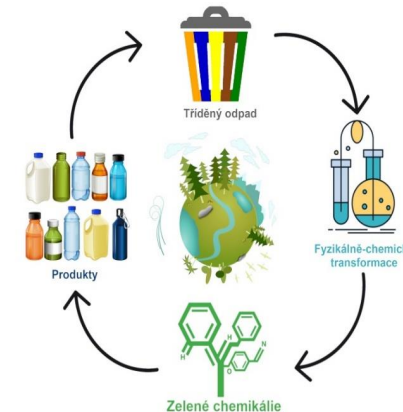




EVROPSKÁ UNIE  
Evropský fond pro regionální rozvoj  
Operační program Podnikání  
a inovace pro konkurenceschopnost



MINISTERSTVO  
PRŮMYSLU A OBCHODU



## Chemická recyklace textilu na bázi polyesterových vláken a bavlny

ICCT 2023 – sekce „Plasty“, 25.4. 2023, Mikulov

Doc. Pavel Kuráň, Dr. Lucie Oravová, Dr. Pavol Midula, Dr. Pavel Krystyník, Ing. Slavomír Adamec,

Dr. Daniel Bůžek, Mgr. Jan Snow

**Fakulta životního prostředí Univerzity J. E. Purkyně v Ústí n. L.**

UNIVERZITA J. E. PURKYNĚ V ÚSTÍ NAD LABEM



# Chemická recyklace textilních vláken - struktura

1. Úvod – **historie a současnost textilních vláken**
2. Chemická recyklace - **terminologie a aspekty chemické recyklace**
3. Chemická recyklace textilních vláken – **základní a aplikovaný výzkum na FŽP-UJEP**
4. Chemická recyklace **směsných syntetických vláken na bázi polyesteru a bavlny**

# Chemická recyklace textilních vláken - úvod

## Historie

- ☐ Do I. poloviny 20. století – převaha produktů s původem v přírodních zdrojích (vlna, nejrůznější srsti zvířat, bavlna, len, konopí a hedvábí).
- ☐ Vlastnosti - dle požadavků doby – vlna hřála, len chladil a hedvábí bylo luxusní.
- ☐ Počátek 20. století - rozvoj techniky a chemického výzkumu - vlákna umělá, vytvořená chemicky. (první - vlákna viskóзовá, kde výchozím produktem byla celulóza).
- ☐ 30. Letá 20. století a po II. světové válce - nástup vláken syntetických: **polyamidová, polyesterová, polyakrylonitrilová, polyuretanová, polyvinylchloridová, polypropylénová** a další.
- ☐ 60-70 léta 20. století - největší uplatnění syntetických vláken.

# Chemická recyklace textilních vláken - úvod

## Historie

- ☐ Nové, vynikající vlastnosti
  - **pevnost, snadná zpracovatelnost, lehká údržba, dlouhá životnost**
- ☐ Řada výrazných nedostatků
  - **neprodyšnost, nízkou savost, žmolkování a tvorbu elektrostatického náboje, přilnavost na tělo či jiné textilie, absorpci pachů**
- ☐ Výsledek
  - **míchání přírodních a syntetických vláken - vlákna smíšená, která nesou vlastnosti obou původních surovin.**
- ☐ Umělá vlákna nové generace
  - **stále více zdokonalují, příjemnější na dotek, měkčí a pružnější, ale představují také nové trendy v oblékání.**
- ☐ **Podíl syntetických vláken na produkci veškerých textilií činí v současnosti kolem 60 %.**

# Chemická recyklace textilních vláken - úvod

## Polymerní vlákna

Z hlediska makromolekulární chemie je dělíme na:

### 1. Přírodní:

- polysacharidová (bavlna, len, konopí, juta, sisal atd.),
- bílkovinná (vlna, hedvábí, srst savců aj.).

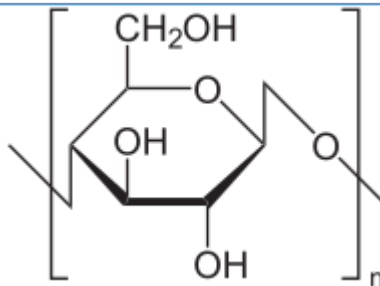
### 2. Chemická:

- z přírodních polymerů (celulózy, bílkovin) – viskózová,
- ze syntetických polymerů – Polyesterová (PES), Polyamidová (PA), Polyakrylonitrilová (PAN).

# Chemická recyklace textilních vláken - úvod

## Chemická vlákna

Viskózová vlákna - Hlavní řetězec:



v poslední době se prosazují nové, kvalitnější typy,

**Použití:** všestranné použití v textilním průmyslu, hlavně v bavlnářském, neboť obsahují stejnou základní složku jako bavlna – celulózu.

**Výhody:** sorpce vlhkosti, která podmiňuje dobrou barvitelnost, dobré fyziologické vlastnosti.

Nevýhody: poměrně složitá výroba, mačkovost.

Polyesterová vlákna PES — Hlavní řetězec:  $[-CO-O-]$

Polyethylentereftalát (PET),  
Polytrimethylentereftalát (PTT),  
Polybutylentereftalát (PBT),  
Polyetylnaftalát (PEN)

**Použití:** nejčastěji ve směsi s vlnou nebo bavlnou pro výrobu vnějšího i spodního ošacení, k průmyslovým a technickým účelům,

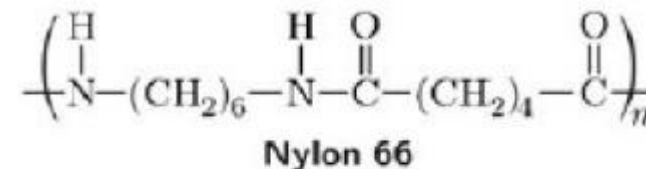
**Výhody PES:** zejména PET vlákna - pevnost, odolnost proti otěru a proti chemikáliím, nemačkové, nejuniverzálnější vlákna a nejlépe modifikovatelná

# Chemická recyklace textilních vláken - úvod

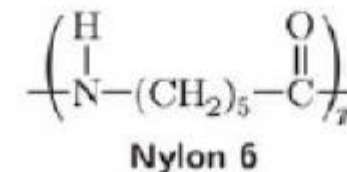
## Chemické vlákna

Polyamidová vlákna - prosadily se hlavně PA6 a PA66.

Hlavní řetězec:



**Výhody:** teploty tání přiměřené pro výrobu, zpracování i použití vláken, vysokou pevnost (větší než PES), odolnost proti otěru a ohybu, dobrou barvitelnost a vyhovující tvarovou stálost.

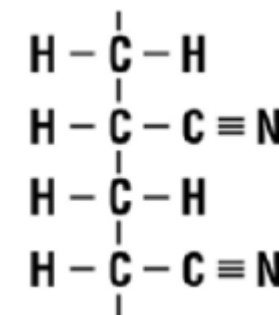


**Použití:** výroba punčoch, ponožek, prádla, sportovního oblečení, bytového textilu, koberců, technických tkanin, lan apod.

Polyakrylonitrilová vlákna - hlavně ve formě stříže

Hlavní řetězec:

**Výhody:** vyznačují se vysokou schopností kypření a tepelné izolace, omakem podobným v snadnosti ošetřování a velmi dobrou odolností proti světlu, povětrnosti a mikroorganismům.



**Použití:** svetry, pokrývky, ložní prádlo, záclony a dekorační látky aj.

# Chemická recyklace textilních vláken - úvod

## Současnost

- ❑ Celosvětová poptávka po textilních výrobcích neustále roste – pokračování trendu spolu s celosvětovým populačním růstem a hospodářským rozvojem.
- ❑ Textilní průmysl - čelí velkým ekologickým výzvám z hlediska produkce a dostupnosti surovin i nových principů tzv. cirkulární ekonomiky.
- ❑ 63 % textilních vláken - stále vyráběny na bázi ropy → petrochemická výroba - zatíženy značnými emisemi oxidu uhličitého (CO<sub>2</sub>).
- ❑ Zbývajících 37 % na produkci textilních vláken - bavlna (24 %), pěstování spojeno s obrovskou spotřebou vody i toxickým znečištěním v důsledku intenzivního používání pesticidů (FAO-ICAC, 2015).



# Chemická recyklace textilních vláken - úvod

## Současnost

- ❑ Nový problém
  - zatěžování ŽP - textilní výrobky se mění v odpad.
- ❑ Výsledek:
  - celosvětový zájem o zvýšení opětovného použití a recyklace textilu, což posouvá nakládání s textilním odpadem dále v hierarchii nakládání s odpady v souladu se směrnicí EU o odpadech.
- ❑ **Chemická recyklace textilu - snížení výroby panenských textilních vláken, a snížit zátěž ŽP.**

# Chemická recyklace textilních vláken - úvod

## Metody recyklace textilu (vyjma „energetické“)

mechanická

chemická

zjednodušení

recyklační postupy obvykle zahrnují kombinaci uvedených procesů

### Chemická recyklace – řada procesů

Chemické procesy  
(„chemolysis“, „solvolysis“)

**Methanolýza,**  
**Glykolýza,**  
**Hydrolýza** (kyselá,  
neutrální, zásaditá)

použití pro suroviny PET, PUR, nylon  
poskytující **příslušné monomery**

Tepelné procesy

**Pyrolýza,**  
**Zplyňování**  
**Hydrogenace**

získávají se **kapalné, plynné a pevné produkty** různé kvality

# Chemická recyklace textilních vláken - úvod

## Současnost a přístupy k recyklaci textilních vláken

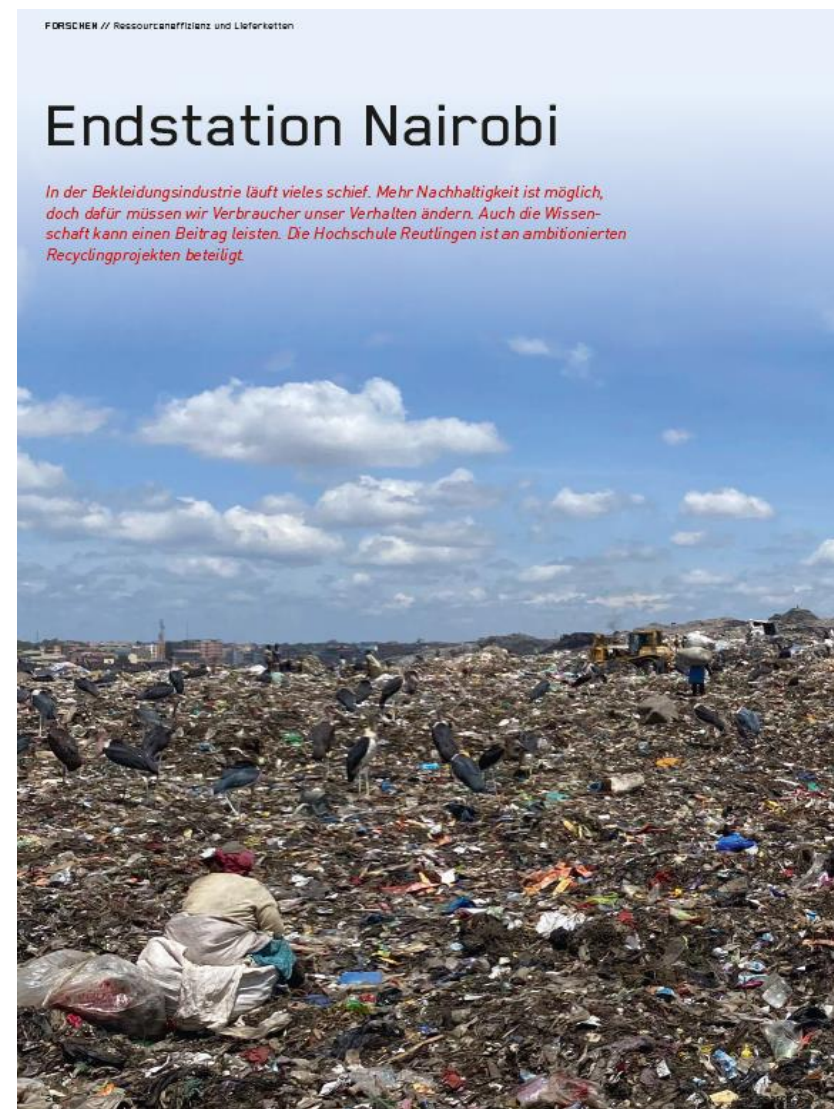
### Běžný postup recyklace - kaskádový

1. Krok – posoudit recyklaci samotných vláken (délka) – pokud ano – mechanická recyklace vláken,
2. Krok - vlákna nejsou dostatečně dlouhá a kvalitní → chemická recyklace polymerů, oligomerů nebo monomerů.  
Recyklací polymerů, oligomerů a monomerů lze obvykle získat vlákna podobné kvality jako panenská vlákna.
3. Krok - třídění textilu pro chemickou recyklaci - nedostatek (spolehlivých) technologií pro třídění a separace jednotlivých druhů textilií na dostatečně uniformní podíly.
4. Krok – dezintegrace roztříděného textilu

# Chemická recyklace plastů - úvod

## Co s textilním odpadem ?

- ☐ Cirkulární ekonomika/chemie - stává se pilířem moderního průmyslu i výzkumu a vývoje.
- ☐ Řešení problematiky odpadních textilních materiálů - nedílná součást tohoto trendu.
- ☐ Trend - blízká budoucnost - nikoli zpětné použití, ale především **recyklaci vláken, chemická recyklací polymerů/oligomerů s nižším důrazem na recyklaci monomerů.**
- ☐ Nejvíce studovaným materiálem z hlediska recyklace textilií – bavlna, následovaná polyestery, viskózou a vlnou.



# Chemická recyklace textilních vláken - úvod

Současnost a přístupy k recyklaci textilních vláken

Jsme s tématikou recyklace textilu „trochu“ vedle ?

Selection of **Textile-Related** Horizon Europe Calls 2023-2024.

1. HORIZON-CL6-2023-CircBio-02-2-two-stage: Novel, sustainable and circular bio-based textiles
2. HORIZON-CL6-2024-CircBio-01-2: Circular solutions for textile value chains based on extended producer responsibility 2
3. **HORIZON-CL6-2024-CircBio-02-1-two-stage: Circular solutions for textile value chains through innovative sorting, recycling, and design for recycling**
4. HORIZON-CL6-2023-ZEROPOLLUTION-02-2-two-stage: Safe-and-sustainable-by-design bio-based platform chemicals, additives, materials or products as alternatives
5. HORIZON-CL6-2024-CircBio-01-3: Innovative circular solutions for furniture

### Chemická recyklace textilních vláken na FŽP-UJEP

- **Projekty C4, Viskóza**
- **Základní výzkum**
- Řešení problematiky recyklace starého oblečení

# Chemické procesy - projekt C4

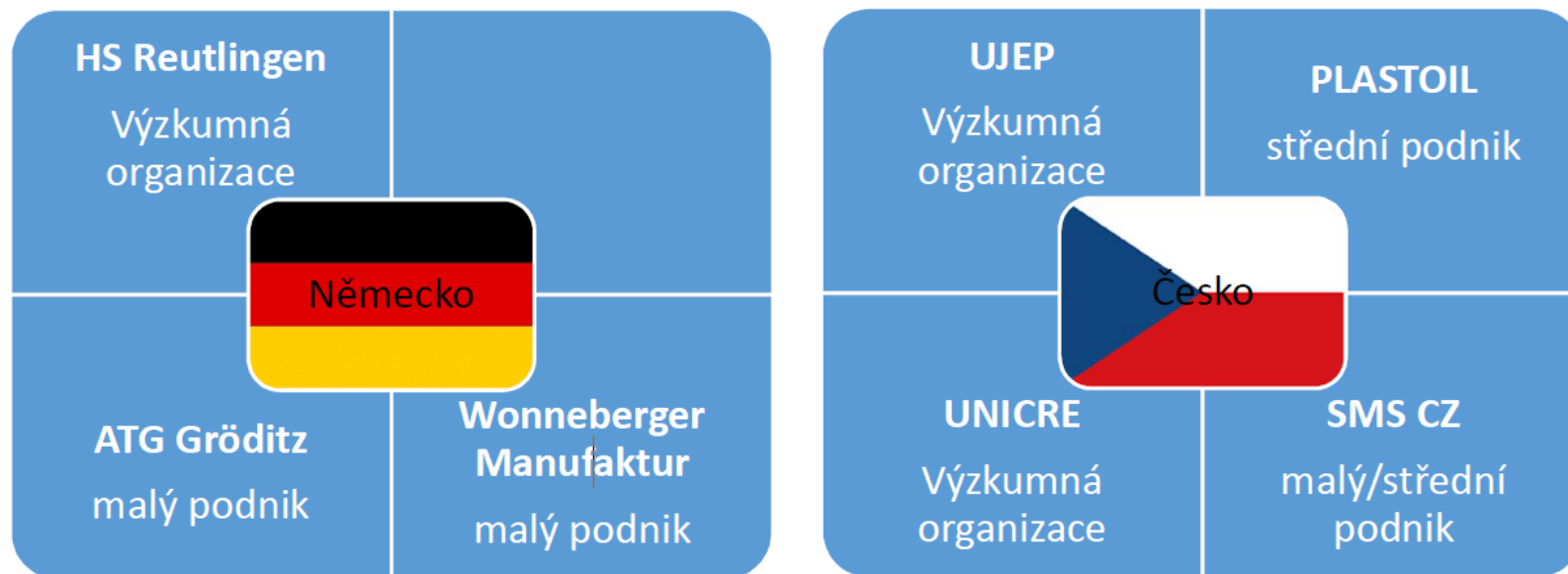
C4 – Clean Crack Clothing Concept – Development of a product cycle process for the recycling of clothing

## C4 - Koncept čistého oblečení z procesu krakování - vývoj výrobního procesu pro recyklaci oblečení

### Cíle projektu:

1. Označení oblečení, konfekce a jejich třídění podle chemického složení uloženého na RFID čipu (řeší německá strana)

2. Optimalizace procesu chemické recyklace starých oděvů (řeší česká strana)



# Chemické procesy - projekt C4

## Fakta k textilním odpadům:

- Oblečení vyrobené ze syntetických materiálů tvoří **20%** celosvětového odpadu [Greenpeace, 2018]
- Německá recyklační centra nepřijímají nové množství odpadu, protože ho nemohou zpracovat [příspěvek rádio DLF, 07/18/2019]
- Veřejné kontejnery pro použité oděvy se používají jako nádoby na odpad [DRK, 2019]
- Pomocí IČ zařízení mohou být jednotlivé textilní materiály rozpoznávány v třídících systémech [Svět; Odborníci na recyklaci, 2019] **nelze však rozeznat jednotlivé typy plastů**, což znemožňuje čistou recyklaci. [Scobel: Plastová povodeň; 2019].



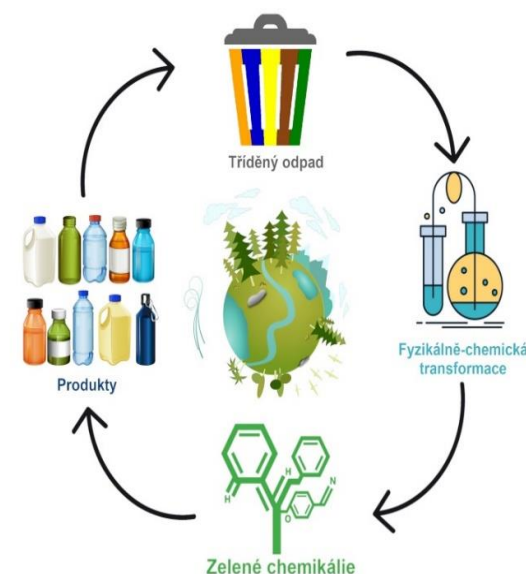
# Chemické procesy - projekt C4

## Staré oblečení:

- Směsné textilie - ve velké většině případů **směs bavlny a polymerních látek (nejčastěji PES)**.

**Problém** - vzhledem k vlastnostem a charakteru bavlny nevhodných pro pyrolýzu je nutné provést předúpravu textilní suroviny:

- desintegrovat látky,
- **separovat polymer od bavlny**
- **pyrolyzovat pouze polymerní látky (PES)**.
- Existuje několik možností, jak směsná textilní vlákna na bázi PES/bavlna zpracovávat a separovat

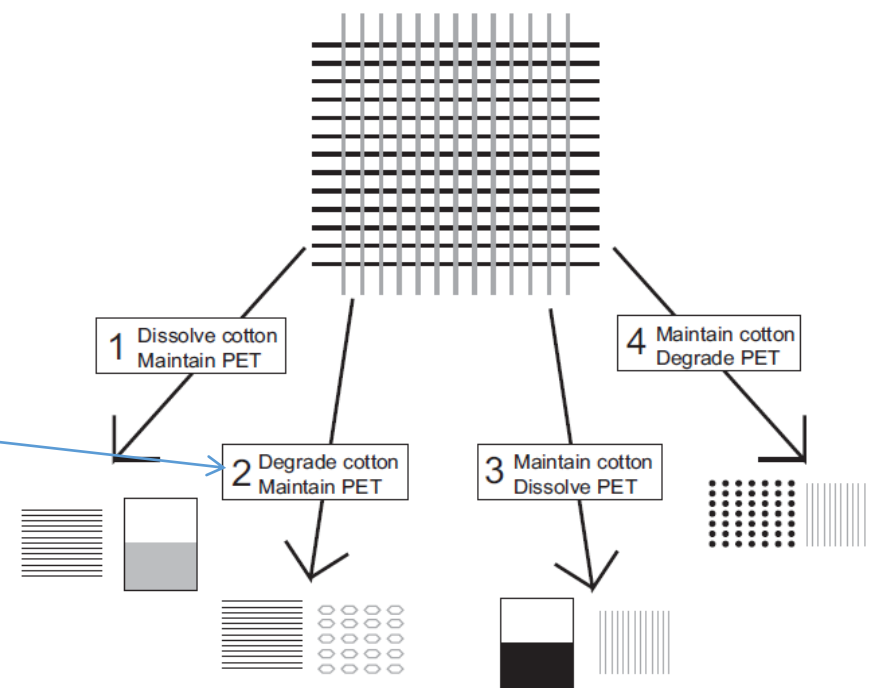


# Chemické procesy - projekt C4

## Zpracování a separace směsných textilních vláken na bázi PES/bavlna

Několik možností:

- 1) Rozpouštění bavlny a zachování PET (PES vláken)
- 2) Degradace bavlny a zachování PET
- 3) Rozpouštění PET a zachování bavlny
- 4) Degradace PET a zachování bavlny



# Chemické procesy - projekt C4

## Zpracování a separace směsných textilních vláken na bázi PES/bavlna

### Přístup na UJEP: Modelové experimenty založené na postupném rozpouštění vláken bavlny

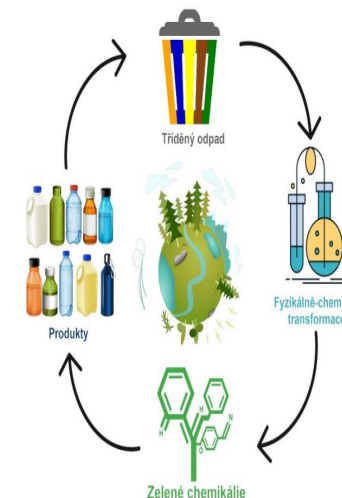
- Princip:  
**Postupné rozpouštění bavlny (celulózových vláken),**  
PES vlákna - zachována v nezměněné podobě.

Celulózové vlákno - v následném kroku **rekrytalizováno ve formě celulózy**.

- **Zvolené chemické procesy**

Jednostupňový proces s  $\text{H}_3\text{PO}_4$

Dvoustupňový proces s  $\text{H}_2\text{SO}_4$



# Chemické procesy - projekt C4

## Zpracování a separace směsných textilních vláken na bázi PES/bavlna

### Kyselá hydrolýza - Dvoustupňový proces s $H_2SO_4$

- jednostupňový proces s  $H_3PO_4$  - výtěžnost regenerované bavlny není zcela optimální a výstupem je „znečištěné bahno“



Bavlna



PES

#### ○ **Postup:**

1. stupeň: Statické namočení vzorku do 5M  $H_2SO_4$  zahřáté na 90 °C po dobu 60 s.
2. stupeň: Promytí v deion.  $H_2O$  a následné míchání v deionizované  $H_2O$ .

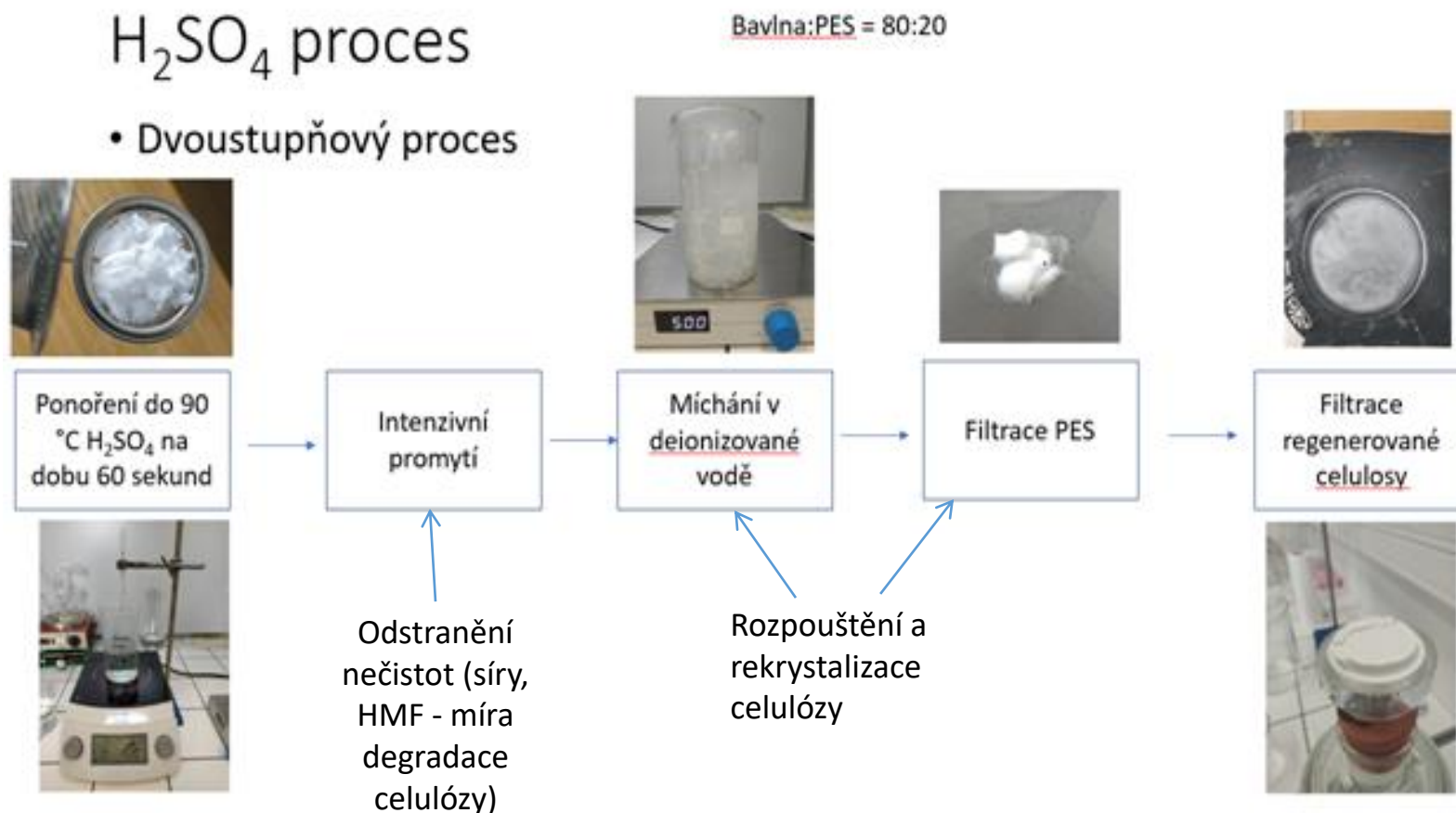
### **Příprava vláken pro chemické zpracování dvoustupňovým procesem.**

Textilní vlákna - nařezány keramickým nožem na kousky o velikosti cca 0,5–1 cm.  
Složení vláken pro modelové experimenty - opět v poměru 80:20, bavlna:PES

# Chemické procesy - projekt C4

## Zpracování a separace směsných textilních vláken na bázi PES/bavlna

### Kyselá hydrolýza - Dvoustupňový proces s $H_2SO_4$

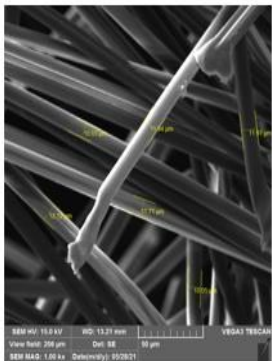


## Zpracování a separace směsných textilních vláken na bázi PES/bavlna

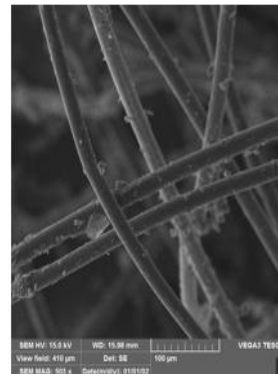
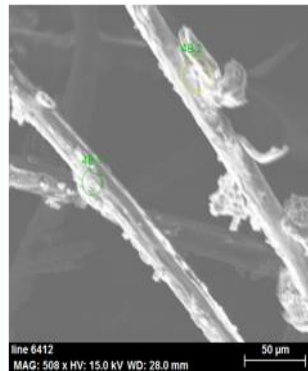
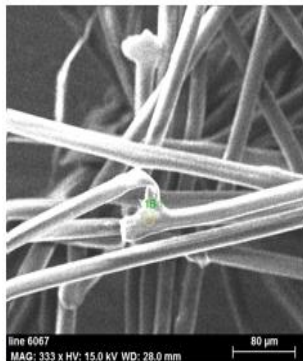
### Kyselá hydrolýza - Dvoustupňový proces s $H_2SO_4$

PES

• Původní



• Po promytí



#### ○ Závěr:

1. V případě dvoustupňového procesu s  $H_2SO_4$  **nedochází ke „zpékání“** PES vláken (rozdíl od  $H_3PO_4$ )
2. PES vlákna - znečištěna zbytkovým obsahem zregenerované práškové celulosy - dostatečně čistý PES, který by mohl najít pro další využití nebo pyrolýzu
3. Důkladnější proces **promývání** – dostatečně čistý PES, který by mohl najít další využití **nebo podroben pyrolýze**

SEM - Porovnání PES před a po zpracování dvoustupňovým procesem s  $H_2SO_4$

# Chemické procesy - projekt C4

## Zpracování a separace směsných textilních vláken na bázi PES/bavlna

### Kyselá hydrolýza - Dvoustupňový proces s $H_2SO_4$

Vzorek č.	Hmotnost [g]					Výtěžnost [%]			Doba míchání [hod.]
	Původní vzorek		Filtr	Filtr + bavlna po sušení	Vlákno na sítě 500 µm	Bavlna	PES	celkem	
	Bavlna	PES							
1.	1,6096	0,4519	0,2456	1,4147	0,5918	72,6	100%	85,4	20
2.	1,6031	0,3972	0,2527	1,4612	0,4727	75,4	100%	84,0	20
3.	1,6044	0,3962	0,2429	1,0766	0,9043	52,0	100%	86,9	4,5
4.	1,6091	0,4001	0,2430	0,9374	0,9191	43,2	100%	80,3	3

#### ○ Závěr:

1. Výtěžnost bavlny  
72-75 % při reakční době 20 h,  
43-52 % při reakčním času v řádu  
jednotek hodin
2. Celková účinnost procesu - kolem  
80-85 %
3. PES z roztoku separován prakticky  
veškerý

**Hmotnostní bilance dvoustupňového procesu s  $H_2SO_4$**



# Chemické procesy - projekt C4

**Zpracování a separace směsných textilních vláken na bázi PES/bavlna**

**Kyselá hydrolýza - Dvoustupňový proces s  $\text{H}_2\text{SO}_4$**

**A co „Scale-up“?**

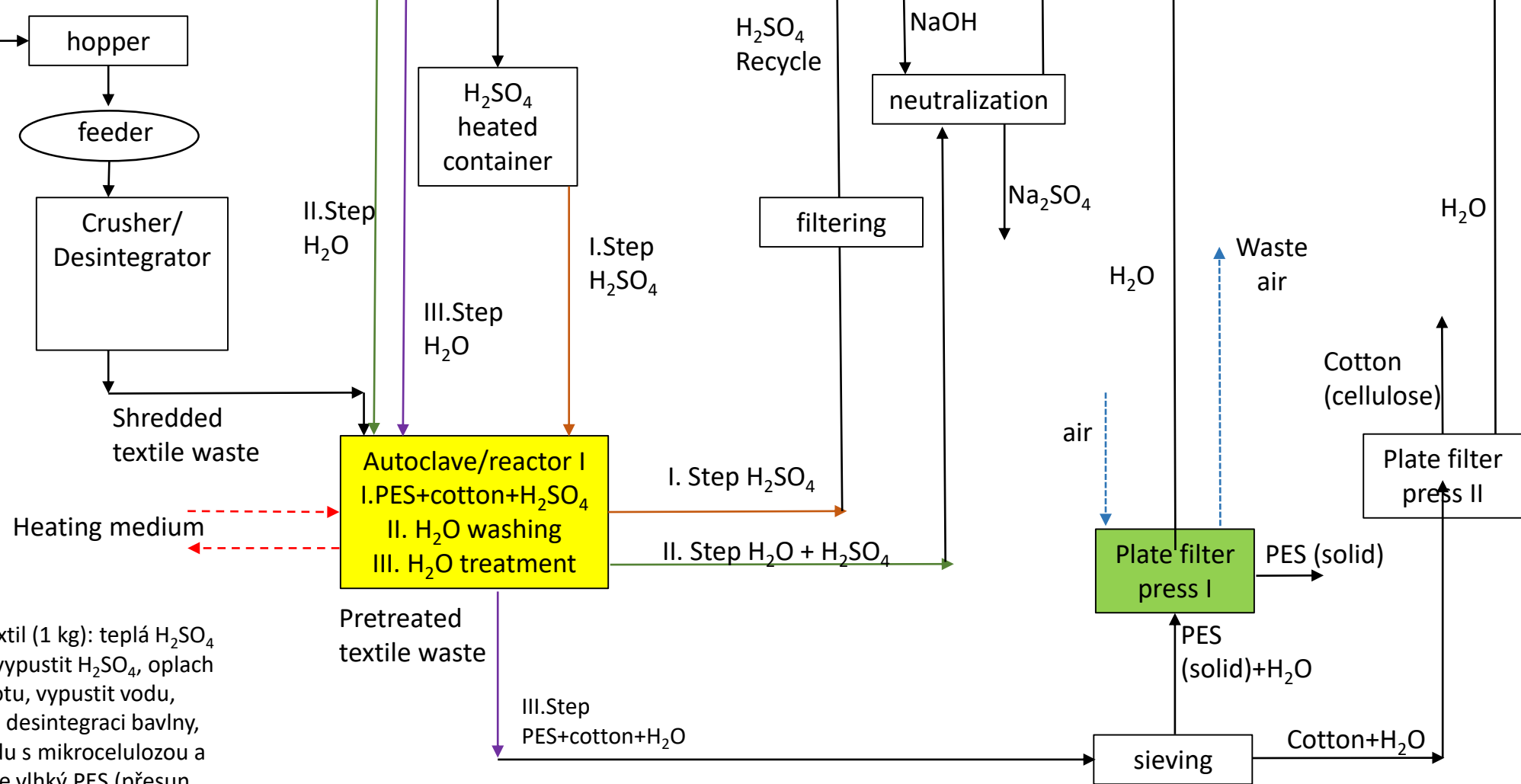
Návrh poloprovozního zpracování a separace směsných textilních vláken na bázi PES/bavlna



## Procesní schéma I.

### (1 autokláv)

- I. Step:  $\text{H}_2\text{SO}_4$  treatment
- II. Step:  $\text{H}_2\text{O}$  washing
- III. Step:  $\text{H}_2\text{O}$  treatment

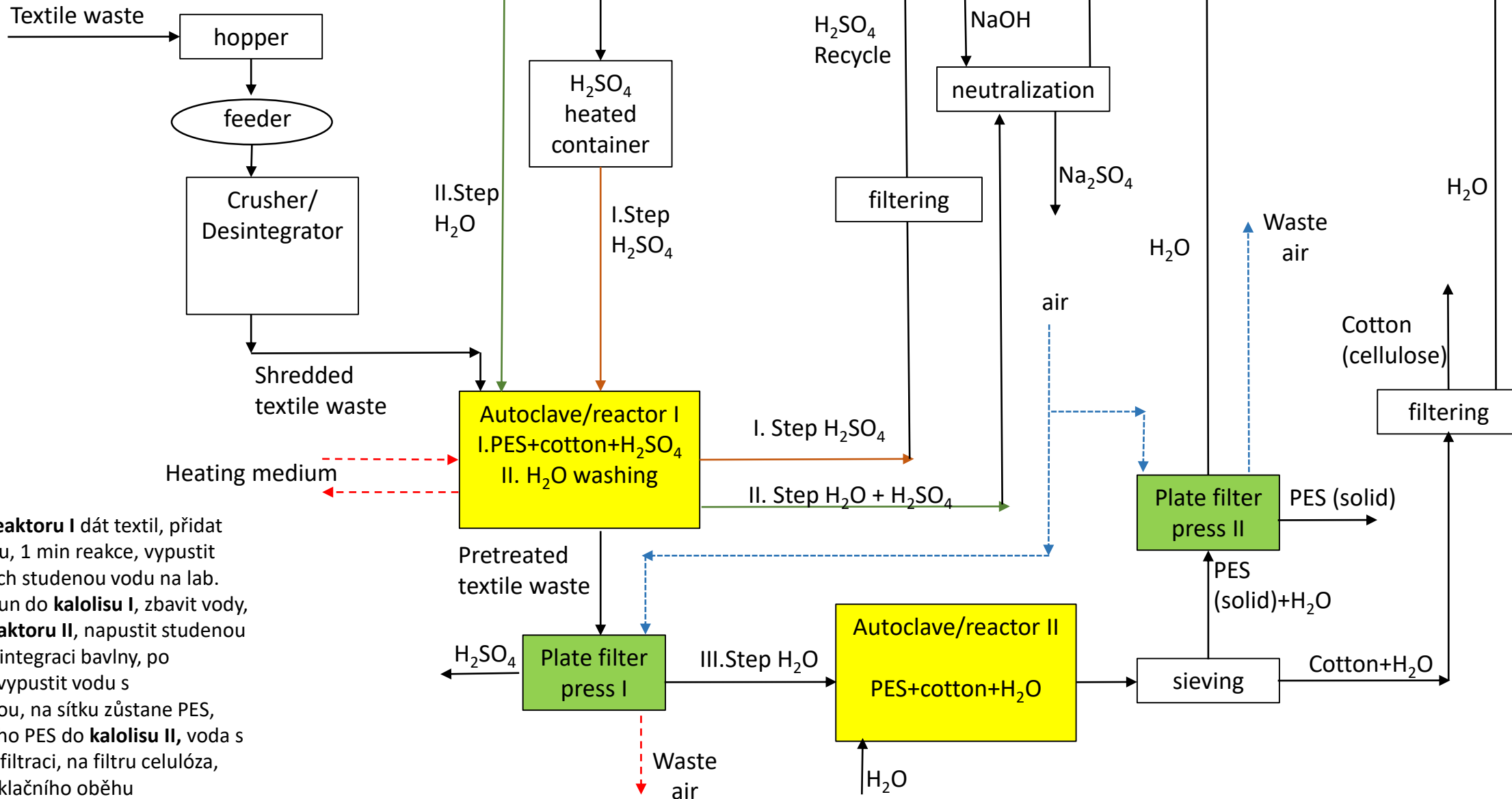


**Postup:** do reaktoru dát textil (1 kg): teplá  $\text{H}_2\text{SO}_4$  95 °C (1:15), 1 min reakce, vypustit  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , oplach studenou vodou na lab. teplotu, vypustit vodu, napustit studenou vodou pro desintegraci bavlny, po desintegraci vypustit vodu s mikrocelulózou a PES, sítovat, na sítku zůstane vlhký PES (přesun PES do kalosisu), ve vodě celulóza, filtrace, na filtru celulóza, voda do recyklačního oběhu 1:15

## Procesní schéma II.

### (2 autoklávy)

- I. Step:  $\text{H}_2\text{SO}_4$  treatment
- II. Step:  $\text{H}_2\text{O}$  washing
- III. Step:  $\text{H}_2\text{O}$  treatment



**Postup:** do reaktoru I dát textil, přidat teplou sírovku, 1 min reakce, vypustit sírovku, oplach studenou vodou na lab. teplotu, přesun do kalolisu I, zbavit vody, přesun do reaktoru II, napustit studenou vodou pro desintegraci bavlny, po desintegraci vypustit vodu s mikrocelulózou, na sítku zůstane PES, přesun vlhkého PES do kalolisu II, voda s celulózou na filtraci, na filtru celulóza, voda do recyklačního oběhu

# Chemické procesy - projekt C4

## Zpracování a separace směsných textilních vláken na bázi PES/bavlna Kyselá hydrolýza - Dvoustupňový proces s $H_2SO_4$

### Návrh nerezového autoklávu pro solvolýzu vláken

- určen pro rozpouštění bavlny pomocí  $H_2SO_4$  a demi vody,  
a vláken v roztoku DMSO za vysokého tlaku a teploty

- objem 30 l
- lomené míchadlo
- míchadlo časově spínané
- otáčky míchadla 56 ot/min
- max. provozní teplota 200 °C
- pracovní tlak 10 bar, pojišťovací ventil 16 bar

Problém – krátký přívodní elektrický kabel

Řešení: Ověření solvolýzy prozatím ve skleněné 100 l aparatuře



# Chemické procesy - projekt C4

**Zpracování a separace směsných textilních vláken na bázi PES/bavlna**

**Kyselá hydrolýza - Dvoustupňový proces s  $\text{H}_2\text{SO}_4$**

**Poloprovozní příprava – rozklady většího množství vláken**

**Snížení množství  $\text{H}_2\text{O}$  při následném procesu rozpadu textilie na PES vlákno a bavlnu**

- ☐ Původní poměr při laboratorních experimentech byl 1:100 (hm./hm.),
- ☐ Testy potvrdily, že objem míchací vody lze snížit bez zásadního vlivu na výtěžnost práškové mikrocelulózy až na poměr 1: 25 (hm./hm.)
- ☐ **(použito 50 l  $\text{H}_2\text{O}$  na 2 kg dezintegrovaných vláken)**

# Chemické procesy - projekt C4

**Zpracování a separace směsných textilních vláken na bázi PES/bavlna**

Kyselá hydrolýza - Dvoustupňový proces s  $\text{H}_2\text{SO}_4$

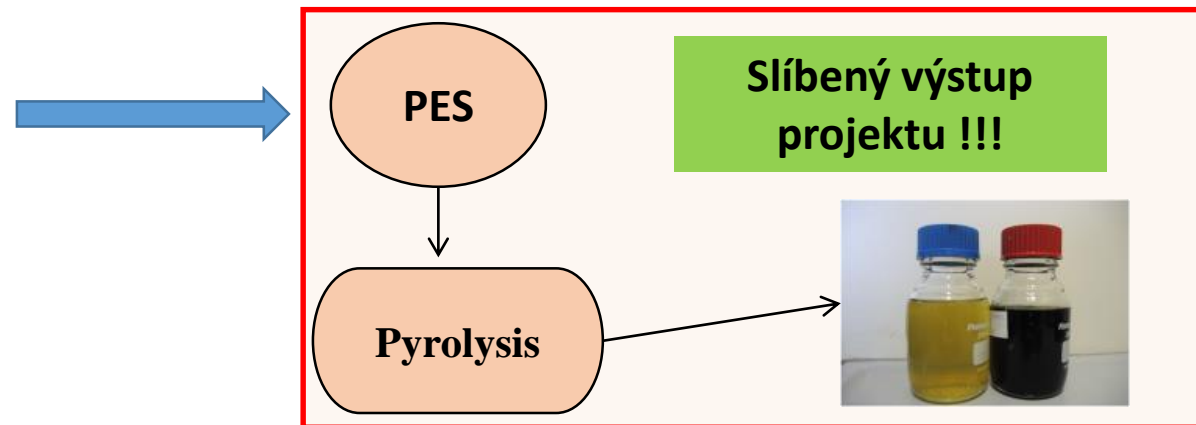
Poloprovozní příprava – rozklady většího množství vláken



zbytek kapalného podílu  
odseparované bavlny



vzorek separovaného PESu



# Termické procesy - projekt C4

## Pyrolýza modelových PES vláken

Laboratorní pyrolyzní jednotka

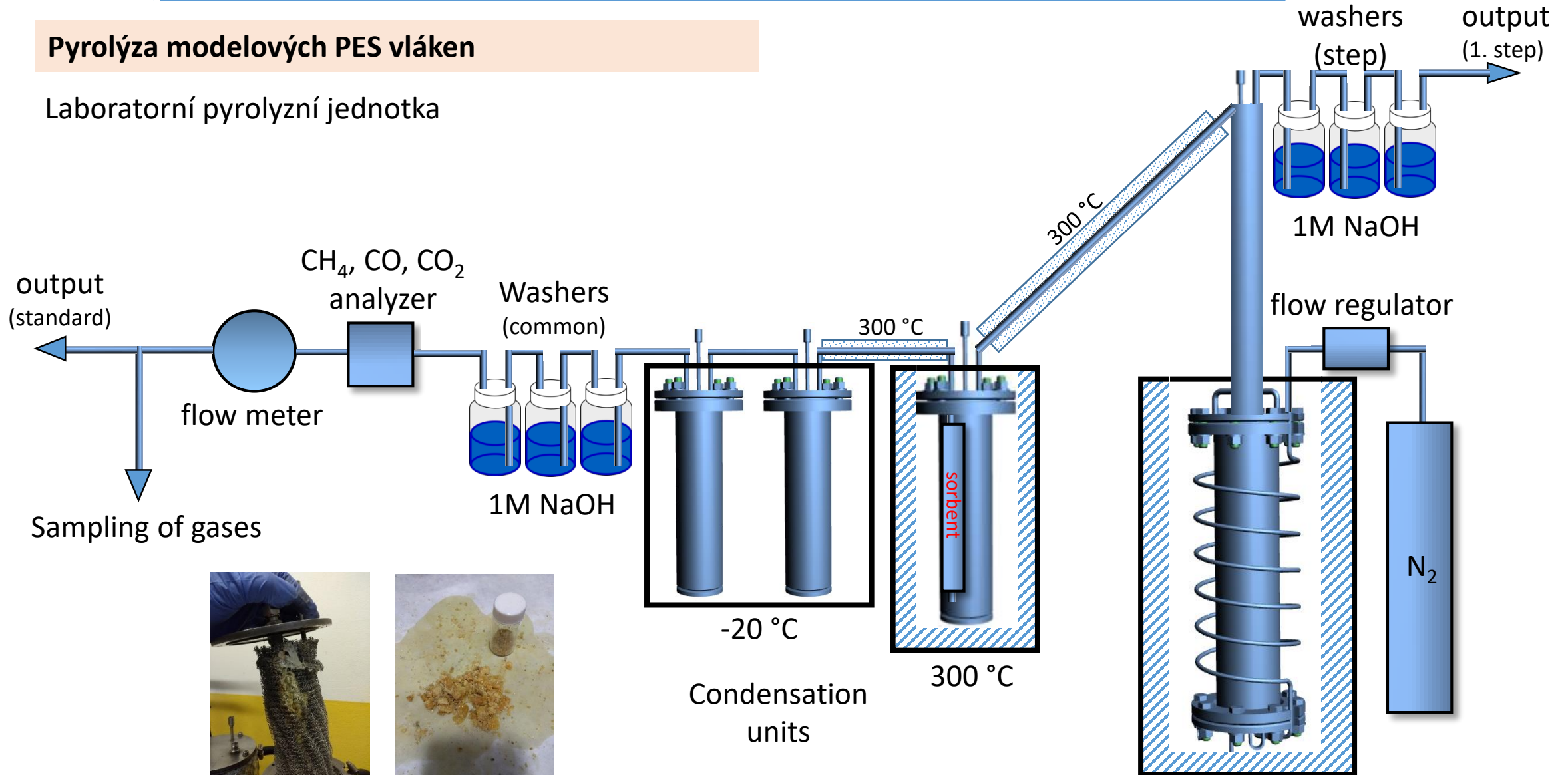


Fig. The clog found at the condenser inlet (left) and the benzoic acid derivatives found in the tubing (right)



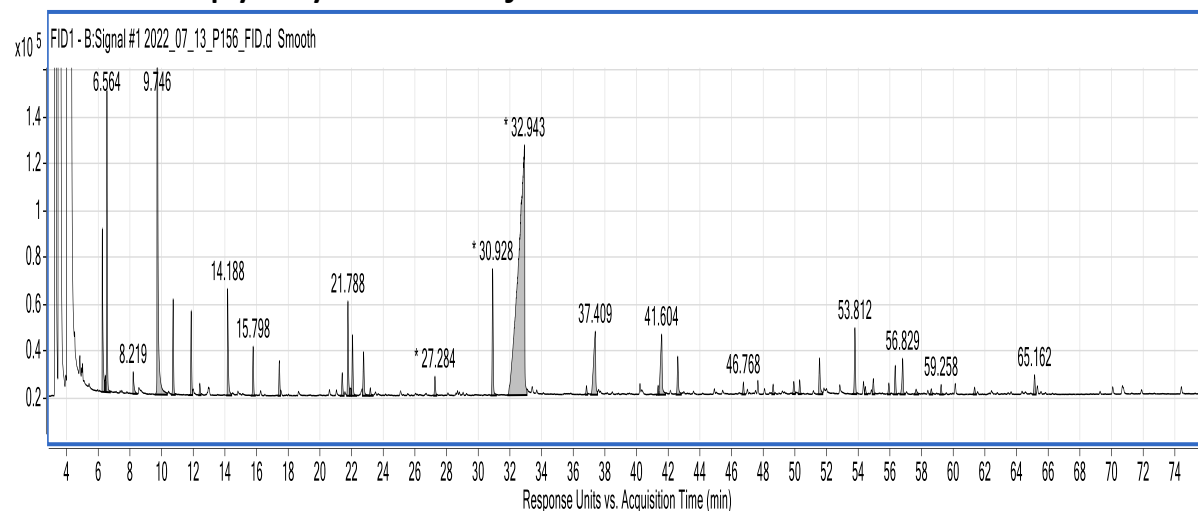
# Termické procesy - projekt C4

Po pyrolýze PES – předběžný výsledek



Pyrolyzní olej modelových PES vláken

GC-FID pyrolyzního oleje z PES



Data MS			
RT [min]	Identified Compound	Sum formula	Library match NIST [%]
6,0521	Cyclopropanecarboxaldehyde	C4H6O	94,4
6,2354	2-Butenal	C4H6O	95,6
6,3482	Benzene	C6H6	98,4
7,9657	1,4-Dioxane	C4H8O2	86,5
9,4844	Butanal, 3-hydroxy-	C4H8O2	92,8
10,4753	Toluene	C7H8	98,3
11,612	Paraldehyde	C6H12O3	94,5
12,1505	3-Ethyl-2-hexene	C8H16	91,2
13,8944	2-Butanol, 3-methyl-, (S)-	C5H12O	79,1
15,4998	Ethylbenzene	C8H10	98,7
17,147	Styrene	C8H8	98,8
21,1127	Phenylglyoxal	C8H6O2	96,9
21,4889	m-Dioxan-4-ol, 2,6-dimethyl-	C6H12O3	92,4
		C8H12O4	
21,7794	m-Dioxan-4-ol, 2,6-dimethyl-	C6H12O3	91,3
22,4592	2-Ethynyl pyridine	C7H5N	92,6
		C10H20	
26,957	Ethanone, 2,2-dihydroxy-1-phenyl-	C8H8O3	93,6
30,5998	Phenacylidene diacetate	C12H12O5	98
	Benzoic acid	C7H6O2	98,11
36,5142	m-Toluic acid, 4-cyanophenyl ester	C15H11NO2	97
	Benzoic acid, 4-methyl-	C8H8O2	94,05
41,0322	4-Ethylbenzoic acid, 4-nitrophenyl ester	C15H13NO4	94,1
41,2795	4-Ethylbenzoic acid	C9H10O2	92,8
42,2527	Biphenyl	C12H10	94,7
42,3016	4-Vinylbenzoic acid	C9H8O2	81,5
46,6557	neidentifikováno		
48,2671	Bibenzyl	C14H14	88,4
49,5756	Benzene, 1,1'-(1,2-dimethyl-1,2-ethanediyl)bis-	C16H18	90,5
49,9582	Ethylphenylhydantoin	C11H12N2O2	76,4
51,2277	Benzoic acid, 2-(1-oxopropyl)-	C10H10O3	84,2
53,4392	Benzene, 1,1'-(1,3-propanediyl)bis-	C15H16	97,3
54,0986	1,2-Diphenylcyclopropane	C15H14	88,6
54,6069	Benzene, 1,1'-(1-methyl-1,3-propanediyl)bis-	C16H18	87,8
55,5752	Phenanthrene, 9,10-dihydro-	C14H12	93,3
55,9908	Benzene, 1,1'-(2-butene-1,4-diyl)bis-	C16H16	75,2
56,3899	1-Hexene, 3-methyl-6-phenyl-4-(1-phenylethoxy)-	C21H26O	59,1
56,4527	1,2-Diphenylcyclopropane	C15H14	95,6
57,2516	Benzene, 1,1'-(1,4-butanediyl)bis-	C16H18	85,9
58,2479	9H-Fluorene, 9-methylene-	C14H10	86,8
58,8791	Benzene, 1,1'-(3-methyl-1-propene-1,3-diyl)bis-	C16H16	87,6
60,9869	Anthracene, 9-ethenyl-	C16H12	93,1
64,7683	Naphthalene, 2-phenyl-	C16H12	95,7

# Rozklad polymerních vláken pro přípravu kyseliny tereftalové

UNIVERZITA J. E. PURKYNĚ V ÚSTÍ NAD LABEM

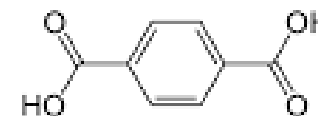
Fakulta životního prostředí

Zpátky k základnímu výzkumu v oblasti chemické recyklace textilií na bázi PES:bavlna

## Motivace:

Místo pyrolýzy solvolýza ? PES na kyselinu tereftalovou

Návaznost na výzkum MOFů na FŽP-UJEP



Kyselina tereftalová, (1,4-benzendikarboxylová)

## Idea:

Rozklad PES,  
PET vláken v  
alkalickém  
prostředí



Vysrážení  
kyseliny  
tereftalové  
změnou pH



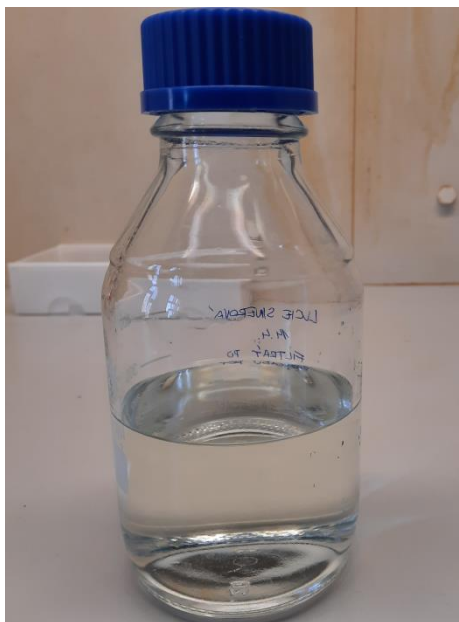
Charakterizace  
kyseliny  
tereftalové



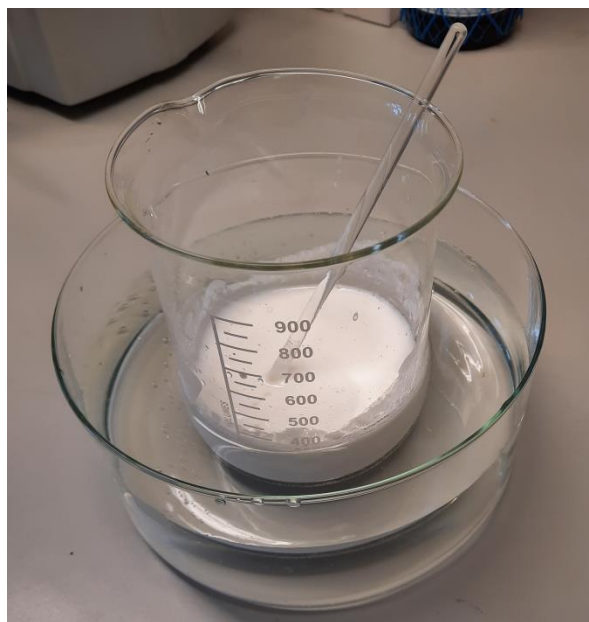
Využití pro  
přípravu  
MOFů



## Rozklad polymerních vláken pro přípravu kyseliny tereftalové



čirá kapalina - rozložený PET v  
roztoku NaOH



proces vysrážení kys. tereftalové



Na filtračním papíru - kys. tereftalová

## Rozklad polymerních vláken pro přípravu kyseliny tereftalové

Předběžné testy: Použitá čistá PES a PET vlákna

Podmínky laboratorního rozkladu:

10 g PES rozkládáno v alkalickém roztoku NaOH

10 g PET rozkládáno v alkalickém roztoku NaOH

Rozklad probíhal při 90 °C

Celková doba rozkladu pro PES: cca 16 hodin

Celková doba rozkladu pro PET: cca 8 hodin

Do budoucna: využití **katalyzátorů** pro snížení energetické a finanční náročnosti procesu

## Charakterizace připravené kyseliny tereftalové (KT)

- HPLC analýza
  - Porovnání kys. tereftalové (Sigma Aldrich) a připravené rozkladem PET a PES vláken
  - Pro HPLC-DAD analýzu se připravily jednotlivé roztoky o koncentraci 10 mg/l
  - Plocha píku se pak porovnávala s čistou kys. tereftalovou (Sigma Aldrich) a rozdíl v naměřených plochách odpovídal nečistotám

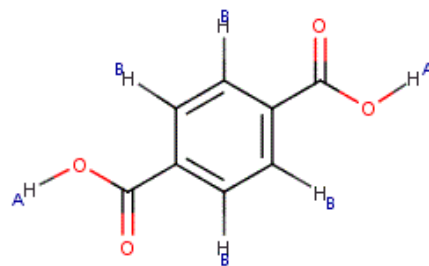
Vzorek	Plocha píku	Čistota (hm.%)
KT (Sigma Aldrich)	$44,46 \pm 0,98$	100
KT ( z PET vláken)	$38,10 \pm 0,17$	$85,9 \pm 0,4$
KT (z PES vláken)	$31,58 \pm 0,23$	$71,0 \pm 0,5$

- Pozn: Ani v prodloužené analýze nebyl detekován jiný pík než odpovídající KT.  
Pravděpodobně tedy nečistoty nejsou způsobeny většími organickými molekulami

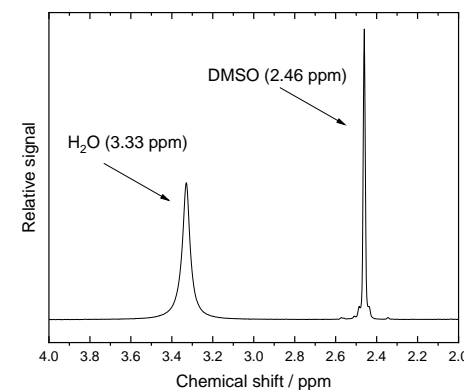
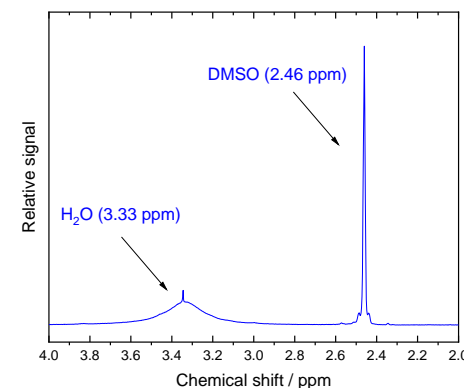
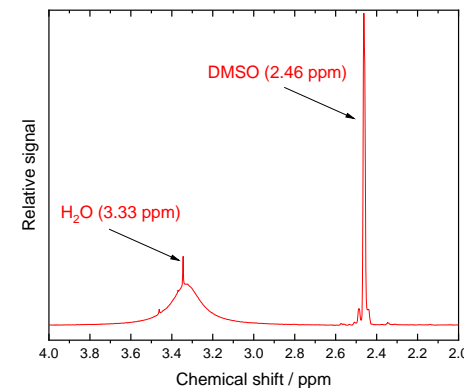
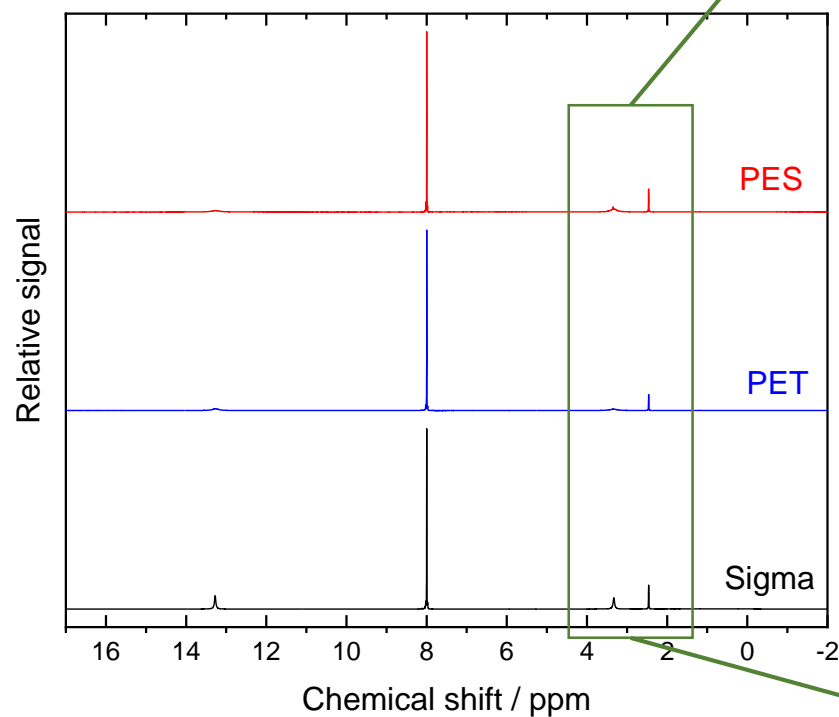
# Čistota KT

Assign.	Shift(ppm)
A	13.3
B	8.057

Assigned with HSQC and HMBC.



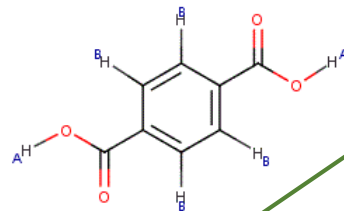
- $^1\text{H}$  NMR analýza
  - Cca 10 mg / ml d-DMSO



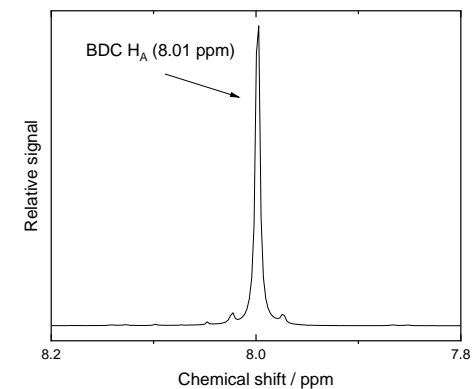
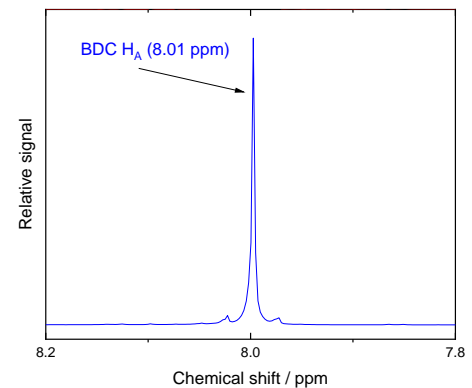
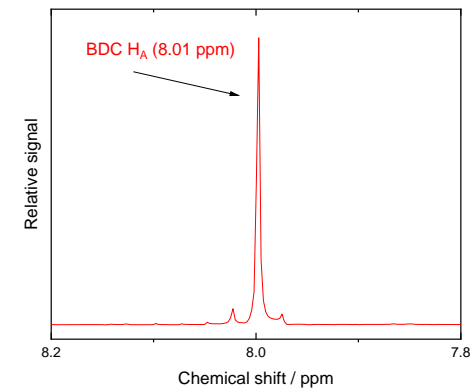
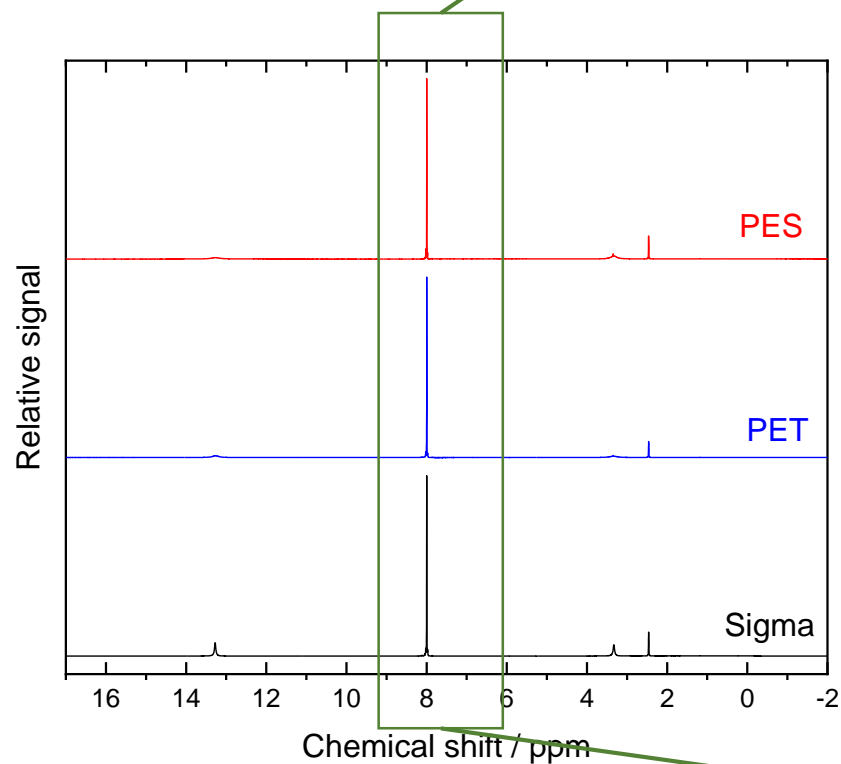
# Čistota KT

Assign.	Shift(ppm)
A	13.3
B	8.057

Assigned with HSQC and HMBC.



- $^1\text{H}$  NMR analýza
  - Cca 10 mg / ml d-DMSO

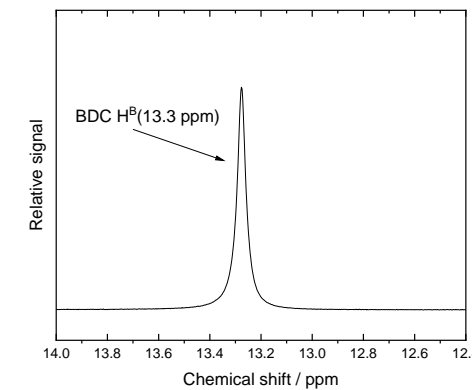
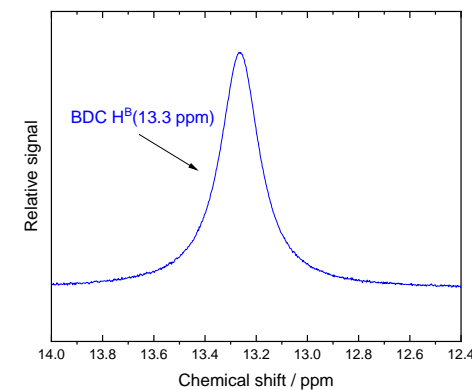
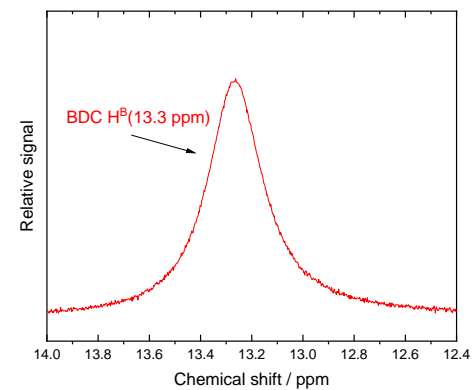
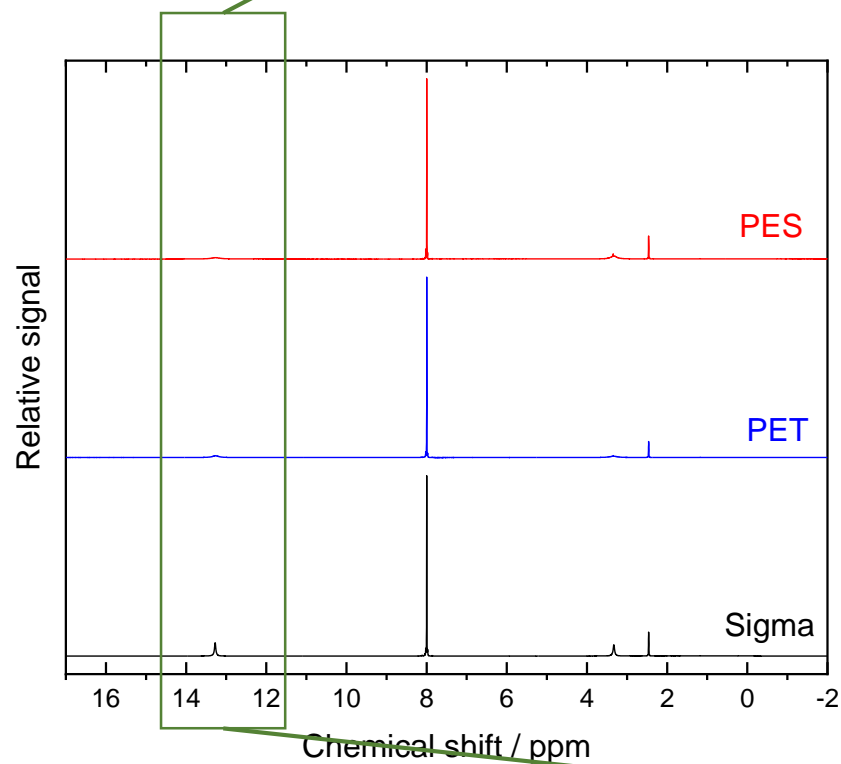
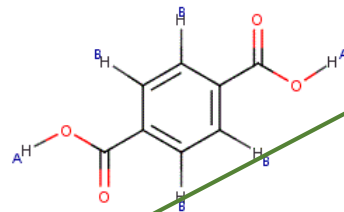


# Čistota KT

- $^1\text{H}$  NMR analýza
  - Cca 10 mg / ml d-DMSO

Assign.	Shift(ppm)
A	13.3
B	8.057

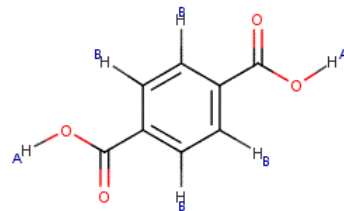
Assigned with HSQC and HMBC.



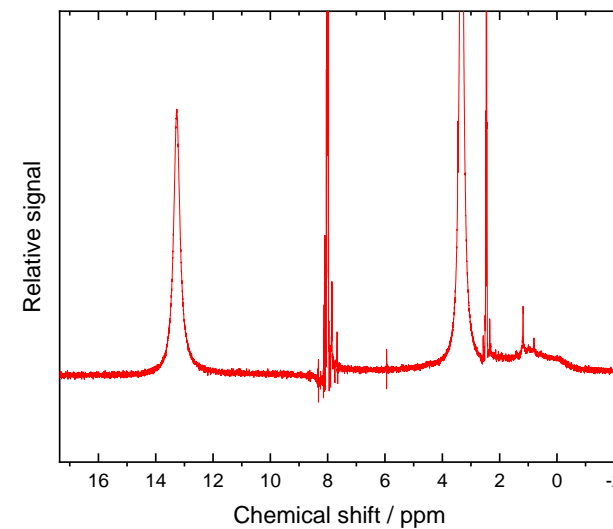
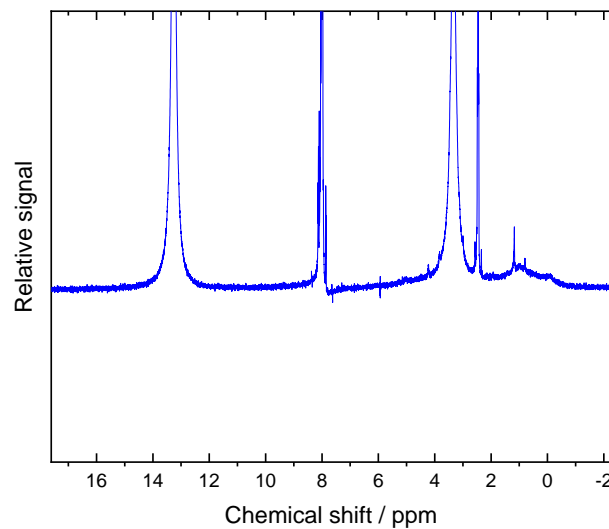
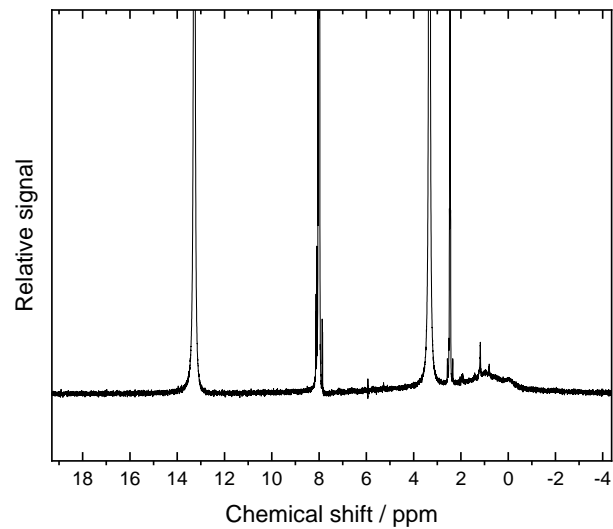
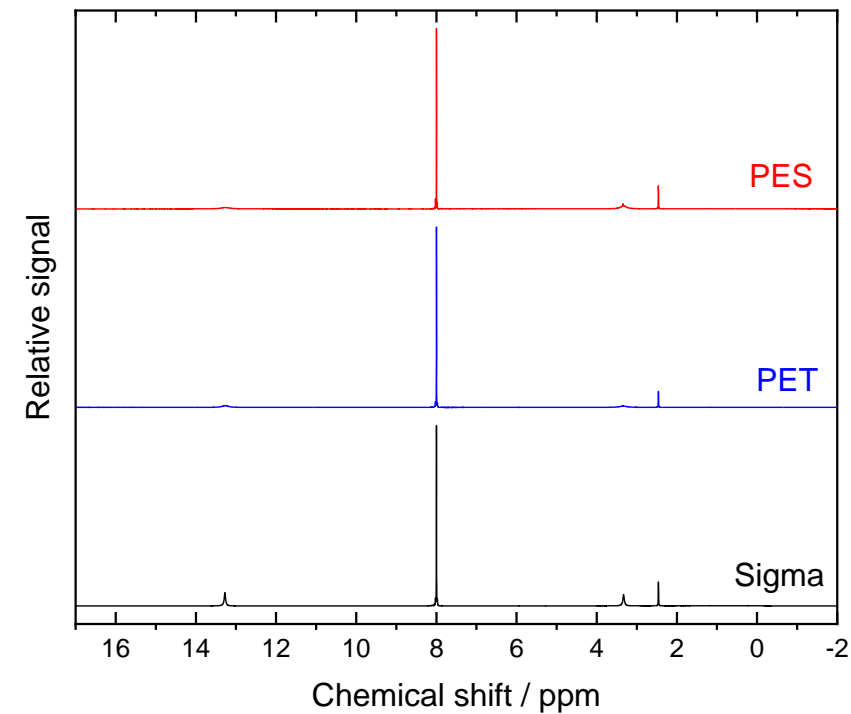
# Čistota KT

Assign.	Shift(ppm)
A	13.3
B	8.057

Assigned with HSQC and HMBC.



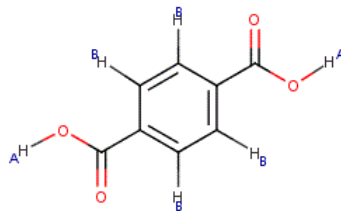
- $^1\text{H}$  NMR analýza
  - Cca 10 mg / ml d-DMSO



# Čistota KT

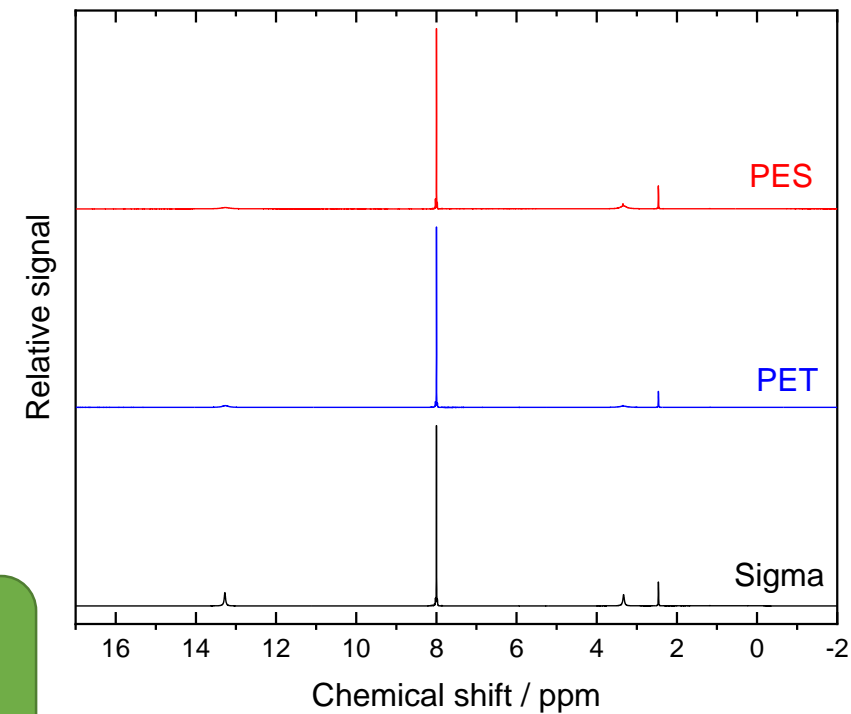
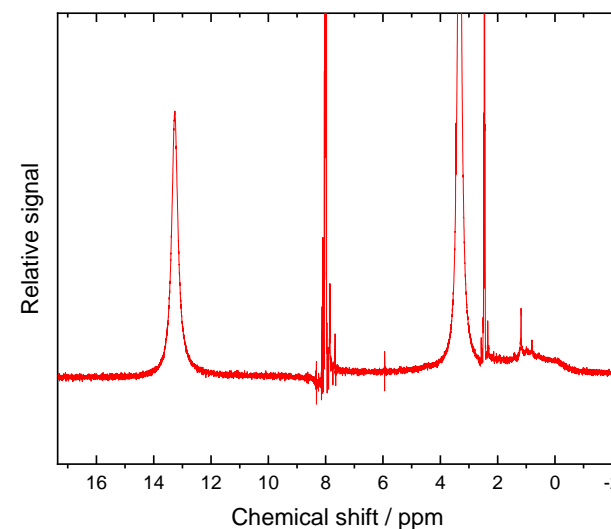
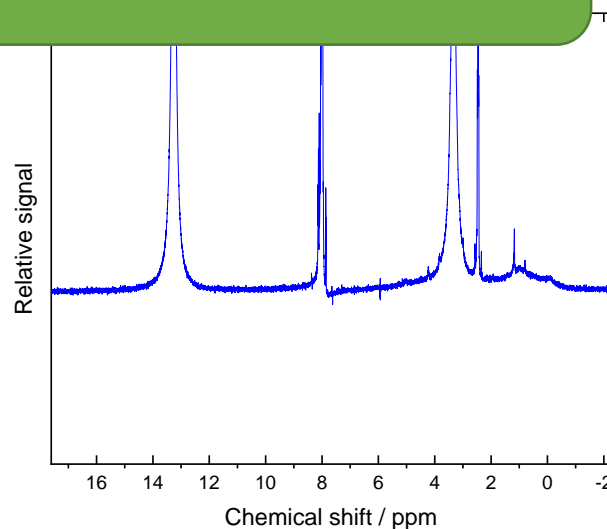
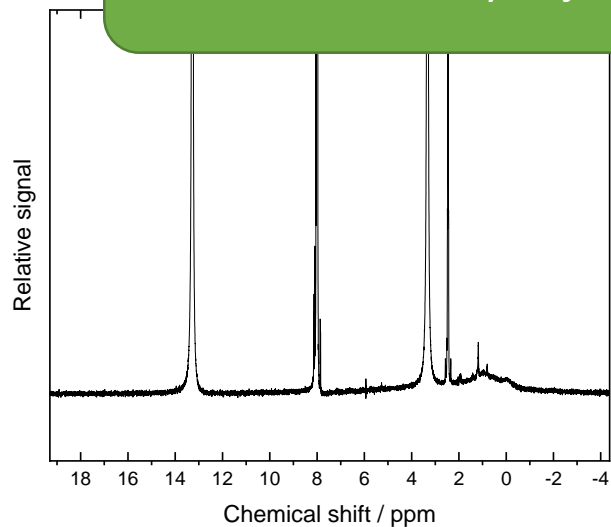
Assign.	Shift(ppm)
A	13.3
B	8.057

Assigned with HSQC and HMBC.



- $^1\text{H}$  NMR analýza
  - Cca 10 mg / ml d-DMSO

Výsledek NMR:  
Nečistoty nejsou zřejmě organického původu





### Základní výzkum v oblasti chemické recyklace textilií na FŽP, UJEP

Pokračování ve výzkumu

1. Charakterizovat anorganické nečistoty
2. Příprava MOFů a jejich charakterizace – vliv nečistot na jejich vlastnosti
3. Aplikace MOFů

# Rozklad vláken z bavlny, viskózy

## Základní výzkum v oblasti chemické recyklace textilií na FŽP, UJEP

- ☐ Kyselým rozkladem bavlněných popř. viskózních vláken vznikají dvě hlavní komodity 5-(hydroxymethyl)furfural a glukóza
- ☐ Rozklad bavlněných vláken lze využít např. i při selektivní degradaci bavlněných, viskózních vláken ve směsi s polyesterovými vlákny za účel zachování PES vláken
- ☐ Pro pokus použita čistá viskózová vlákna
- ☐ Použité kyseliny: citrónová, fosforečná, chlorovodíková, sírová
- ☐ Rozklad probíhal za laboratorní teploty

# Rozklad vláken z bavlny, viskózy

## Základní výzkum v oblasti chemické recyklace textilií na FŽP, UJEP

Vznik 5-(hydroxymethyl)furfuralu (HMF) byl potvrzen během prvních pokusů s kyselou hydrolyzou a rozkladem viskózového vlákna za použití různých kyselin.

Nejvyššího výtěžku bylo dosaženo při použití 96% kyseliny sírové a nejmenšího naopak s 5% kyselinou citronovou.

Vzorek č.	Materiál	Rozkladný roztok	c HMF [g/kg viskózy]
1.	Viskóza	5% Kyselina citronová (pH 1,98)	0,01
2.	Viskóza	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 85 %	0,92
3.	Viskóza	HCl 35%	4,43
4.	Viskóza	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 96 %	130,99

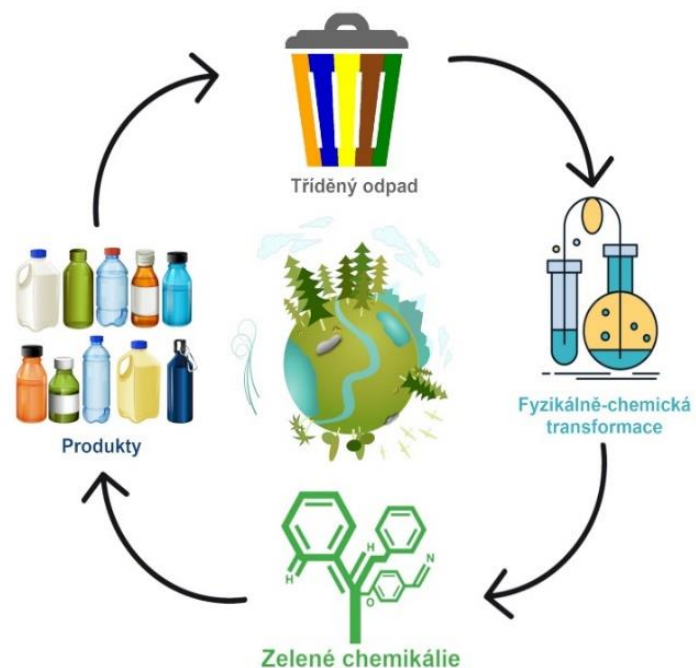
Pozn. Množství HMF po rozkladu viskózy v různých roztocích . Celkový čas rozkladu : 4 dny za lab. teploty (23°C). Vz. 1. a 2. na konci rozkladu zahřívání na 95 °C po dobu 1,5 hod. Navážka : 2g., V = 200 ml.



EVROPSKÁ UNIE  
Evropské strukturální a investiční fondy  
Operační program Výzkum, vývoj a vzdělávání



MINISTERSTVO  
PRŮMYSLU A OBCHODU



# Děkuji za pozornost

