

ÖZET

DİOL BİLEŞİMİ VE POLYESTER

Bir diol bileşiminin elektrik iletkenliğinin kontrol edilmesiyle, 0.6
5 mS/m ila 30 mS/m'de bir polyester malzemesi, ve tercihen diol
bileşiminin pH'ının 5 ila 7.5'te kontrol edilmesiyle, bir polyesterin
termal ağırlık kayıp oranı azaltılır ve sonuç olarak geliştirilmiş
mekanik özelliklere ve kalıplama stabilitesine sahip bir polyesterin
yanı sıra mükemmel renk tonu da sağlanır.

İSTEMLER

1. Bir diol bileşimi olup, özelliği; temel bileşen olarak bir diol içermesi ve tarifnamede açıklandığı üzere ölçülen 0.6 ila 30 mS/m'lik bir elektrik iletkenliğine sahip olmasıdır.
2. İstem 1'e göre diol bileşimi olup, özelliği; 5 ila 7.5 arasındaki bir pH'a sahip olmasıdır.
3. İstem 1 veya 2'ye göre diol bileşimi olup, özelliği; bir biyokütle kaynağından türeyen diol içermesidir.
4. İstemler 1 ila 3'ten herhangi birine göre diol bileşimi olup, özelliği; temel bileşen olarak lineer bir alifatik diol içermesidir.
5. İstemler 1 ila 4'ten herhangi birine göre diol bileşimi olup, özelliği; lineer alifatik diolün, etilen glikol, 1,3-propandiol, 1,2-propandiol, 1,3-bütandiol, 1,4-bütandiol veya 2,3-bütandiol olmasıdır.
6. İstemler 1 ila 5'ten herhangi birine göre diol bileşiminden yapılmış bir polyester ve bir dikarboksilik asittir.
7. İstem 6'ya göre polyesterin kalıplanmasıyla üretilen kalıplanmış bir üründür.

TARİFNAME

DİOL BİLEŞİMİ VE POLYESTER

TEKNİK ALAN

5

Mevcut buluş, bir polyester materyali olarak kullanılan bir ana bileşim olarak bir diol içeren bir diol bileşimine ve bu diol bileşiminden yapılan bir polyestere ilişkindir.

10

TEKNİĞİN GEÇMİŞİ

Polyester, mükemmler özelliklerinden ötürü lifler, filmler ve şişeler dahil olmak üzere çok geniş yelpazedeki uygulamalarda kullanılmıştır. Örneğin, etilen glikol ve tereftalik asidin poli kondensasyonu ile elde edilen polietilen tereftalat, mükemmel mekanik kuvveti, kimyasal özellikleri ve benzerinden ötürü birçok uygulamada kullanılmıştır ve dünyada giysiler için en uygun bir sentetik elyaf olarak topluca üretilmiştir. Örneğin, 1.3-propandiol ve tereftalik asitten yapılan polimetilen tereftalat için, Son yıllarda 15 pahalı olmayan 1.3-propandiol sentez yöntemleri geliştirildiği için pazar genişlemektedir, ve uzadıktan sonra mükemmel elastik geri kazanım ve düşük bir Young modülü gibi polimer özelliklerinden yararlanan yumuşak dokuya sahip giysiler için polimetilen tereftalatın kullanılması umulmaktadır.

25 Son yıllarda ise, biyokütle kaynaktan türeyen polyesterler, fiyatlarda aşırı yükselme ve petrol kaynaklarının tükenmesi hakkındaki hususlara dikkat çekti. Bir fermentasyon yöntemiyle elde edilen

laktik asidin polimerize edilmesiyle elde edilen polilaktik aside ek olarak, bir fermentasyon yöntemi ile elde edilen süksinik asidin kimyasal dönüşümü aracılığıyla bir monomerin sentezlenmesiyle elde edilen polibütilen süksinat ve monomerin polimerize edilmesi, 5 biyokütle kaynağından türeyen bir polyester olarak geliştirilmiştir (Patent Dokümanı 1). Biyokütle kaynağından türeyen polyester malzemelerin, biyokütle kaynağından türeyen katışkıların ihtiva edilebileceği bakımından bir problemi vardır, ve sorunu çözmek için bir araç olarak, nanofiltrasyon membranı kullanarak biyokütle 10 kaynağından türemiş katışkıların giderilmesi için yöntemler geliştirilmiştir (Patent Dokümanları 2 ve 3).

ÖNCEKİ TEKNİK DOKÜMANLARI

15 PATENT DOKÜMANLARI

Patent Dokümanı 1: Japon Patent No. 4380654 Patent Dokümanı 2: JP 2007-502325 W Patent Dokümanı 3: JP 2010-150248 A Patent Dokümanı 4: DE 69225512T2 dokümanı, başlıca tekrar eden birimler 20 olarak etilen tereftalat birimlerini içeren polyester üretimi için kesintisiz bir doğrudan esterleşme ve polikondensasyon işlemini açıklamakta olup, bahsedilen polyester, özellikle elektro-iletken özellikleri bakımından büyük ölçüde geliştirilmektedir.

25 BULUŞUN ÖZETİ

BULUŞ TARAFINDAN ÇÖZÜLECEK PROBLEMLER

Polyester, kalıplama ile çeşitli kalıplanmış ürünlere dönüştürülür ve erime kalıplaması sırasında polyester bozunmasının gerçekleştiği bilinmektedir ve bu bozunma genellikle bir termal ağırlık kayıp oranı olarak ifade edilir. Yüksek bir termal ağırlık kayıp oranı, reçinenin mekanik özelliklerinde parçalanmaya sebep olabilir.

Aromatik bir alt yapıya sahip polietilen tereftalat, polimetilen tereftalat ve polibütillen tereftalat, düşük bir termal ağırlık kayıp oranına sahip bir polyester olarak geliştirilmiş olup, ve ayrıca bu polyesterlerin termal ağırlık kayıp oranının azaltılmasını, ayrıca fiziksel özelliklerinin arttırılmasını ve ilaveten, yüksek sıcaklıkta yüksek hızlı kalıplamayı sağlar.

Böylece, mevcut buluşun bir amacı, konvansiyonel polyesterlerinkinden daha düşük bir termal ağırlık kayıp oranına ve daha mükemmel mekanik özelliklere ve kalıplama kararlılığına sahip bir polyester üretmek için bir yöntem keşfetmektir.

SORUNLARI ÇÖZMEYE YÖNELİK ARAÇLAR

Yukarıda açıklanan sorunları çözmek adına mevcut buluş sahipleri, polyesterin bir bileşeni olan bir diol bileşenine odaklanmak amacıyla yoğun şekilde çalışmışlardır. Mevcut buluş sahipleri, bir polyester malzeme olarak kullanılan bir diol bileşiminin elektriksel iletkenliğinin kontrol edilmesinin, bir polyesterin termal ağırlık kayıp oranını azalttığını ve mükemmel mekanik özellikler ve kalıplama işlenebilirliğine sahip olan bir polyester ortaya koyduğunu keşfetmişlerdir ve böylece mevcut buluşu tamamlamışlardır.

Böylece, mevcut buluş aşağıdaki (1) ila (7) ile oluşturulmaktadır.

- (1) Bir diol bileşimi olup, temel bileşen olarak bir diol içerir ve 0.6 ila 30 mS/m'lik bir elektrik iletkenliğine sahiptir.
- 5 (2) (1)'e göre diol bileşimi olup, 5 ila 7.5 arasındaki bir pH'a sahiptir.
- (3) (1) veya (2)'ye göre diol bileşimi olup, bir biyokütle kaynağından türeyen diol içerir.
- (4) (1) ila (3)'ten herhangi birine göre diol bileşimi olup, temel
10 bileşen olarak lineer bir alifatik diol içerir.
- (5) (1) ila (4)'ten herhangi birine göre diol bileşimi olup, burada lineer alifatik diol, etilen glikol, 1,3-propandiol, 1,2-propandiol, 1,3-bütandiol, 1,4-bütandiol veya 2,3-bütandiol'dür.
- (6) (1) ila (5)'ten herhangi birine göre diol bileşiminden yapılmış
15 bir polyester ve bir dikarboksilik asit.
- (7) (6)'ya göre polyesterin kalıplanmasıyla üretilen kalıplanmış bir madde.

BULUŞUN ETKİLERİ

20

Mevcut buluş, azaltılmış bir termal ağırlık kayıp oranına ve ayrıca geleneksel polyesterlerin performansını korurken mükemmel renk tonuna sahip bir polyester ortaya koymaktadır. Dahası, mevcut buluş ile elde edilen polyester, mükemmel mekanik özelliklere ve kalıp
25 stabilitesine sahiptir ve ilaveten, yüksek sıcaklıkta eritme kalıplama kullanarak yüksek hızda kalıplamayı mümkün kılar ve sonuç olarak, kalıplanmış bir maddenin fiziksel özellikleri ve verimlilik,

konvansiyonel polyesterlere kıyasla geliştirilecektir.

BULUŞU GERÇEKLEŞTİRMEK İÇİN EN İYİ YÖNTEM

- 5 Mevcut buluşun diol bileşimi, temel bileşen olarak bir diol ve ek olarak, bir alt bileşen olarak elektrik iletkenliğine katkıda bulunan bir madde (bundan sonra "alt bileşen maddesi" olarak anılacaktır) içermesi ile karakterize edilir. Diol, iki hidroksil grubuna sahip olan ve polyester malzemesi olarak dikarboksilik asit ile kullanıldığı
- 10 bilinen bileşiklere yönelik genel bir terimdir. Diolün kendisinin elektrik iletkenliğine sahip olmadığı bilinmektedir. Spesifik diol örnekleri, örneğin etilen glikol, 1,3-propandiol, 1,2-propandiol, 1,3-bütandiol, 1,4-bütandiol, 2,3-bütandiol, 1,5-pentandiol, 1,2-pentandiol, 1,3-pentandiol 1,4-pentandiol, neopentil glikol, 1,6-
- 15 heksandiol, 1,7-heptandiol, 1,8-oktandiol, 1,9-nonandiol, 1,10-dekandiol, dietilen glikol, polietilen glikol, polipropilen glikol ve politetrametilen glikol gibi lineer alifatik diolleri; 2-metil 1,3-propandiol, 3-metil-1,5-pentandiol, 2-metil-1, 8-oktandiol ve 2,2-dietil-1,3-propandiol gibi dallanmış alifatik diolleri; 1,2-
- 20 sikloheksandiol, 1,4-sikloheksandiol, 1,2-sikloheksandimetanol, 1,4-sikloheksandimetanol, 1,3-siklobütandiol, 2,2,4,4,-tetrametil-1,3-siklobütandiol, hidrojene bisfenol A, izosorbit, izomanit ve izoit gibi siklik alifatik diolleri; ve ayrıca hidrokinon, rezorsin, dihidroksibifenil, naftalen diol, dihidroksibenzen ve dihidroksitolüen
- 25 gibi aromatik dioller içermektedir. Mevcut buluşun diol bileşiminde, bu diollerden en az biri ihtiva edilebilir ve iki veya daha fazla diol bulunabilir. Diol bileşimindeki diol içeriği tercihen ağırlıkça % 95 veya daha fazla ve daha çok tercihen ağırlıkça % 99 veya daha

fazladır.

- Diol bileşiminde bulunan alt bileşenli maddelerin örnekleri ise organik asitler, amino asitler, aminler ve amonyak, karbon dioksit ve benzerini içerir. Organik asitlerin belirli örnekleri, yalnız veya
- 5 kombinasyon halinde kullanılabilen, oksalik asit, asetik asit, laktik asit, formik asit, piruvik asit, propiyonik asit, malonik asit, süksinik asit, sitrik asit, glikolik asit, malik asit, n-bütirik asit, izobütirik asit, hidroksi bütirik asit, α -ketoglutarik asit, maleik asit, tartarik asit, glikoksilik asit, sitrakonik asit, pirolütarik asit ve askorbik asit içerir.
- 10 Bu alt bileşen maddelerinin şimdiye kadar polyesterin renklenmesine neden olan bir madde olduğu varsayılmıştır, ve bu alt bileşen maddelerin, polyester malzeme için diol bileşiminde bulundurulmasından şimdiye kadar kaçınılmıştır. Ancak mevcut buluş, bir diol bileşiminin elektriksel iletkenliğini kontrol etmek için
- 15 bu alt bileşen maddelerin pozitif bir şekilde ihtiva edilmesi ve bir polyesterin termal ağırlık kayıp oranını bu şekilde azaltmak için diol bileşiminin bir polyester malzeme olarak kullanılması ile karakterize edilir.

- Spesifik olarak, mevcut buluşa ait diol bileşimi, alt bileşen maddeler
- 20 içermesi sebebiyle, 0.6 ila 30 mS/m'lik elektrik iletkenliğine sahip olması ile karakterize edilir. Diol bileşiminin elektriksel iletkenliği, bir platin siyah elektrotun ağırlıkça % 16.67 oranında bir diol bileşimi konsantrasyonu ile sulu bir diol bileşim çözeltisine 23°C'de daldırıldığında ölçülen elektriksel iletkenlik oranını belirten bir
- 25 değerdir, ve elektriksel iletkenlik, su kalitesinin belirlenmesi için bir cihazdaki bir elektriksel iletkenlik hücresi kullanılarak ölçülebilir. Diol bileşiminin elektriksel iletkenliği, diol bileşimindeki alt bileşen maddelerinin içeriği ile korelasyonludur, ve bu nedenle, diol

bileşiminin elektriksel iletkenliği, alt bileşen maddelerin içeriğinin kontrol edilmesiyle kontrol edilebilir. Diol bileşiminin elektriksel iletkenliği bu aralık içinde olduğunda, diol bileşiminden yapılan bir polyesterin termal ağırlık kayıp oranı azalmaktadır. Ancak, 0.6 mS/m'den daha düşük bir elektriksel iletkenlik tercih edilmez, çünkü bir polyesterin termal ağırlık kayıp oranını arttırır, ve 30 mS/m'den daha fazla bir elektriksel iletkenlik tercih edilmez çünkü bu, polyester polimerizasyonunu inhibe eder ve moleküler ağırlığı, erime noktasını ve bir polyester verimini azaltır. Alt bileşenli maddelerden dolayı polyesterin renklenmesinin önlenmesi bakış açısından, diol bileşiminin elektriksel iletkenliğinin üst sınırı tercihen 10 mS/m'den daha fazla değildir ve daha çok tercihen 3 mS/m'den fazla değildir.

Mevcut buluşa ait diol bileşimi, tercihen 5 ila 7.5 arasında bir pH'a sahiptir. Diol bileşiminin pH'ı, ağırlıkça % 16.67'lik bir diol bileşim konsantrasyonlu 23°C'de sulu bir diol bileşim çözeltisinin pH'ıdır. PH 5'ten az olduğunda, polyester polimerizasyonunda yan ürün üretimi ve verim düşüşüne yol açılabilir. PH değeri 7.5'ten yüksek olduğunda, 5'ten daha düşük bir pH'taki durumla aynısı gerçekleşir ve ek olarak, fazla miktarda bir amin bileşiği mevcut olduğunda, polyesterin renklenmesine ve kötü kokuya yol açılabilir. pH daha tercihen 6 ila 7 arasındadır. Diol bileşiminin pH'ı, 0.6 ila 30 mS arasındaki elektriksel iletkenlik aralığında asit veya alkali ilave edilerek uygun şekilde kontrol edilebilir.

Diol bileşiminde bulunan diol, asetilen, maleik anhidrit veya petrolden (bundan sonra petrol türevi diol olarak anılacaktır) yapılan propilen oksitten bilinen organik kimyasal katalitik reaksiyonların bir kombinasyonu aracılığıyla elde edilen saflaştırılmış bir diol olduğunda, yukarıda bahsedilen alt bileşen maddeler katışkı olarak

bulunmaz veya bulunduğunda sonsuz küçüktür ve böylece diol bileşiminin elektrik iletkenliği, alt bileşen maddelerin saflaştırılmış diole uygun şekilde eklenmesiyle istenen bir aralıkta olacak şekilde kontrol edilebilir.

- 5 Diol bileşiminde bulunan diol, biyokütle kaynaklarından yapılan bir diol olduğunda (bundan sonra biyokütle kaynak türevi diol olarak anılacaktır), biyokütle türevi alt bileşen maddeleri, bir diol üretme işlemi sırasında katışkılar olarak bulunabilirler, ve böylece diol bileşiminde bulunan alt bileşen maddelerin miktarı, diol saflaştırma
10 işleminin kontrol edilmesiyle kontrol edilebilir, ve bu sayede karşılık olarak, diol bileşiminin elektriksel iletkenliği kontrol edilebilir.

Biyokütle kaynaklarının belirli örnekleri glukoz, mannoz, galaktoz, fruktoz, sorboz ve tagatoz gibi heksozlar ve arabinoz, ksiloz, riboz, ksiloz ve ribuloz gibi pentozlar gibi monosakaritleri; pentosan,
15 sukroz, nişasta ve selüloz gibi disakaritleri/polisakaritleri; bütirik asit, kaproik asit, kaprilik asit, kaprik asit, laurik asit, miristik asit, palmitin asit, palmitoleik asit, stearik asit, oleik asit, linoleik asit, linolenik asit, monokutinik asit, arakidik asit, eikosenoik asit, arakidonik asit, behenik asit, erüsik asit, dokosapentaenoik asit,
20 dokosaheksaenoik asit, lignoserik asit ve serakoreik asit gibi yağ asitlerini; ve gliserin, mannitol, ksilitol ve ribitol gibi polialkollerini içerir.

Biyokütle kaynak-türevi diol, bilinen organik kimyasal katalitik reaksiyonların bir kombinasyonu aracılığıyla biyokütle
25 kaynaklarından elde edilebilir, dikarboksilik asit, dikarboksilik anhidrid veya biyokütle kaynaklarını asimile edebilen mikroorganizmaların kimyasal reaksiyonla asimile edilebilmesiyle elde edilen siklik eter gibi bir ara ürünün dönüştürülmesiyle elde

edilebilir, veya biyokütle kaynaklarını asimile edebilen mikroorganizmaların doğrudan kültürlenmesi yoluyla elde edilebilir.

Örneğin, bir biyokütle kaynağı olarak pentoz kullanıldığında, bilinen organik kimyasal katalitik reaksiyonların bir kombinasyonu yoluyla
5 biyokütle kaynaklarından bir diol elde etme yöntemi için, bütandiol gibi bir diol, bilinen bir dehidrasyon reaksiyonu ve katalitik reaksiyonun bir kombinasyonu ile kolayca elde edilebilir.

Biyokütle kaynak türevi bir ara ürünü kimyasal reaksiyon ile bir diole dönüştürmek için bilinen yöntemlerden biri, bilinen bir mikrobiyal
10 kültür tarafından elde edilen dikarboksilik asidi bir diol elde etmek için bir indirgeme katalizörü ile hidrojene etmektir. 1,4-bütandiol durumunda, yöntemin örnekleri, örneğin süksinik asit, süksinik anhidrit, süksinik asit ester, maleik asit, maleik anhidrit, maleik asit ester, tetrahidrofuran veya bilinen mikrobiyal kültür ile elde edilmiş
15 γ -butirolaktonun kimyasal senteze ile 1,4-bütandiol'e dönüştürülmesini içerir, ve süksinik asidi bir indirgeme katalizörü ile hidrojenleyerek 1,4-bütandiol elde edilmesi verimlidir ve tercih edilir.

Biyokütle kaynaklarını asimile edebilen mikroorganizmaların
20 fermantasyonu ile doğrudan bir diol elde etmek için bilinen yöntemlerin örnekleri W02007/097260 dokümanında açıklanan 1,3-propandiol veya 1,4-bütandiol üretim yöntemini, W02005/073364 dokümanında açıklanan 1,2-propandiol üretim yöntemini, ve Japon Patent No. 4380654'te tarif edilen etilen glikol üretim yöntemini içerir.
25 Dahası, son zamanlarda mikrobiyal metabolik mühendislik ve genetik mühendisliğinin gelişmesiyle birlikte, mikroorganizmaların doğrudan kültürlenmesiyle çeşitli diollerin elde edilmesine yönelik süreçlerin gelecekte geliştirilmesi tamamen öngörülmektedir.

Tercih edilen biyokütle kaynak türevi dioller, bilinen teknolojik diol üretim seviyesi bakımından, etilen glikol, 1,3-propandiol, 1,2-propandiol, 1,3-bütandiol, 1,4-bütandiol, 2,3-bütandiol, 1,5-pentandiol, 1,2-pentandiol, 1,3-pentandiol 1,4-pentandiol, neopentil
 5 glikol, dietilen glikol, 1,6-heksandiol, 1,7-heptandiol, 1,8-oktandiol, 1,9-nonandiol, 1,10-dekandiol gibi lineer alifatik diollerdir, dietilen glikol, polietilen glikol, polipropilen glikol ve politetrametilen glikol gibi lineer alifatik diolleri, ve etilen glikol, 1,3-propandiol, 1,2-propandiol, 1,3-bütandiol, 1,4-bütandiol ve 2,3-bütandiol daha çok
 10 tercih edilir.

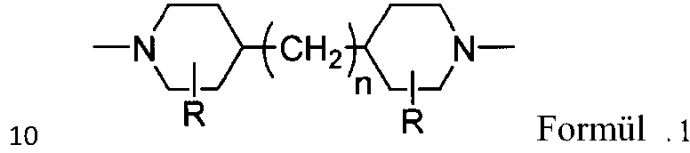
Mevcut buluşun diol bileşimini bir petrol türevi diolden hazırlamak amacıyla, alt bileşen maddeler petrol türevi diollere uygun şekilde eklenebilir, çünkü alt bileşen maddeler yukarıda bahsedildiği üzere petrol türevi diolde bulunmamaktadır.

15 Mevcut buluşun diol bileşimini bir biyokütle kaynak türevi diolden hazırlama yönteminde, diolün, biyokütle kaynak türevi ürününün kimyasal reaksiyonuyla elde edildiği durumlarda, biyokütle kaynak türevi alt bileşen maddeleri bazen ara ürünün saflaştırılması aşamasında çıkarılır ve bu durumda alt bileşen maddeleri uygun
 20 olduğu üzere eklenebilir. Diolün, biyokütle kaynaklarını asimile edebilen mikroorganizmaların doğrudan kültürlenmesi yoluyla elde edildiği durumlarda, bir diol içeren kültür çözeltisinin saflaştırılması, biyokütle kaynak türevi alt bileşen maddelerin içeriğinin kontrol edilmesini ve diol bileşiminin elektrik iletkenliğinin kontrol
 25 edilmesini sağlar. Yukarıda bahsedildiği üzere, biyokütle kaynak türevi bir diolde bulunabilen alt bileşen maddelerinin, polyesterin renk tonunun bozulmasına neden olan bir madde olduğu kabul edilmiştir, ve önceki tekniğe ait bir amaç ise, biyokütle kaynak türevi diol içeren

bir çözeltiyi yüksek seviyede saflaştırarak biyokütle kaynak türevi alt bileşen maddelerini mümkün olduğu kadar çıkarmak olmuştur. Bu nedenle, teknolojik bir fikir olarak saflaştırmanın, biyokütle kaynak türevi alt bileşen maddelerinin bir diol bileşiminin elektrik iletkenliğini kontrol etmeyi sürdüreceği şekilde istemli olarak gerçekleştirildiği bilinmemiştir. Örneğin, JP 2007-502325 W dokümanı, nanofiltrasyon membranı saflaştırmasını kullanan, diolün yüksek seviyede saflaştırılması yöntemini açıklar, ancak bu yöntemle elde edilen bir diol bileşiminin elektrik iletkenliğinin 0.6 mS/m'den daha düşük olduğu tahmin edilmektedir (bakınız JP 2007-502325 W, paragraf [0130]). Dahası, JP 2010-150248 A dokümanı, diol içeren bir çözeltinin saflaştırılmasına yönelik bir yöntemi açıklar, ancak bu yöntemle elde edilen bir diol bileşiminin elektrik iletkenliğinin, mevcut buluş sahiplerinin deney sonuçlarında, 30 mS/m'den daha yüksek olduğu kanıtlanmıştır (bakınız Örnekler). Böylece, mevcut buluş sahipleri, JP 2010-150248 A' dokümanında açıklanan saflaştırma yönteminin geliştirilmesi ve bir nanofiltrasyon membranı saflaştırma adımı (Adım A) ve bir damıtma adımı (Adım C) (bakınız Örnekler) arasına bir elektrodializ adımının (Adım B) dahil edilmesi suretiyle istenen bir elektrik iletkenliğinin elde edilebileceğini keşfetmek için, mevcut buluşun diol bileşimini bir biyokütle kaynak türevi diolden hazırlamak üzere bir saflaştırma yöntemi üzerinde yoğun olarak çalışmışlardır.

Yukarıda bahsedilen JP 2010-150248 A dokümanında tarif edilen diol saflaştırma yönteminin geliştirilmiş bir yöntemi olan A ila C Adımlarının birleştirildiği bir yöntem, burada mevcut buluşa ait diol bileşimini üretme yöntemlerinin bir örneği olarak ayrıntılı şekilde tarif edilecektir.

Nanofiltrasyon membranı saflaştırma adımı (Adım A), JP 2010-150248 A dokümanında açıklanan yöntemle uygun olarak gerçekleştirilebilir. Kullanılan nanofiltrasyon membranı, tercihen fonksiyonel bir katman olarak poliamid içeren bir nanofiltrasyon
 5 membranı ve daha çok tercihen, temel bileşen olarak köprülü piperazin poliamid içeren bir nanofiltrasyon membranı ve aşağıda fonksiyonel bir katman olarak Formül 1 ile temsil edilen bir bileşen içeren poliamittir.



(burada R, -H veya -CH₃'ü temsil eder ve n, 0 ila 3 arasında bir tam sayıyı temsil eder).

Adım A'da elde edilen diol içeren solüsyon tercihen konsantredir, çünkü eğer diol konsantrasyonu düşükse, diolinkinden daha düşük bir
 15 kaynama noktasına sahip olan suyu gidermek için sonraki Adım C'de büyük enerji gerekir. Nanofiltrasyon membranı geçirgen bir çözeltinin yoğunlaştırılmasının yaygın bir yöntemi, mevcut buluşta uygulanabilen bir yöntem olan, bir buharlaştırıcı gibi bir
 20 yoğunlaştırıcıyı kullanan bir yöntemdir, ancak konsantrasyon için gereken enerji ve zaman devasadır çünkü suyun ısı kapasitesi organik çözücülerinkinden çok daha yüksektir. Bir ters ozmoz membran kullanılması ile yapılan konsantrasyon, bir buharlaştırıcı kullanan konsantrasyondan enerji/maliyet azaltma açısından üstündür ve
 25 tercihen kullanılır. Ters ozmoz membran kullanarak diol içeren bir çözeltinin konsantre edilmesi adımı, JP 2010-150243 A dokümanında

tarif edilen yöntem ile uyumlu olarak gerçekleştirilebilir.

Adım A'da elde edilen diol içeren çözeltiden, nanofiltrasyon membranı saflaştırma adımından sonra kalan alt bileşen maddeler elektrodializ adımı (Adım B) ile daha da giderilebilir. Elektrodializ, 5 iyonik maddelerin, katyon değişim membranları ve anyon değişim membranları yoluyla diol içeren bir çözeltiden çıkarılması yöntemidir. Uygun şekilde seçilebilecek 100, 300 veya 500 gibi molekül ağırlıklı bir kesime sahip iyon değiştirme membranları mevcuttur.

Damıtma adımı (Adım C) JP 2010-150248 A dokümanında tarif 10 edilen yöntem ile uyumlu olarak gerçekleştirilebilir. Ayrıca, diol içeren bir kültür çözeltisini arıtmak suretiyle elektrik iletkenliğini kontrol etmek için soğurucular kullanılabilir. Aktif karbon, zeolit, sentetik reçineler ve benzerleri, bir soğurucu olarak bilinir. Hidrofobik bileşenleri çıkarırken, aktif karbon tercih edilir ve hidrofilik 15 bileşenleri çıkarırken, tercihen hidrofilize zeolit veya sentetik reçine uygulanır.

Ayrıca, diol içeren çözelti kristalleştirilebilir. Kristalizasyon, yüksek konsantrasyonlu bir diol bileşiminin erime noktasına kadar veya daha düşüğüne soğutulduğu ve kristalleşmiş ürünlerin katışkılarından 20 filtrasyon ile ayrıldığı bir işlemdir. Kristalizasyon, benzer bileşiklerin yüksek seçiciliği ve yüksek bir saflaştırma etkisi nedeniyle tercih edilir. Bununla birlikte, soğutma için çok büyük enerji gerektiğinden ve viskoz bileşiklerin filtrasyon yoluyla ayrılması zor olabileceğinden, kristalizasyon tercihen yüksek değerli diol bileşimleri için uygulanır.

25 Mevcut buluşa ait diol bileşimi ile birlikte bir polyester malzemesi olarak kullanılan dikarboksilik asit, bir petrokimyasal yöntemle (organik sentez yöntemi) sentezlenebilir, fermantasyon yöntemiyle mikroorganizmalardan üretilebilir veya bir petrokimyasal yöntem ve

bir fermentasyon yönteminin bir kombinasyonu ile üretilebilir.

Spesifik dikarboksilik asit örnekleri, aromatik dikarboksilik asitler, alifatik dikarboksilik asitler ve alisiklik dikarboksilik asitleri içerir. Aromatik dikarboksilik asitlerin örnekleri tereftalik asit, izoftalik asit, 5 naftalen dikarboksilik asit, ftalik asit, difenildikarboksilik asit, difenil eter dikarboksilik asit, difenoksietan dikarboksilik asit ve 5-sodyum sülfoizoftalik asit içerir; alifatik dikarboksilik asitlerin örnekleri oksalik asit, süksinik asit, adipik asit, sebasik asit, dimer asit, maleik asit ve fumarik asit içerir; ve alisiklik dikarboksilik asitlerin örnekleri 10 1,4-sikloheksandikarboksilik asit ve dekalindikarboksilik asit içerir. Ayrıca dikarboksilik asit, bir fermentasyon yöntemi ile biyokütleden elde edilen bir dikarboksilik asit olabilir. Bunların örnekleri, bir aerobik korinform bakteri olan *Brevibacterium flavum*'un yeniden birleştirici bakterilerinin çoğaltılmasıyla elde edilen ve daha sonra 15 bakterilerin, karbon dioksit içeren bir çözeltide (JP 11-196888 A) anaerobik olarak organik bir ham madde üzerinde etki etmesini sağlayan süksinik asidi içerir. Dahası dikarboksilik asit, bir başlatıcı olarak biyokütle veya mikroorganizma fermentasyon ürünleri kullanılarak kimyasal reaksiyon ve enzim reaksiyonu kombinasyonu 20 ile elde edilen bir dikarboksilik asit olabilir. Bunların örnekleri, oksamidin enzim reaksiyonu (JP 05-38291 A) ile elde edilen oksalik asit, yeniden birleştirici *E. coli* (Journal of American Chemical Society No. 116 (1994) 399-400) kullanan mukonik asidin hidrojenasyon reaksiyonu ile elde edilen adipik asit, ve hintyağından 25 elde edilen sebasik asit içerir. Bu dikarboksilik asitlerin herhangi biri tercihen kullanılabilir; aromatik dikarboksilik asitler tercih edilir ve tereftalik asit daha çok tercih edilir.

Mevcut buluşun diol bileşiminden üretilmiş bir polyester ve bir

dikarboksilik asit üretim yöntemi için, bilinen bir yöntem olduğu gibi kullanılabilir. Örneğin, polyester bir esterleşme reaksiyonu veya bir diol bileşiminin bir dikarboksilik asitle veya bunun ester oluşturunca bir türevini içeren bir dikarboksilik asit bileşimiyle transesterifikasyon reaksiyonunun ve daha sonra bir polikondensasyon reaksiyonunun gerçekleştirilmesiyle üretilir. Bir çözücü kullanan çözelti tepkimesi ve ısı erimesinin gerçekleştirildiği erime tepkimesi gibi herhangi bir tepkime kullanılabilir, ancak erime tepkimesi tercih edilir, çünkü verimli bir şekilde iyi kalitede bir polyester elde edilebilir. Reaksiyonda kullanılan katalizör ve çözücü, diol bileşimi ve dikarboksilik asit bileşimi uyarınca optimize edilebilir. Spesifik olarak, transesterifikasyon yöntemleri ve doğrudan polimerizasyon yöntemleri bir polyester üretme yöntemi olarak bilinir. Örneğin, mevcut bulustaki bir aromatik dikarboksilik asidin bir dialkil esterini ve diol bileşimini kullanan bir transesterifikasyon yöntem, mevcut bulustaki bir aromatik dikarboksilik asit esteri ve diol bileşiminin sentezlenmesinden sonra polikondensasyon reaksiyonunun gerçekleştirildiği bir yöntem, veya bir alifatik dikarboksilik asidin mevcut bulustaki diol bileşimi ile doğrudan bir polimerizasyon reaksiyonu kullanılabilir. Esterifikasyon reaksiyonunda veya transesterifikasyon reaksiyonunda ve ardından polikondensasyon reaksiyonunda, bir küme yöntemi veya bir kesintisiz yöntem uygulanabilir. Her reaksiyonda, karıştırma kabı tipi reaksiyon kapları, karıştırıcı tipi reaksiyon kapları, kule tipi reaksiyon kapları, ekstrüder tipi reaksiyon kapları ve benzeri gibi herhangi bir reaksiyon kabı kullanılabilir. Bu reaksiyon kapları, bunların iki veya daha fazlasının kombinasyonunda kullanılabilir.

Esterifikasyon reaksiyonunda veya transesterifikasyon reaksiyonunda

ve müteakiben polikondensasyon reaksiyonunda, reaksiyonu teşvik etmek için katalizörler kullanılabilir. Bir katalizör işlevi gören bir bileşik olarak, özellikle titanyum bileşikleri, kalay bileşikleri, alüminyum bileşikleri, kalsiyum bileşikleri, lityum bileşikleri, 5 magnezyum bileşikleri, kobalt bileşikleri, mangan bileşikleri, antimon bileşikleri, germanyum bileşikleri, çinko bileşikleri ve benzerleri tercih edilir çünkü bunlar yüksek oranda reaktiftir ve elde edilen polyesterin reaksiyon hızını ve verimini arttırabilir. Transesterifikasyon katalizörlerinin örnekleri alkali metal asetatlar 10 içerir, ve polimerizasyon katalizörlerinin örnekleri germanyum oksit, örneğin bizmut ile az kirletilmiş antimon oksit, ilaveten kobalt ve alkoksi titanat gibi geçiş metali bileşikleri içerir. Bunların arasında, titanyum bileşikleri, kalay bileşikleri, alüminyum bileşikleri, antimon bileşikleri ve germanyum bileşikleri tercih edilir çünkü verimli üretim 15 elde etmek için reaksiyon süresi azaltılabilir; titanyum bileşikleri ve/veya kalay bileşikleri daha fazla tercih edilir, çünkü kristalizasyon özellikleri kolayca kontrol edilir ve termal stabilite, hidroliz direnci ve termal iletkenlik gibi mükemmel niteliklere sahip bir polyester elde edilebilir; ve titanyum bileşikleri, çevre dostu oldukları için hala daha 20 fazla tercih edilmektedir. Titanyum bileşimlerinin örnekleri tetra-n-propil ester, tetra-n-butil ester, tetraizopropil ester, tetraizobutil ester, tetra-tert-butil ester, sikloheksil ester, fenil ester, benzil ester, tolil ester ve bunların karışık esterleri gibi titanik asit esterleri içerir. Hepsinden önce, tetrapropil titanat, tetrabütil titanat ve tetraizopropil 25 titanat tercih edilir, çünkü polyester reçinesi verimli bir şekilde üretilebilir ve özellikle tetra-n-butil titanat ve benzerleri tercihen kullanılır. Kalay bileşiklerinin örnekleri monobütiltin oksit, dibütiltin oksit, metilfeniltin oksit, tetraetiltin oksit, heksaetilditin oksit,

sikloheksaheksilditin oksit, didodesilin oksit, trietiltin hidroksit, trifeniltin hidroksit, triizobütilin asetat, dibütiltin diasetat, difeniltin dilaürat, monobütil triklorür, dibütiltin diklorür, tribütiltin klorür, dibütiltin sülfid, bütildihidroksitin oksit, metil stannik asit, etil stannik asit ve bütildihidroksit içerir, bunların arasından özellikle monoalkiltin bileşikler tercih edilir çünkü polyesterler verimli bir şekilde üretilir. Katalizör işlevi gören bu tür bileşikler, tek başlarına veya esterleşme reaksiyonunda veya transesterifikasyon reaksiyonunda ve ardından polikondensasyon reaksiyonunda kombinasyon halinde kullanılabilir. Ekleme zamanlaması için, ham maddelerin eklenmesinden hemen sonra ekleme, ham maddelerle birlikte ekleme veya reaksiyon sırasında ekleme yapma gibi herhangi bir yöntem kullanılabilir. Bir katalizör işlevi gören bileşiklerin miktarı, titanyum bileşikler durumunda, üretilen polyesterin ağırlığına göre 100 parça bazında ağırlıkça % 0.01 ila 0.3 parça aralığındadır. Polimerin termal stabilitesi, renk tonu ve reaktivitesi bakımından, daha tercih edilir ağırlıkça 0.02 ila 0.2 parça ve yine daha da tercih edilir ağırlıkça 0.03 ila 0.15 parça aralığındadır.

Mevcut buluşun polyesterini üretmede, normal katkı maddeleri, örneğin, bir veya daha fazla UV soğurucu, ısı stabilizatörü, yağlayıcı, kalıp ayırıcı kimyasal, boyalar ve pigment içeren renklendirici maddeler ve benzerleri, mevcut buluşun amacı bozulmadığı sürece ısı direnci, renk tonu, hava şartlarına dayanıklılık, dayanıklılık veya benzerleri geliştirmek amacıyla ilave edilebilir.

Mevcut buluşun polyesteri, diol bileşimi ve yukarıda açıklanan hammaddeler olarak tarif edilen dikarboksilik asit kullanılarak elde edilen ve spesifik örneği aşağıdaki polyesterleri içeren bir polyesterdir.

Bir temel bileşen olarak etilen glikol içeren bir diol bileşiminden üretilmiş polyester örnekleri diol bileşimi ve süksinik asidin (polietilen süksinat) polyesteri, diol bileşimi ve adipik asidin (polietilen adipat) polyesteri, diol bileşimi ve süksinik asit ve adipik asidin polyesteri, diol bileşimi ve oksalik asidin polyesteri, diol bileşimi ve sebasik asidin polyesteri, diol bileşimi ve tereftalik asidin (polietilen tereftalat) polyesteri ve diol bileşiminin ve naftalen dikarboksilik asidin (polietilen naftalat) polyesterini içermektedir.

Bir temel bileşen olarak 1,3-propandiol içeren bir diol bileşiminden üretilmiş polyester örnekleri diol bileşimi ve süksinik asidin polyesteri, diol bileşimi ve adipik asidin polyesteri (politrimetilen adipat), diol bileşimi ve süksinik asit ve adipik asidin polyesteri, diol bileşimi ve oksalik asidin polyesteri, diol bileşimi ve sebasik asidin polyesteri (politrimetilen sebakat) ve diol bileşimi ve tereftalik asidin polyesteri (politrimetilen tereftalat) içermektedir.

Bir temel bileşen olarak 1,2-propandiol içeren bir diol bileşiminden üretilmiş polyester örnekleri diol bileşimi ve süksinik asidin polyesteri, diol bileşimi ve adipik asidin polyesteri, diol bileşimi ve süksinik asit ve adipik asidin polyesteri, diol bileşimi ve oksalik asidin polyesteri, diol bileşimi ve sebasik asidin polyesteri ve diol bileşimi ve tereftalik asidin polyesteri içermektedir.

Bir temel bileşen olarak 1,3-bütandiol içeren bir diol bileşiminden üretilmiş polyester örnekleri diol bileşimi ve süksinik asidin polyesteri, diol bileşimi ve adipik asidin polyesteri, diol bileşimi ve süksinik asit ve adipik asidin polyesteri, diol bileşimi ve oksalik asidin polyesteri, diol bileşimi ve sebasik asidin polyesteri ve diol bileşimi ve tereftalik asidin polyesteri içermektedir.

Bir temel bileşen olarak 1,4-bütandiol içeren bir diol bileşiminden

5 üretilmiş polyester örnekleri diol bileşiminin ve süksinik asidin polyesteri (polibütülen süksinat), diol bileşiminin ve adipik asidin polyesteri, diol bileşiminin ve süksinik asit ve adipik asidin polyesterini (polibütülen süksinat adipat), diol bileşimi ve oksalik asidin polyesteri, diol bileşimi ve sebasik asidin polyesteri, diol bileşimi ve tereftalik asidin polyesteri (polibütülen tereftalat), diol bileşimi ve süksinik asit ve tereftalik asidin polyesteri (polibütülen süksinat tereftalat) ve diol bileşimi ve naftalen dikarboksilik asidin polyesterini (polibütülen naftalat) içermektedir.

10 Bir temel bileşen olarak 2,3-bütandiol içeren bir diol bileşiminden üretilmiş polyester örnekleri diol bileşimi ve süksinik asidin polyesteri, diol bileşimi ve adipik asidin polyesteri, diol bileşimi ve süksinik asit ve adipik asidin polyesteri, diol bileşimi ve oksalik asidin polyesteri, diol bileşimi ve sebasik asidin polyesteri ve diol bileşimi ve tereftalik asidin polyesteri içermektedir.

Ayrıca, mevcut buluşun diol bileşimine bir üçüncü bileşen olarak bir kopolimer bileşeni ilave edilmesiyle elde edilen kopolyesterler ve yukarıda açıklanan dikarboksilik asit aynı zamanda mevcut buluşun polyesterine dahil edilir. Kopolimer bileşenlerinin spesifik örnekleri, 20 bifonksiyonel hidroksikarboksilik asitler, tri veya daha fazla fonksiyonel (çapraz bağlı bir yapı oluşturmak için) polihidrik alkoller, tri- veya daha fazla fonksiyonel polikarboksilik asit ve/veya bunların anhidritleri ve tri- veya daha fazla fonksiyonel hidroksikarboksilik asitten oluşan gruptan seçilen en az bir polifonksiyonel bileşiği içerir.

25 Bu kopolimer bileşenleri arasında, özellikle, bifonksiyonel ve/veya tri veya daha fazla fonksiyonel hidroksikarboksilik asitler uygun şekilde kullanılır, çünkü yüksek polimerize edilmiş kopolyesterin kolayca üretilebilme eğilimi vardır. Hepsinden önemlisi, bir tri- ya da daha

fazla fonksiyonel hidroksikarboksilik asit kullanmak en çok tercih edilen yöntemdir, çünkü çok küçük miktarlarda kullanılsa bile, yüksek oranda polimerleşmiş polyester aşağıda bahsedilen bir zincir uzatıcı kullanılmadan kolayca üretilebilir. Kopolyesterlerin spesifik örnekleri, 5 üçüncü bir bileşen olarak laktik asit içeren polyesterler (ör. polibütlen süksinat laktat) ve üçüncü bir bileşen olarak bisfenol A içeren polyesterler (ör. polibütlen süksinat karbonat) içerir.

Mevcut buluşa ait polyesterin fiziksel özellik değerlerinin özelliklerinden biri, bir hammadde olarak 0.6 ila 30 mS/m elektrik 10 iletkenliğine sahip bir diol bileşimi kullanılmasıyla, termal ağırlık kayıp oranının, bilinen diollerden üretilen polyesterlere kıyasla azaltılmasıdır. Termal ağırlık kayıp oranı, bir polyester örneği, polyesterin erime noktasında veya yakınında belirli bir süre tutulduğu zaman hesaplanan ağırlık kayıp oranının bir değeridir. Örneğin, ölçme 15 sıcaklığına (W1) ısıtıldıktan 10 dakika sonra bir ağırlıktan hesaplanan bir değerdir, böylece, polyesterde su/çözücünün etkisi yoktur ve aşağıdaki Denklem 1 kullanılarak ısıtmadan (W2) 30 dakika sonra bir ağırlıktır.

$$20 \quad \text{Termal ağırlık kayıp oranı (\%)} = \{(W1 - W2)/W1\} \times 100 \text{ (Denklem 1)}$$

Denklem 1 ile hesaplanan mevcut buluşun polyesterinin tercih edilen termal ağırlık kayıp oranı, polyesterin türüne bağlı olarak değişebilir, ancak, genel olarak, tercihen % 0.3 veya daha düşük, daha tercihen % 25 0.2 veya daha düşük ve yine daha çok tercihen % 0.1 veya daha düşüktür. Bir polyesterin, % 0.3'ten biraz daha yüksek bir termal ağırlık kayıp oranı olsa bile, polyester, eşya plastikleri olarak

- kullanılabilir bir seviyededir. Bununla birlikte, polyester erime koşulları altında oluşturulduğundan, polyesterin termal ağırlık kayıp oranı % 0.3 veya daha düşük olduğunda, mükemmel mekanik özelliklere ve kalıplama stabilitesine sahip yüksek kaliteli polyester kalıplı bir ürün elde edilebilir, ve ayrıca, polyester yüksek sıcaklıkta eritme kalıplamaya dayandığından yüksek hızlı kalıplama gerçekleştirilebilir. % 0.3 veya daha düşük aralık içinde, polyesterin termal ağırlık kayıp oranı ne kadar düşük olursa, elde edilen polyester kalıplı ürünün kalitesi de o kadar yüksek olur.
- 10 Dahası, bir diol bileşiminin, bir polyester materyalin elektrik iletkenliği 0.6 ila 30 mS/m olduğunda, renk tonunda da mükemmel olan bir polyester ortaya konur. Renk tonu sarılık (YI değeri) ile belirlenir ve mevcut buluşun polyesterinin sarılık (YI değeri) üst sınırı tercihen 30'dan yüksek değildir, daha tercihen 20'den yüksek değildir
- 15 ve yine daha da tercihen 10'dan daha yüksek değildir. Bir polyester 30'dan daha yüksek bir YI değerine sahip olsa bile polyester, eşya plastikleri olarak kullanılabilecek yeterliliktedir, çünkü polyesterin mekanik özellikleri üzerindeki etkisi azdır. Ancak, 30'dan yüksek olmayan bir YI, mükemmel renk tonuna sahip daha yüksek kaliteli
- 20 polyester kalıplı bir ürün sağlar. Burada YI değeri, JIS K7105 dokümanına göre olan yöntem tarafından hesaplanan bir değerdir.
- Mevcut buluşun polyesteri, çeşitli uygulamalar için elde edilen reçine bileşiminin kullanılması için uygun şekilde eşya termoplastik reçineleri ile karıştırılabilir. Emtia termoplastik reçinelerinin
- 25 örneklerine polietilen, polipropilen, etilen-vinil asetat kopolimer ve etilen- α -olefin kopolimer gibi poliolefin reçineleri; polivinil klorür, poliviniliden klorür, klorlu poliolefinler ve poliviniliden florür gibi

halojen içeren reçineler; polistiren ve akrilonitril-bütadien-stiren kopolimer gibi stiren reçineleri; polietilen tereftalat ve polibütilen tereftalat gibi polyester reçineleri; poliizopren, polibütadien, akrilonitril-bütadien kopolimer kauçuğu, stiren-bütadien kopolimer kauçuğu ve stiren-izopren kopolimer kauçuğu gibi elastomerler; 5 naylon 6,6 ve naylon 6 gibi poliamid reçineleri; ayrıca, polivinil asetat; metakrilat reçineleri; polikarbonat reçineleri; poliasetal; polifenilen oksit; ve poliüretan dahildir. Çeşitli özellikleri kontrol etmek için çeşitli uyumlulaştırıcılar kombinasyon halinde 10 kullanılabilir.

Dahası, mevcut buluşun polyesteri, ortaya çıkan bileşimin çeşitli uygulamalar için kullanılması adına çeşitli bilinen konvansiyonel katkı maddeleri ile harmanlanabilir. Katkı maddelerinin örnekleri reçine için, kristal çekirdeklendiriciler, antioksidanlar, antiblokaj 15 maddeleri, UV soğurucular, ışık stabilizatörleri, plastikleştiriciler, ısı stabilizatörleri, renklendirici maddeler, alev geciktiriciler, kalıp ayırıcı maddeler, antistatik maddeler, buğulanma önleyici maddeler, yüzey ıslanabilirlik geliştiricileri, yanma maddeleri, pigmentler, yağlayıcılar, dağıtıcı maddeler ve çeşitli yüzey etken maddeler gibi katkı maddeleri 20 içerir.

Dahası, mevcut buluşun polyesteri, ortaya çıkan bileşimin çeşitli uygulamalar için kullanılması adına çeşitli bilinen konvansiyonel dolgu maddeleri ile harmanlanabilir.

İnorganik dolgu maddelerinin örnekleri, susuz silika, mika, talk, 25 titanyum oksit, kalsiyum karbonat, iki atomlu toprak, alloptan, bentonit, potasyum titanat, zeolit, sepiyolit, smektit, kaolin, kaolinit, cam elyaf, kalker, karbon, wollastonit, kalsine perlit, ve silikatlar (ör. kalsiyum silikat ve sodyum silikat) gibi tuzlar, alüminyum oksit,

magnezyum karbonat, hidroksit (ör. kalsiyum hidroksit), ferrik karbonat, çinko oksit, demir oksit, alüminyum fosfat ve baryum sülfat içermektedir.

Organik dolgu maddelerinin örnekleri, ham nişasta, modifiye nişasta, 5 küspe, kitin/kitosan, hindistancevizi kabuğu tozu, ağaç tozu, bambu tozu, kabuk tozu, ve kenaf, saman ve benzerlerinin tozunu içermektedir.

Yukarıda açıklanan bileşimin hazırlanmasında, konvansiyonel olarak bilinen her karıştırma/yoğurma tekniği uygulanabilir. Kullanılabilecek 10 karıştırıcı örnekleri, yatay silindirik karıştırıcılar, V-şekilli karıştırıcılar, çift koni karıştırıcılar, şerit karıştırıcılar ve süper karıştırıcılar gibi karıştırıcılar ve çeşitli kesintisiz karıştırıcıları içermektedir. Kullanılabilecek yoğurucu örnekleri, rulo ve iç 15 karıştırıcılar, tek aşamalı ve iki aşamalı kesintisiz yoğurucular, çift vidalı ekstrüderler ve tek vidalı ekstrüderler gibi toplu yığın tipi yoğurucuları içerir. Yoğurma yöntemlerinin örnekleri, çeşitli katkı maddelerinin, dolgu maddelerinin ve termoplastik reçinelerin ısıtılmış bir eriyiğe eklendiği ve karıştırıldığı bir yöntemi içermektedir. Dahası, yukarıda açıklanan çeşitli katkı maddelerini homojen olarak dağıtmak 20 için harmanlama yağı veya benzeri de kullanılabilir.

Mevcut buluşun polyesteri, kalıplanmış bir ürün elde etmek adına eşya plastiklere uygulanabilen bilinen bir kalıplama yöntemine tabi tutulabilir. Kalıplama yöntemlerinin örnekleri, kompresyon kalıplama (kompresyon kalıplama, laminasyon kalıplama, damgalanabilir 25 kalıplama), enjeksiyon kalıplama, ekstrüzyon kalıplama ve koekstrüzyon kalıplama (şişirme yöntemi veya T -kalıp takımı yöntemi ile film ekstrüzyonu, laminasyon, levha ekstrüzyonu, boru ekstrüzyonu, tel/kablo ekstrüzyonu, profil ekstrüzyonu), içi boş

- kalıplama (çeşitli üfleme kalıplamaları), kalenderleme, köpük kalıplama (erime köpük kalıplama, katı faz köpük kalıplama), katı şekillendirme (tek eksenli gerdirme, çift eksenli gerdirme, haddelme, yönlendirilmiş dokuma olmayan kumaş oluşumu, termo şekillendirme
- 5 [vakum şekillendirme, hava basınçlı şekillendirme], plastik şekillendirme), toz kalıplama (rotasyon kalıplama) ve çeşitli dokuma olmayan kumaş şekillendirmeyi (kuru yöntem, yapıştırma yöntemi, dolaştırım yöntemi, bükerek bağlama yöntemi ve benzeri) içermektedir.
- 10 Yukarıda açıklanan kalıplama yöntemleri ile, tek katmanlı film, çok katmanlı film, gerdirilmiş film, çektirilmiş film, laminat film, tek katmanlı levha, çok katmanlı tabaka, gerdirilmiş levha, boru, tel/kablo, monofilament, multifilament, çeşitli dokuma olmayan kumaşlar, düz iplik, elyaf, kıvrılmış elyaf, gerdirilmiş şerit veya bant,
- 15 çizgili bant, ayırık iplik, kompozit elyaflar, üfleme şişeler ve köpük gibi çeşitli kalıplanmış ürünler elde edilebilir. Elde edilen kalıplanmış eşyaların, alışveriş torbaları, çöp torbaları, tarımsal filmler gibi çeşitli filmler, kozmetik kapları, deterjan kapları, yiyecek kapları ve ağartma maddesi için kaplar gibi çeşitli kaplar, giysiler, oltalar, balık ağları,
- 20 ipler, bağlayıcı malzemeler, cerrahi iplik, hijyenik amaçlı örtü stok malzemeleri, soğutma kutuları, tampon malzemeleri, tıbbi malzemeler, elektrikli cihaz malzemeleri, ev aletleri için muhafazalar, otomobil malzemeleri, inşaat mühendisliği ve inşaat malzemeleri, kırtasiye ve benzerleri için kullanılması beklenmektedir.

25

ÖRNEKLER

Mevcut buluş burada ayrıntılı olarak tarif edilecektir, ancak mevcut buluş aşağıdaki örneklerle sınırlı değildir. Örneklerdeki özellik değerleri aşağıdaki ölçüm yöntemleriyle belirlenmiştir.

5 A. Diol Bileşiminin Elektriksel İletkenliği

Bir multi su kalitesi ölçüm cihazına (DKK-TOA CORPORATION tarafından imal edilen MM-60R), düşük elektrik iletkenliği için bir elektriksel iletkenlik hücresi (DKK-TOA CORPORATION tarafından imal edilen CT-57101C) monte edildi, ve elektrik iletkenliğini ölçmek için ağırlıkça % 16.67'lik bir diol bileşim konsantrasyonu ile 23°C'de sulu bir diol bileşim çözeltisine daldırıldı. Elde edilen ölçülen değer, diol bileşiminin elektriksel iletkenliğini hesaplamak üzere 6 ile çarpıldı.

15

B. Diol Bileşiminin pH'ı

Bir multi su kalitesi ölçüm cihazına (DKK-TOA CORPORATION tarafından imal edilen MM-60R), organik çözücü için bir pH kombinasyon elektrotu (DKK-TOA CORPORATION tarafından imal edilen ELP-031) monte edildi ve pH'ını ölçmek için ağırlıkça % 16.67'lik bir diol bileşim konsantrasyonu ile 23°C'de sulu bir diol bileşim çözeltisine daldırıldı.

25 C. Polyesterin Termal Ağırlık Kayıp Oranı

Termogravimetrik bir analizör (TG/DTA7200, SII NanoTechnology Inc. tarafından imal edilmiştir) içine 10 mg miktarında bir polyester

numune yerleştirildi ve 250°C'de tutuldu. 250°C'de 10 dakika (W1) tutulduktan sonra ve 30 dakika sonra (W2) ağırlık ölçüldü ve ağırlık kaybı oranı yukarıda açıklanan Denklem 1 kullanılarak hesaplandı.

5 D. Polyesterin YI Değeri

Bir polyesterin tonunu değerlendirmek için, JIS K7105 uyarınca bir renk tonu ölçüm cihazı (NIPPON DENSHOKU INDUSTRIES CO., LTD. tarafından imal edilen SZ-

10 Σ80 Model renkmetre) kullanılarak ölçümler yapıldı.

Karşılaştırmalı Örnek 1: Petrol Türevi 1,3-Propanediolden Üretilen Polyester

15 Elektrik iletkenliği 0.1 mS/m ve pH değeri 7.5 olan bir 304 g'lık 1,3-propandiole (Wako Pure Chemical Industries, Ltd.'den temin edilebilir), 388 g dimetil tereftalat (Wako Pure Chemical Industries, Ltd.'den temin edilebilir) ve bir katalizör olarak tetrabütil titanat ilave edildi, ve esterifikasyon reaksiyonu, karıştırma ile 140°C ila 230°C'de

20 gerçekleştirildi. Dahası, bir polietilen metilen tereftalat prepolimerini elde etmek adına, 250°C sıcaklıktaki sabit koşullar altında 3 saat boyunca polikondensasyon reaksiyonu yürütüldü. Elde edilen prepolimer, 120°C'de 1 saat boyunca önden kurutuldu ve daha sonra, poltrimetilen tereftalat (PTT) elde etmek için 1.2 ila 0.7 hPa'lık bir

25 indirgenmiş basınç altında 4 saat boyunca 200°C'de katı fazda polimerleştirildi. Elde edilen PTT'nin termal ağırlık kaybı oranı % 0.33 olarak ölçülmüştür. PTT'nin YI değeri 6 oldu.

Örnekler 1 ila 3: Petrol Türevi 1,3-Propanediol bileşiminden (Propiyonik Asit Katkılı) Üretilen Polyester

Karşılaştırma Örneği 1'deki 304 g petrol türevi 1,3-propandiole (Wako
 5 Pure Chemical Industries, Ltd.'den temin edilebilir), propiyonik asit (Wako Pure Chemical Industries, Ltd.'den temin edilebilir), diol bileşimlerini hazırlamak üzere 0.4 g (Örnek 1), 1.0 g (Örnek 2) ve 3.9 g (Örnek 3) miktarlarında ilave edildi. Diol bileşimlerinin elektrik iletkenlikleri, 0.7 mS/m, 1.3 mS/m ve 4.8 mS/m idi ve pH'ları, pH 6.2, pH 5.7 ve pH 5.1 idi. Elde edilen 1,3-propandiol bileşimine, bir katalizör olarak 388 g dimetil tereftalat ve tetrabütil titanat eklendi, ve PTT'nin polimerizasyonuna yönelik olarak, Karşılaştırma Örneği 1'deki prosedürün aynısı gerçekleştirildi. Elde edilen PTT'lerin termal ağırlık kayıp oranları % 0.27 (Örnek 1), % 0.28 (Örnek 2) ve % 0.28 (Örnek 3) olarak ölçüldü. PTT'lerin YI değerleri 6 (Örnek 1), 7 (Örnek 2) ve 6 (Örnek 3) idi.

Örnek 4: Biyokütle Kaynak Türevi 1,3-Propandiyol Bileşiminden İmal Edilen Polyester (Biyokütle Kaynak Türevi Diol Bileşiminin
 20 Hazırlanması)

W02007/097260 dokümanının Örnek 19'unda tarif edilen yöntemle göre elde edilen bir biyokütle kaynak türevi 1,3-propandiol içeren kültür çözeltisi, membranın geçirgen olmayan tarafındaki katışkıları filtrelemek için bir nanofiltrasyon membranı (SU-610: TORAY
 25 INDUSTRIES, INC'den temin edilebilir) ile filtrelenir, ve 1,3-propandiol içeren geçirgen saflaştırılmış bir çözelti, geçirgen taraftan elde edilmiştir. Geçirgen saflaştırılmış çözelti, katyonik katışkıları ve anyonik katışkıları gidermek için elektrodialize tabi tutulmuştur.

Micro Acilyzer EX3B (ASTOM Corporation tarafından imal edilen) bir elektrodializör olarak kullanılmıştır ve özel kartuşlar (etkili membran alanı: 550 cm²), katyon ve anyon değiştirme membranı olarak kullanılmıştır. Elektrolit bir çözelti olarak 1 N sodyum hidroksit kullanılarak, elektrodializ 30 V'da gerçekleştirildi ve mevcut değer 0.2 A veya daha düşük olduğunda bir akımın geçmesi durduruldu. 1,3-propandiol içeren çözelti geri kazanıldı ve bir buharlaştırıcıda konsantre edildi. Ayrıca, 1,3-propandiol konsantre edilmiş çözelti, su dahil düşük kaynama noktalı bileşenleri damıtmak üzere indirgenmiş basınç altında (5 mmHg, sabit sıcaklık: 130°C) damıtıldı, ve daha sonra, temel bileşen olarak 1,3-propandiol içeren bir diol bileşimi elde edildi. Elde edilen 1,3-propandiol bileşimi, 28 mS/m'lik bir elektriksel iletkenliğe ve 5.1'lik bir pH'a sahipti.

15 (Polyesterin Termal Ağırlık Kayıp Oranı ve YI Değeri)

Yukarıda açıklanan, 304 g miktarında 1,3-propandiol bileşimi, PTT elde etmek için Karşılaştırma Örneği 1'dekiyle aynı şekilde polikondense edildi. PTT'nin termal ağırlık kayıp oranı % 0.30 olarak ölçüldü. PTT'nin YI değeri, petrol türevi 1,3-propandiol bileşimlerinin değerlerinden biraz daha yüksek olan 15'ti, ancak PTT, polyester olarak kullanılmak üzere yeterli olan mükemmel bir kaliteye sahipti.

25 Karşılaştırmalı Örnek 2: Biyokütle Kaynak Türevi 1,3-Propandiyol Bileşiminden İmal Edilen Polyester (Biyokütle Kaynak Türevi Diol Bileşiminin Hazırlanması)

Örnek 4'tekiyle aynı şekilde üretilen 1,3-propandiol kültür çözeltisi, tuzdan arındırma işlemi yürütülmeden konsantre edildi, ve sonra elde

edilen inorganik tuz çökeltisi çıkarıldı. Sonuç ise, bir 1,3-propandiol bileşimi elde etmek için düşük basınç altında (5 mmHg, sabit sıcaklık: 130°C) distilasyona tabi tutuldu. Elde edilen 1,3-propandiol bileşimi, 65 mS/m'lik bir elektriksel iletkenliğe ve 3.2'lik bir pH'a sahipti.

5

(Polyesterin Termal Ağırlık Kayıp Oranı ve YI Değeri)

Yukarıda açıklanan 1,3-propandiol bileşiminin, Karşılaştırma Örneği 1'dekiyle aynı şekilde polikondense edilmesiyle elde edilen PTT için, 10 termal ağırlık kayıp oranı % 0.45 kadar yüksek olarak ölçüldü. Dahası, kalitenin renk tonunda da düştüğünü, PTT'nin kahverengi olması ve YI değerinin 58 olması göstermekteydi.

Karşılaştırmalı Örnek 3: Biyokütle Kaynak Türevi 1,3-Propandiyol Bileşiminden İmal Edilen Polyester (Biyokütle Kaynak Türevi Diol Bileşiminin Hazırlanması)

Örnek 4'tekiyle aynı şekilde hazırlanan 1,3-propandiol kültür çözeltisi, JP 2010-150248 A dokümanında tarif edilen üretim yöntemine göre saflaştırıldı. Spesifik biçimde, 1,3-propandiol kültür çözeltisi ilk önce, 20 membranın geçirgen olmayan tarafındaki katışkıları filtrelemek için bir nanofiltrasyon membranı (SU-610: TORAY INDUSTRIES, INC'den temin edilebilir) ile filtrelendi, ve 1,3-propandiol içeren geçirgen saflaştırılmış bir çözelti, geçirgen taraftan elde edildi. Sonuç itibarıyla, kahverengi kültür çözeltisi, temiz bir 1,3-propandiol içeren 25 çözelti haline geldi. 1,3-propandiol çözeltisi, konsantrasyon için zarın geçirgen tarafına suyu filtrelemek adına bir ters ozmoz membrandan (SU-810, TORAY INDUS-TRIES, INC'den temin edilebilir) süzüldü, ve daha sonra bir buharlaştırıcı kullanılarak ayrıca konsantre edildi.

Bu ham 1,3-propandiol çözeltisi, 32 mS/m'lik elektrik iletkenliği ve 4.8'lik bir pH'a sahip olan bir 1,3-propandiol bileşimi elde etmek için Örnek 4'tekiyle aynı şekilde indirgenmiş basınç altında distile edildi. (Polyesterin Termal Ağırlık Kayıp Oranı ve YI Değeri)

- 5 Yukarıda açıklanan 1,3-propandiol bileşiminin, Karşılaştırma Örneği 1'dekiyle aynı şekilde polikondense edilmesiyle elde edilen PTT için, termal ağırlık kayıp oranı % 0.40 kadar yüksek olarak ölçüldü. PTT'nin YI değeri 35 idi.

10

15

20

25

Tablo 1

		Karşılaştırmalı Örnek 1	Örnek 1	Örnek 2	Örnek 3	Örnek 4	Karşılaştırmalı Örnek 2	Karşılaştırmalı Örnek 3
1,3-PDO Bileşim	Elektriksel İletkenlik [mS/m]	0.1	0.7	1.3	4,8	28	65	32
	pH	7.5	6.2	5.7	5.1	5.1	3.2	4,8
PTT Özellikleri	Ton (YI)	6	6	7	6	15	58	30
	Termal Ağırlık Kayıp Oranı [%]	0.33	0.27	0.28	0.30	0.28	0.45	0.40

Karşılaştırmalı Örnek 4: Petrol Türevi 1,4-Bütandiolden Üretilen Polyester (Polyesterin Termal Ağırlık Kayıp Oranı ve YI Değeri)

Petrol türevi 1,4-bütandiolün (Wako Pure Chemical Industries, Ltd.'den temin edilebilir) elektriksel iletkenliği ve pH'ı ölçülmüştür; 5 elektriksel iletkenlik 0.3 mS/m idi ve pH 7.5 idi. İlk olarak, esterifikasyon reaksiyonunu gerçekleştirmek üzere 54.2 g 1,4-bütandiol, 113.2 g tereftalik asit ile karıştırıldı (Wako Pure Chemical Industries, Ltd.'den temin edilebilir), ve katalizör olarak 0.08 g tetra-n-bütil titanat ve 0.07 g monobütil hidroksi kalay oksit 10 eklendi. Ortaya çıkan karışımın, 190°C ve 79.9 kPa koşulları altında bir takviyeli damıtma kulesi ile teçhiz edilmiş bir reaktörde reaksiyona girmesi sağlandı, ve 68.5 g 1,4-bütandiol (molar nihai konsantrasyon: 1,4-bütandiol/tereftalik asit = 2/1) bir esterifikasyon reaktantı elde etmek için sıcaklığı yavaş yavaş arttırırken yavaşça 15 eklendi. 125 g esterifikasyon reaktantına, bir polikondensasyon katalizörü olarak 0.08 g tetra-n-butil titanat ve 0.01 g fosforik asit eklendi ve polikondensasyon reaksiyonu, 250°C ve 67 Pa koşulları altında gerçekleştirildi. Üretilen polibütillen tereftalat (PBT), % 0.37'lik bir termal ağırlık kayıp oranına ve 8'lik bir YI değerine 20 sahipti.

Karşılaştırmalı Örnek 5: Biyokütle Kaynak Türevi 1,4-Bütandiol Bileşiminden Üretilen Polyester Reçine

25 (Biyokütle Kaynak Türevi Süksinik Asidin Hazırlanması)

121°C'de ve 2 atmosferde 20 dakika boyunca ısı ile sterilize edilmiş

tohum kültürü için 100 mL maddeye, 20 g/L glikoz, 10 g/L polipepton, 5 g/L maya özütü, 3 g/L dipotasyum hidrojen fosfat, 1 g/L sodyum klorür, 1 g/L amonyum sülfat, 0.2 g/L magnezyum klorür heksahidrat ve 0.2 g/L kalsiyum klorür dihidrat, 1 mL 30 mM sodyum karbonat ve 0.15 mL 180 mM sülfürik asit ihtiva eden madde bir havasız eldivenli kutuda eklendi, ve 0.25 g/L sistein/HCl ve 0.25 g/L sodyum sülfid içeren 0.5 mL indirgeme çözeltisi de ilave edildi. Daha sonra, *Anaerobiospirillum succiniciproducens* ATCC 53488 inokule edildi ve bir ön kültür çözeltisi hazırlamak için gece boyunca 39°C'de statik kültür gerçekleştirildi.

Daha sonra, 121°C'de ve 2 atmosferde 20 dakika boyunca ısı ile sterilize edilmiş 3 L fermantasyon ortamına, 50 g/L glikoz, 10 g/L polipepton, 5 g/L maya özütü, 1 g/L dipotasyum hidrojen fosfat, 0.4 g/L amonyum klorür, 0.2 g/L kalsiyum klorür dihidrat, 0.2 g/L magnezyum klorür heksahidrat ve 0.001 g/L demir sülfat heptahidrat, CO₂ gazı ihtiva eden fermantasyon ortamı, bir püskürtme aletinden 10 mL/dakika olarak köpüklendirildi, ve 30 mL 3 M sodyum karbonat eklendikten sonra, pH bir sülfürik asit çözeltisi ile 6.8'e ayarlandı. Bundan sonra, 0.25 g/L sistein/HCl ve 0.25 g/L sodyum sülfid içeren 1.5 mL indirgeme çözeltisi de ilave edildi, ve yukarıda tarif edilen 50 mL ön kültür çözeltisi aşılandı, ve ana kültür, 200 rpm ve 39°C'de 39 saat boyunca bir karıştırma hızında gerçekleştirildi. Kültür esnasında, kültür çözeltisinin pH'ının 6.4 olması için ayarlamak üzere 5 M kalsiyum hidroksit kullanıldı.

Aşağıdaki ölçüm koşulları altında süksinik asit kültür çözeltisinin HPLC analizi, birikmiş süksinik asit miktarının 117 g olduğunu göstermiştir.

[HPLC analiz koşulları]

Sütun: Shim-Pack SPR-H (Shimadzu Corporation'dan temin edilebilir), 45°C

5 Mobil faz: 5 mM p-tolüensülfonik asit 0.8 mL/dakika

Reaksiyon çözeltisi: 5 mM p-tolüensülfonik asit, 20 mM Bistris, 0.1 M EDTA/2Na (0.8 mL/dak)

Dedektör: Elektriksel iletkenlik

Kültür çözeltisi, 20 dakika boyunca 120°C'de ısıtılarak sterilize edildi ve daha sonra 20 dakika boyunca 5000 g'de santrifüjlendi. Süpernatant, kalsiyum süksinat içeren bir kültür çözeltisi elde etmek için geri kazanıldı. Kültür süpernatantına sülfürik asit ilave edildi ve Örnek 4'e benzer şekilde bir nanofiltrasyon membranı kullanılarak daha da saflaştırılan sulu bir süksinik asit çözeltisi elde etmek için saflaştırılmış kalsiyum sülfat ayrıldı, ve buharlaştırıcıda su 60°C'ye 15 ısıtılırken su giderilmiştir. Aşırı doygun çözelti kademeli olarak soğutuldu ve süksinik asidi kristalize etmek için gece boyunca 4°C'de beklemesi sağlandı ve süksinik asit, katı-sıvı ayrımıyla elde edildi.

20

(Biyokütle Kaynak Türevi Süksinik Asitten Üretilmiş 1,4-Butanediol Bileşiminin Hazırlanması)

1,4-bütandiol bileşimi elde etmek için, süksinik asidin hidrojen 25 reaksiyonu Japon Patent No 4380654 dokümanındaki Örneklerle göre gerçekleştirilmiştir. Spesifik olarak, yukarıda açıklanan 105 g süksinik aside, 333 g metanol ve 2.1 g konsantre sülfürik asit ilave

edildi ve 2 saat boyunca geriye akış altında karıştırılarak reaksiyona sokuldu. Reaksiyon çözeltisinin soğutulmasından sonra, 3.8 g sodyum hidrojen karbonat eklendi ve 30 dakika boyunca 60°C'de karıştırıldı. Ortaya çıkan karışım, normal basınç altında distile edildi ve daha sonra damıtma tortusu süzüldü ve dimetil süksinat elde etmek için düşük basınç altında distile edildi. Dimetil süksinata, CuO-ZnO katalizörü ilave edildi ve elde edilen sonuç, sıcaklık 1 saatte 230°C'ye çıkarılırken bir basınç reaksiyon kabında hidrojen altında 5 MPa'da karıştırıldı. Daha sonra, elde edilen karışım 9 saat boyunca 230°C'de 15 MPa hidrojen basıncı altında reaksiyona sokuldu ve soğutulduktan sonra gazdan arındırıldı. Katalizör, reaksiyon çözeltisinden filtre edilerek çıkarıldı ve filtrat, bir 1,4-bütandiol bileşimi elde etmek için düşük basınç altında damıtıldı. Elde edilen 1,4-bütandiol bileşimi, 0.5 mS/m'lik bir elektrik iletkenliğine sahipti ve 6.5'lik bir pH sergiledi.

(Polyesterin Termal Ağırlık Kayıp Oranı ve YI Değeri)

Yukarıda açıklanan 122.7 g 1,4-bütandiol bileşiminin kullanılmasıyla PBT, Karşılaştırma Örneği 4 ile aynı şekilde elde edildi. Elde edilen PBT, % 0.35'lik bir termal ağırlık kayıp oranına ve 10'luk bir YI değerine sahiptir.

Örnek 5: Biyokütle Kaynak Türevi 1,4-Bütandiol Bileşiminden Üretilen Polyester (İzobütirik Asit Katkılı) (Polyesterin Termal Ağırlık Kayıp Oranı ve YI Değeri)

Karşılaştırma Örneği 5'te elde edilen 112.7 g biyokütle kaynak türevi 1,4-bütandiol'e, 0,9 mS/m'lik bir elektrik iletkenliğine ve

6.3'lük pH'a sahip olan bir 1,4-bütandiol bileşimini hazırlamak için 0,1 g izobütirik asit ilave edildi. Diol bileşiminin kullanılmasıyla, esterleştirme reaksiyonu ve polikondensasyon reaksiyonu, PBT elde etmek üzere Karşılaştırma Örneği 4'dekiyle aynı şekilde gerçekleştirildi. Elde edilen PBT, % 0.28'lik bir termal ağırlık kayıp oranına ve 10'luk bir YI değerine sahipti.

Tablo 2

		Karşılaştırmalı Örnek 4	Karşılaştırmalı Örnek 5	Örnek 5
1,4-BDO Bileşimi	Elektriksel İletkenlik [mS/m]	0.3	0.5	0.9
	pH	7.5	6.5	6.3
PBT Özellikleri	Ton (YI)	8	10	10
	Termal Ağırlık Kayıp Oranı [%]	0.37	0.35	0.28

10 Örnek 6: Biyokütle Kaynak Türevi 1,4-Bütanediol Bileşiminden (Malik Asit ve Laktik Asit katkılı) ve Biyokütle Kaynak Türevi Süksinik Asitten Üretilen Polyester

(Biyokütle Kaynak Türevi Diol Bileşiminin Hazırlanması)

15

Karşılaştırma Örneği 5'te elde edilen biyokütle kaynak türevi 1,4-bütandiolün 49.6 g'na, 0.2 g malik asit (Tokyo Chemical Industry

Co., Ltd.'den temin edilebilir) ve ağırlıkça % 90 sulu laktik asit çözeltisi (Wako Pure Chemical Industries, Ltd.'den temin edilebilir) eklendi. Elde edilen 1,4-bütandiol bileşimi, 1.2 mS/m'lik bir elektrik iletkenliğine ve 5.2'lik bir pH'a sahipti.

5

(Polyesterin Termal Ağırlık Kayıp Oranı ve YI Değeri)

Yukarıda açıklanan 1,4-bütandiol bileşiminin 53.0 g'ına, Karşılaştırma Örneği 5'te elde edilen 59.1 g biyokütle kaynak türevi süksinik asit ilave edildi ve katalizör olarak 0.032 g germanyum dioksit (Wako Pure Chemical Industries, Ltd.'den temin edilebilir) ilave edildi. Elde edilen karışım bir azot ortamında 180°C'de 0.5 saat süreyle reaksiyona girmesi sağlandı ve sıcaklığı 220°C'ye yükseldikten sonra 0.5 saat boyunca reaksiyona girmesi sağlandı. Müteakiben, basınç 1.5 saatte 67 Pa'ya düşürülürken, sıcaklık 0.5 saatte 230°C'ye yükseltildi, ve bu indirgenmiş basınçta 2.5 saat süreyle polimerizasyon reaksiyonu gerçekleştirildi. Elde edilen polibütilen süksinat (PBS), % 0.07'lik bir termal ağırlık kayıp oranına ve 10'luk bir YI değerine sahipti.

20

Karşılaştırmalı Örnek 6: Petrol Türevi 1,4-Bütanediol Bileşiminden (Malik Asit ve Laktik Asit katkılı) ve Biyokütle Kaynak Türevi Süksinik Asitten Üretilen Polyester

25

(Petrol Türevi Diol Bileşiminin Hazırlanması)

Karşılaştırma Örneği 5'te kullanılan petrol türevi 1,4-bütandiolün 49.6 g'ına, 0.2 g malik asit (Tokyo Chemical Industry Co., Ltd.'den

temin edilebilir) ve ağırlıkça % 90 sulu laktik asit çözeltisi (Wako Pure Chemical Industries, Ltd.'den temin edilebilir) eklendi. Elde edilen 1,4-bütandiol bileşimi, 0.5 mS/m'lik bir elektrik iletkenliğine ve 5.2'lik bir pH'a sahipti.

5

(Polyesterin Termal Ağırlık Kayıp Oranı ve YI Değeri)

Yukarıda açıklanan 1,4-bütandiol bileşiminin 53.0 g'ına, Karşılaştırma Örneği 5'te elde edilen 59.1 g biyokütle kaynak türevi süksinik asit ilave edildi ve katalizör olarak 0.032 g germanyum dioksit (Wako Pure Chemical Industries, Ltd.'den temin edilebilir) ilave edildi. PBS, Örnek 6'daki ile aynı şekilde elde edildi. Elde edilen PBS, % 0.23'lük bir termal ağırlık kayıp oranına ve 10'luk bir YI değerine sahipti.

Tablo 3

		Örnek 6	Karşılaştırmalı Örnek 6
1,4-BDO Bileşimi	Elektriksel İletkenlik [mS/m]	1.2	0.5
	pH	5.2	5.2
PBS Özellikleri	Ton (YI)	10	10
	Termal Ağırlık Kayıp Oranı [%]	0.07	0.23

15

SANAYİYE UYGULANABİLİRLİK

- 5 Mevcut buluşun diol bileşimi bir polyester malzemesi olarak kullanılabilir. Mevcut buluşa ait polyester, konvansiyonel polyesterlere kıyasla azaltılmış bir termal ağırlık kayıp oranına ve mükemmel renk tonuna sahiptir ve dolayısıyla endüstriyel plastik olarak kullanılabilir.

TARİFNAME İÇERİSİNDE ATIF YAPILAN REFERANSLAR

- Başvuru sahibi tarafından atıf yapılan referanslara ilişkin bu liste, yalnızca okuyucunun yardımı içindir ve Avrupa Patent Belgesinin bir kısmını oluşturmaz. Her ne kadar referansların derlenmesine büyük önem verilmiş olsa da, hatalar veya eksiklikler engellenememektedir ve EPO bu bağlamda hiçbir sorumluluk kabul etmemektedir.

Tarifname içerisinde atıfta bulunulan patent dökümanları:

- JP 4380654 B [0004] [0021] [0075]
- WO 2007097260 A [0021] [0063]
- JP 2007502325 W [0004] [0024]
- WO 2005073364 A [0021]
- JP 2010150248 A [0004] [0024]
- JP 2010150243 A [0027]
- [0025] [0026] [0029] [0067]
- JP 11196888 A [0033]
- DE 69225512 T2 [0004]
- JP 5038291 A [0033]

10 Tarifnamede belirtilen patentleştirilmemiş literatür:

- Journal of American Chemical Society, 1994, 399-400 [0033]