

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 424 213**

51 Int. Cl.:

**C08F 6/12** (2006.01)

**C08J 3/14** (2006.01)

**C08J 11/08** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.09.2008 E 08804386 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.05.2013 EP 2203484**

54 Título: **Proceso para recuperar un polímero de una disolución**

30 Prioridad:

**21.09.2007 FR 0757769**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**30.09.2013**

73 Titular/es:

**SOLVAY SA (100.0%)  
Rue de Ransbeek, 310  
1120 Bruxelles, BE**

72 Inventor/es:

**LEPERS, JEAN-CHRISTOPHE;  
GEETS, DENIS y  
CAILLE, JEAN-RAPHAEL**

74 Agente/Representante:

**LINAGE GONZÁLEZ, Rafael**

**ES 2 424 213 T3**

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

Proceso para recuperar un polímero de una disolución.

- 5 La presente invención se refiere a un proceso para recuperar un polímero de una disolución que lo contiene y también a un proceso de reciclaje que implica un proceso de este tipo.

10 Los polímeros se usan extensamente en una variedad de formas, principalmente en estado sólido. Sin embargo, algunas veces, en una fase u otra de su existencia están presentes en un medio líquido, habitualmente en forma de una disolución en un disolvente, a partir de la cual luego es necesario extraerlos. Así, se encuentran disoluciones de polímeros al final de determinados procesos de polimerización (conocidos como procesos de polimerización en disolución), en el transcurso de determinados procesos de reciclaje y durante la limpieza de determinadas instalaciones para fabricar pinturas o artículos a base de polímeros. La recuperación del polímero en el estado sólido, a partir de una disolución, implica generalmente al menos una etapa de evaporación de disolvente.

15 Así, la solicitud WO 01/70865 a nombre del solicitante describe un método de reciclaje de un polímero según el cual se pone el polímero en contacto con un disolvente que puede disolverlo y que tiene un azeotropo con agua de modo que puede separarse del medio de precipitación mediante destilación azeotrópica inyectando vapor de agua en dicho medio.

20 En el proceso del documento WO '865, también está presente un agente de separación de fases (PSA) cuando se pone el polímero en contacto con el disolvente y tiene el efecto de mejorar la disolución del polímero por el disolvente. Preferiblemente, el disolvente es un disolvente orgánico polar, más particularmente una cetona, y el PSA es un hidrocarburo alifático que tiene de 5 a 7 átomos de carbono.

25 La invención que es el objeto del documento WO '865 se basa en la sorprendente observación de que la adición de determinados agentes de separación de fases a la mezcla de disolvente de polímero/compuesto no disolvente de polímero no sólo hace posible facilitar la sedimentación de esta mezcla (lo cual es particularmente útil en el contexto de un proceso de reciclaje en bucle, en el que el disolvente y el compuesto no disolvente se reciclan o bien de manera continua o bien de un lote al siguiente), sino también aumentar la potencia de disolución de la fase rica en disolvente con respecto al polímero en cuestión. Por consiguiente, el proceso se vuelve más flexible, consume menos energía y es menos caro.

30 Sin embargo, la solicitud WO 05/100461, también a nombre del solicitante, recomienda eliminar sustancialmente todo el PSA antes de la precipitación completa del polímero. Esto se debe a que el PSA parece tener un efecto aglomerante sobre las partículas de polímero. Por tanto, preferiblemente, o bien el PSA tiene un punto de ebullición inferior al del azeotropo de agua/disolvente, o bien tiene un azeotropo con agua que tiene un punto de ebullición inferior al del azeotropo de agua/disolvente de modo que puede separarse completamente del medio líquido antes de la precipitación del polímero. El hecho de tener que separar completamente el PSA es perjudicial desde un punto de vista económico dado que consume mucho vapor de agua.

35 Además, todavía con vistas a prevenir la aglomeración de granos de polímero (y por tanto, para poder trabajar con disoluciones más concentradas), la solicitud WO 05/017010, también a nombre del solicitante, recomienda el uso de dos agentes de suspensión diferentes que tienen afinidades diferentes con respecto al disolvente y al componente no disolvente y que se introducen en diferentes momentos del proceso. Sin embargo, estos dispersantes son caros.

40 Por último, las solicitudes mencionadas anteriormente recomiendan llevar a cabo la precipitación a vacío también con vistas a superar la aglomeración y por tanto mejorar el tamaño de partícula. Esto es penalizante desde el punto de vista del equipo y de la seguridad del proceso.

45 Por tanto, en resumen: para impedir que se aglomeren las partículas de polímero, el solicitante creía hasta la fecha que era necesario separar simultáneamente todo el PSA, usar agentes de suspensión costosos y precipitar a vacío.

50 Sin embargo, el solicitante ha descubierto desde entonces que la presencia de un alcohol en el medio de precipitación podía superar el fenómeno de la aglomeración de granos inducido por la presencia del PSA, incluso hasta el punto de poder trabajar sin las precauciones (condiciones) mencionadas anteriormente.

55 Además, dado que muchos alcoholes tienen un azeotropo con agua, el equipo y los procesos actuales del solicitante (basados en la eliminación de compuestos orgánicos mediante destilación azeotrópica) pueden usarse sin inversiones adicionales con la condición de que se elija un alcohol para el cual el azeotropo con agua tiene un punto de ebullición superior al del azeotropo de agua/disolvente (dado que el alcohol debe estar presente durante la precipitación del polímero, que tiene lugar mediante destilación azeotrópica del disolvente).

60 Por tanto, la presente invención se refiere a un proceso según la reivindicación 1.

65 Preferiblemente, por los motivos explicados anteriormente, éste es un alcohol que tiene un azeotropo con agua,

cuyo punto de ebullición es superior al del azeotropo de agua/PAOS. De la manera más particularmente preferible, el azeotropo de agua/alcohol tiene un punto de ebullición inferior al punto de ebullición del agua de modo que puede impulsar la destilación azeotrópica del medio hasta que se han eliminado sustancialmente todos los líquidos orgánicos del mismo y hasta que sólo quedan partículas de polímero en agua.

El polímero para el que se pretende la recuperación mediante el proceso según la presente invención puede elegirse de polímeros derivados de cloruro de vinilo, o bien homopolímeros (PVC) o bien copolímeros (con acetato de vinilo por ejemplo, o copolímeros de VC/VAc) pero que tienen preferiblemente al menos el 50% en peso de cloruro de vinilo.

El proceso según la presente invención también se aplica a las combinaciones mencionadas anteriormente de polímeros, tanto si son de la misma naturaleza como de naturalezas diferentes.

El polímero puede estar en cualquier forma. Puede ser material de desecho de polimerización, formación de compuestos o procesamiento, posiblemente en estado líquido o pastoso, posiblemente incluso en disolución en un disolvente. También pueden ser artículos sólidos que comprenden uno o más aditivos habituales tales como, por ejemplo, plastificantes, estabilizantes, antioxidantes, retardadores de la llama, pigmentos, cargas, etc., incluyendo fibras de refuerzo. Estas fibras pueden ser de cualquier naturaleza, naturales o sintéticas; también es posible usar fibras de vidrio, fibras de celulosa o fibras de plástico. Habitualmente son fibras de plástico, en particular fibras de poliéster.

El proceso según la presente invención se aplica a la recuperación de cualquier polímero mencionado anteriormente en disolución, es decir, disuelto en un medio líquido que contiene un disolvente de dicho polímero que es un disolvente orgánico aprótico polar. Según la invención, este disolvente, en el que el polímero es al menos parcialmente soluble, y de manera habitual completamente soluble, es generalmente un líquido que tiene un parámetro de solubilidad (del cual aparecen una definición y valores experimentales en "Properties of Polymers", D.W. Van Krevelen, edición de 1990, págs. 200-202, y también en "Polymer Handbook", J. Brandrup y E.H. Immergut, Editores, segunda edición, págs. IV-337 a IV-359) próximo al parámetro de solubilidad del polímero. Se entiende que el término "próximo" define parámetros de solubilidad del polímero y del disolvente (expresados en MPa<sup>1/2</sup>) que no se diferencian generalmente uno de otro en más de aproximadamente 1,8.

Según la invención, este disolvente es aprótico (es decir carece de átomos de hidrógeno que puedan crear puentes de hidrógeno, al contrario que los alcoholes, por ejemplo) y polar (es decir que tiene un momento dipolar distinto de cero). Puede ser THF (tetrahidrofurano) o cetonas. Las cetonas, y en particular, MEK (metil etil cetona) o DEK (dietil cetona), proporcionan buenos resultados con muchos polímeros y en particular con los polímeros mencionados anteriormente. Se entiende que el término "disolvente" significa tanto sustancias individuales como mezclas de sustancias.

Según la invención, la disolución de polímero también comprende un PSA, cuyo papel se explicó anteriormente y que es un compuesto orgánico apolar que es miscible con el PAOS e inmiscible con agua. Preferiblemente es un hidrocarburo alifático que tiene de 5 a 7 átomos de carbono. En particular con MEK o DEK como disolvente, se han obtenido excelentes resultados eligiendo n-hexano o isohexano (2-metilpentano) como agente de separación de fases. Este último es particularmente adecuado teniendo en cuenta que su punto de ebullición no es demasiado alto (60°C a presión atmosférica en comparación con 69°C para n-hexano).

Por último, la disolución de polímero comprende, al menos durante la precipitación del polímero (y preferiblemente antes de inyectar nada de agua), un alcohol alifático lineal C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>, y preferiblemente un alcohol que tiene un azeotropo con agua, cuyo punto de ebullición es superior al del azeotropo de agua/PAOS. Los alcoholes alifáticos lineales C<sub>3</sub>-C<sub>5</sub> son especialmente adecuados. De hecho, los alcoholes con un número superior de C corren el riesgo de no eliminarse fácilmente durante la separación final y de permanecer atrapados en los granos de PVC recuperados.

De manera similar, para no tener que evaporar demasiada agua, es preferible que el azeotropo de agua/alcohol tenga un contenido en agua bajo. Por tanto, isopropanol es particularmente adecuado (conteniendo su azeotropo con agua aproximadamente el 12% en peso de agua).

El medio líquido en el que se disuelve el polímero también puede contener (además del PAOS y del PSA) otros compuestos orgánicos o inorgánicos. En particular, en el caso de un proceso de reciclaje que funciona en un bucle cerrado (que se explicará a continuación), el disolvente puede ser una corriente líquida reciclada y puede contener una determinada cantidad de compuesto no disolvente (agua).

Cuando el polímero es PVC, se han obtenido buenos resultados cuando el medio líquido de disolución (I) contiene entre el 2% y el 8% en peso de alcohol (y de la manera más particularmente preferible entre el 3% y el 4,5% en peso de alcohol (preferiblemente isopropanol)), entre el 13% y el 17% de PSA (preferiblemente isohexano) y entre el 4% y el 6% de agua, estando el resto (concretamente entre el 69% y el 79% en peso) compuesto por PAOS (preferiblemente MEK). El hecho de tener aproximadamente el 15% de PSA en el medio permite sedimentar

eficazmente y disolver muchos tipos de material de desecho de PVC (incluso que contienen agua) y es preferible no superar el 8% de alcohol para evitar reducir enormemente la densidad aparente (BD) de las partículas de PVC pero también para evitar disminuir la capacidad de separación del PSA.

5 La concentración, en el medio líquido, del polímero que va a recuperarse puede variar ampliamente. En general, la cantidad de polímero representa más del 5% en peso con respecto al peso total del medio líquido, preferiblemente más del 10% en peso, lo más particularmente más del 15% en peso. Esta cantidad de polímero disuelto no supera generalmente el 60% en peso del peso total de disolución, preferiblemente no supera el 40% en peso y lo más particularmente no supera el 35% en peso o incluso el 25% (véase a continuación). Una concentración de polímero  
10 demasiado baja conduce a un gasto de energía alto para eliminar el disolvente. Una concentración de polímero demasiado alta afecta a la fluidez de la disolución y a la manipulación de la misma.

Según la invención, se inyecta vapor de agua en el medio líquido en una cantidad suficiente para dar lugar a la eliminación sustancial del PSA mediante separación (evaporación) y del PAOS (o incluso del alcohol) mediante  
15 destilación azeotrópica.

Según una variante particularmente ventajosa de la invención, objeto de la solicitud WO 05/014705 a nombre del solicitante, también se añade agua líquida al medio con el fin de aproximarse a la inversión de fases (es decir el cambio de un medio constituido por una fase orgánica continua en la que está dispersada una fase acuosa, a un  
20 medio en el que la fase orgánica está dispersada en la fase acuosa (continua)), pero sin alcanzarla. Esta variante es ventajosa desde un punto de vista económico dado que consume menos vapor de agua. Esta agua líquida no tiene que ser necesariamente pura: puede contener disolvente y alcohol, y más específicamente: consiste en una fase acuosa recuperada de un proceso similar que ha tenido lugar anteriormente o en paralelo (véase a continuación). Por el mismo motivo, puede añadirse agua líquida y/o fase acuosa además de vapor de agua para ayudar a producir  
25 la inversión de fases mencionada anteriormente.

Generalmente, dentro del contexto de la invención, la disolución de polímero consiste en una fase orgánica en la que está opcionalmente dispersada una fase acuosa. En una variante particularmente ventajosa de la invención, se  
30 añade una fase acuosa líquida a esta fase orgánica con el fin de aproximarse a su inversión de fases sin ir más allá de ella y después se inyecta vapor de agua de modo que se elimina al menos parte del PSA de la disolución antes de la inversión de fases. Esto se debe a que la cantidad de PSA requerida en la disolución de partida para que sea eficaz tanto para ayudar a disolver el polímero como en una posible sedimentación de las fases acuosa y orgánica (que es de aproximadamente el 15% en el caso de PVC: véase anteriormente), es generalmente demasiado alta como para que el alcohol haga que la fase orgánica sea lo suficientemente hidrófila durante la inversión de fases  
35 que da lugar a la precipitación del polímero definitiva.

En una primera variante, el PSA se elimina sustancialmente (es decir se reduce hasta una concentración inferior al % en peso) del medio líquido antes de la precipitación del polímero (es decir antes de la inversión de fases) inyectando vapor de agua. En esta variante, es posible trabajar a una concentración de polímero relativamente alta  
40 en la disolución (por ejemplo de hasta el 35% en peso de PVC con el medio (I) descrito anteriormente) con la condición de que la composición del medio se ajusta añadiendo líquido o vapor de composición azeotrópica al mismo, tal como se describe en la solicitud WO 05/100461 a nombre del solicitante.

En esta variante, en el transcurso de la eliminación del PSA, generalmente se observa precipitación previa del polímero (es decir la formación de granos pequeños de polímero que tienen un diámetro del orden de  $\mu\text{m}$  y que están dispersos en la fase orgánica), teniendo lugar la precipitación real (para formar partículas de granos aglomerados que tienen un diámetro del orden de cientos de  $\mu\text{m}$ ) preferiblemente mediante inyección de vapor de agua y de agua líquida adicional para alcanzar e ir más allá de la inversión de fases, preferiblemente con agitación adecuada. Esta agitación puede proporcionarse mediante cualquier dispositivo conocido, por ejemplo mediante un  
45 agitador mecánico, mediante inyección de un gas, etc. Preferiblemente, puede ser agitación mecánica intensa, por ejemplo usando un agitador mecánico. Un agitador con un rotor que gira a al menos 500 rpm (o incluso a varios miles de rpm) proporciona buenos resultados.

En la otra variante (es decir cuando el PSA no se elimina sustancialmente y cuando queda al menos algún % en el medio líquido durante la inversión de fases), pueden distinguirse 2 sub-variantes:

- o bien se inyecta vapor de agua mientras se ajusta la composición del medio con líquido o vapor de composición azeotrópica tal como se explicó anteriormente y se evapora una gran fracción (al menos la mitad) del PSA antes de dar lugar a la inversión de fases; en este caso, también es posible trabajar con una concentración de polímero  
60 relativamente alta en la disolución (por ejemplo de hasta el 35% en peso de PVC con el medio (I) descrito anteriormente)

- o se inyecta vapor de agua puro (que también tiene el efecto de eliminar parcialmente el PSA) pero sin ajustar la composición del medio y en este caso es mejor limitar la concentración de polímero de la disolución (por ejemplo hasta el 25% en peso de PVC con el medio (I)).

Sin embargo, esta 2ª sub-variante (con eliminación parcial del PSA) tiene la ventaja de que ya no es necesario evaporar una gran cantidad de azeotropo, lo que de hecho hace que sea equivalente a la otra variante desde un punto de vista de ahorro de energía. En esta sub-variante, la precipitación previa del polímero se provoca mediante inyección de vapor de agua, lo que también tiene el efecto de reducir el contenido de PSA del medio. De la manera más particularmente preferible, la cantidad de vapor de agua inyectada para este fin es suficiente para reducir el contenido de PSA de la disolución al menos en la mitad, o incluso en dos tercios (por ejemplo hasta un valor próximo al 4% en peso en el caso del medio (I)), tras lo cual se provoca la inversión de fases (preferiblemente mediante inyección tanto de agua líquida como de vapor de agua adicional) con el fin de precipitar definitivamente el polímero, preferiblemente con agitación vigorosa (véase anteriormente). En estas 2 variantes preferidas, la precipitación previa tiene por tanto lugar durante la inyección de vapor de agua para eliminar al menos parte del PSA, mientras que la precipitación final (inversión de fases) tiene lugar mediante inyección de agua en forma tanto líquida como de vapor. Por tanto, estas variantes comprenden, en orden, las siguientes etapas:

- adición de agua líquida (o, más generalmente: de fase acuosa – véase anteriormente) a la disolución de partida en una cantidad que no es suficiente para provocar la precipitación previa del polímero;

- adición de vapor de agua en una cantidad que es suficiente con el fin de precipitar previamente el polímero sin dar lugar a la inversión de fases y con el fin de evaporar al menos parcialmente el PSA; y

- adición de vapor de agua y agua líquida con el fin de dar lugar a la inversión de fases y precipitar definitivamente el polímero.

La precipitación previa puede observarse visualmente, mediante la aparición de una turbidez asociada con la presencia de los granos de polímero que están formándose, o mediante cualquier medición adecuada (por ejemplo una medición de la turbidez).

En el caso en el que el proceso según la invención es un proceso para reciclar un polímero mediante disolución/precipitación que funciona en modo discontinuo y en un bucle (es decir con recuperación de los vapores, condensación de estos últimos y reutilización de las fases (orgánica y acuosa) tras sedimentación usando PSA), la segunda variante (con eliminación parcial del PSA) tiene sin embargo una ventaja adicional, una mayor flexibilidad del proceso.

Esto se debe a que ya no es necesario tener una composición azeotrópica de agua/disolvente que sea “pura” (libre de PSA) con el fin de poder separar completamente el PSA. Por tanto, es posible hacer funcionar varios lotes en paralelo (lo que es ventajoso porque, ya que la etapa de disolución es más rápida que la precipitación, es posible usar sólo un único reactor de disolución con varios reactores de precipitación que funcionan en paralelo y secuencialmente) y alimentar todos los vapores resultantes de los diversos reactores de precipitación a un único tanque de sedimentación. Entonces puede usarse este tanque como reserva de disolvente (fase orgánica) y agua (fase acuosa).

Por tanto, la presente invención también se refiere a un proceso para reciclar un polímero que comprende las siguientes etapas:

- disolver el polímero en un medio líquido que comprende en particular un PAOS, un PSA y un alcohol tal como se definieron anteriormente;

- recuperar el polímero usando un proceso tal como se definió anteriormente;

- condensar los vapores que resultan de este proceso con el fin de obtener un líquido;

- sedimentar el líquido para obtener una fase orgánica que comprende el PSA, una fracción principal del PAOS y alcohol y una fracción minoritaria de agua, y una fase acuosa que comprende una fracción principal de agua y fracciones minoritarias de PAOS y alcohol; y

- opcionalmente, repetir las etapas anteriores en un bucle usando al menos una parte de la fase orgánica como medio líquido de disolución.

En este proceso, cuando el polímero es PVC, la composición de la fase orgánica es preferiblemente la composición (I) descrita anteriormente. Con respecto a la composición de la fase acuosa en equilibrio de sedimentación con esta fase orgánica, es preferiblemente la siguiente: agua/propanol/MEK en las siguientes proporciones en peso: 80,5/2/17,5.

Según una variante ventajosa, también se extrae parte de la fase acuosa y se usa con el fin de aproximarse a la inversión de fases tal como se explicó anteriormente. Y según una variante particularmente ventajosa ya mencionada anteriormente, la precipitación final (inversión de fases) se provoca preferiblemente usando agua tanto en forma líquida como en forma de vapor, preferiblemente con agitación vigorosa. Generalmente, esta agua es agua

recuperada al final del lote anterior (en particular: puede ser agua a partir de la cual se han recuperado las partículas de PVC tras la separación final).

5 En esta variante, es ventajoso impulsar los diversos lotes (repetición de las etapas descritas anteriormente) de modo que el volumen y la composición del medio líquido en el tanque sean sustancialmente constantes para poder poner el proceso en funcionamiento. Una manera de proceder que da buenos resultados en la práctica consiste en extraer al menos parte de la fase acuosa con el fin de aproximarse a la inversión de fases tal como se explicó anteriormente; en usar vapor de agua y agua adicional para dar lugar a la inversión de fases y después, impulsar la separación y las destilaciones azeotrópicas hasta completarse con el fin de obtener partículas de polímero bien formadas  
10 suspendidas en un medio que está compuesto principalmente por agua; y en separar esas partículas del agua. Preferiblemente, se almacena al menos parte de esta agua con el fin de poder usarla para dar lugar a la inversión de fases del lote (el siguiente lote, véase anteriormente) y se elimina el excedente (cuando sea apropiado) del bucle.

15 Las partículas pueden recuperarse (separarse del agua tras la separación final) mediante cualquier medio convencional para separar un sólido de un fluido, tal como sedimentación, centrifugación (rotación), filtración, etc.

20 En un proceso de este tipo, la disolución se lleva a cabo generalmente a una presión que es al menos igual a la presión atmosférica, o incluso al menos igual a 1,5 bares. Ventajosamente, esta presión no supera 10 bares, preferiblemente 5 bares. Dado que la precipitación generalmente tiene lugar a una presión que es como máximo la presión atmosférica (véase anteriormente), generalmente es ventajoso reducir la presión de la disolución (es decir, someterla a una evaporación "ultrarrápida") antes de la precipitación.

25 En un proceso de este tipo, la temperatura de disolución es generalmente de al menos 85°C, o incluso de 110°C; generalmente no supera 125°C, o incluso 115°C. También puede resultar ventajoso trabajar bajo una atmósfera inerte, por ejemplo bajo nitrógeno, para evitar cualquier riesgo de explosión y degradación del disolvente, del componente no disolvente y/o del agente de separación de fases.

30 La presente invención se ilustra de una manera no limitativa por los ejemplos 1 y 2. En cada uno de ellos, se llevaron a cabo varias pruebas en un bucle (con condensación de los vapores generados, sedimentación en un tanque y reutilización de las fases orgánica (disolvente) e inorgánica (acuosa) obtenidas tras introducir cantidades crecientes de isopropanol (véanse las figuras)), comenzando a partir de un disolvente que comprendía (en peso) el 15% de isohexano, el 5% de agua y el 80% de MEK. Cuando estaba introduciéndose este isopropanol, se añadió una cantidad de PSA (isohexano) con el fin de mantener la concentración de PSA al valor del 15%.

35 En cada una de estas pruebas, se disolvieron 45 kg de PVC derivado de material de desecho de cables (FC001 = calidad convencional; FC005: calidad sobre-plastificada; estas calidades tenían una composición que variaba alrededor de un promedio aproximadamente el 50% de resina de PVC, el 25% de plastificante y el 25% de carga, conteniendo la calidad FC005 en promedio un poco más de plastificante, concretamente del 27 al 30%) en 180 kg de disolvente tal como se describió anteriormente.

40 Se llevó a cabo la disolución a 100°C y a 3 bares.

45 Se filtró la disolución así obtenida y se sometió a una evaporación ultrarrápida a hasta 1 bar. Se introdujeron en la misma 65 kg de la fase acuosa en equilibrio con la fase orgánica en el tanque de sedimentación.

Se llevó a cabo una ejecución (serie de pruebas) para cada calidad de PVC en cada uno de los ejemplos.

### Ejemplo 1

50 Se introdujeron en la disolución 65 kg de fase acuosa y del azeotropo de agua/MEK (razón en peso: 11/89) en forma líquida y en forma de vapor en una razón (225 kg/h)/(70 kg/h) hasta que se había evaporado completamente el isohexano (lo que se garantizó estabilizando la temperatura (a presión constante) a la del punto de ebullición del azeotropo).

55 Se introdujeron a continuación agua de precipitación (45 litros) y vapor de agua (a una velocidad de flujo de 120 kg/h) en una cantidad suficiente para provocar la inversión de fases del medio y se continuó la inyección de vapor de agua hasta que el medio de precipitación alcanzó 100°C.

60 Se recuperaron, por un lado, partículas de PVC, cuya BD y tamaño de partícula (diámetro promedio) se midieron y, por otro lado, los vapores generados, que se condensaron con el fin de poder llevar a cabo la siguiente prueba. Se llevaron a cabo las pruebas llevadas a cabo con un disolvente de disolución que contenía el 0 y el 1% de isopropanol a vacío (0,6 bares) y con el dispersante primario (el 72,5% de poli(alcohol vinílico) hidrolizado introducido con la fase acuosa) y el dispersante secundario (el 40% de poli(alcohol vinílico) hidrolizado introducido tras el agua secundaria). Se llevaron a cabo las otras pruebas a presión atmosférica sin dispersante.

**Ejemplo 2**

Se introdujeron en la disolución 65 kg de fase acuosa y de vapor de agua en una cantidad suficiente para observar la precipitación previa del PVC.

- 5 Se introdujeron a continuación agua de precipitación (105 litros) y vapor de agua (a una velocidad de flujo de 120 kg/h) en una cantidad suficiente para provocar la inversión de fases del medio y se continuó la inyección de vapor de agua hasta que el medio de precipitación alcanzó 100°C.

- 10 Se recuperaron, por un lado, partículas de PVC, cuya BD y tamaño de partícula (diámetro promedio) se midieron y, por otro lado, los vapores generados, que se condensaron con el fin de poder llevar a cabo la siguiente prueba.

Las figuras 1 a 4 ilustran gráficamente los resultados obtenidos respectivamente para las mediciones de BD y de tamaño de partícula.

- 15 Puede observarse en las mismas que en efecto, al menos partiendo del 1,5% en peso de isohexano, no es necesario trabajar a vacío y en presencia de dispersantes.

Cualitativamente se observó que la presencia de isopropanol reduce la aparición de depósitos de material (comúnmente denominado “formación de costra”) sobre las paredes del reactor de precipitación.

20

## REIVINDICACIONES

1. Proceso para recuperar un polímero mediante inyección de vapor de agua, y opcionalmente agua líquida, en una disolución de este polímero que comprende un disolvente orgánico aprótico polar (PAOS) que tiene un azeotropo con agua y un compuesto orgánico apolar que es miscible con el PAOS e inmisible con agua y que actúa como agente de separación de fases (PSA), cuyo punto de ebullición es inferior al del azeotropo de agua/PAOS, siendo la cantidad de vapor de agua inyectada suficiente para dar lugar a la eliminación sustancial del PSA mediante separación y la del PAOS mediante destilación azeotrópica, y siendo la cantidad total de agua suficiente para dar lugar a la precipitación del polímero, estando este proceso caracterizado porque la disolución de polímero también comprende un alcohol alifático lineal C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>, al menos durante la precipitación del polímero y porque el polímero se elige de polímeros derivados de cloruro de vinilo, o bien homopolímeros (PVC) o bien copolímeros.
2. Proceso según la reivindicación 1, caracterizado porque el alcohol tiene un azeotropo con agua, cuyo punto de ebullición es superior al del azeotropo de agua/PAOS pero inferior al punto de ebullición del agua.
3. Proceso según la reivindicación 1, caracterizado porque el PAOS es MEK (metil etil cetona) o DEK (dietil cetona).
4. Proceso según la reivindicación anterior, caracterizado porque el PSA es isohexano.
5. Proceso según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la disolución de polímero consiste en una fase orgánica en la que fase acuosa está opcionalmente dispersada; porque se añade una fase acuosa líquida a esta fase orgánica, pero en una cantidad que no es suficiente para dar lugar a inversión de fases (es decir cambio a una fase acuosa continua en la que está dispersa una fase orgánica); y porque se inyecta vapor de agua en el medio líquido así obtenido de modo que se elimina al menos una parte del PSA del mismo antes de su inversión de fases.
6. Proceso según la reivindicación anterior, caracterizado porque la inversión de fases está provocada por la adición de vapor de agua y agua líquida.
7. Proceso para reciclar un polímero que comprende las siguientes etapas:
- disolver el polímero en un medio líquido que comprende un PAOS, un PSA y un alcohol;
  - recuperar el polímero usando un proceso según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores;
  - condensar los vapores que resultan de este proceso con el fin de obtener un líquido;
  - sedimentar el líquido para obtener una fase orgánica que comprende el PSA, una fracción principal del PAOS y alcohol y una fracción minoritaria de agua, y una fase acuosa que comprende una fracción principal de agua y fracciones minoritarias de PAOS y alcohol; y
  - opcionalmente, repetir las etapas anteriores en un bucle usando al menos una parte de la fase orgánica como medio líquido de disolución.
8. Proceso según la reivindicación anterior, en el que el polímero es PVC y la fase orgánica comprende entre el 2% y 8% en peso de alcohol, entre el 13% y el 17% de PSA y entre el 4% y el 6% de agua, estando el resto (concretamente entre el 69% y el 79% en peso) compuesto por PAOS.
9. Proceso según la reivindicación anterior, en el que el alcohol es isopropanol, el PSA es isohexano y el PAOS es MEK.
10. Proceso según una cualquiera de las reivindicaciones 7 a 9, en el que se extrae al menos parte de la fase acuosa y se añade a la disolución de polímero en una cantidad que no es suficiente para dar lugar a una precipitación previa del polímero; se usan vapor de agua y agua adicional para dar lugar a una inversión de fases; se impulsan la separación y las destilaciones azeotrópicas hasta completarse con el fin de obtener partículas de polímero bien formadas suspendidas en un medio que está compuesto principalmente por agua; se separan esas partículas del agua.

Fig. 1: BD de FC001

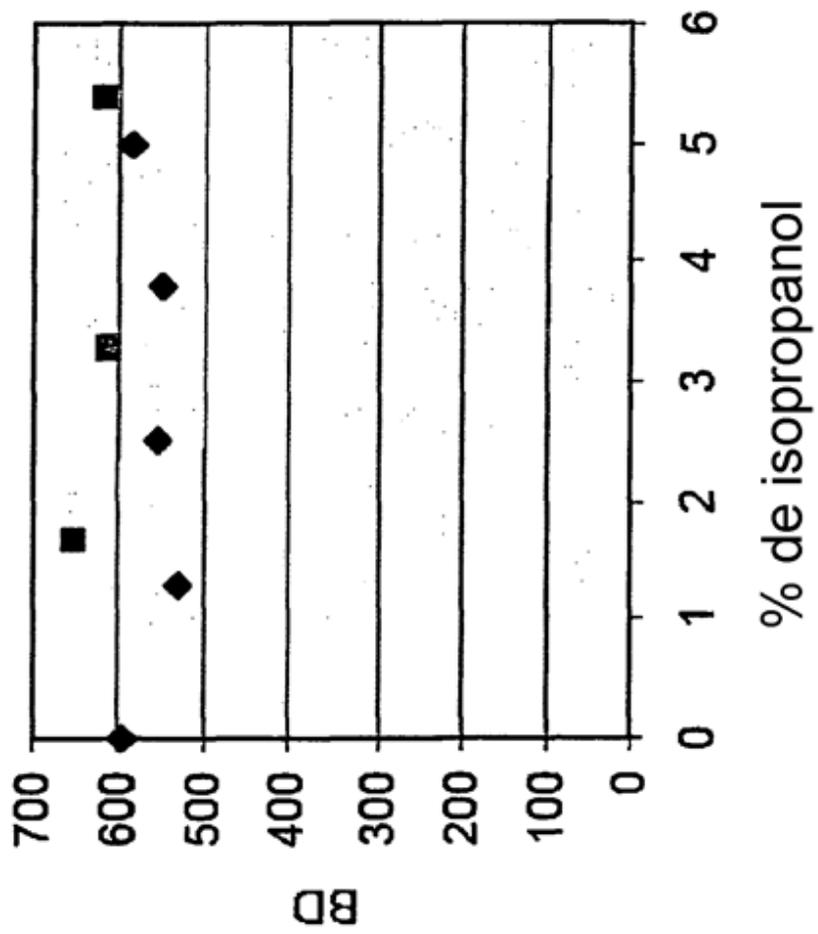


Fig. 2: BD de FC005

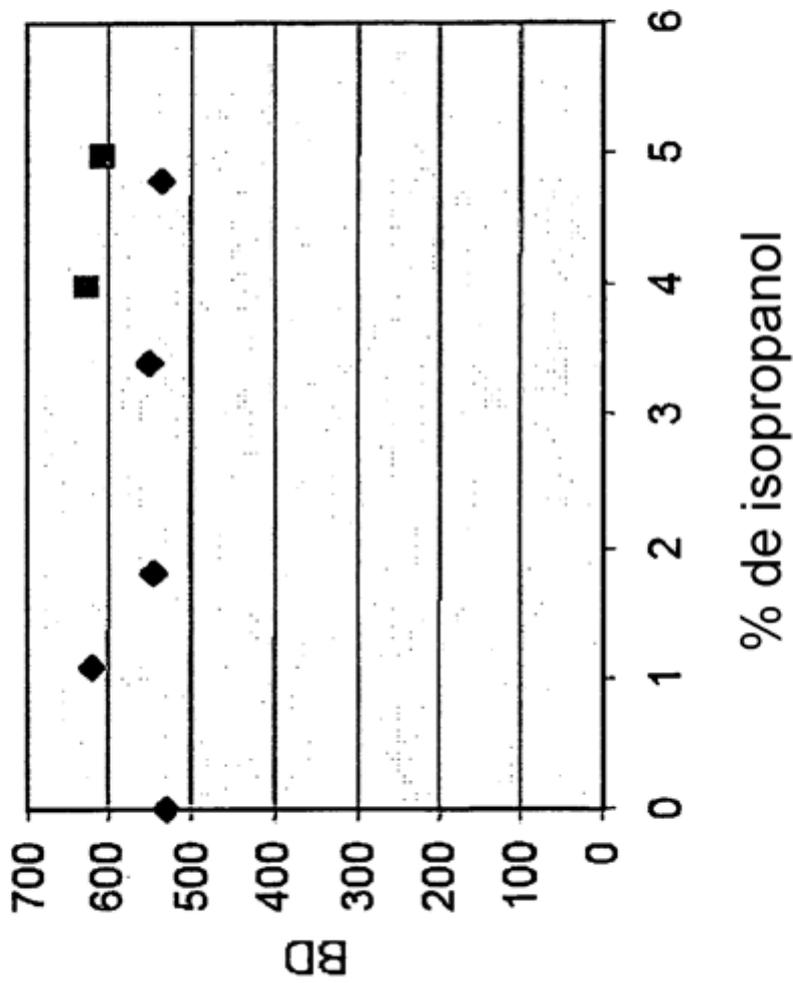


Fig. 3: Tamaño de partícula de FC001

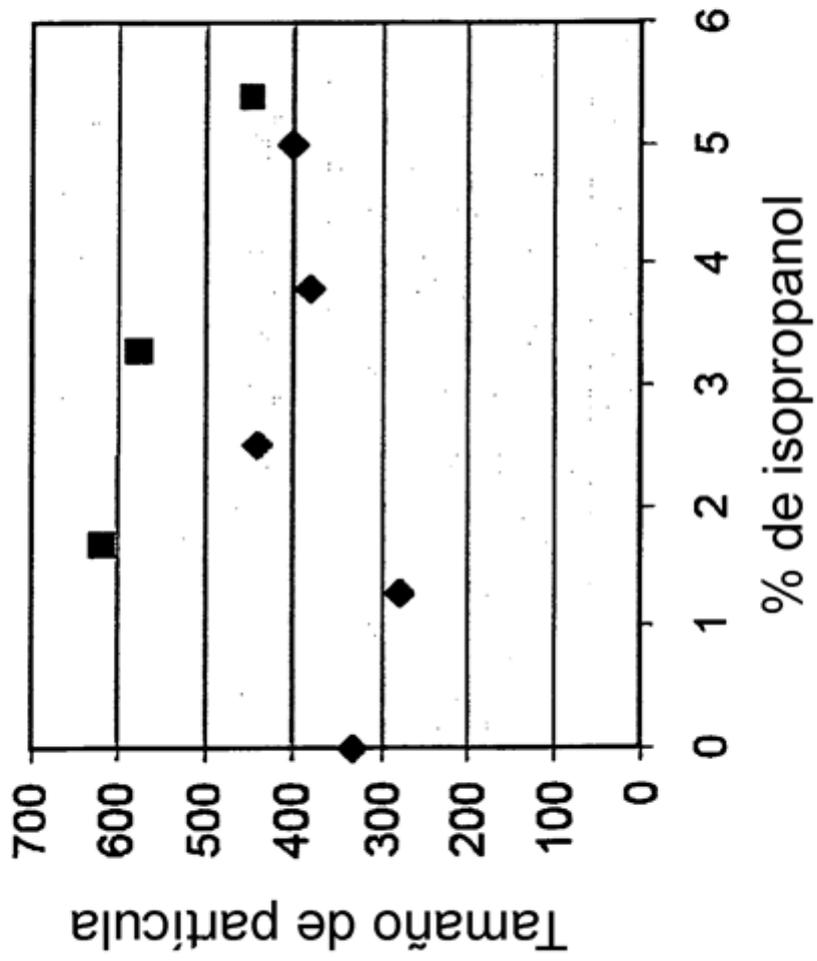


Fig. 4: Tamaño de partícula de FC005

