，醇解液中醇酸摩尔比较高时，酯交换反应进行较快，醇酸摩尔比较低时酯化和酯交换反应进行缓慢；原因为醇酸摩尔比较高时醇含量高，可促进酯交换反应的进行，但醇酸摩尔比太高时二元醇的添加量较大，无法参与醇解或酯化游离的二元醇会在缩聚阶段加重真空系统的负担，不利于缩聚反应的进行；相反醇酸摩尔比较低时醇含量低，酯交换反应进行缓慢。

[0045] 进一步地，为了降低聚酯低聚物熔体分子链的规整性，提高最终再生聚酯的透明性，本申请上述采用的醇解液进一步包括其他二元醇和/其他二元酸，其中，其他二元醇包括丙二醇、异山梨醇和新戊二醇中的至少之一，其他二元酸包括间苯二甲酸，醇解液中其他二元醇占二元醇总质量的1～50％，醇解液中其他二元酸占二元酸总质量的1～60％。发明人发现，若其他二元酸和其他二元醇占比过低，即醇解液中乙二醇和对苯二甲酸添加量过高时，再生聚酯加工过程中极易结晶，产品发雾；其原因为乙二醇和对苯二甲酸添加量过高，分子链规整性良好，半结晶时间很短；而若其他二元酸和其他二元醇占比过高，即乙二醇和对苯二甲酸添加量较低时，其他种类的二元酸和/或二元醇添加量提高，使分子链规整性降低，半结晶时间延长，利于提高透明性。

[0046] 根据本发明的一个实施例，以醇解液中进一步加入新戊二醇为例，其反应过程如式2所示，聚酯材料与乙二醇、新戊二醇发生酯交换反应生成低聚物，同时还有对苯二甲酸和乙二醇、新戊二醇发生酯化反应生产类似的产物，前者的聚合度偏大，通过在分子链中引入新戊二醇可以有效降低分子链的规整性，使其结晶度降低，透明性提高；并且调整新戊二醇在再生聚酯中的含量可以有效的调控其结晶性能，从而改善再生聚酯的透明性。

[0047]



式2

[0048] 根据本发明的再一个实施例，以醇解液中进一步加入间苯二甲酸为例，醇解反应过程中，聚酯材料与乙二醇发生酯交换反应生成低聚物，同时还有对苯二甲酸、间苯二甲酸和乙二醇发生酯化反应生产类似的产物，前者的聚合度偏大，通过在分子链中引入间苯二甲酸可以有效降低分子链的规整性，使其结晶度降低，透明性提高；并且调整间苯二甲酸在再生聚酯中的含量可以有效的调控其结晶性能，从而调整再生聚酯的透明性。同时第三单体的引入还具有其他的协效作用，如引入的间苯二甲酸除了作为第三单体改善透明性外，由于其比对苯二甲酸更容易电离氢离子，所以还起到了促进回收聚酯碎片的酸解以及促进醇和酸的酯化反应的作用。

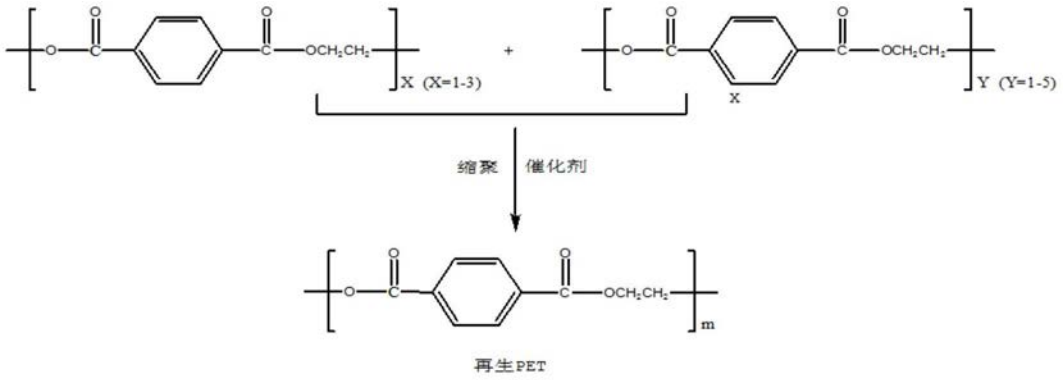
[0049] 根据本发明的又一个实施例，以醇解液中进一步加入间苯二甲酸和新戊二醇为例，醇解反应过程中，聚酯材料与乙二醇、新戊二醇发生酯交换反应生成低聚物，同时还有对苯二甲酸、间苯二甲酸和乙二醇、新戊二醇发生酯化反应，通过在分子链中同时引入间苯二甲酸和新戊二醇，可以更加有效降低原有分子链的规整性，使其结晶度降低，透明性提高；还可以通过调整间苯二甲酸和新戊二醇在再生聚酯中的含量可以有效调控其结晶性能，从而调整再生聚酯的透明性；同时由于间苯二甲酸比对苯二甲酸更容易电离氢离子，因此还起到了促进回收聚酯碎片的醇解以及促进醇和酸的酯化反应的作用，在一定程度上本实施例更具优势。

[0050] 另外，上述醇解液进一步包括助剂，并且助剂包括催化剂、稳定剂和调色剂中的至少之一，其中，催化剂包括含钛化合物、含锑化合物和含锌化合物中的至少之一；稳定剂包括多聚磷酸、磷酸、磷酸三苯酯、磷酸三甲酯和亚磷酸中的至少之一；调色剂包括酞菁绿颜料、蒽醌类颜料、酞菁类颜料、酞菁蓝颜料、镉红类颜料和碱性蓝染料中的至少之一，同时，上述催化剂的用量占最终得到再生聚酯的50～500ppm，稳定剂的用量占最终所得再生聚酯的20～250ppm，调色剂的用量占最终所得再生聚酯的5～100ppm。发明人发现，催化剂用量较低时，催化位点数量较少，反应时间较长；催化剂用量较高时，促进聚合反应的同时也加速了副反应的产生，产品色值变差。

[0051] S200：将聚酯低聚物熔体除杂后进行缩聚反应，达到预定粘度后经出料、冷却、切粒和干燥

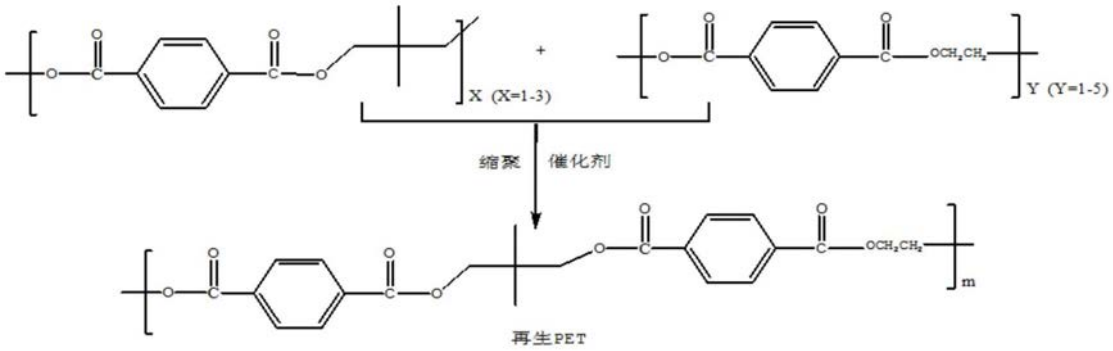
[0052] 该步骤中，将上述得到的聚酯低聚物熔体经熔体过滤器除杂后进行缩聚反应，缩聚反应如式3所示(醇解液仅加乙二醇)和式4所示(醇解液中加入乙二醇和新戊二醇)，该过程在真空状态下进行，并且真空度不高于100pa，反应温度250～290℃，搅拌速度为10～60rpm/min，反应时间为1～5h，达到0.6～0.7dL/g的预定粘度后经铸带头出料、水冷、切粒和干燥，得到聚酯切片，其中，铸带头需在切粒前提前打开预热。需要说明的是，本领域技术人员可以根据实际需要对聚酯切片的大小的进行选择。

[0053]



式 3

[0054]



式 4

[0055] 进一步地，将上述得到的聚酯低聚物熔体除杂后与步骤S100中未加入的助剂混合搅拌10～20min后在缩聚釜中进行所述缩聚反应。

[0056] S300:将聚酯切片进行固相缩聚

[0057] 该步骤中，将上述的聚酯切片在温度160～240℃，时间为6～18h下进行固相缩聚，以提高再生聚酯的粘度以及除去VOC气体，得到粘度0.8～0.9dL/g，L值不低于80，乙醛含量低于1.0ppm的再生聚酯。具体的，聚酯切片中原有的小分子副产物和固相缩聚过程中反应产生的小分子副产物是经过真空系统或惰性气体吹扫带出的。

[0058] 根据本发明实施例的制备再生聚酯的方法，通过将聚酯材料与含有乙二醇和对苯二甲酸的醇解液混合进行醇解反应，醇解反应中聚酯材料与乙二醇发生酯交换反应生成对苯二甲酸双羟乙酯(BHET)和二聚体等低聚物，同时还有对苯二甲酸和乙二醇发生酯化反应生成类似的产物，但前者的聚合度偏大，然后将醇解反应得到的聚酯低聚物熔体除杂后进行缩聚反应得到聚酯切片，最后对得到的聚酯切片进行固相缩聚，可以大幅降低再生聚酯中的VOC气体，扩大再生聚酯的应用领域，同时整个制备过程采用的原料均为无毒或低毒类物质，从而使得制备得到的再生聚酯使用安全可靠，并且本申请的方法相对简单，反应过程易于控制，具有良好的推广应用前景。并且本申请得到的再生聚酯的粘度在0.8～0.9dL/g，黑白度值不低于80，乙醛含量低于1.0ppm。

[0059] 在本发明的第二个方面，本发明提出了一种再生聚酯。根据本发明的实施例，所述再生聚酯采用上述的方法制备得到。由此，该再生聚酯透明性高，VOC气体含量较低。需要说明的是，上述针对制备再生聚酯的方法所描述的特征和优点同样适用于该再生聚酯，此处不再赘述。

[0060] 在本发明的第三个方面，本发明提出了一种包装盒。根据本发明的实施例，所述包

装盒采用上述的再生聚酯制备得到。由此，该包装盒采用上述透明度高且VOC气体含量低的再生聚酯制备得到，可以在降低包装盒成本的同时实现聚酯材料的资源化利用。需要说明的是，上述针对再生聚酯及其制备方法所描述的特征和优点同样适用于该制备包装盒，此处不再赘述。

[0061] 下面详细描述本发明的实施例，需要说明的是下面描述的实施例是示例性的，仅用于解释本发明，而不能理解为对本发明的限制。另外，如果没有明确说明，在下面的实施例中所采用的所有试剂均为市场上可以购得的，或者可以按照本文或已知的方法合成的，对于没有列出的反应条件，也均为本领域技术人员容易获得的。

[0062] 实施例1

[0063] (1)将对苯二甲酸、乙二醇、催化剂(乙二醇锑，占最终再生聚酯的300ppm)、稳定剂(磷酸，占最终再生聚酯的50ppm)混合制成醇解液导入反应釜，其中对苯二甲酸和乙二醇的摩尔比为1:1.8，然后将回收聚酯碎片加入反应釜内(回收聚酯碎片占最终再生聚酯的质量的25％)，其中，回收聚酯碎片与醇解液的质量比为23:100，同时控制反应釜温度在230℃～240℃之间，搅拌速度为60rpm，体系压力为0.20Mpa～0.3Mpa，进行酯化醇解，待馏出水分接近理论值时反应结束，反应约4h，得到聚酯低聚物熔体；

[0064] (2)将酯化低聚物熔体经熔体过滤器过滤导入缩聚釜，加入调色剂(蒽醌类颜料，5ppm)、搅拌10min，将反应温度控制在260℃～265℃之间，打开真空系统开始进行缩聚反应，最终真空度低于为100pa，待粘度快达到预期值前20min打开铸带头热源，对其进行加热，粘度达到约0.62dL/g后停止搅拌，出料、水冷、切粒和干燥，得到聚酯切片；

[0065] (3)将聚酯切片经过固相缩聚进行增粘，控制温度为200℃～240℃，时间为12h，同时除去VOC气体，结束后即制得再生聚酯。

[0066] 实施例2

[0067] (1)将对苯二甲酸、乙二醇、新戊二醇、催化剂(乙二醇锑，占最终再生聚酯的30ppm)、稳定剂(磷酸三苯酯，其占最终再生聚酯的60ppm)和调色剂(蒽醌类颜料，其占最终再生聚酯的8ppm)混合制成醇解液导入反应釜，其中乙二醇和新戊二醇的摩尔比为4:1，醇酸摩尔比为2:1，反应釜温度设置在220～230℃，待温度达到设定温度，将经过双螺杆熔融过滤后的回收聚酯熔体导入反应釜内(回收聚酯碎片占最终再生聚酯的质量的25％)，其中，回收聚酯碎片与醇解液的质量比为11:50，同时控制搅拌速度为60rpm，体系压力为0.25Mpa～0.3Mpa，进行酯化醇解，待馏出水分接近理论值时反应结束，反应约3h，得到聚酯低聚物熔体；

[0068] (2)将酯化低聚物熔体经熔体过滤器过滤导入缩聚釜，将反应温度控制在260℃～275℃之间，打开真空系统开始进行缩聚反应，最终真空度低于为100pa，待粘度快达到预期值前20min打开铸带头热源，对其进行加热，粘度达到约0.62dL/g后停止搅拌，出料、水冷、切粒和干燥，得到聚酯切片；

[0069] (3)将聚酯碎片经过固相缩聚进行增粘，控制温度为200℃～220℃，时间为12h，同时除去VOC气体，结束后即制得再生聚酯。

[0070] 实施例3

[0071] 其制备再生聚酯的方法同于实施例2，区别在于新戊二醇的加入量占二元醇总量的5wt％。

[0072] 实施例4

[0073] 其制备再生聚酯的方法同于实施例2,区别在于新戊二醇的加入量占二元醇总量的25wt%。

[0074] 实施例5

[0075] 其制备再生聚酯的方法同于实施例2,区别在于新戊二醇的加入量占二元醇总量的1wt%。

[0076] 实施例6

[0077] 其制备再生聚酯的方法同于实施例2,区别在于新戊二醇的加入量占二元醇总量的30wt%。

[0078] 实施例7

[0079] 其制备再生聚酯的方法同于实施例2,区别在于新戊二醇的加入量占二元醇总量的40wt%。

[0080] 实施例8

[0081] 其制备再生聚酯的方法同于实施例2,区别在于新戊二醇的加入量占二元醇总量的50wt%。

[0082] 实施例9

[0083] 其制备再生聚酯的方法同于实施例2,区别在于新戊二醇替换为异山梨醇。

[0084] 实施例10

[0085] (1)将对苯二甲酸、间苯二甲酸、乙二醇、催化剂(乙二醇锑,其占最终再生聚酯的320ppm)、稳定剂(磷酸三苯酯,其占最终再生聚酯的50ppm)混合制成醇解液导入反应釜,其中对苯二甲酸和间苯二甲酸的摩尔比为9:1,醇酸摩尔比为1.8:1,然后将回收聚酯碎片加入反应釜内(回收聚酯碎片占最终再生聚酯质量的25%),控制反应釜温度在240℃～250℃之间,搅拌速度为65rpm,体系压力为0.20Mpa～0.25Mpa,进行酯化醇解,待馏出水分接近理论值时反应结束,反应约2.5h,得到聚酯低聚物熔体;

[0086] (2)将酯化低聚物熔体经熔体过滤器过滤导入缩聚釜,加入调色剂(蒽醌类,10ppm)、搅拌10min,将反应温度控制在260℃～270℃之间,打开真空系统开始进行缩聚反应,最终真空度低于为100pa,待粘度快达到预期值前20min打开铸带头热源,对其进行加热,粘度达到0.6dL/g后停止搅拌,出料、水冷、切粒和干燥,得到聚酯切片;

[0087] (3)将聚酯碎片经过固相缩聚进行增粘,控制温度为200℃～220℃,时间为12h,同时除去VOC气体,结束后即制得再生聚酯。

[0088] 实施例11

[0089] 其制备再生聚酯的方法同于实施例10,区别在于间苯二甲酸的加入量占二元酸总量的5wt%。

[0090] 实施例12

[0091] 其制备再生聚酯的方法同于实施例10,区别在于间苯二甲酸的加入量占二元酸总量的35wt%。

[0092] 实施例13

[0093] 其制备再生聚酯的方法同于实施例10,区别在于间苯二甲酸的加入量占二元酸总量的45wt%。

[0094] 实施例14

[0095] 其制备再生聚酯的方法同于实施例10,区别在于间苯二甲酸的加入量占二元酸总量的50wt%。

[0096] 实施例15

[0097] 其制备再生聚酯的方法同于实施例10,区别在于间苯二甲酸的加入量占二元酸总量的1wt%。

[0098] 实施例16

[0099] (1)将对苯二甲酸、间苯二甲酸、新戊二醇、乙二醇、催化剂(乙二醇锑,其占最终再生聚酯的250ppm)、稳定剂(磷酸,其占最终再生聚酯的40ppm)和调色剂(蒽醌类,其占最终再生聚酯的10ppm)混合制成醇解液导入反应釜,其中乙二醇与新戊二醇摩尔比为9:1,对苯二甲酸和间苯二甲酸的摩尔比为9:1,醇酸摩尔比为1.8:1,然后将回收聚酯碎片加入反应釜内(回收聚酯碎片占最终再生聚酯的质量的25%),其中,回收聚酯碎片与醇解液的质量比为5:22,同时控制反应釜温度在235℃～250℃之间,搅拌速度为65rpm,体系压力为0.25Mpa～0.30Mpa,进行酯化醇解,待馏出水分接近理论值时反应结束,反应约3h,得到聚酯低聚物熔体;

[0100] (2)将酯化低聚物熔体经熔体过滤器过滤导入缩聚釜,将反应温度控制在260℃～275℃之间,打开真空系统开始进行缩聚反应,最终真空度低于为100pa,待粘度快达到预期值前20min打开铸带头热源,对其进行加热,粘度达到0.6dL/g后停止搅拌,出料、水冷、切粒和干燥,得到聚酯切片;

[0101] (3)将聚酯碎片经过固相缩聚进行增粘,控制温度为180℃～200℃,时间为8h,同时除去VOC气体,结束后即制得再生聚酯。

[0102] 实施例17

[0103] 其制备再生聚酯的方法同于实施例16,区别在于间苯二甲酸的加入量占二元酸总量的5wt%,新戊二醇的加入量占二元醇重量的5wt%。

[0104] 实施例18

[0105] 其制备再生聚酯的方法同于实施例16,区别在于间苯二甲酸的加入量占二元酸总量的35wt%,新戊二醇的加入量占二元醇重量的30wt%。

[0106] 实施例19

[0107] 其制备再生聚酯的方法同于实施例16,区别在于新戊二醇替换为异山梨醇,并且间苯二甲酸加入量占二元酸总量的40wt%,异山梨醇的加入量占二元醇重量的20wt%。

[0108] 实施例20

[0109] 其制备再生聚酯的方法同于实施例16,区别在于新戊二醇替换为异山梨醇,并且间苯二甲酸加入量占二元酸总量的20wt%,异山梨醇的加入量占二元醇重量的40wt%。

[0110] 实施例21

[0111] 其制备再生聚酯的方法同于实施例16,区别在于新戊二醇替换为异山梨醇,并且间苯二甲酸加入量占二元酸总量的30wt%,异山梨醇的加入量占二元醇重量的45wt%。

[0112] 对实施例1-21得到的再生聚酯的黏度、乙醛含量和色度进行评价,评价数据如表1所示。

[0113] 表1实施例1-21得到的再生聚酯的黏度、乙醛含量和色度进行评价数据

[0114]

名称	IV(dL/g)黏度	乙醛含量(ppm)	L（黑白）值	a（红绿）值	b（黄蓝）值
实施例 1	0.802	0.56	79.5	-1.5	0.5
实施例 2	0.825	0.78	82.3	-1.2	0.3
实施例 3	0.812	0.69	80.6	-1.7	0.5
实施例 4	0.831	0.72	82.5	-1.4	0.2
实施例 5	0.815	0.98	80.1	-1.8	0.8
实施例 6	0.823	0.87	82.9	-1.5	0.6
实施例 7	0.825	0.65	83.5	-1.3	0.5
实施例 8	0.819	0.78	84.3	-1.6	0.4
实施例 9	0.833	0.85	82.4	-1.0	0.7
实施例 10	0.813	0.64	81.5	-1.3	0.4

[0115]

实施例 11	0.821	0.62	80.9	-1.1	0.4
实施例 12	0.814	0.73	82.8	-1.0	0.3
实施例 13	0.811	0.98	83.5	-0.9	0.6
实施例 14	0.815	0.83	84.1	-1.3	0.5
实施例 15	0.803	0.74	80.3	-1.5	0.8
实施例 16	0.809	0.84	82.2	-1.4	-0.1
实施例 17	0.835	0.89	81.5	-1.6	0.1
实施例 18	0.824	0.56	84.1	-1.3	0.2
实施例 19	0.831	0.78	84.5	-1.2	0.6
实施例 20	0.825	0.94	84.3	-1.8	0.5
实施例 21	0.832	0.67	85.6	-1.6	0.9

[0116] 在本说明书的描述中，参考术语“一个实施例”、“一些实施例”、“示例”、“具体示例”、或“一些示例”等的描述意指结合该实施例或示例描述的具体特征、结构、材料或者特点包含于本发明的至少一个实施例或示例中。在本说明书中，对上述术语的示意性表述不必须针对的是相同的实施例或示例。而且，描述的具体特征、结构、材料或者特点可以在任一个或多个实施例或示例中以合适的方式结合。此外，在不相互矛盾的情况下，本领域的技术人员可以将本说明书中描述的不同实施例或示例以及不同实施例或示例的特征进行结合和组合。

[0117] 尽管上面已经示出和描述了本发明的实施例，可以理解的是，上述实施例是示例

性的，不能理解为对本发明的限制，本领域的普通技术人员在本发明的范围内可以对上述实施例进行变化、修改、替换和变型。

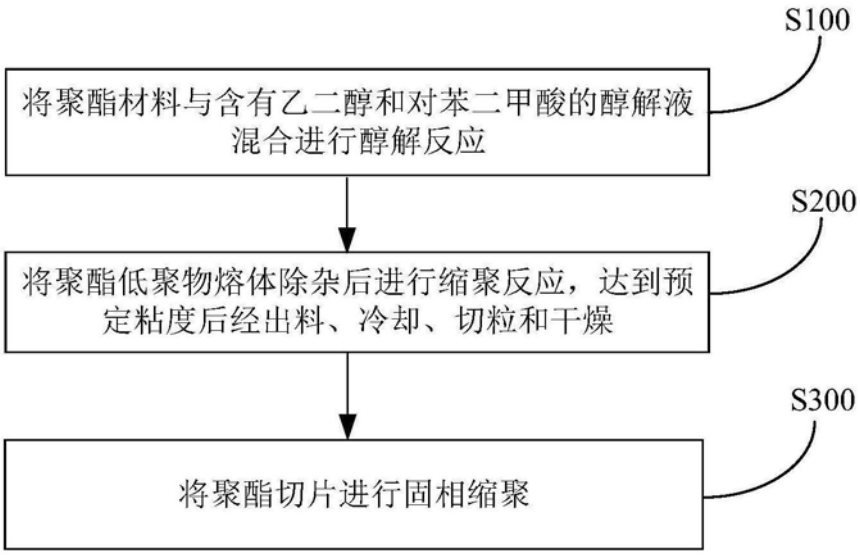

S100
将聚酯材料与含有乙二醇和对苯二甲酸的醇解液混合进行醇解反应
S200
将聚酯低聚物熔体除杂后进行缩聚反应，达到预定粘度后经出料、冷却、切粒和干燥
S300
将聚酯切片进行固相缩聚

图1