

Zgłoszenie patentowe P.414569

**Sposób chemicznego oczyszczania recyklatu, zwłaszcza z użytkowych butelek typu PET**

Przedmiotem wynalazku jest sposób oczyszczania recyklatu, zwłaszcza z użytkowych butelek typu PET, w którym rozdrobniony i wstępnie oczyszczony materiał poddaje się dalszemu oczyszczaniu..

Podstawowym problemem przy otrzymywaniu z odpadów opakowań recyklatów PET w formie płatków, jest uzyskanie końcowego produktu o jak najwyższej czystości, odpowiadającego parametrami materiałowi pierwotnemu.

Już niewielkie zanieczyszczenia np. zanieczyszczenia mechaniczne, takie jak drobny pył (piasek), resztki etykiet oraz kleju do etykiet czy zanieczyszczenia mikrobiologiczne powodują widoczne zmiany w produkcie otrzymanym z recyklatu, co eliminuje możliwość jego wykorzystania do wyrobów wymagających wysokiej czystości, na przykład do wyrobów mających kontakt z żywnością. Przyjmuje się, że w takich zastosowaniach całkowity poziom zanieczyszczeń musi być znacznie poniżej 100 ppm.

Znane sposoby umożliwiają otrzymanie płatków PET o czystości wystarczającej do wielu zastosowań jednakże nie wystarcza to do otrzymywania wyrobów do kontaktu z żywnością.

Znane sposoby polegają na rozdzielaniu sprasowanych butelek, odsiewaniu wolnych zanieczyszczeń, kilkakrotnym myciu butelek i oddzielaniu zanieczyszczeń powierzchniowych z butelek, oddzielaniu ręcznym widocznych zanieczyszczeń stałych oraz butelek z innych tworzyw sztucznych, automatycznym oddzielaniu zanieczyszczeń

*Benue Fenuelle*

*Jenny Lopez*

metalowych. Następnie butelki są rozdrabniane na krawankę mającą postać płatków, które kolejno podlegają oczyszczaniu, myciu i suszeniu oraz pakowaniu.

Z opisu patentowego PL197745 znany jest sposób wytwarzania recyklatu, zwłaszcza z poużytkowych butelek typu PET polegający na tym, że nie oczyszczone, kompletne butelki PET rozdrabnia się na sucho, a następnie rozdrobniony, suchy produkt podaje się do kąpieli wodnej, gdzie następuje segregacja tworzyw na poszczególne frakcje, zaś posegregowane frakcje tworzyw poddaje się odwodnieniu i suszeniu. Opisany sposób charakteryzuje się tym, że przed kąpielą wodną, rozdrobniony na sucho produkt płucze się wstępnie i odwadnia w urządzeniu wirowym, a frakcje tworzyw przed końcowym odwodnieniem jeszcze co najmniej raz podaje się do kąpieli wodnej i powtarza proces segregacji tworzyw, a następnie płukania i odwadniania, przy czym korzystnie przed każdą kąpielą myjącą stosuje się proces oczyszczania recyklatu w wirowym urządzeniu płuczaco-odwadniającym. Otrzymane płatki recyklatu są wystarczająco oczyszczone do większości zastosowań, jednakże nie nadają się do wyrobów mających bezpośredni kontakt z żywnością.

W powyższym rozwiązaniu, tak jak i w innych rozwiązaniach znanych na przykład z opisów PL 206 893 czy PL 210 776 jako kąpiel myjąca stosuje się wodę zimną lub gorącą. Stosowanie wody gorącej pozwala na uzyskanie znacznie czystszych recyklatów, jednak wymaga relatywnie dużych nakładów energetycznych.

W celu zwiększenia efektywności mycia stosuje się kąpiele myjące z dodatkiem środków wspomagających na przykład środków powierzchniowo czynnych czy silnych alkaliów.

Z opisu patentowego USA 5 143 308 znana jest np. kąpiel myjąca zawierająca 3 % wodorotlenku sodu (NaOH). Najczęściej stosuje się od 2-4 % NaOH lub sody kalcynowanej ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) oraz podwyższoną temperaturę kąpieli.

Bożena Pierniewska

Janusz Rejzner

Znane sposoby umożliwiają otrzymanie płatków PET o czystości wystarczającej do wielu zastosowań, jednakże niewystarczającej do wytwarzania wyrobów do kontaktu z żywnością. Szczególnie trudnym problemem okazało się usuwanie resztek kleju do etykiet. Analiza mikroskopowa powierzchni płatków PET z procesu recyklingu prowadzonego według opisu patentowego PL 197745 wykazała obecność znacznych ilości śladów kleju oraz fragmentów etykiet silnie sklejonych z powierzchnią polimeru. Wynika to z faktu, że stosowane są różne kleje, z których część jest trudno rozpuszczalna w wodzie.

Zgodnie z wynalazkiem okazało się, że zdecydowane poprawienie czystości recyklatu można osiągnąć wprowadzając jego mycie za pomocą rozpuszczalnika organicznego. Istota wynalazku polega na tym, że wstępnie oczyszczony recyklat poddaje się działaniu izopropanolu lub co najmniej 30 %, korzystnie 50%, roztworu wodnego izopropanolu w temperaturze od temperatury pokojowej do około 60 °C, przy czym korzystnym jest poddanie kąpeli zawierającej izopropanol dodatkowemu działaniu ultradźwięków o natężeniu od 30 do 50 kHz.

**Włączenie** w ciąg technologiczny otrzymywania recyklatu PET jego mycia z wykorzystaniem izopropanolu pozwoliło na uzyskanie bardzo dobrych efektów, ponieważ izopropanol dobrze miesza się z wodą oraz rozpuszczalnikami niemieszającymi się z wodą, jest nietoksyczny, rozpuszcza większość substancji stosowanych do klejenia etykiet, nawet tych słabo rozpuszczalnych w wodzie.

Okazało się, że już kilkuminutowa kąpiel w izopropanolu lub w roztworze wodnym zawierającym co najmniej 30 % izopropanolu pozwala na usunięcie znacznie większej ilości zanieczyszczeń niż przy zastosowaniu mycia wodą, alkaliami czy środkami powierzchniowo czynnymi. Większość izopropanolu, po przeprowadzeniu

Boisue Feruorste

Jenny Lopez

procesu oczyszczania, można zawrócić do procesu, oddestylowując go z mieszaniny myjącej po zakończeniu procesu mycia.

Izopropanol łatwo usunąć z recyklatu (temperatura wrzenia 82 °C). Nie działa destrukcyjnie na polimer, tak jak większość innych rozpuszczalników. Stosowanie innych alkoholi, na przykład etanolu nie daje takich efektów.

Zastosowanie w procesie mycia ultradźwięków daje dobry efekt mycia recyklatu przy niższych temperaturach i niskich stężeniach izopropanolu.

Wynalazek pozwala na otrzymywanie praktycznie bezbarwnych płatków recyklatu, bez widocznych gołym okiem zanieczyszczeń. Na obrazie mikroskopowym obserwuje się nieznaczne ilości drobnych zanieczyszczeń szacowane na 5 - 15 ppm. Nie stwierdza się zmętnień na powierzchni płatków świadczących o destrukcyjnym działaniu izopropanolu.

Wynalazek ilustrują poniższe przykłady.

Przykład I (porównawczy wg PL 197745)

Bezbarwne butelki PET przemielone na sucho w młynie na płatki o wielkości od 6 do 20 mm kieruje się na wirowe urządzenie płuczaco-odwadniające, gdzie następuje płukanie płatków silnym strumieniem wody i zgrubne oddzielenie ich od zanieczyszczeń, poprzez odwirowanie.

Oczyszczone wstępnie płatki kierowane są do kąpieli wodnej w wannie płuczającej, gdzie następuje dalsze ich oczyszczanie, głównie z nalepek i kleju. W wannie płuczającej następuje również segregacja płatków (usunięcie poliolefin) na zasadzie grawitacji. Następnie wydzielone płatki PET są kierowane są na drugie wirowe urządzenie płuczaco-odwadniające a następnie do suszarki, skąd jako oczyszczony recyklat z tworzywa typu PET kierowane są do pojemników. Otrzymano lekko szare płatki z

Bożena Remersta

Jenny Lopez

widocznym pod mikroskopem nalotem drobnych cząstek nieorganicznych oraz wyraźnymi śladami kleju. Na podstawie analizy mikroskopowej oceniono zawartość zanieczyszczeń, głównie resztek etykiet, na 300 ppm.

#### Przykład II

500 g płatków bezbarwnego PET z przykładu I umieszczono w szczelnym pojemniku, a następnie dodano 1000 cm<sup>3</sup> izopropanolu technicznego o zawartości minimum 95 % czystego składnika. Zawartość zbiornika mieszano. Po 30 minutach zawartość zbiornika odwirowano.

Zanieczyszczony izopropanol oczyszczono przez destylację i użyto ponownie do mycia kolejnej porcji płatków PET. Płatki PET po odwirowaniu przemyto wodą w urządzeniu płuczaco-odwadniającym, a następnie wysuszono.

Otrzymano praktycznie bezbarwny płatek, bez widocznych gołym okiem zanieczyszczeń. Na obrazie mikroskopowym obserwowano nieznaczne ilości drobnych zanieczyszczeń. Na podstawie porównawczej analizy mikroskopowej oceniono zawartość zanieczyszczeń na 10 ppm. Nie stwierdzono zmętnień na powierzchni płatka świadczących o destrukcyjnym działaniu rozpuszczalnika.

#### Przykład III

Recyklat PET oczyszczano jak w przykładzie II stosując zamiast czystego izopropanolu 50 % mieszaninę z wodą, a zawartość pojemnika ogrzano do 60 °C. Po 15 minutach zawartość zbiornika odwirowano i dalej obrabiano jak w przykładzie 2.

Otrzymano praktycznie bezbarwny płatek, bez widocznych gołym okiem zanieczyszczeń. Na obrazie mikroskopowym obserwowano nieznaczne ilości drobnych zanieczyszczeń. Uzyskano efekty praktycznie identyczne jak w przykładzie 2.

#### Przykład IV

*Bożena Kowalska*

*Jenny Lopez*

Do płuczki ultradźwiękowej typ IS – 5,5 produkcji firmy Intersonic, wyposażonej w termostat, wannę wykonaną z blachy kwasoodpornej z przytwierdzonymi przetwornikami ultradźwięków i mieszadło wprowadzono 1 dm<sup>3</sup> wody destylowanej oraz 1 dm<sup>3</sup> izopropanolu. mieszaninę ogrzano do temperatury 30 °C i dodano 300 g płatków bezbarwnego PET z przykładu I. Włączono ultradźwięki o częstotliwości 30 kHz i włączono mieszadło ustawiając obroty 150/min. Temperaturę utrzymywano na poziomie 25-30 °C. Proces kontynuowano przez 15 minut. Po myciu płatek PET oddzielono od roztworu myjącego za pomocą sita, wypłukano kilkakrotnie wodą destylowaną i wysuszono w temperaturze 40°C.

Otrzymano praktycznie bezbarwny płatek, bez widocznych gołym okiem zanieczyszczeń. Na obrazie mikroskopowym obserwowano nieznaczne ilości drobnych zanieczyszczeń. Na podstawie porównawczej analizy mikroskopowej oceniono zawartość zanieczyszczeń na poniżej 10 ppm. Płatki poddano testowi wygrzewania w suszarce w temperaturze 220°C w ciągu 2 godzin. Po wygrzaniu oceniano ilość zażółcenia na płatkach pochodzącą głównie od klejów do etykiet. Ilość kleju oceniono na poziomie poniżej 5 ppm. Nie stwierdzono śladów degradacji chemicznej powierzchni płatka PET.

#### Zastrzeżenie patentowe

Sposób oczyszczania recyklatu, zwłaszcza z poużytkowych butelek typu PET, w którym po rozdrobnieniu recyklat poddaje się wstępnemu oczyszczaniu w (*poddaje się*) kąpieli wodnej, znamienny tym, że wstępnie oczyszczony recyklat poddaje się działaniu

Bolesław Tencarski

Jenny Lopez

izopropanolu lub co najmniej 30 %, korzystnie 50%, roztworu wodnego izopropanolu w temperaturze od temperatury pokojowej do około 60 ° C, przy czym korzystnym jest poddanie kąpieli zawierającej izopropanol dodatkowemu działaniu ultradźwięków o natężeniu od 30 do 50 kHz.

Bożena Pawłowska

Jenny Lopez