



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 367 565**

51 Int. Cl.:
C08J 11/08 (2006.01)
C08J 3/09 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **04764650 .0**
96 Fecha de presentación : **31.08.2004**
97 Número de publicación de la solicitud: **1660571**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **31.05.2006**

54 Título: **Utilización de dialquilcarbonatos como solventes para el poliestireno expandido.**

30 Prioridad: **04.09.2003 IT MI03A1704**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
04.11.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
04.11.2011

73 Titular/es: **POLIMERI EUROPA S.p.A.**
Piazza Boldrini 1
20097 San Donato Milanese, MI, IT

72 Inventor/es: **Notari, Marcello y**
Rivetti, Franco

74 Agente: **Curell Aguilá, Marcelino**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Utilización de dialquilcarbonatos como solventes para el poliestireno expandido.

- 5 La presente invención se refiere a un nuevo procedimiento para el reciclado del poliestireno expandido.

El poliestireno expandido se utiliza en grandes cantidades como material de embalaje de diversos productos y como material de aislamiento térmico para la industria de la construcción y para neveras, como consecuencia de sus características de baja conductividad térmica y buena capacidad de absorción de los impactos. Los residuos derivados de estos materiales y los restos de producción de poliestireno expandido son muy voluminosos, ya que su peso específico es muy bajo, y en consecuencia su transporte y gestión en vertederos genera diversos problemas. La gestión de estos materiales residuos mediante incineración también resulta problemática, debido a que puede interferir en el proceso de combustión del horno de la incineradora y también puede producir gases tóxicos. Algunos tipos de poliestireno expandido que contienen aditivos bromurados retardantes de llama, al incinerarse, pueden producir, de hecho, dioxinas polibromuradas, que son muy tóxicas. Por estos motivos, el material residual del poliestireno expandido debe reciclarse, tras una primera etapa de reducción de volumen, realizada en los sitios de producción o de recolección de residuos, seguido de la regeneración del poliestireno, realizada en una planta de recuperación centralizada.

Los procedimientos tradicionales para reducir el volumen y el reciclado del poliestireno, que comprenden el tratamiento térmico, no permiten la separación completa del poliestireno de los demás productos presentes en el poliestireno expandido, y también presentan la gran desventaja de provocar la degradación oxidativa parcial del polímero, reduciendo de esta manera su calidad (Kano, Suzuki, J. Jpn. Pack. Inst. 31:33, 1993; Sasao, Harade *et al.*, Kagaku Kogyo 66:395, 1992).

Otro procedimiento de reducción del volumen del poliestireno expandido descrito en la técnica conocida, que supera las desventajas mencionadas anteriormente, consiste en disolver el polímero en un solvente orgánico. Los solventes orgánicos que pueden disolver apropiadamente el poliestireno son hidrocarburos aromáticos tales como tolueno y xilenos (patente US nº 4.031.039) y solventes halogenados tales como cloruro de metileno, percloroetileno (patente US nº 5.891.403). Estos solventes presentan la desventaja de ser inflamables y peligrosos para el ser humano y para el medio ambiente. Se ha propuesto la utilización de solventes tales como el d-limoneno para superar dichas desventajas (Noguchi, Miyashita *et al.*, Packag. Technol. Sci. 11:19-27, 1998) que, sin embargo, presenta un fuerte olor a limón y un punto de inflamación bajo (47°C); los éteres glicolalquílicos, algunos de los cuales son nocivos o incluso tóxicos, tales como el dimetiléter de dietilenglicol; ésteres dialquílicos de ácidos orgánicos tales como adipato de dimetilo, glutarato de dimetilo y succinato de dimetilo (patente US nº 5.629.352). Al llevar a cabo la recuperación del poliestireno de la solución mediante evaporación del solvente, la utilización de solventes de punto de ebullición alto, tales como d-limoneno, éteres glicoldialquílicos y dialquilésteres de ácidos orgánicos, presenta la desventaja de requerir, durante la etapa de destilación del solvente, presiones muy bajas y la utilización de costosos equipos de destilación con el fin de evitar la descomposición del poliestireno. Con el fin de resolver este problema, se lleva a cabo la recuperación del poliestireno de la solución, en la patente US nº 5.629.352, por medio de la precipitación mediante la adición de agua. Estos procedimientos, al igual que los que comprenden la recuperación del poliestireno mediante evaporación del solvente orgánico, presentan la desventaja de no permitir la separación del poliestireno respecto de la mayoría de aditivos presentes en el poliestireno expandido, tales como, por ejemplo, los aditivos bromurados retardantes de llama, que son solubles en dichos solventes orgánicos e insolubles en agua. En el documento WO 0238659, el volumen del poliestireno expandido se reduce mediante tratamiento del mismo con una serie de solventes que consiste de un solvente que puede disolver poliestireno, tal como, por ejemplo, dialquilésteres de ácidos orgánicos, y un no solvente del polímero, tal como, por ejemplo, etileno o propilenglicol y otros. Este tratamiento no disuelve el poliestireno expandido sino que simplemente lo colapsa. El poliestireno colapsado, en forma de gel, se separa a continuación y se seca. Otros procedimientos similares al anterior descrito, que difieren en la serie de solventes y en el equipo utilizado, se dan a conocer en los documentos WO 0222337, US 2002/0120020. En estos procedimientos, el poliestireno, separado en forma de gel, retiene impurezas y grandes cantidades de solvente, que resultan difíciles de separar durante la etapa de secado.

La desventaja de la totalidad de dichos procedimientos es que resulta imposible obtener poliestireno puro, sin todos los componentes foráneos normalmente presentes en el poliestireno expandido, tales como marcajes, otros polímeros, aditivos y otros materiales. En los documentos EP 0894818 y WO 0214413, el reciclado de los polímeros en general con la separación respecto a materiales foráneos y aditivos se obtiene mediante disolución del material polimérico en un solvente adecuado, mediante la separación de los componentes insolubles y la recuperación del polímero deseado mediante precipitación con un no solvente. Estos documentos no proporcionan ejemplos del reciclado de poliestireno expandido, y los solventes utilizados para disolver el material polimérico son, en su mayor parte, inflamables, tóxicos y nocivos.

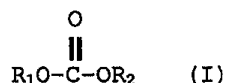
Otros ejemplos de documentos que dan a conocer un procedimiento para reciclar poliestireno expandido mediante disolución en un solvente y la precipitación con un no solvente, se dan a conocer en las patentes JP 11080418, US nº 5.232.954 y DE 10207336, mientras que la patente JP nº 11005865 da a conocer la utilización de compuestos de carbonato de dialquilo como solvente para el poliestireno expandido.

Se ha descubierto que las desventajas de la técnica conocida pueden superarse en el caso de que se utilice un carbonato de dialquilo como solvente para disolver el poliestireno expandido.

5 Según lo expuesto anteriormente, el objeto de la presente invención se refiere a un procedimiento para reciclar poliestireno expandido, que comprende:

(a) la reducción del volumen del poliestireno expandido mediante disolución con un carbonato de dialquilo, o una mezcla de carbonatos de dialquilo que presentan la fórmula (I):

10



en la que R₁ y R₂, iguales o diferentes, presentan el significado siguiente:

15 - R₁, R₂ representan radicales alquilo lineales, ramificados o cíclicos, que contienen entre 1 y 12 átomos de carbono, y la suma de los átomos de carbono de R₁ y R₂ es de entre 2 y 15,

(b) la eliminación de los componentes insolubles,

20 (c) la precipitación selectiva del poliestireno con un no solvente o una mezcla de no solventes del poliestireno,

(d) la separación, secado y extrusión del poliestireno precipitado,

25 estando caracterizado dicho procedimiento porque la precipitación selectiva del poliestireno en la etapa (c) se lleva a cabo a una temperatura de entre 10°C y 70°C con un no solvente seleccionado de entre carbonato de alquilo o una mezcla constituida por un alcohol y un carbonato de alquilo, utilizando dicho no solvente o una mezcla de no solventes para precipitar selectivamente el poliestireno expandido en la etapa (c), encontrándose en una proporción en peso con el carbonato de dialquilo de entre 2:1 y 20:1.

30 Los carbonatos de dialquilo preferidos son los que presentan un punto de inflamación superior a 55°C, tales como, por ejemplo carbonato de di-n-butilo (punto de inflamación=92°C), carbonato de diisobutilo (punto de ebullición=84°C) y carbonato de di-n-propilo (punto de inflamación=62°C).

35 Los carbonatos de dialquilo, utilizados según la presente invención, son solventes térmicamente estables, con un perfil toxicológico y ecotoxicológico particularmente favorable que permite su almacenamiento y aplicación sin ninguna precaución particular. Pueden prepararse carbonatos de dialquilo mediante la transesterificación del carbonato de dimetilo con alcoholes utilizando los procedimientos conocidos, tal como se describe en, por ejemplo, Chem. Rev. 96:951-976, 1996. El carbonato de dietilo puede obtenerse, a su vez, mediante la carbonilación oxidativa del metanol, tal como se describe en la patente EP 460732.

40 Los carbonatos de dialquilo son solventes excelentes para el poliestireno expandido y su capacidad de disolución se reduce a medida que se incrementa el número de átomos de carbono de las cadenas de alquilo.

45 Los carbonatos de dialquilo de punto de ebullición bajo, tales como el carbonato de dimetilo (punto de inflamación=17°C) y el carbonato de metiletilo, presentan una capacidad para disolver el poliestireno expandido que es similar a la de los mejores solventes de la técnica conocida, tales como el cloruro de metilo, que se sospecha que resulta cancerosos; el acetato de etilo, que presenta un punto de inflamación más bajo (-4°C), el acetato de butilo, que presenta una toxicidad y ecotoxicidad más altas, y el tolueno, que es nocivo. Los carbonatos de dialquilo con puntos de ebullición e inflamación más altos (superiores a 55°C), tales como, por ejemplo, el carbonato de di-n-propilo y el carbonato de di-n-butilo, presentan una capacidad de disolución del poliestireno que es superior a la de los diésteres alquílicos de ácidos dicarboxílicos, tales como succinato de dimetilo y adipato de dimetilo, y similares a la del limoneno y el dimetiléter de dietilenglicol, que es tóxico.

50 La disolución del poliestireno expandido con carbonato de dialquilo se lleva a cabo a presión atmosférica, en un aparato provisto preferentemente de un sistema de agitación, a una temperatura de entre 20°C y 70°C, preferentemente a temperatura ambiente.

55 La concentración de poliestireno en la solución es de entre 5% y 50% en peso, se encuentra comprendida preferentemente en el intervalo de 15% a 40% en peso.

60 Los componentes insolubles, posiblemente presentes, se separan de la solución de poliestireno en el carbonato de dialquilo o mezcla de carbonatos de dialquilo, mediante procedimientos convencionales de separación sólido/líquido, tales como, por ejemplo, la decantación, la filtración y la centrifugación.

La recuperación selectiva del poliestireno de la solución se realiza mediante tratamiento con un solvente no acuoso, o mezcla de solventes, que preferentemente son miscibles con carbonato de dialquilo, caracterizado por ser no solventes para el poliestireno y buenos solventes para los aditivos. Tras este tratamiento, el poliestireno precipita y los aditivos permanecen en solución.

Son ejemplos de solventes que pueden utilizarse para la precipitación selectiva del poliestireno:

los glicoles, tales como etileno y propilenglicol; alcoholes, tales como los alcoholes n-butílico e isopropílico; carbonatos de alquilo, tales como carbonato de propileno, carbonato de etileno y carbonato de butileno; carbonatos de dialquilo con un número de átomos de carbono igual o superior a 17, tales como carbonato de diisooctilo; y ésteres de alquilo de ácidos grasos.

Son ejemplos de aditivos que pueden separarse del poliestireno expandido, los aditivos bromurados retardantes de llama, tales como, por ejemplo, hexabromociclododecano (HBCD), coadyuvantes de aditivos retardantes de llama, tales como, por ejemplo, peróxido de dicumilo (DCP). Estos aditivos deben eliminarse del poliestireno expandido para evitar la formación de gases tóxicos, la degradación y el coloreamiento del polímero durante la etapa de extrusión posterior.

La precipitación del poliestireno se lleva a cabo a una temperatura de entre 10°C y 70°C, comprendida preferentemente dentro del intervalo de 15°C a 60°C, mediante alimentación de la solución de poliestireno al no solvente, mantenido bajo agitación turbulenta.

La cantidad de no solvente (o mezcla de no solventes) utilizada se encuentra en una proporción en peso con el carbonato de dialquilo de entre 2:1 y 20:1, comprendida preferentemente en el intervalo de 3:1 a 15:1.

La alimentación de la solución de poliestireno se realiza en el fondo del reactor de precipitación, bajo el sistema de agitación, con un caudal, expresado en g/(hora*litro de no solvente), comprendido en el intervalo de 30 a 1.500, preferentemente en el intervalo de 50 a 800.

La agitación turbulenta durante la etapa de precipitación del poliestireno permite obtener un precipitado finamente subdividido, evitando la formación de gel y minimizando la inclusión de solvente y aditivos en el precipitado.

El precipitado de poliestireno se separa mediante un procedimiento físico, tal como la decantación, la centrifugación o la filtración. Esta operación se lleva a cabo a una temperatura de entre 10°C y 70°C, comprendida preferentemente en el intervalo de 15°C a 60°C.

Con el fin de reducir adicionalmente el contenido de aditivos y solvente (carbonato de dialquilo) en el precipitado, se lava el sólido con un no solvente (o mezcla de no solventes), preferentemente el no solvente (o mezcla de no solventes) utilizado en la precipitación.

El lavado se lleva a cabo a una temperatura de entre 10°C y 80°C, comprendida preferentemente en el intervalo de 15°C a 70°C, mediante vertido del no solvente (o mezcla de no solventes) sobre el filtro que contiene el sólido, o mediante suspensión del sólido en el no solvente (o mezcla de no solventes), dejando la suspensión bajo agitación, por ejemplo durante un tiempo de entre 0,1 y 24 horas, y separando el sólido mediante decantación, centrifugación o filtración, o con una extracción en continuo utilizando un extractor, por ejemplo del tipo Soxhlet. La cantidad de no solvente (o mezcla de no solventes) utilizada para el lavado es de entre 1 litro y 30 litros por kg de producto sólido, preferentemente de entre 3 y 20 litros por kg de producto sólido.

El polímero se seca a una temperatura de entre 50°C y 180°C, comprendida preferentemente en el intervalo de 80°C a 150°C, y a una presión de entre 101,08 kPa y 0,13 kPa (de entre 760 mmHg y 1 mmHg), comprendida preferentemente en el intervalo de 66,5 kPa a 1,33 kPa (500 mmHg a 10 mmHg).

El polímero seco se extruye utilizando extrusores comunes.

Para la separación y recuperación del solvente (carbonato de dialquilo), no solvente y aditivos, el líquido procedente de la filtración del poliestireno y el líquido de lavado se someten a destilación utilizando técnicas convencionales. Los aditivos que permanecen como residuo de destilación pueden recuperarse.

El procedimiento descrito permite la recuperación del poliestireno sin alterar sus propiedades, ya que permite separar del polímero los aditivos no deseados.

Los ejemplos siguientes se proporcionan a título ilustrativo y no limitativo de la presente invención.

Ejemplos 1 a 18

En estos ejemplos, se evalúa la capacidad de solubilización del poliestireno expandido por parte de diferentes carbonatos de dialquilo. Esta capacidad de disolución se compara con la de solventes cuya utilización se describe en la técnica conocida.

Se sumergió un cubo de poliestireno expandido que presentaba un volumen de 125 cm³ (longitud=5 cm, anchura=5 cm, profundidad=5 cm) en un vaso que contenía 20 ml de solvente, a temperatura ambiente, y se midió el tiempo necesario para la disolución completa del poliestireno. Los resultados de estos ensayos se indican en la Tabla 1.

Tabla 1

Ejemplo	Solvente	Tiempo de solubilización (segundos)
Ej.1	Carbonato de dimetilo	45
Ej.2	Carbonato de metiletilo	65
Ej.3	Carbonato de dietilo	110
Ej.4	Carbonato de metil-isopropilo	115
Ej.5	Carbonato de metil-isobutilo	140
Ej.6	Carbonato de di-n-propilo	180
Ej.7	Carbonato de metil-isoamilo	190
Ej.8	Carbonato de di-n-butilo	290
Ej.9	Carbonato de di-isoamilo	1.200
Ej.10	Carbonato de buti-isoocitilo	1.980
Ej. comp.11	Cloruro de metileno	30
Ej. comp.12	Acetato de etilo	35
Ej. comp.13	Tolueno	45
Ej. comp.14	Acetato de butilo	60
Ej. comp.15	Dimetiléter de dietilenglicol	165
Ej. comp.16	Limoneno	290
Ej. comp.17	Succinato de dimetilo	440
Ej. comp.18	Adipato de dimetilo	580

Tal como se indica claramente en la Tabla 1, los carbonatos de dialquilo (ejemplos 1 a 10) generalmente presentan una buena capacidad de disolver el poliestireno expandido. Esta capacidad se reduce, en la serie de carbonatos de dialquilo, a medida que se incrementa el número de átomos de carbono de las cadenas de alquilo. Los carbonatos de dialquilo de bajo punto de ebullición, tales como, por ejemplo, el carbonato de dimetilo (ejemplo 1) (punto de inflamación=17°C) y el carbonato de metiletilo (ejemplo 2), presentan una capacidad de disolver el poliestireno similar a la de los mejores solventes de la técnica conocida, tales como el cloruro de metileno (ejemplo comparativo 11), que se sospecha que es canceroso; el acetato de etilo (ejemplo comparativo 12), que presenta un punto de inflamación más bajo (-4°C); acetato de butilo (ejemplo comparativo 14), que presenta una toxicidad y ecotoxicidad más altas; y el tolueno (ejemplo comparativo 13), que es nocivo. Los carbonatos de dialquilo de alto punto de ebullición y con un punto de inflamación más alto (superior a 55°C), tales como, por ejemplo, el carbonato de di-n-propilo (ejemplo 6) y el carbonato de dibutilo (ejemplo 8) presentan una capacidad de disolución del poliestireno que es superior a la de los alquildiósteres de ácidos dicarboxílicos, tales como el succinato de dimetilo (ejemplo comparativo 17) y el adipato de dimetilo (ejemplo comparativo 18) y similar a la del limoneno (ejemplo comparativo 16) y el dimetiléter de dietilenglicol (ejemplo comparativo 15), que es tóxico.

Ejemplo 19**Preparación de la solución de poliestireno**

Se cargaron 210 g de carbonato de di-n-butilo en un recipiente de vidrio que presentaba un volumen de 0,5 litros, provisto de un agitador de palas, termómetro, salida de descarga en el fondo y entrada para la adición de material. Se añadieron por partes 90 g de poliestireno expandido reducido a trozos, al carbonato de di-n-butilo, mantenido bajo agitación a temperatura ambiente, y la mezcla se dejó bajo agitación hasta la disolución completa. La solución obtenida, que contenía 30% en peso de poliestireno, se filtró con el fin de eliminar las sustancias foráneas insolubles.

El poliestireno expandido utilizado en el presente ejemplo y en los ejemplos posteriores es del tipo retardante de llama, caracterizado por un peso molecular medio en peso de 188.000, un contenido de bromo de 0,51% en peso y un contenido de peróxido de dicumilo de 0,16% en peso.

Ejemplo 20**Precipitación y recuperación del poliestireno**

- 5 El equipo utilizado para la precipitación del poliestireno consistía de un reactor de vidrio con camisa que presentaba un volumen de 1 litro, provisto de un condensador de agua, termómetro, salida de descarga en el fondo, agitador-homogeneizador Ultra-turrax y un tubo con émbolo para la alimentación, que presentaba una forma y dimensiones tales que permitía alimentar la solución de poliestireno en la parte inferior del sistema de agitación.
- 10 Se cargaron en el reactor mencionado anteriormente 350 g de n-butanol mantenido a una temperatura de aproximadamente 25°C mediante la circulación de agua corriente en la camisa del reactor. Se activó la agitación (4.000 rpm) y se alimentaron 50 g de la solución de poliestireno (al 30% en peso en carbonato de di-n-butilo), preparada en el ejemplo 19, por el tubo con émbolo, utilizando una bomba de engranajes con un caudal de 100 g/h.
- 15 Durante esta etapa, precipita el poliestireno. Al final de la alimentación de la solución de polímero, se filtró el sólido formado. El líquido filtrado, que presentaba un peso de 381 g, presentaba la composición siguiente:
- 8,4% en peso de carbonato de di-n-butilo, 91,6% en peso de butanol, 98 mg/kg de bromo y 55 mg/kg de peróxido de dicumilo.
- 20 Se lavó el sólido en el filtro, a temperatura ambiente, con 100 g de butanol. El líquido de lavado, con un peso de 102,2 g, presentaba la composición siguiente:
- 1,65% en peso de carbonato de dibutilo, 98,35% en peso de butanol, 98 mg/kg de bromo y 9,8 mg/kg de peróxido de dicumilo.
- 25 Se destilaron el líquido de filtración y el líquido de lavado con el fin de recuperar el butanol y el carbonato de dibutilo. El bromo y el peróxido de dicumilo permanecieron en el fondo de destilación.
- 30 El sólido sobre el filtro, con un peso de 16,7 g, presentaba la composición siguiente:
- 89% en peso de poliestireno, 3% en peso de butanol, 7,8% en peso de carbonato de dibutilo, 0,18% en peso de bromo y 0,012% en peso de peróxido de dicumilo.
- 35 El sólido, tras el secado en un horno durante un periodo de 8 horas a una temperatura de 140°C y a una presión de aproximadamente 50 mmHg, presentaba un peso de 14,9 g y la composición siguiente:
- 99,8% en peso de poliestireno, 0,02% en peso de carbonato de dibutilo, 0,2% en peso de bromo y 0,013% en peso de peróxido de dicumilo.
- 40 El contenido de bromo y peróxido de dicumilo en el poliestireno recuperado se redujeron en 61% y 92%, respectivamente, con respecto al poliestireno expandido inicial.
- 45 El poliestireno recuperado era blanco y presentaba un peso molecular medio en peso, determinado mediante GPC, igual a la del poliestireno inicial.

Ejemplo 21

- 50 Se cargaron 350 g de n-butanol en el reactor indicado en el ejemplo 3, y se mantuvieron a una temperatura de aproximadamente 55°C mediante circulación de etilenglicol en la camisa del reactor, calentado con un baño termostático. Se activó la agitación (4.000 rpm) y se alimentaron 50 g de la solución de poliestireno (al 30% en peso en carbonato de di-n-butilo) preparada en el ejemplo 19, por el tubo con émbolo utilizando una bomba de engranajes a un caudal de 100 g/h.
- 55 Durante esta etapa, precipitó el poliestireno. Tras completar la alimentación de la solución de polímero, el sólido formado se decantó y se separó el líquido mediante succión con una bomba de membrana de vacío, a través de un tubo de Teflón flexible, provisto en un extremo de un septo filtrante. El líquido separado, con un peso de 347,4 g, presentaba la composición siguiente:
- 60 7,2% en peso de carbonato de di-n-butilo, 92,8% en peso de butanol, 127 mg/kg de bromo y 52 mg/kg de peróxido de dicumilo.
- El sólido restante en el reactor, con un peso de 52,5 g, presentaba la composición siguiente:
- 65 28,4% en peso de poliestireno, 52,2% en peso de butanol, 19,4% en peso de carbonato de dibutilo, 625 mg/kg de bromo y 115 mg/kg de peróxido de dicumilo.

Se lavó el sólido en el reactor mediante suspensión del mismo en 200 g de n-butanol y dejando la suspensión bajo agitación (4.000 rpm) a temperatura ambiente durante 45 minutos. Al final de la operación de lavado se filtró el sólido. El líquido de lavado, con un peso de 234 g, presentaba la composición siguiente:

3,8% en peso de carbonato de dibutilo, 96,2% en peso de butanol, 85 mg/kg de bromo y 23 mg/kg de peróxido de dicumilo.

Los líquidos de filtración y de lavado se destilaron con el fin de recuperar el butanol y el carbonato de dibutilo. En el fondo de destilación quedó el bromo y el peróxido de dicumilo.

El producto sólido sobre el filtro, con un peso de 18,5 g, presentaba la composición siguiente:

80,5% en peso de poliestireno, 12,4% en peso de butanol, 7% en peso de carbonato de dibutilo, 690 mg/kg de bromo y 42 mg/kg de peróxido de dicumilo.

El sólido, tras el secado en un horno durante 2 horas a una temperatura de 140°C y a una presión de 6,65 kPa (50 mmHg) presentaba un peso de 15 g y la composición siguiente:

99,75% en peso de poliestireno, 0,1% en peso de carbonato de dibutilo, 0,04% en peso de butanol, 860 mg/kg de bromo y 51 mg/kg de peróxido de dicumilo.

Se redujo el contenido de bromo y de peróxido de dicumilo en el poliestireno recuperado hasta 83,2% y 96,8%, respectivamente, con respecto al poliestireno expandido inicial.

El poliestireno recuperado era blanco y presentaba un peso molecular medio en peso, determinado mediante GPC, igual al del poliestireno inicial.

Ejemplo 22

Se cargaron 210 g de n-butanol y 210 g de carbonato de propileno en el reactor indicado en el ejemplo 3 y se mantuvieron a una temperatura de aproximadamente 25°C mediante circulación de agua corriente en la camisa del reactor. Se activó la agitación (4.000 rpm) y se alimentaron 70 g de la solución de poliestireno (al 30% en peso en carbonato de di-n-butilo), preparados en el ejemplo 19, por el tubo con émbolo, utilizando una bomba de engranajes, a un caudal de 100 g/h.

Durante esta etapa, precipitó el poliestireno. Tras completar la alimentación de la solución de polímero, el sólido formado se decantó y el líquido se separó mediante succión con una bomba de membrana de vacío, por un tubo de Teflón flexible provisto en un extremo de un septo filtrante. El líquido separado, con un peso de 430,4 g, presentaba la composición siguiente:

10,2% en peso de carbonato de di-n-butilo, 45,2% en peso de butanol, 44,6% en peso de carbonato de propileno, 216 mg/kg de bromo y 69 mg/kg de peróxido de dicumilo.

El sólido que permanecía en el reactor, con un peso de 59,6 g, presentaba la composición siguiente:

35% en peso de poliestireno, 25,7% en peso de butanol, 30,3% en peso de carbonato de propileno, 8,9% en peso de carbonato de dibutilo, 230 mg/kg de bromo y 70 mg/kg de peróxido de dicumilo.

Se lavó el sólido en el reactor mediante suspensión del mismo en 200 g de n-butanol y dejando la suspensión bajo agitación (4.000 rpm) a temperatura ambiente durante 45 minutos. Al final de la operación de lavado, se filtró el sólido. El líquido de lavado, con un peso de 233,6 g, presentaba la composición siguiente:

2,1% en peso de carbonato de dibutilo, 91% en peso de butanol, 6,9% en peso de carbonato de propileno, 34 mg/kg de bromo y 15 mg/kg de peróxido de dicumilo.

Se destilaron los líquidos de filtración y de lavado con el fin de recuperar el butanol y el carbonato de dibutilo. En el fondo de destilación quedaron el bromo y el peróxido de dicumilo.

El producto sólido sobre el filtro, con un peso de 26 g, presentaba la composición siguiente:

80,2% en peso de poliestireno, 10,7% en peso de butanol, 7,3% en peso de carbonato de propileno, 1,8% en peso de carbonato de dibutilo, 240 mg/kg de bromo y 22 mg/kg de peróxido de dicumilo.

El sólido, tras el secado en un horno durante 2 horas a una temperatura de 140°C y a una presión de 6,65 kPa (50 mmHg) presentaba un peso de 20,9 g y la composición siguiente:

99,85% en peso de poliestireno, 0,05% en peso de carbonato de dibutilo, 0,04% en peso de carbonato de propileno, 0,01% en peso de butanol, 290 mg/kg de bromo y 28 mg/kg de peróxido de dicumilo.

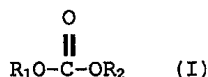
- 5 El contenido de bromo y de peróxido de dicumilo en el poliestireno recuperado se redujo en 94,1% y 98,3%, respectivamente, con respecto al poliestireno expandido inicial.

El poliestireno recuperado presentaba un peso molecular medio en peso, determinado mediante GPC, igual al del poliestireno inicial.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para el reciclado de poliestireno expandido, que comprende:

- 5 (a) la reducción del volumen del poliestireno expandido mediante disolución con un carbonato de dialquilo, o una mezcla de carbonatos de dialquilo que presentan la fórmula (I):



10 en la que R_1 y R_2 , iguales o diferentes, presentan el significado siguiente:

- R_1 y R_2 representan radicales alquilo lineales, ramificados o cíclicos, que contienen 1 a 12 átomos de carbono, y la suma de los átomos de carbono de R_1 y R_2 es de entre 2 y 15;

15 (b) la eliminación de los componentes insolubles;

(c) la precipitación selectiva del poliestireno con un no solvente o una mezcla de no solventes para el poliestireno;

20 (d) la separación, el secado y la extrusión del poliestireno precipitado;

estando dicho procedimiento caracterizado porque la precipitación selectiva del poliestireno en la etapa (c) se lleva a cabo a una temperatura comprendida entre 10°C y 70°C con un no solvente seleccionado de entre carbonato de alquilo o una mezcla constituida por un alcohol y un carbonato de alquilo, dicho no solvente o una mezcla de no solventes, utilizados para precipitar selectivamente el poliestireno expandido en la etapa (c), encontrándose en una proporción en peso con el carbonato de dialquilo de entre 2:1 y 20:1.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que:

30 - R_1 , R_2 representan radicales alquilo lineales o ramificados, que contienen de 1 a 8 átomos de carbono, y la suma de los átomos de carbono de R_1 y R_2 es de entre 5 y 10.

3. Procedimiento según la reivindicación 2, en el que los carbonatos de dialquilo se seleccionan de entre los que presentan un punto de inflamación superior a 55°C.

35 4. Procedimiento según la reivindicación 3, en el que los carbonatos de dialquilo se seleccionan de entre el grupo constituido por carbonato de di-n-butilo, carbonato de diisobutilo y carbonato de di-n-propilo.

40 5. Procedimiento para reciclar poliestireno expandido según la reivindicación 1, en el que, en la etapa (a), la concentración de poliestireno en la solución es de entre 5 y 50% en peso y la disolución del poliestireno expandido con carbonato de dialquilo se lleva a cabo a presión atmosférica, a una temperatura comprendida entre 20°C y 70°C.

6. Procedimiento para reciclar poliestireno expandido según la reivindicación 5, en el que la concentración de poliestireno en la solución está comprendida entre 15 y 40% en peso.

45 7. Procedimiento para reciclar poliestireno expandido según la reivindicación 5, en el que la disolución del poliestireno expandido con carbonato de dialquilo se lleva a cabo en un aparato provisto de un sistema de agitación y a temperatura ambiente.

50 8. Procedimiento para reciclar poliestireno expandido según la reivindicación 1, en el que la precipitación selectiva del poliestireno en la etapa (c) se lleva a cabo alimentando la solución de estireno al no solvente, o mezcla de no solventes, mantenida bajo agitación turbulenta, en el fondo del reactor de precipitación, debajo del sistema de agitación.

55 9. Procedimiento para reciclar poliestireno expandido según la reivindicación 1, en el que la cantidad de no solvente, o mezcla de no solventes, utilizada se encuentra en una proporción en peso con el carbonato de dialquilo de entre 3:1 y 15:1.

10. Procedimiento para reciclar poliestireno expandido según la reivindicación 1, en el que la precipitación selectiva se lleva a cabo a una temperatura comprendida entre 15°C y 60°C.

60 11. Procedimiento para reciclar poliestireno expandido según la reivindicación 8, en el que la precipitación selectiva del poliestireno se lleva a cabo alimentando la solución de poliestireno al no solvente en el fondo del reactor de precipitación, con un caudal, expresado en g/(hora*litro de no solvente), comprendido en el intervalo de 30 a 1.500.

12. Procedimiento para reciclar poliestireno expandido según la reivindicación 11, en el que la solución de poliestireno se alimenta al no solvente con un caudal, expresado en g/(hora*litro de no solvente), comprendido en el intervalo de 50 a 800.
13. Procedimiento para reciclar poliestireno expandido según la reivindicación 1, en el que la separación del poliestireno precipitado en la etapa (d) se lleva a cabo mediante filtración, decantación o centrifugación a una temperatura comprendida entre 10°C y 70°C.
14. Procedimiento para reciclar poliestireno expandido según la reivindicación 13, en el que la separación del poliestireno precipitado se lleva a cabo a una temperatura comprendida en el intervalo de 15°C a 60°C.
15. Procedimiento para reciclar poliestireno expandido según la reivindicación 1, en el que el secado del poliestireno precipitado en la etapa (d) se lleva a cabo a una temperatura comprendida entre 50°C y 180°C y a una presión de entre 101,08 kPa y 0,13 kPa (760 y 1 mmHg).
16. Procedimiento para reciclar poliestireno expandido según la reivindicación 15, en el que el secado se lleva a cabo a una temperatura comprendida entre 80°C y 150°C y a una presión de entre 66,5 kPa y 1,33 kPa (500 y 10 mmHg).