



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 114395226 A

(43) 申请公布日 2022. 04. 26

(21) 申请号 202210117666.X

(22) 申请日 2022.02.08

(71) 申请人 富海(山东)包装材料有限公司
地址 257237 山东省东营市东营港经济开发
区新材料产业园经四路以西、纬六
路以北、经一路以东、纬十路以南

(72) 发明人 魏文良 许磊 王友文 李云霄

(74) 专利代理机构 北京派智科创知识产权代理
事务所(普通合伙) 11745
代理人 冯为荣

(51) Int. Cl.
C08L 67/02 (2006.01)
C08J 5/18 (2006.01)
C08G 63/181 (2006.01)

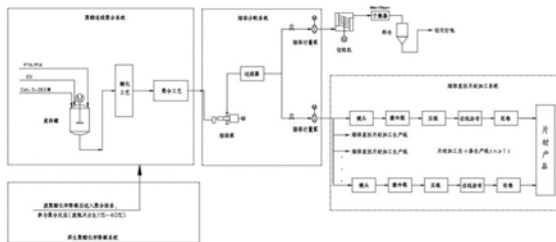
权利要求书1页 说明书5页 附图1页

(54) 发明名称

一种再生聚酯化学降解回收再利用的聚酯
熔体直拉片材工艺技术

(57) 摘要

本发明提供了一种再生聚酯化学降解回收
再利用的聚酯熔体直拉片材工艺技术,属于包
装材料技术领域。本发明所提供的片材工艺
技术包括如下制备步骤:聚酯连续聚合,再
生聚酯化学降解,熔体分配,片材加工。本
发明提高了废聚酯瓶片或片材的回收质量,
大大降低了回收成本。再生聚酯的有效回收
利用可减少聚酯行业对石油的依赖程度,
减少污染物生产排放量,同时也减少了固
体废弃物的污染,有利环境保护,促进聚
酯行业的可持续循环发展。



1. 一种再生聚酯化学降解回收再利用的聚酯熔体直拉片材制片工艺,其特征在于,所述工艺包括如下步骤:

A. 聚酯连续聚合:

(1) 将65-80份 对苯二甲酸,20-30份 乙二醇,0.1-15 份间苯二酸,0.01-0.4份 二甘醇,0.001-0.03份 钛催化剂,0.001-0.04份 磷系稳定剂加入到浆料罐中混合均匀;

(2) 使用浆料泵连续打入到酯化反应釜中,调节反应条件进行酯化反应得到对苯二甲酸乙二醇酯的低聚体,酯化反应生成的水与剩余的乙二醇蒸发后进入工艺回收塔,塔顶气相用于聚合抽真空系统;

(3) 将所述对苯二甲酸乙二醇酯的低聚体输入到聚合釜中;

B. 再生聚酯化学降解:

(1) 将废聚酯材料经过清洗,破碎,甩干后,加入到料仓中;

(2) 通过刮板式螺旋杆输送机输送到化学降解器中,在所述废聚酯材料的熔融状态下将降解剂按照比例连续的泵入到化学降解器中;

(3) 调节反应温度和反应压力,进行化学降解反应,使用粘度计检测熔体粘度,当粘度达到0.2-0.35dl/g时,化学降解反应结束,得到低粘度聚酯熔体;

(4) 降解后的所述低粘度聚酯熔体经熔体泵送入到换网器初步过滤后,再由熔体过滤器进行精过滤后,进入到聚合釜中;

(5) 通过蒸汽喷射泵抽真空调节真空度为小于100Pa,调节反应温度后,进行聚合反应,使用粘度计检测熔体粘度,当粘度达到0.75-0.85dl/g时,聚合反应结束,得到高粘度聚酯熔体;

C. 熔体分配

(1) 将所述高粘度聚酯熔体通过熔体泵和熔体过滤器后,通过熔体计量泵将所述高粘度熔体分配到片材加工模头中;

D. 片材加工

(1) 经衣架式模头,激冷辊,压辊,在线涂覆,分切,收卷,得到厚度为150-1600um的聚酯片材。

2. 根据权利要求1所述的工艺,其特征在于,所述步骤A(2)中,所述反应条件为压力50-200KPa,温度250-280℃。

3. 根据权利要求1所述的工艺,其特征在于,所述步骤B(1)中,所述废聚酯材料为废聚酯瓶片或废聚酯片材。

4. 根据权利要求1所述的工艺,其特征在于,所述步骤B(1)中,所述废聚酯材料的添加量为所述对苯二甲酸乙二醇酯的低聚体质量的1-40%。

5. 根据权利要求1所述的工艺,其特征在于,所述步骤B(2)中,所述降解剂为二元醇类降解剂,所述降解剂的添加比例为所述废聚酯材料质量的1%-2%。

6. 根据权利要求1所述的工艺,其特征在于,所述步骤B(3)中,所述反应温度为280-295℃,所述反应压力为10-20Mpa。

7. 根据权利要求1所述的工艺,其特征在于,所述步骤B(4)中,所述换网器为40μm换网器,所述过滤器为20μm精过滤器。

8. 根据权利要求1所述的工艺,其特征在于,所述步骤B(5)中,所述反应温度为275-295℃。

一种再生聚酯化学降解回收再利用的聚酯熔体直拉片材工艺技术

技术领域

[0001] 本发明属于包装材料技术领域,尤其涉及一种再生聚酯化学降解回收再利用的聚酯熔体直拉片材工艺技术。

背景技术

[0002] 聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET),是乳白色或浅黄色高度结晶性的聚合物,由于其具有无毒、耐气候性、抗化学药品稳定性好,吸水率低,耐弱酸和有机溶剂,耐化学试剂和耐油性好,能在较宽的温度范围内不丧失物理机械性能的优点,因此其在包装行业得到广泛的应用。

[0003] 聚酯产品具有较好的使用稳定性,即便自然光照或埋入地下也是不能轻易被降解,人们在享受便利之余,同时也制造了大量无处存放的垃圾,又造成新一轮的环境污染,尤其是石油的紧张,又严重影响了聚酯瓶的生产。此以往,自然资源就会严重透支,环保压力亦是巨大的,因此,废旧聚酯回收再利用具有非常紧迫性的意义。

[0004] 废旧聚酯瓶的回收利用是高分子聚合物回收利用中十分重要领域,废旧聚酯瓶回收技术分为物理回收技术和化学回收技术两大类:物理回收是将废旧聚酯瓶加热熔融,提纯后通过螺杆挤压机挤出成型,一般过程是:分类-破碎-清洗-脱水-干燥-造粒。化学回收方法是加入降解剂通过化学反应将废旧聚酯瓶解聚成低分子化合物单体,解聚产物经纯化后作为部分聚酯原料进行掺炼加工制成产品。

[0005] 目前,聚酯片材生产所用的原料普遍部分掺杂再生聚酯,并且采用物理法回收方式,采用切片法加工片材,这种方式的能耗高、规模小、降解严重、品质差,截止目前,国内尚无废旧聚酯瓶片化学降解回收和聚酯新合成的熔体再进行聚合,并在熔体状态下直拉生产片材的工业应用。

发明内容

[0006] 本发明的目的在于提供一种再生聚酯化学降解回收再利用的聚酯熔体直拉片材工艺技术。

[0007] 为实现上述目的,本发明提供了如下技术方案:

本发明提供了一种再生聚酯化学降解回收再利用的聚酯熔体直拉片材制片工艺,其特征在于,所述工艺包括如下步骤:

A. 聚酯连续聚合:

(1)将65-80份 对苯二甲酸,20-30份 乙二醇,0.1-15 份间苯二酸,0.01-0.4份 二甘醇,0.001-0.03份 钛催化剂,0.001-0.04份磷系稳定剂加入到浆料罐中混合均匀;

(2)使用浆料泵连续打入到酯化反应釜中,调节反应条件进行酯化反应得到对苯二甲酸乙二醇酯的低聚体,酯化反应生成的水与剩余的乙二醇蒸发后进入工艺回收塔,塔顶气相用于聚合抽真空系统;

(3)将所述对苯二甲酸乙二醇酯的低聚体输入到聚合釜中；

B. 再生聚酯化学降解：

(1)将废聚酯材料经过清洗，破碎，甩干后，加入到料仓中；

(2)通过刮板式螺旋杆输送机输送到化学降解器中，在所述废聚酯材料的熔融状态下将降解剂按照比例连续的泵入到化学降解器中；

(3)调节反应温度和反应压力，进行化学降解反应，使用粘度计检测熔体粘度，当粘度达到0.2-0.35dl/g时，化学降解反应结束，得到低粘度聚酯熔体；

(4)降解后的所述低粘度聚酯熔体经熔体泵送入到换网器初步过滤后，再由熔体过滤器进行精过滤后，进入到聚合釜中；

(5)通过蒸汽喷射泵抽真空调节真空度为小于100Pa，调节反应温度后，进行聚合反应，使用粘度计检测熔体粘度，当粘度达到0.75-0.85dl/g时，聚合反应结束，得到高粘度聚酯熔体；

C. 熔体分配

(1)将所述高粘度聚酯熔体通过熔体泵和熔体过滤器后，通过熔体计量泵将所述高粘度熔体分配到片材加工模头中；

D. 片材加工

(1)经衣架式模头，激冷辊，压辊，在线涂覆，分切，收卷，得到厚度为150-1600um的聚酯片材。

[0008] 优选地，所述步骤A(2)中，所述反应条件为压力50-200KPa，温度250-280℃。

[0009] 优选地，所述步骤B(1)中，所述废聚酯材料包括废聚酯瓶片或废聚酯片材。

[0010] 优选地，所述步骤B(1)中，所述废聚酯材料的添加量为所述对苯二甲酸乙二醇酯的低聚体质量的1-40%。

[0011] 优选地，所述步骤B(2)中，所述降解剂为二元醇类降解剂，所述降解剂的添加比例为所述废聚酯材料质量的1‰-2‰。

[0012] 优选地，所述步骤B(3)中，所述反应温度为280-295℃，所述反应压力为10-20Mpa。

[0013] 优选地，所述步骤B(4)中，所述换网器为40μm换网器，所述过滤器为20μm精过滤器。

[0014] 优选地，所述步骤B(5)中，反应温度为285-290℃。

[0015] 本发明的有益效果是：

(1)本发明克服了废聚酯瓶片或片材，因来源太杂，粘度不均的问题；

(2)本发明克服了废聚酯瓶片或片材因清洗不干净带来的制品有杂质的问题；

(3)由于和新料重新再聚合，本发明弥补了再生聚酯色相差的问题；

(4)本发明的规模大、工业化程度高。

附图说明

[0016] 图1 本发明整体的工艺流程图；

图2 再生聚酯化学降解流程图。

具体实施方式

[0017] 为能清楚说明本方案的技术特点,下面通过具体实施方式,对本方案进行阐述。

[0018] 实施例1

A. 聚酯连续聚合:

(1) 将80份对苯二甲酸,20份乙二醇,7.5份间苯二酸,0.4份二甘醇,0.03份钛催化剂,0.04份磷系稳定剂加入到浆料罐中混合均匀;

(2) 使用浆料泵连续打入到酯化反应釜中,调节反应温度为280℃,调节反应压力为200Mpa后,进行酯化反应得到对苯二甲酸乙二醇酯的低聚体,酯化反应生成的水与剩余的乙二醇蒸发后进入工艺回收塔,塔顶气相用于聚合抽真空系统;

(3) 将1t对苯二甲酸乙二醇酯的低聚体输入到反应釜中;

B. 再生聚酯化学降解:

(1) 将0.15t废聚酯材料经过清洗,破碎,甩干后,加入到料仓中;

(2) 通过刮板式螺旋杆输送机输送到化学降解器中,废聚酯材料熔融状态下将3kg二元醇连续的泵入到化学降解器中;

(3) 调节反应温度为295℃和反应压力为20MPa,进行化学降解反应,使用粘度计检测熔体粘度,当粘度达到0.2-0.35 dl/g时,化学降解反应结束,得到低粘度聚酯熔体;

(4) 降解后的低粘度聚酯熔体经熔体泵送入到换网器初步过滤后,再由熔体过滤器进行精过滤后,进入到反应釜中;

(5) 通过蒸汽喷射泵抽真空调节真空度为小于100Pa,调节反应温度为295℃后,进行聚合反应,使用粘度计检测熔体粘度,当粘度达到0.75-0.85 dl/g时,聚合反应结束,得到高粘度聚酯熔体;

C. 熔体分配

(1) 将高粘度聚酯熔体通过熔体泵和熔体过滤器后,通过熔体计量泵将高粘度熔体分配到片材加工模头中;

D. 片材加工

(1) 经衣架式模头,激冷辊,压辊,在线涂覆,分切,收卷,得到厚度为150-1600um的聚酯片材。

[0019] 实施例2

(1) 将65份对苯二甲酸,30份乙二醇,15份间苯二酸,0.2份二甘醇,0.015份钛催化剂,0.02份磷系稳定剂和水加入到浆料罐中混合均匀;

(2) 使用浆料泵连续打入到酯化反应釜中,调节反应温度为250℃,调节反应压力为150Mpa后,进行酯化反应得到对苯二甲酸乙二醇酯的低聚体,酯化反应生成的水与剩余的乙二醇蒸发后进入工艺回收塔,塔顶气相用于聚合抽真空系统;

(3) 将1t对苯二甲酸乙二醇酯的低聚体输入到反应釜中;

B. 再生聚酯化学降解:

(1) 将3t废聚酯材料经过清洗,破碎,甩干后,加入到料仓中;

(2) 通过刮板式螺旋杆输送机输送到化学降解器中,废聚酯材料熔融状态下将6kg二元醇连续的泵入到化学降解器中;

(3) 调节反应温度为280℃和反应压力为15MPa,进行化学降解反应,使用粘度计检

测熔体粘度,当粘度达到0.2-0.35d1/g时,化学降解反应结束,得到低粘度聚酯熔体;

(4)降解后的低粘度聚酯熔体经熔体泵送入到换网器初步过滤后,再由熔体过滤器进行精过滤后,进入到聚合釜中;

(5)通过蒸汽喷射泵抽真空调节真空度为小于100Pa,调节反应温度为275-295℃后,进行聚合反应,使用粘度计检测熔体粘度,当粘度达到0.75-0.85d1/g时,聚合反应结束,得到高粘度聚酯熔体;

C. 熔体分配

(1)将高粘度聚酯熔体通过熔体泵和熔体过滤器后,通过熔体计量泵将高粘度熔体分配到片材加工模头中;

D. 片材加工

(1)经衣架式模头,激冷辊,压辊,在线涂覆,分切,收卷,得到厚度为150-1600um的聚酯片材。

[0020] 实施例3

(1)将75份对苯二甲酸,25份乙二醇,7.5份间苯二酸,0.2份二甘醇,0.03份 钛催化剂,0.04份 磷系稳定剂和水加入到浆料罐中混合均匀;

(2)使用浆料泵连续打入到酯化反应釜中,调节反应温度为260℃,调节反应压力为150Mpa后,进行酯化反应得到对苯二甲酸乙二醇酯的低聚体,酯化反应生成的水与剩余的乙二醇蒸发后进入工艺回收塔,塔顶气相用于聚合抽真空系统;

(3)将1t对苯二甲酸乙二醇酯的低聚体输入到聚合釜中;

B. 再生聚酯化学降解:

(1)将1.5t废聚酯材料经过清洗,破碎,甩干后,加入到料仓中;

(2)通过刮板式螺旋杆输送机输送到化学降解器中,废聚酯材料熔融状态下将3kg二元醇连续的泵入到化学降解器中;

(3)调节反应温度为285℃和反应压力为15MPa,进行化学降解反应,使用粘度计检测熔体粘度,当粘度达到0.2-0.35d1/g时,化学降解反应结束,得到低粘度聚酯熔体;

(4)降解后的低粘度聚酯熔体经熔体泵送入到换网器初步过滤后,再由熔体过滤器进行精过滤后,进入到聚合釜中;

(5)通过蒸汽喷射泵抽真空调节真空度为小于100Pa,调节反应温度为275-295℃后,进行聚合反应,使用粘度计检测熔体粘度,当粘度达到0.75-0.85d1/g时,聚合反应结束,得到高粘度聚酯熔体;

C. 熔体分配

(1)将高粘度聚酯熔体通过熔体泵和熔体过滤器后,通过熔体计量泵将高粘度熔体分配到片材加工模头中;

D. 片材加工

(1)经衣架式模头,激冷辊,压辊,在线涂覆,分切,收卷,得到厚度为150-1600um的聚酯片材。

[0021] 选取实施例1生产的聚酯片材,检测本发明所生产的聚酯片材的物理性能,结果如表1。

[0022] 表1 本发明实施例1所制备的聚酯片材的物理性能

检测项目		检测结果
拉伸强度 MPa	纵向	≥ 35
	横向	≥ 35
断裂伸长率	纵向	≥ 3.0
	横向	≥ 3.0
透光率%		≥ 90.0
雾度%		≤ 3.0
湿润张力 (N/m)		≥ 30.0

从上述结果,可以看出,本发明通过化学降解回收再利用所制备的聚酯片材具有优异的物理性能,

本发明未经描述的技术特征可以通过或采用现有技术实现,在此不再赘述,当然,上述说明并非是对本发明的限制,本发明也并不仅限于上述举例,本技术领域的普通技术人员在本发明的实质范围内所做出的变化、改型、添加或替换,也应属于本发明的保护范围。

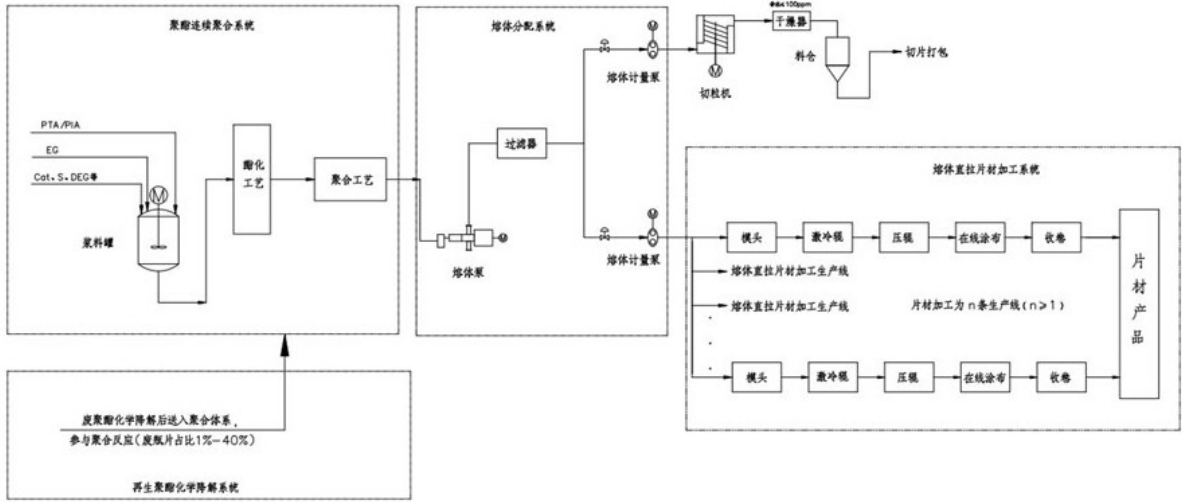


图1

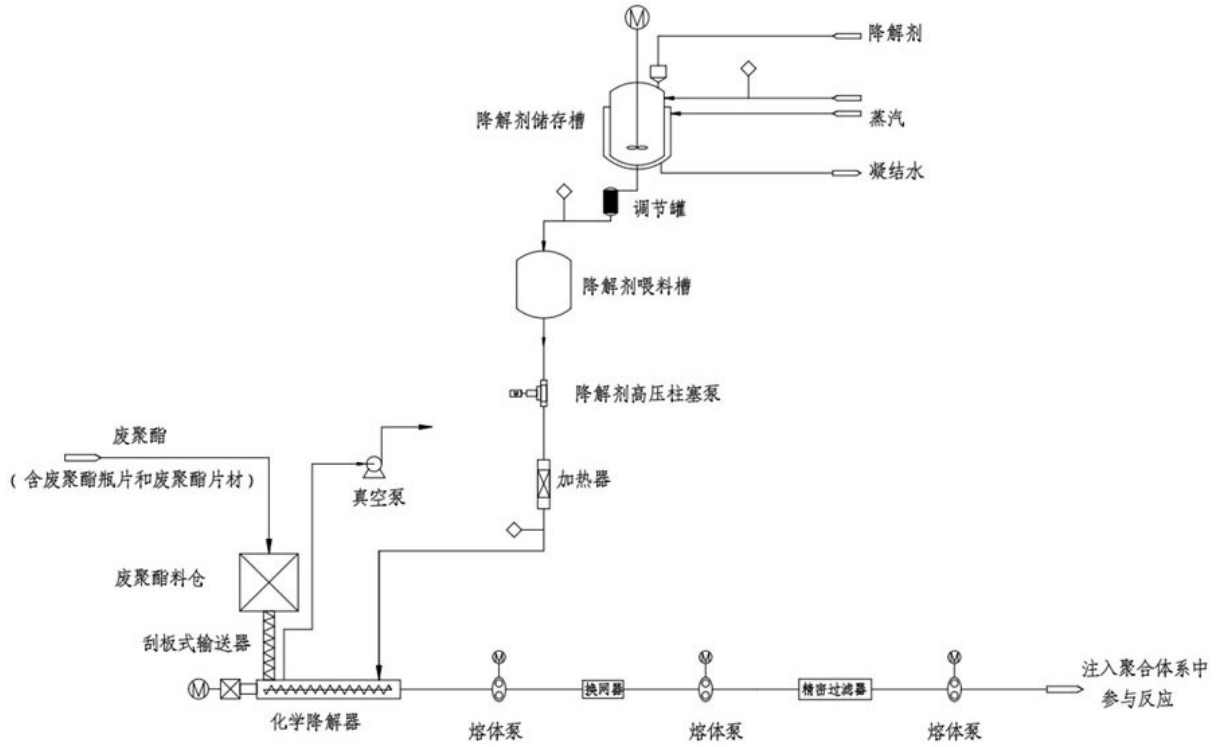


图2