

# RE: SOURCE

Slutrapport för projekt

---

## Från industriellt polyesterspill till mjukgörare genom kemisk återvinning

---

Projektperiod: 15 juni 2017-31 mars 2018

Projektnummer: 44176-1

Med stöd från:



FORMAS



STRATEGISKA  
INNOVATIONS-  
PROGRAM

Titel på projektet – svenska <b>Från industriellt polyesterspill till mjukgörare genom kemisk återvinning</b>
Titel på projektet – engelska <b>From polyester edge trim to plasticizer through chemical recycling</b>
Universitet/högskola/företag <b>Swerea IVF AB</b>
Adress <b>Box 104, 431 22 Mölndal</b>
Namn på projektledare <b>Karin Lindqvist</b>
Namn på ev övriga projektdeltagare <b>Perstorp AB, Jaba Group</b>
Nyckelord: 5-7 st <b>PET, polyester, kemisk återvinning, depolymerisation, mjukgörare</b>

Med stöd från:



STRATEGISKA  
INNOVATIONS-  
PROGRAM

## Förord

Projektet har varit en förstudie inom RE:source med 25% samfinansiering av projektpartners genom in-kind dvs eget arbete. Projektpartners har varit JABA Group och Perstorp AB. Swerea IVF har varit forskningsutförare och projektledare.

## Innehållsförteckning

Sammanfattning .....	3
Summary .....	4
Inledning och bakgrund .....	5
Genomförande .....	7
Resultat och diskussion.....	12
Slutsatser, nyttiggörande och nästa steg .....	17
Publikationslista.....	19
Projektkommunikation.....	20
Referenser .....	20
Bilagor .....	<b>Fel! Bokmärket är inte definierat.</b>

## Sammanfattning

I förstudien undersöks de kemiska och tekniska möjligheterna att materialåtervinna industriellt polyesterspill genom depolymerisering och använda den erhållna blandningen för syntes av mjukgörare. Detta är en innovativ idé som inte testats förut och som öppnar potentialen för återvinning av stora mängder textil polyesteravfall som består av co-PET, som inte tidigare depolymeriserats. Projektet har fokuserat på att besvara följande frågor:

- A) Är det möjligt att depolymerisera polyesterspill, vad är utbytet och sammansättningen för den resulterande blandningen?
- B) Vilken är potentialen att använda blandningen som råmaterial för syntes av mjukgörare?
- C) Vilken miljöpåverkan har processen och mjukgöraren?
- D) Vilka är de ekonomiska och miljömässiga fördelarna (kvalitativa och kvantitativa) med lösningen?

Projektets genomförande har bestått av:

- Materialinsamling, storleksreducering och transport
- Depolymerisering och analys
- Syntes av mjukgörare samt utvärdering i PVC

Resultaten i förstudien har visat att det går att depolymerisera industriellt polyesterspill med ett högt utbyte > 90% och hög renhet av monomeren bis (hydroxy etyl) tereftalat, BHET. Potentialen att använda BHET för syntes av mjukgörare har undersökts genom transestrifiering med etyl valeriat som är *en av flera möjliga grenade syror* och *en av flera reaktionsvägar* för syntes av mjukgörare. Potentialen bedöms fortfarande som hög även om detta första försök tycks ge en produkt som inte är tillräckligt termiskt stabil. Resultaten utgör underlag för fortsatt utveckling och visar att den initiala bedömningen av framtagen mjukgörare stämde beträffande kompatibilitet med PVC men att den termiska stabiliteten behöver förbättras. Detta kan göras genom att använda en alternativ grenad syra eller genom rening av framställd produkt.

Miljöpåverkan av produkten bedöms låg då en produkt från sekundär råvara utgör råmaterial. Processen innehåller inga toxiska ämnen. För depolymeriseringen behövs en vidareutveckling för rening och återanvändning av lösningmedel.

Marknadspotentialen för processen och produkten bedöms som goda och deltagande partners önskar fortsatt utveckling av konceptet.

Resultaten visar hur en idé baserad på användning av en produkt (BHET) från återvinning av sekundär råvara kan utnyttjas på ett innovativt sätt i produktutveckling av kemiska additiver. Detta kommer att utnyttjas av befintliga projektpartners i fortsatt utveckling av idén om framställning av mjukgörare och syntetiska smörjmedel men också för andra ansökningar om forskningsprojekt för utveckling av depolymeriseringsprocessen och efterföljande processteg.

## Summary

This pre-study investigates the chemical and technical possibilities of preparing a plasticizer by material recycling of industrial polyester waste through depolymerisation. This is a novel idea that opens up the potential for recycling of copolyester that has not been depolymerised before. The project has focused on answering the following questions:

- A) Is it possible to depolymerise copolyester from edge trim, what is the yield and the composition of the resulting mixture?
- B) What is the potential of using the mixture as raw material for synthesis of plasticizer?
- C) What are the environmental impacts of the process and the plasticizer?
- D) What are the economic and environmental advantages for the solution?"?

The project consisted of the following steps:

- Materials collection, size reduction and transportation
- Depolymerisation and product analysis
- Synthesis of plasticizer and evaluation when blended in PVC

The results show that it is possible to depolymerize industrial polyester waste obtaining a high yield of > 90 weight % and high purity of the monomer, bis (hydroxyl ethyl) terephthalate, BHET. The potential of using BHET for synthesis of plasticizer through transesterification with ethyl valerate was *one of several possible reaction paths and one of several potential branched acids*. This initial synthesis resulted in a product which seems to have too low thermal stability. There is a possibility to increase the stability through the purification of the product. Another alternative is to react the BHET with another branched acid. The results show that the blending of the prepared plasticizer BHET-VA results in a very fast absorption in PVC and thus has a very good compatibility. The potential of synthesis of a plasticizer based on BHET is still regarded as high.

The environmental impact of the plasticizer is estimated as low since it is a product based on the use of secondary raw material. The process does not contain any toxic substances. The cleaning and reuse of solvent is necessary for the depolymerisation step.

The market potential for the process and the product are estimated as good and the participating partners want to continue the development of the concept.

The results show how an idea based on the use of a product (BHET) from recycling of a secondary raw material can be explored in an innovative way through product development of chemical additives. The work will continue and will also be base for new applications for research and development projects.



Syntes av mjukgörare från monomer av depolymeriserat polyesterspill.

## Inledning och bakgrund

En snabb metod för depolymerisering av återvunnen PET till baskemikalier har utvecklats och demonstrerats i labbskala på Swerea IVF. Processen är robust jämfört med befintlig teknik och har testats på ett flertal avfallsströmmar av PET.

Innovationen som projektet utvecklar är en modifiering av depolymeriseringsprocessen för polyesterspill, som kemiskt sett har samma struktur som PET. I projektet används den depolymeriserade produkten som råvara för framställning av mjukgörare för PVC, men kan också användas för att tillverka additiv till lim och färg.

Syntes av mjukgörare genom kemisk återvinning av industriellt polyesterspill är en ny idé och ett förslag som har potentialen att öka användningen av sekundär råvara. Polyesterfibrer tillverkas ofta av copolymer som innebär att det finns två monomertyper som bygger upp kedjorna. Monomererna i blandningen kan ytterligare reageras med en grenad syra som resulterar i en produkt med låg flyktighet, som fungerar som additiv.

Kemisk återvinning möter behovet av hållbara kemikalier till en lägre kostnad än att använda fossila råvaror. Vår metod expanderar mängden återvinningsbart material eftersom co-PET kan inkluderas. Den ökande användningen av polyesterfibrer ger snabbt en ökande mängd avfall som måste omhändertas på ett hållbart sätt. Förbränning som är det vanligaste sättet att bli kvitt polyester och PET är innebär i dubbel bemärkelse att materialet går upp i rök. Depolymerisering innebär återvinning utan nedgradering och värdesänkning av materialet eftersom nya produkter syntetiseras.

Kemisk återvinning av polyester tillverkad av co-PET har inte gjorts förut eftersom en depolymeriserad blandning av inte kan användas för att göra ny polyester. Den innovativa idén att använda blandningen av olika monomerer som råmaterial för kemiska additiv såsom mjukgörare är ett nytt sätt att använda detta spill. Det kan finnas möjligheter att tillverka olika mjukgörare från blandningen genom reaktioner med olika typer av grenade syror. Projektet är en viktig förstudie för att testa idén och utvärdera möjligheter och begränsningar. En grundlig karakterisering av den depolymeriserade blandningen kombinerad med simulering av kemiska reaktioner (mjukvara) kommer visa potentialen i att framställa olika additiv. Detta är en ny metod i arbetet med uppgradering av kemiskt återvunna material

Polyetylentereftalat (PET) är en syntetisk polyester som är tillverkad av råolja. Den utmärkta mekaniska styrkan, god hållbarhet och låg produktionskostnad gör PET populär i många applikationer som fibrer, flaskor och film. Produktionen av polyester är emellertid energiintensiv och bygger på en ändlig, icke-förnybar naturresurs. Det beräknas att cirka 104 miljoner fat olja används för PET-produktion varje år. Bland den producerade polyestern går cirka 60% till fiberproduktion och 30% används för flaskor. Förbränning är för närvarande är det vanligaste sättet att bli kvitt polyesteravfall. Förbränning är emellertid inte ett hållbart sätt att bli kvitt polyester. Det slösar inte bara PET-materialet utan ger också negativ påverkan på miljön. Förbränning av 1 kg PET-avfall kommer till exempel att släppa omkring 2,5 kg CO<sub>2</sub>. För att förbättra hållbarheten och utnyttja råvarorna effektivt krävs en återvinning av PET med slutet kretslopp. Det japanska företaget Teijin är först i världen med återvinningen av polyester i ett slutet kretslopp. Återanvänd PET reducerar både energiförbrukningen och koldioxidutsläppen, vardera med cirka 80% jämfört med konventionell framställning enligt Teijin.

Världsförbrukningen av mjukgörare var 8,4 miljoner ton 2014, en ökning från nästan 6,0 miljoner ton år 2008. Upp till 88% mjukgörare som produceras och konsumeras i världen är ortoftalatbaserad mjukgörare. Ortoftalatmjukgörare är billiga och mångsidiga men blir lätt utsläppta i miljön, vilket medför allvarliga miljö- och hälsoproblem. Tereftalatbaserade mjukgörare är ett icke-toxiskt och miljövänligt alternativ. Även om tereftalat och ortoftalat är isomerer, visar de olika fysikaliska och kemiska egenskaper. Enligt toxikologer är tereftalater inte biologiskt aktiva och har inte reproduktiva effekter. Mjukgörare framställda av depolymeriserad coPET / PET har potential att användas i PVC-applikationer som golv, leksaker, mattor, badkläder, kabelapplikationer och många fler produkter baserade på mjuk PVC-folie. Tereftalaterna kommer att ha bättre lågtemperaturegenskaper än DEHP, med potential att också vara effektivare. De kommer att präglas av resistens mot migrering inom PVC och till andra polymerer. Co- PET / PET-blandningar innehåller en mängd tereftalatgrupp som kan användas som sekundära råmaterial för syntes av tereftalatbaserad mjukgörare.

Kemisk återvinning uppfyller behovet av hållbara kemikalier till lägre kostnad än genom att använda fossila resurser. Vår lösning expanderar mängden användbart råmaterial väsentligt eftersom co-PET kan inkluderas. Den ökande användningen av polyester skapar en snabbt växande mängd avfall som måste hanteras hållbart. Förbränning, som är den vanliga metoden för hantering av avfallet, betyder att livslängden för materialet är slut. Depolymerisering innebär återvinning utan nedgradering av råvarorna eftersom nya produkter syntetiseras. Det industriella polyesteravfallet från JABA samlas idag och skickas för förbränning vilket innebär att livslängden för materialet är slut. Återvinning genom depolymerisering skulle öppna möjligheten att syntetisera nya kemikalier som använder polyesteravfallet som råmaterial. Perstorp letar efter ett sekundärt råmaterial för kemisk syntes som ett sätt att öka hållbarheten i sin produktion. JABAs avfall är en ren, pålitlig och ökande ström av råmaterial som har potential att möta Perstorps behov. JABA kommer att vara mer lönsamt om de inte behöver betala för att bli av med sitt avfall, vilket 2018 beräknas till cirka 300 ton och volymen ökar. Det finns stora mängder rent, väldefinierat industriellt polyesteravfall som kan användas för kemisk

återvinning. Företag som har polyesteravfall från produktionen kan potentiellt vara mer konkurrenskraftiga om avfallet kan hanteras som biprodukt snarare än avfall. Perstorp kommer ha tillgång till ett sekundärt råmaterial från en känd källa. De är ett exempel från industrisektorn för att producera kemiska tillsatser som kan dra nytta av att ha tillgång till en ny råmaterialkälla.

I förstudien undersöks de kemiska och tekniska möjligheterna att depolymerisera industriellt polyesterspill och använda den erhållna blandningen för syntes av mjukgörare. Analys av den depolymeriserade blandningen är en viktig input för att finna en effektiv syntesväg för att ta fram mjukgöraren. Följande frågor ska besvaras genom projektet:

- A) Är det möjligt att depolymerisera polyesterspill, vad är utbytet och kompositionen för den resulterande blandningen?
- B) Vilken är potentialen att använda blandningen som råmaterial för syntes av mjukgörare?
- C) Vilken miljöpåverkan har processen och mjukgöraren?
- D) Vilka är de ekonomiska och miljömässiga fördelarna (kvalitativa och kvantitativa) med lösningen?

## Genomförande

Projektet har genomförts i nära samarbete mellan parterna, men varje partner är ansvarig för sitt eget arbetspaket. Material (polyesterfiberavfall) kommer att behandlas och transporteras från JABA till Swerea IVF. Depolymeriserad blandning kommer att levereras från Swerea IVF till Perstorp för ytterligare syntes. De berörda parterna ges i varje aktivitet.

### ***Aktivitet 1) Materialinsamling, storleksreduktion och förpackning; JABA***

*Storleksreduktion i kvarn, komprimering med lämplig teknik och förpackning*

JABA Group har 170 ton polyester spill, se figur 1, under 2017 och denna siffra förväntas stiga till 300 ton under 2018 eftersom man ökar sin produktion.

Kantklippet från produktionen, se figur 1, består av 100% polyester och har olika styvhet beroende på tillämpningen och består främst av långa remsor med den formpressade geometri som produkten haft. För projektet valdes inledningsvis ett relativt styvt kantklipp som enkelt kan malas i kvarnar med skarpa knivar som skär/sliter isär de långa remsorna. Jaba levererade en pall med ca 100 kg kantklipp i form av remsor till Swerea IVF (samordnat med projekt 44217-1). Avsikten var att undersöka hur volymeffektiv denna metod av packning och transport blir, om storleksreduktion inte görs på JABA.

Försök med storleksreduktion genomfördes hos Rapid Granulator då personal från JABA Group reste dit och tog med eget kantklipp. Experiment genomfördes i Rapids utställningslab på en kvarn av typen 300. Galler av olika storlek, 12 resp 17 mm testades. Remsornas längd utgjorde ett problem då de behövde vikas dubbla för att kunna matas in. Kvarnens kapacitet är ok men öppningen för matning behövde vara större. Eventuellt kan kniven i kvarnen ha två blad i stället för 3 då kapaciteten är mer än tillräcklig. Rapid Granulator levererade en offert på kvarn till JABA Group.



Material från kvarningsförsök hos Rapid levererades till Swerea IVF. Under projektet hyrdes en kvarn som JABA använde för försök med storleksreducering. Den hyrda kvarnen hade galler med 6 mm öppning vilket genererar ett mycket fluffigt spill. Även detta levererades i mindre kvantiteter till Swerea IVF.

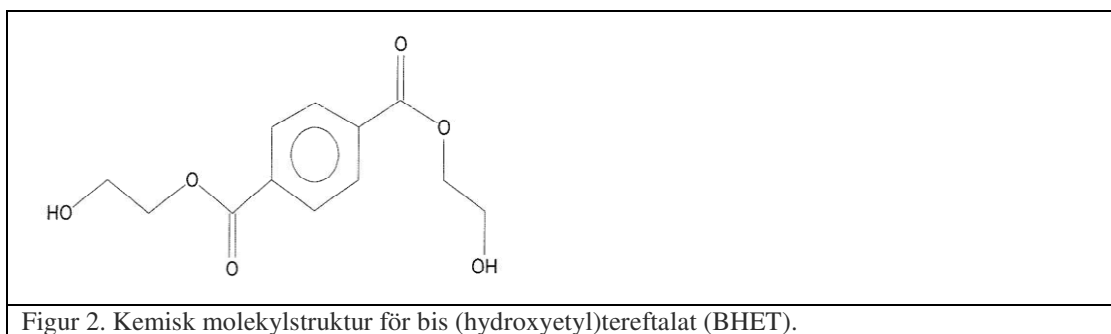


Figur 1. Industriellt polyesterspill från JABAs produktion

### ***Aktivitet 2) Depolymerisation och karakterisering; Swerea IVF***

Depolymerisering utfördes inledningsvis i reaktorer i form av metallcylindrar (100 ml) som manuellt placeras i en ugn. Reaktorerna innehåller keramiska kulor och roterar långsamt i en hållare i ugnen. Depolymeriseringen utfördes genom att polyesterspill, etylenglykol och katalysator placeras i reaktorn och depolymeriseringen genomfördes vid 240°C under 1-2 timmar. Uppskalning av försök genomfördes i fast reaktor (1500 ml) med samma betingelser som i små reaktorer. Experiment genomfördes där erhållen monomer, bis (hydroxyetyl)tereftaloy, se figur 2, kristalliserades och analyserades direkt samt efter omkristallisering, som innebär upplösning och filtrering en extra gång. 1kg depolymeriserad, kristalliserad monomer levererades till Perstorp. Utbytet av depolymeriseringsreaktionen beräknades genom att vikt och därmed antal mol av monomer, dividerades med antal mol polyesterspill som satsats i reaktorn. Analys av filtrat från depolymeriserat material genomfördes med GC-MS för att se vilka produkter förutom monomer som filtreras av och hamnar i fasen med etylenglykol. Termisk analys genomfördes med hjälp av DSC.

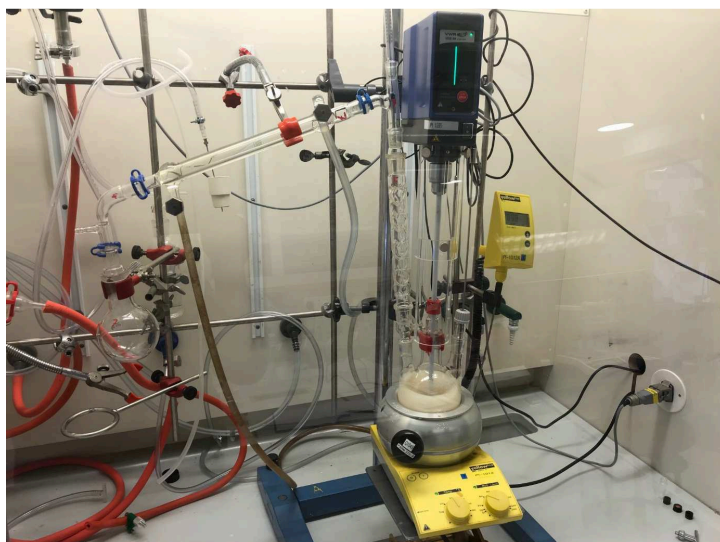
Kemisk analys av depolymeriserat material genomfördes med GC-MS av BHET genom att extrahera provmaterialet med aceton, följt av detektion via GC-MS i scan mode. Analys genomfördes också med FTIR –ATR på erhållen monomer.



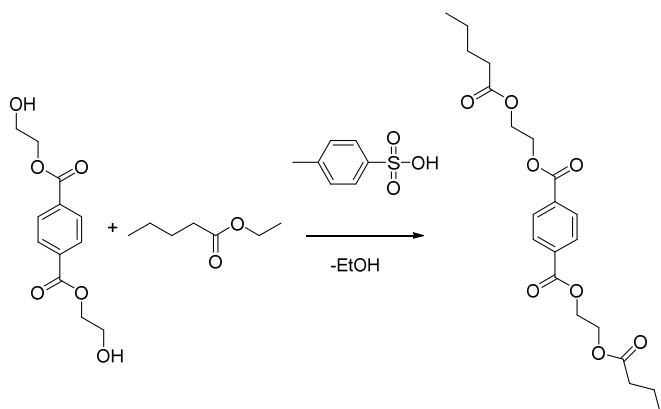
Figur 2. Kemisk molekylstruktur för bis (hydroxyetyl)tereftalat (BHET).

### Aktivitet 3) Kemisk syntes och utvärdering av mjukgörare; Perstorp AB

Två experiment med olika svavelsyrakatalysator testades. I det första användes p-toluen sulfonsyra och i det andra användes svavelsyra. BHET ankom från swerea IVF. Reaktionsuppställningen visas i Figur 3.



Figur 3: Uppställning för syntes av mjukgörare



Figur 4. Schematisk reaktion av syntes av mjukgörare.

Figur 4 ovan visar schematiskt reaktionen i experiment 1 resp 2 där svavelsyra användes i försök 2. I början av reaktionen är BHET inte löslig i etylvalerat men under experimentet smälter det och är helt löst vid 100 °C. Omrörning pågick under 40 timmar medan prov togs ut med regelbundna intervall. Uttagna prov silylerades med BSTFA och pyridin och GC analys kördes för att följa reaktionen. Vacuum kördes i slutet på reaktionen för att ta bort överskott av etylvalerat. Den kylda produkten renades och torkades före

Vid ungefär 100°C blir reaktionsblandningen en klar lösning. Reaktionsblandningen rördes om i mer än 40 h medan prov togs och analyserades med jämna mellanrum. Proven silylerades med BSTFA och pyridin under upphettning till 110° under 15 minuter och GC analys genomfördes för att följa reaktionen. När allt startmaterial och det mesta av intermediären konsumerats anslöts vacuum för att avlägsna överskott av etylvalerat (EV). När allt EV avlägsnats kylades produkten till rumstemperatur, löstes i kloroform och tvättades med NaOH. Den organiska delen torkades och filtrerades före koncentring med vakuüm. 32.79g ljusbrun färgad produkt sändes till analys

Experimentet med svavelsyra som katalysator utfördes på samma sätt som beskrivits ovan men med kortare reaktionstid (> 16 h) och utan tvättning av produkten före analys. Mängderna material för försöket visas i tabell 1.

Tabell 1. Material använda i försök 2.

Ämne	Mängd [g]	molvikt [g/mol]	mol	mol-ek
bis(2-hydroxyethyl) terephthalate	40,06	254,24	0,158	1,000
Ethyl valerate	256,41	130,19	1,969	12,499
Sulfuric acid	0,48	98,07	0,00489	0,031

Efter förångning av överskott av etyl valerate som använts i reaktionen erhöles 68,08 g produkt, liknande ljus brun olja.

### Utvärdering av mjukgörare i PVC

I utvärderingen av den nya mjukgöraren "BHET-VA" genomfördes parallellt försök med referensen DPHP som är en kommersiell mjukgörare. Blandningar genomfördes med mängder angivna i tabell 2.

S-PVC, mjukgörare (se figur 5) och stabilisator blandas i planetmixer (se figur 6) och absorptionstiden för mjukgöraren i PVC mäts. Blandningen smälts på valskvarn och studerad för att se hur mjukgöraren blandas in i PVC. Slutligen pressas prover för att mäta hårdhet.

Tabell 2. Samansättningar av blandningarna för utvärdering i PVC

	BHET VA	DPHP
PVC	100	100
Mjukgörare	50	50
PVC stab	2	2

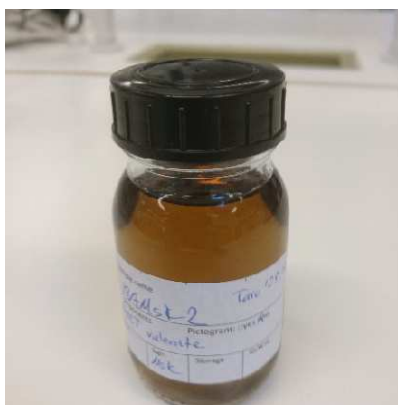
#### Material

BHET VA, lot: 18AMsk2

DPHP (Emoltene 100, Perstorp)

PVC (S7060, Inovyn, K-Value 70)

PVC stab (TS221, AM stabilizers, Ca/Zn (L))



Figur 5: BHET VA var ljus brun och hade en renhet på ca 80 % (GC area%)

#### Torr blending (Planetary mixer, Brabender)

200 g PVC satsades i blandarskålen och kördes i ca 6 min vid 88°C.

100 g mjukgörare och 4 g stabilisator tillsattes. Vridmoment och temperatur uppmättes. Absorptionstiden uppmättes som tiden från tillsats av mjukgöraren till tiden då vridmomentet sjunker till ursprunglig låg nivå då pulvret blivit torrt.



Figur 6 . Torrblandning i planetary mixer

#### Valskvarn (Lab Tech)

150 g av torrblandningen satsades skedvis på valsquarn. Temperaturen på valsarna sattes till 165°C. När allt material satsats blandades det i 5 min innan filmen avlägsnades.

#### ***Aktivitet 4) Hållbarhet och preliminär marknadsvärdering; Swerea IVF och Perstorp***

En förenklad hållbarhetsbedömning enligt RE:source modell för process genomfördes. Med resultat från hållbarhetsvärdering och resultaten från aktivitet 3 (främst utbyte) kommer en preliminär uppskattning att göras av den totala miljöpåverkan samt marknadspotential för berörda parter.

## Resultat och diskussion

### ***RESULTAT: Aktivitet 1) Materialinsamling, storleksreduktion och förpackning; JABA***

Packning av spillremsor direkt på pall för transport och kvarning på annan plats än hos JABA ger en låg effektivitet och alltför låg densitet vid transport, vilket medför hög transportkostnad. Kvarning på plats eventuellt med efterföljande komprimering av fluffet är det bästa alternativet för att höja densiteten på spillet. Försöken på Rapid Granulator visade att en kvarn med stor öppning för inmatning är nödvändig för att på ett effektivt sätt kunna hantera de långa remsor som uppstår i JABAs produktion. Det finns en möjlighet att i ett fortsatt projekt, undersöka hur skärning dvs kapning (via vattenskrining eller laser) av remsorna påverkar valet av kvarn och efterföljande storleksreducering.

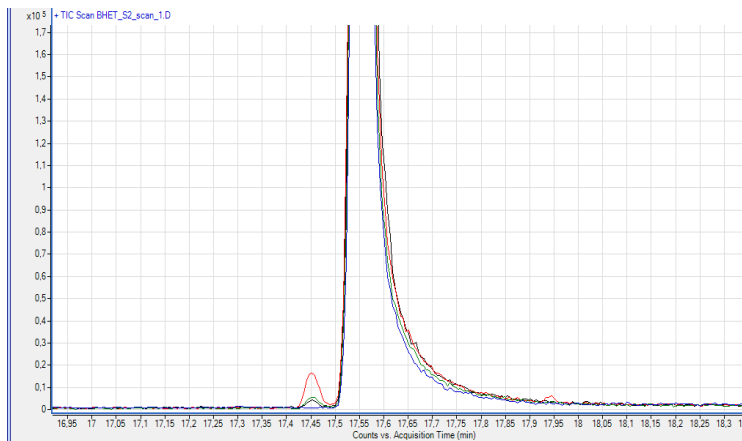
### ***RESULTAT: Aktivitet 2) Depolymerisation och karakterisering; Swerea IVF***

Utbytet av monomer från depolymeriseringsreaktionen är ca 75% beräknat i antal mol. I vikt motsvarar detta ca 90%, vilket innebär att ca 10% av polyesterspillrets vikt blir avfall. Detta består främst av pigment (carbon black) och oligomerer som filterats bort från monomeren. Avfallet kan utan problem gå till förbränning, dvs det innehåller inget farligt avfall.

Analys av filtrat från depolymeriserat material genomfördes med GC-MS för att se vilka produkter förutom monomeren som bildas under depolymerisering. Resultaten

visade visade att filtratet förutom etylenglykol innehöll: bis(hydroxyetyl) tereftalat (BHET), dietylenglykol samt trietylen glykol.

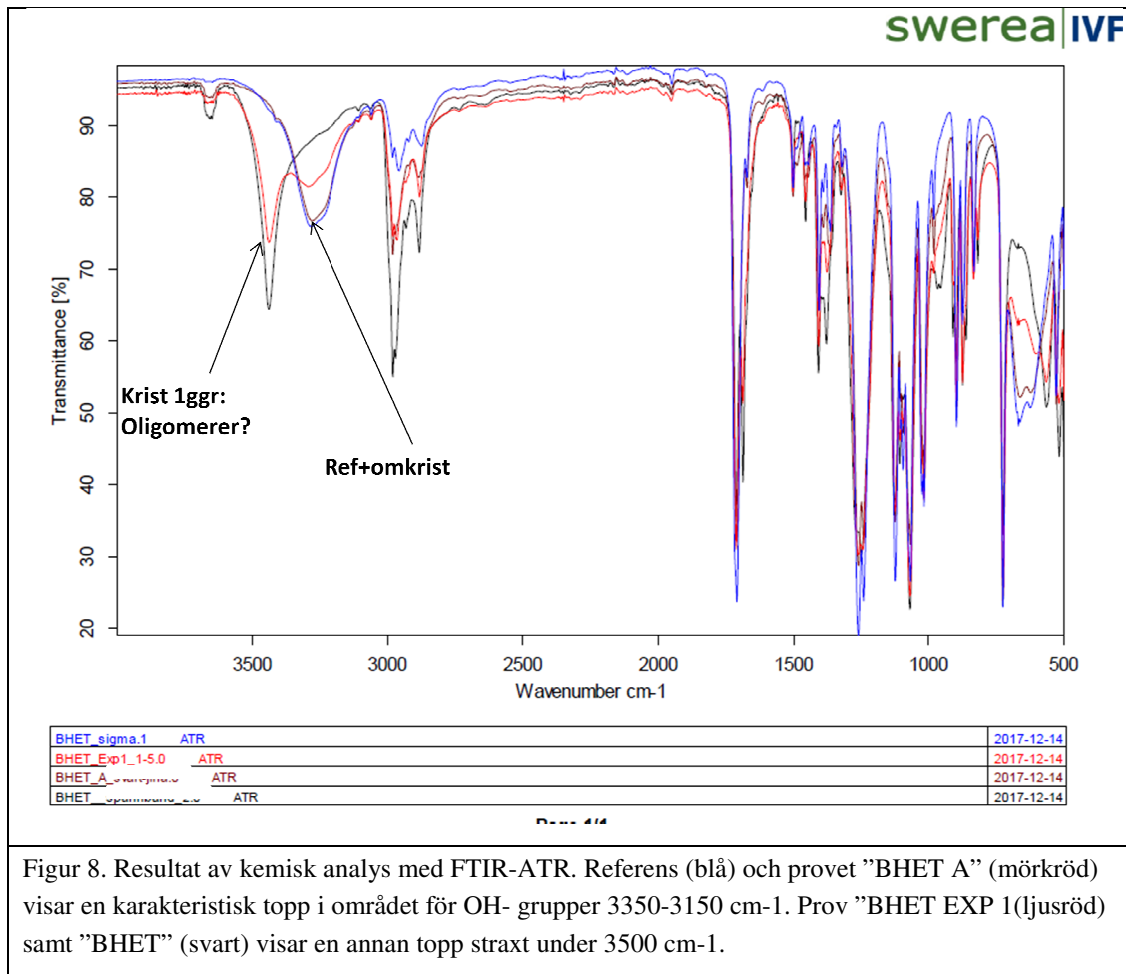
I figur 7 visas resultatet av GC-MS kromatogram. En klart dominerande topp av BHET visar att depolymeriserade prov är ”renare” än referensen som köpts in från Sigma-Aldrich. Renheten på referensen uppges enbart att i GC-MS vara > 94%. Det finns en viss skillnad mellan toppen för referensen och proven men alla innehåller BHET. EXP 1 resp EXP 2 är depolymeriserade material från JABA kört i små reaktorer med olika mängd etylenglykol. Provet ”JABA” är kört i fast reaktor. Tabell 3 visar uppmätt renhet.



Figur 7. Zoomat GCMS kromatogram, scan mode på referens (blå), EXP1 (svart), EXP2 (röd) och JABA (grön) .

Tabell 3. Utbytet av prov efter beräkning från en standardkurva med 3 punkter upprättad av referensen (Sigma Aldrich)

	konc i spätt prov ( $\mu\text{g/mL}$ )	konc beräknad från standard ( $\mu\text{g/mL}$ )	% BHET jfr m standard
EXP1	37	41	112
EXP2	36	39	108
JABA	35	38	108



Figur 8. Resultat av kemisk analys med FTIR-ATR. Referens (blå) och provet "BHET A" (mörkröd) visar en karakteristisk topp i området för OH- grupper 3350-3150 cm<sup>-1</sup>. Prov "BHET EXP 1 (ljusröd) samt "BHET" (svart) visar en annan topp straxt under 3500 cm<sup>-1</sup>.

Figur 8 visar resultaten av kemisk analys med FTIR-ATR. Referensen (blå) samt prov BHET A (mörkröd) som renats genom omkristallisering visar att molekylstrukturen tycks innehålla fler OH grupper (intervallet 3350-3200 cm<sup>-1</sup>). Detta tyder på renare monomer än för prov som inte omkristalliserats. Prov BHET EXP 1 (ljusröd) samt BHET (svart) visar en annan topp vid ca 3500 cm<sup>-1</sup> som kan bero på oligomerer i monomeren. Dessa prov hade inte renats genom omkristallisering.

**RESULTAT - Aktivitet 3) Kemisk syntes och utvärdering av mjukgörare; Perstorp AB**

Torrblandning

En torrblandning erhöles med både BHET VA och DPHP. Diagram i figur 6 resp 7 visar uppmätt vridmoment under inblandning av mjukgöraren i PVC för referensen (figur 9) resp för BHET-VA (figur 10). Absorptionstiden för BHET VA var mycket kort vilket tyder på väldigt god kompatibilitet.

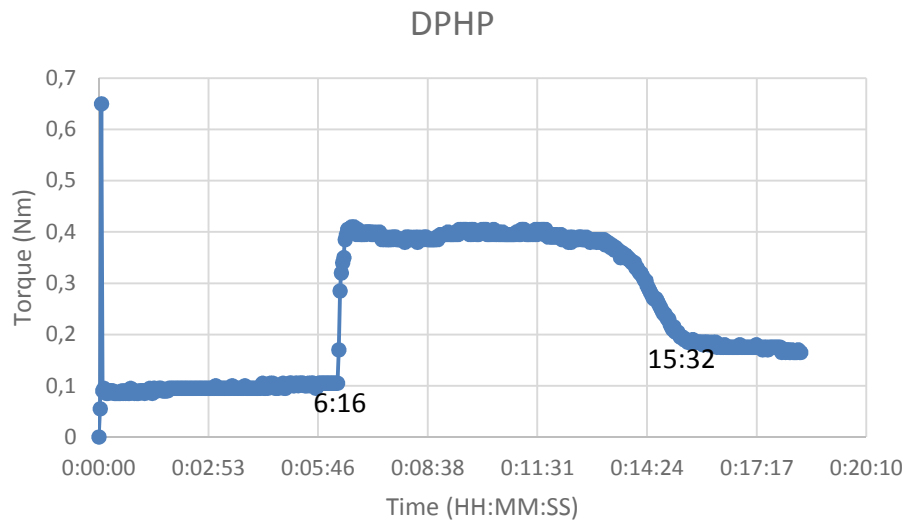
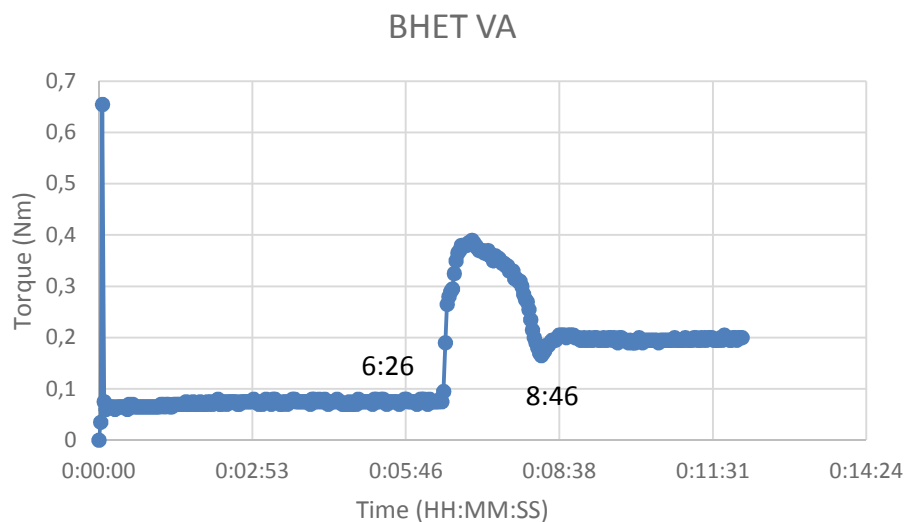


Figure 9: Vridmoment under torrblandning av PVC och DPHP at 88°C. Mjukgöraren tillsattes efter 6:16 min. torrblandningen pågick till 15:32 minuter efter start. Absorptionstiden blev 9.3 min.



Figur 10: Vridmoment under torrblandning av PVC och DPHP at 88°C. Mjukgöraren tillsattes efter 6:26 min. torrblandningen pågick till 8:46 minuter efter start. Absorptionstiden blev 2.3 min.



### Valskvarnstest

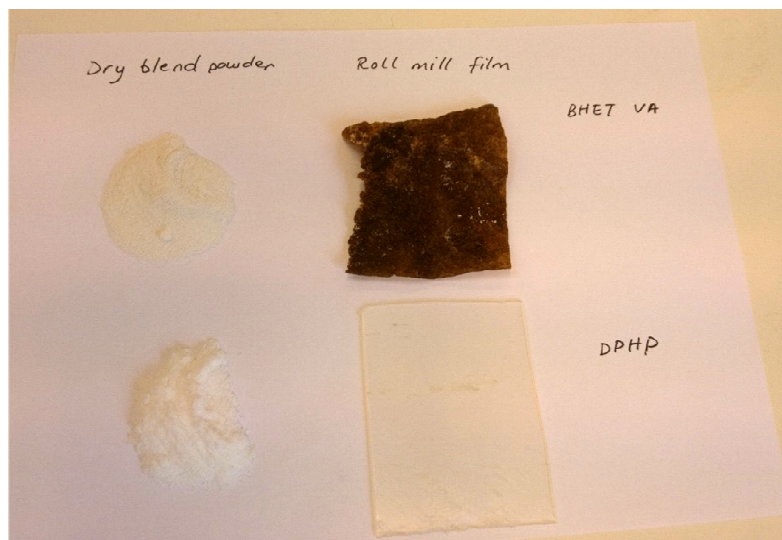
DPHP bearbetades 5 min på valskvarn vid 165°C och en klar transparent film erhöles. När pulverblandningen med BHET VA satsades på valskvarnen bildades en smält film som började missfärgas efter några sekunder, se figur 11. När mer pulver tillsattes blev filmen hårdare och mörkare i färgen. Testet avbröts i förtid efter mindre än 1 minut.



Figur 11: PVC pulver med BHET VA bildade en smält film som ändrade färg till mörkt brun

### *Slutsatser*

Mjukgöraren av BHET VA absorberades snabbt av PVC pulvret. Den korta absorptionstiden är ett tecken på god kompatibilitet med PVC. Blandningen var dock inte stabil vid 165°C och filmen avlägsnades efter kort tid pga av missfärgningen då filmen blev allt mörkare, se figur 12. Anledningen till nedbrytningen behöver analyseras ytterligare, renheten hos BHET VA var ca 80%.



Figur 12: översikt av resultat. Torrblandningar av BHET VA och DPHP på vänster sida. Valskvarnade filmer till höger. Filmen med BHET VA avlägsnades från valskvarnen efter mindre än en minut pga nedbrytning. Filmen med DPHP valsades 5 min till en transparent och mjuk film.

## RESULTAT - Aktivitet 4) Hållbarhet och preliminär marknadsvärdering; Swerea IVF och Perstorp

Nedan ges en sammanfattande bedömning av projektets signifikanta hållbarhetsaspekter i relation till jämförelseobjektet i ett livscykelerspektiv. Såväl positiva aspekter som risker beskrivs. Tom ruta innebär att ingen signifikant aspekt identifierats. Hållbarhetsanalys har genomförts enligt mall på RE:sources hemsida.

Projektets namn	<b>From polyester edge trim to plasticizer through chemical recycling</b>			
Projektets effekt	<b>Kantklipp av polyester som idag går till förbränning ska bli användbart genom kemisk återvinning.</b>			
Jämförelseobjekt	I dagsläget går kantspill från polyester till energiåtervinning. Med projektets teknik skulle detta spill brytas ner kemiskt och sen syntetiseras till en plasticerare som kan användas som mjukgörare i plaster. Denna plasticerare är icke-toxisk och skulle kunna fungera som ett alternativ till ftalater som finns på ECHA:s SVHC-lista. Hållbarhetsstödet baseras på plasticeraren.			
Nedan ges en sammanfattande bedömning av projektets signifikanta hållbarhetsaspekter i relation till jämförelseobjektet i ett livscykelerspektiv. Såväl positiva aspekter som risker beskrivs. Tom ruta innebär att ingen signifikant aspekt identifierats. Sammanfattningen fylls i delvis automatiskt och ger en snabb överblick.				
	<b>Råmaterial</b>	<b>Tillverkning</b>	<b>Användning</b>	<b>Återvinning och resthantering</b>
Miljömessig hållbarhet	Mindre mindre material från oljeråvara behövs då polyesterspill kan återvinnas	Här avses tillverkning av plasticerare, antingen från oljefraktion eller från polyesterspill. Troligen skiljer sig dessa processer inte så mycket. Dock är det viktigt att vara uppmärksam på att utbytet av plasticerare från det återvunna materialet blir tillräckligt bra.	Här avses användning av PVC-produkt med mjukgörare. Med projektets teknik undviks emissioner av SVHC-klassade ftalater.	Risken för emissioner av SVHC-ämnen minskar med projektets teknik då dessa ej finns i produkten. Detta underlättar även för vidare återvinning och återanvändning.
Arbetsmiljö och hälsa	Ingen skillnad	Ingen skillnad. Dock bör noteras att kemiska hälsorisker kan finnas för båda alternativen och att lämpliga skyddsåtgärder därför ska vidtas.	Ingen skillnad	Risken för kemiska hälsorisker vid återvinning minskar då SVHC-ämnen ej finns i produkten.
Mänskliga rättigheter	Beroende på varifrån råoljan kommer kan denna vara problematisk för mänskliga rättigheter. Eventuellt liten hållbarhetsfördel för projektets teknik då man kan minska användandet av råolja.	Ingen skillnad	Ingen skillnad	Ingen skillnad
Jämställdhet och mångfald	Ingen skillnad	Ingen skillnad	Ingen skillnad	Ingen skillnad
Sortera aspekterna ovan, i positiva och i risker nedan, och beskriv hur projektet ska hantera respektive aspekt. Ta bort bladets skydd (under Granska) och lägg till fler rader för positiva hållbarhetsaspekter eller risker vid behov!				
	<b>Hållbarhetsaspekt</b>	<b>Beskrivning av hur projektet ska hantera hållbarhetsaspekten</b>		
Positiva hållbarhetsaspekter	Minskat behov av råolja då spill kan återvinnas kemiskt till plasticerare	Bra vid både användning och återvinning/återanvändning		
	Minskad risk för SVHC-ämnen i produkter	Behöver jobba vidare med att skapa ett recirkuleringsystem för detta.		
Risker	Användning av etylenglykol och vatten vid depolymerisering	Behöver jobba vidare med att skapa ett recirkuleringsystem för detta.		

En hållbarhetsanalys som genomförts av företaget Patagonia (1), som tillverkar sportkläder visar att energiförbrukningen och emissioner av koldioxid, båda reduceras med ca 80% då polyester tillverkas av kemisk återvunnen monomer jämfört med nyråvara. Detta belyser den stora potentialen med kemisk återvinning av polyester.

**Marknadspotentialen** kan uppskattas genom jämförelser och vissa antaganden baserade på projektpartners erfarenheter. Nedan ges data och antagande som bakgrund till en bedömning av marknadspotentialen.

JABA kommer under 2018 att få ca 300 ton polyesterspill från sin produktion. Av detta spill kan Perstorp producera ca 1000 ton mjukgörare eftersom 2/3 av

syntesprodukten dvs mjukgöraren kommer från valeriansyra som Perstorp producerar. Detta är en tillräcklig mängd för att vara intressant att fortsätta utreda.

JABAs kostnad för kvittblivning av spill är idag 0,50kr/kg. Man behöver få en inkomst på 2kr/kg för att täcka investeringskostnader för kvarn och personal som är nödvändig för att på ett bättre sätt transportera spillet.

Perstorp räknar med en produktionskostnad på 10 kr/kg med tillverkning i kemisk processindustri. Samma kostnad, ca 10kr/kg är rimlig att anta för storskalig depolymerisering då liknande förbrukning av energi, kemikalier och personal kan väntas. Perstorp räknar med att kunna sälja produkten för ca 30kr/kg. Det innebär följande kostnader:

2 kr/kg (omhändertagande+ transport)+10kr/kg (depolymerisering)+10kr/kg för (syntes mjukgörare) = 22 kr/kg

Detta ger en marginal på ca 8kr/kg. Bedömningen är därför att det finns en marknadspotential som gör det kommersiellt intressant att fortsätta utveckla konceptet depolymerisering och syntes av mjukgörare, som studerats i projektet.

## ***DISKUSSION***

Resultaten i förstudien har visat att det går att depolymerisera industriellt polyesterspill med ett högt utbyte > 90% och hög renhet av monomeren BHET. Potentialen att använda BHET för syntes av mjukgörare har undersökts genom transestrifiering med etyl valeriat, som är en av flera möjliga grenade syror och en av flera reaktionsvägar för syntes av mjukgörare. Potentialen för idén bedöms fortfarande som hög även om detta första försök tycks ge en produkt som antingen behöver renas ytterligare, eller som inte är tillräckligt termiskt stabil.

Miljöpåverkan av produkten bedöms låg då råmaterialet BHET är rprodukt från en process av återvinning baserad p sekundär råvara, industriellt polyesterspill. Processen innehåller inga toxiska ämnen. För depolymeriseringen behövs en utveckling för rening och återanvändning av lösningmedel.

Marknadspotentialen för processen och produkten bedöms som goda och deltagande partners önskar fortsatt utveckling av konceptet.

En produktutveckling av denna typ kan innebära att industriellt polyesterspill inte längre hanteras som avfall utan som biprodukt och därför levereras direkt till användare där det utgör råvara för framställning av ny produkt.

## Slutsatser, nyttiggörande och nästa steg

En viktig slutsats är att depolymerisering via glykolys av industriellt polyesterspill resulterar i BHET med hög renhet och detta kommer att användas för fortsatt produktutveckling med BHET som råvara. Resultaten från förstudien utgör underlag för fortsatt utveckling och visar att den initiala bedömningen av framtagen mjukgörare stämde beträffande kompatibilitet men att den termiska stabiliteten behöver förbättras. Detta kan göras genom ökad rening eller genom att använda en alternativ grenad syra, som då resulterar i en annan molekylstruktur hos mjukgöraren.

Resultaten visar hur en idé baserad på användning av en produkt (BHET) från återvinning kan utnyttjas på ett innovativt sätt i produktutveckling. Detta kommer att utnyttjas av befintliga projektpartners i fortsatt utveckling av idén om framställning av mjukgörare men också för andra ansökningar om forskningsprojekt för utveckling av depolymeriseringsprocessen och efterföljande processteg.

Fortsatt arbete innebär också:

- Utvärdering av den termiska stabiliteten av BHET och mjukgöraren BHET-VA med hjälp av TGA i luft och kvävgas.
- Ta fram en produktspecifikation för BHET-VA ester som en PVC mjukgörare inklusive renhet, syrataltal, hydroxyltal, färg och viskositet.
- Undersöka de mekaniska egenskaperna på BHET-VA mjukgjord PVC.
- Syntetisera BHET-2EHA ester som en alternativ mjukgörare
- Utvärdering av den termiska stabiliteten av mjukgöraren BHET-2EHA med hjälp av TGA i luft och kvävgas.
- Studera egenskaperna hos BHET-2EHA mjukgjord PVC; torrblandning av PVC pulver och vätskeformig mjukgörare till torrblandning; smältberedning på valskvarn till en mjukgjord film samt karakterisering av mekaniska egenskaper hos filmen.
- Ta fram en produktspecifikation för BHET-2EHA ester som en PVC mjukgörare inklusive renhet, syrataltal, hydroxyltal, färg och viskositet.

## Publikationslista

Inga publikationer.

## Projektkommunikation

Projektkommunikationen har varit begränsad främst pga den korta projekttiden. Följande aktiviteter är planerade:

Projektresultat kommer att presenteras vid vårmöte för Testbädden för Plaståtervinning på Swerea IVF, 180411. Medlemmar i testbäddens nätverk, dvs 30-talet organisationer och företag, deltar på mötet.

En artikel kring återvinning av PET/polyester planeras i Teknik och Tillväxt, vars första nummer ges ut i början av mars 2018. Målgruppen är de företag som ingår i Swerea IVFs nätverk. Varje upplaga trycks i 10 000 ex.

## Referenser

- (1) [https://www.patagonia.com/on/demandware.static/Sites-patagonia-us-Site/Library-Sites-PatagoniaShared/en\\_US/PDF-US/common\\_threads\\_whitepaper.pdf](https://www.patagonia.com/on/demandware.static/Sites-patagonia-us-Site/Library-Sites-PatagoniaShared/en_US/PDF-US/common_threads_whitepaper.pdf)