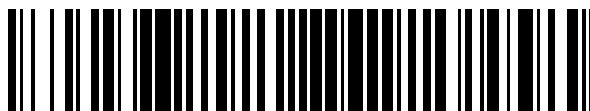


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 432 538**

51 Int. Cl.:

B29B 17/00 (2006.01)

B29B 9/16 (2006.01)

B29C 47/00 (2006.01)

C08J 11/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.05.2004 E 04735011 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.07.2013 EP 1628814**

54 Título: **Procedimiento para el reciclaje de tereftalato de polietileno (PET) para uso alimentario**

30 Prioridad:

27.05.2003 DE 10324098

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

04.12.2013

73 Titular/es:

**GEBRÜDER SCHOELLER
BETEILIGUNGSVERWALTUNGSGESELLSCHAFT
MBH (100.0%)
Zugspitzstrasse 15
82049 Pullach, DE**

72 Inventor/es:

**FREDL, RÜDIGER;
SCHNELL, HANS y
SCHOELLER, MARTIN**

74 Agente/Representante:

MANZANO CANTOS, Gregorio

ES 2 432 538 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

PROCEDIMIENTO PARA EL RECICLAJE DE TEREFTALATO DE POLIETILENO (PET) PARA USO ALIMENTARIO

5

La presente invención se refiere a un procedimiento para el reciclaje de tereftalato de polietileno (PET) según el preámbulo de la reivindicación 1.

10

El tereftalato de polietileno (PET) encuentra cada vez mayor aceptación para el uso en botellas de bebidas, aparatos médicos, como fibras o láminas etc. Debido al uso de PET que ha aumentado fuertemente, también existe una gran necesidad de reciclar los productos de PET, p.ej. las botellas de bebidas de PET al final de su ciclo de vida e instalar así un ciclo de materiales reciclables cerrado para el material de PET.

15

20

El documento WO 01/21372 describe un procedimiento para el reciclaje de material de PET y/o objetos de PET. El procedimiento comprende un tratamiento de dos etapas, es decir, un tratamiento previo y un tratamiento principal. Después de la trituración y el lavado de los productos de PET, éste se introduce en un dispositivo para el tratamiento previo, pudiendo triturarse el material de PET también en este dispositivo. A continuación, se cristaliza el material de PET y se compacta previamente realizándose al mismo tiempo un secado, consiguiéndose la compactación previa mediante sollicitación mecánica o aplicación de energía al material de PET. Después de un tiempo de espera correspondiente, el material de PET se alimenta mediante una cinta transportadora a un dispositivo de tratamiento principal. Durante el tratamiento principal, que se realiza bajo vacío, se sigue secando el material de PET, se cristaliza y se mantiene al alto vacío durante un tiempo de espera correspondiente. Después de la etapa del tratamiento principal se realiza una plastificación del material de PET mediante extrusora. El material de PET se plastifica o funde en la extrusora, pudiendo tener la extrusora también una zona de desgasificación.

30

Por el documento EP 966 344 se conoce un procedimiento para el reciclaje de PET, en el que el material de PET a reciclar, por ejemplo botellas de bebidas usadas, se tritura en primer lugar para obtener llamados copos de PET, se separan de sustancias extrañas metálicas y de otro tipo, como p.ej. tapas de cierre, y se limpia mediante un lavado previo de la suciedad basta. Los copos de PET así obtenidos se alimentan tras otro proceso de lavado a una extrusora especial, es decir, una extrusora de doble husillo o una extrusora similar, estando previstas en la extrusora zonas de desgasificación, que sirven para una eliminación de contaminaciones volátiles. Por ejemplo, se eliminan o reducen los acetaldehídos y oligómeros, que son molestos en el posterior reciclaje o en el procesamiento para obtener nuevos productos de PET. Durante la extrusión, el material se somete habitualmente de forma adicional a otro "stripping" (extracción por arrastre con gas), lo que significa que se introduce mediante toberas un gas inerte, como nitrógeno, con una distribución homogénea, de modo que pueden distribuirse mejor y, por lo tanto, eliminarse mejor las contaminaciones volátiles.

Además de la extrusión y la granulación simultánea o posterior, el material de PET a reciclar se somete a otra etapa del procedimiento, una llamada condensación final de sólidos, en la que el material está expuesto en un secador tambaleante a temperaturas de 220 a 250°C, casi en condiciones de vacío, es decir, en un intervalo de presión de 0,1 a 0,01 mbar. Aquí, las contaminaciones restantes se eliminan casi por completo del material y se aumenta la viscosidad intrínseca.

A pesar de obtenerse resultados satisfactorios con estos procedimientos, sigue existiendo la necesidad de mejorar y optimizar estos procedimientos respecto a la viabilidad económica y los resultados de reciclaje, es decir, la calidad de los productos de reciclaje.

En particular, es necesario garantizar en un procedimiento de reciclaje genérico correspondiente, en el que debe ponerse a disposición un nuevo material de partida para los productos más diversos, una calidad homogénea del material

reciclado. A diferencia de los procedimientos de reciclaje que terminan directamente con la fabricación de un producto determinado, en el reciclaje de PET para obtener un nuevo material de partida, que pueda usarse a su vez para la fabricación de los productos más diversos, es especialmente importante que el granulado o los copos generados por el procedimiento presenten una calidad constante e uniforme.

Por lo tanto, la presente invención tiene el objetivo de mejorar el procedimiento indicado al principio de tal modo que pueda realizarse de forma más económica y eficiente y que el material reciclado presente al mismo tiempo una calidad al menos constante, preferiblemente una calidad más elevada, siendo en particular un material homogéneo.

Este objetivo se consigue mediante un procedimiento con las características de la reivindicación 1. Las reivindicaciones subordinadas se refieren a configuraciones ventajosas.

Según la presente invención, el procedimiento conocido para el reciclaje de PET se mejora en el sentido de que se intercala una etapa de cristalización entre la extrusión/granulación y la condensación final de sólidos y preferiblemente una etapa de secado antes de la extrusión/granulación. Estas dos medidas, que se introducen de forma alternativa o una en combinación con la otra en el procedimiento, consiguen tanto por separado como en combinación entre sí una realización más eficiente y, por lo tanto, más económica del procedimiento y una mayor calidad del producto.

La etapa de secado conduce a un menor contenido de agua o vapor de agua en la extrusora, lo cual hace que la viscosidad del material de PET durante la extrusión no baje tanto o que el material reciclado presente una viscosidad más elevada, lo cual favorece a su vez el procesamiento posterior, por ejemplo para obtener botellas de bebidas. El secado puede realizarse mediante todos los procedimientos adecuados, como por ejemplo mediante un tratamiento con aire caliente del PET, en particular triturado, lavado y separado de sustancias extrañas en un secador de cuba o de canalón en contracorriente, mediante

tratamiento por infrarrojos o microondas o en general mediante la acción de ondas electromagnéticas.

5 Además, la etapa de secado hace que esté garantizada una humedad de entrada constante para las etapas posteriores del procedimiento, de modo que estas etapas posteriores del procedimiento puedan ajustarse u optimizarse para esta humedad de entrada, lo cual conduce por un lado a su vez a una mayor calidad de por sí y asimismo a una calidad homogénea constante del material reciclado.

10

Mediante la etapa de secado, que puede realizarse a temperaturas de secado alrededor de 150°C, la humedad del material de PET se reduce de forma ideal a un valor de aproximadamente un 0,05 % en vol. No obstante, por supuesto también son posibles contenidos de humedad más elevados de hasta el 0,2 %
15 en vol. o un máximo del 0,7 % en vol. No obstante, debería reducirse claramente la humedad de entrada del material reciclado antes de la etapa de secado, que habitualmente puede estar situada entre el 1 y el 1,5 o excepcionalmente puede llegar al 2 % en vol.

20

Además, el contenido reducido de vapor de agua en el proceso de extrusión favorece la desgasificación del acetaldehído, de modo que es posible una descomposición mejorada del acetaldehído.

25

La etapa de secado se realiza preferiblemente en un procedimiento continuo, preferiblemente durante 1 a 6 horas, en particular 3 a 5 horas. De ello resulta una ventaja económica, pudiendo reducirse claramente el tiempo de espera del material durante la condensación final.

30

La etapa de cristalización adicional hace que en el PET extrusionado/granulado aumente la cristalinidad parcial de valores entre el 15 y el 25 % a valores entre el 30 y el 50 %, es decir, que aumenta aprox. un 50 %, lo que hace que el proceso de condensación final de sólidos pueda realizarse mejor, en particular con parámetros constantes y/o con mayor rapidez. En particular, la cristalinidad

parcial del PET hace que en las posteriores etapas de procesamiento, en particular en la condensación final de sólidos, no se produzca una conglutinación del granulado de PET. También puede reducirse de este modo el tiempo necesario para el proceso de la condensación final de sólidos.

5

La etapa de cristalización se realiza preferiblemente en una corriente de aire caliente.

10 En una forma de realización preferible, en la extrusión pueden estar previstas además, toberas pulverizadoras, con las que los copos de PET se solicitan en la entrada de la extrusora, preferiblemente con etilenglicol. Mediante la adición de etilenglicol pueden compensarse las diferencias de viscosidad de los copos ajustándose a un nivel apropiado. Aquí es ventajoso prever en la salida de la extrusora una unidad de medición de la presión diferencial, para poder detectar
15 mediante esta unidad cambios de la viscosidad. De este modo es posible reaccionar a cambios de la viscosidad mediante la adición de etilenglicol en un circuito de regulación. Gracias a esta medida ventajosa se sigue influyendo positivamente en la homogeneidad de la viscosidad del producto final.

20 Antes o durante la extrusión, es decir, por ejemplo en la entrada de la extrusora, pueden estar previstos preferiblemente puntos de adición para aditivos adicionales, como estabilizadores, catalizadores, etc., con los que también puede influirse en la homogeneidad y la calidad del PET, por ejemplo respecto a una viscosidad intrínseca mejorada.

25

Antes o durante la extrusión también pueden añadirse aditivos colorantes, que ajustan el material reciclado en un color determinado. De este modo también puede conseguirse que el material reciclado presente un tono de color homogéneo, lo cual es a su vez importante para el procesamiento posterior.

30

Ha resultado ser especialmente ventajoso ajustar para el material de PET que posteriormente debe procesarse para obtener botellas de bebidas en forma de agua mineral un tono de color gris, puesto que éste, sorprendentemente,

confiere posteriormente junto al agua embotellado un aspecto fresco y claro a la botella reciclada de PET, gracias a la formación del contraste. El material reciclado puede mezclarse preferiblemente al final del proceso de reciclaje con material nuevo de PET, para generar de este modo una mezcla de granulado
5 especialmente homogénea, que ofrezca una calidad de partida constante, también respecto al tono de color, para el proceso de procesamiento posterior.

Para este fin, también es posible añadir PET amorfo antes o durante la etapa de extrusión en el procedimiento, existiendo aquí al mismo tiempo un uso
10 favorable y razonable para el material amorfo.

Además, es ventajoso filtrar la masa fundida durante la extrusión con filtros adecuados para plásticos, como combinaciones de tamices en forma de bujías o de disco. De este modo pueden eliminarse de la masa fundida las partículas
15 de suciedad del entorno y también las que se generan durante la fabricación del poliéster. Las partículas de suciedad correspondientes pueden proceder por ejemplo de los catalizadores usados o de productos de descomposición térmicos.

Como filtros han dado buenos resultados los filtros intercambiables, que garantizan un servicio sin interrupciones. El tamaño de poros de los filtros debería ser inferior a 100 µm.
20

En otra forma de realización ventajosa, el material reciclado se ajusta durante la granulación a un tamaño de grano de 0,8 a 3 mm, siendo preferibles en particular tamaños de grano en el intervalo de 0,8 a 1,5 mm. Gracias a los
25 granos más pequeños del granulado, en las posteriores etapas del procedimiento de la cristalización y de la condensación final resultan tiempos de reacción más cortos, consiguiéndose por lo tanto un aumento de la velocidad de producción o un aumento de la homogeneidad del material de
30 PET reciclado o una combinación de las dos ventajas.

Según un ejemplo de realización preferible, se lavaron previamente botellas de

PET suministradas sueltas o prensadas en forma de pacas, para poder eliminar los restos de bebidas y otras impurezas adheridas del PET. Para ello se usa preferiblemente un agua de lavado mezclada con un poco de sosa cáustica (sosa cáustica al 1-10 %, preferiblemente al 3 %). Esto conduce también a que los adhesivos, que proceden por ejemplo de etiquetas adheridas, puedan eliminarse en gran medida o por completo. También se trituran las botellas de PET obteniéndose llamados copos de PET, realizándose en esta etapa del procedimiento también una separación, por ejemplo de los materiales flotantes de los que se hunden, tapas de cierre de poliolefinas u otras sustancias extrañas, como otros plásticos, piezas de metal y similares. A continuación, el PET, es decir, los copos de PET vuelven a lavarse para que estén limpios. Este lavado fino se realiza con agua, a la que puede añadirse un agente tensioactivo de los humectantes catión o anión activos, así como no iónicos o mezclas de los mismos. El lavado fino puede realizarse también con vapor, debiendo conseguirse que los copos al final del lavado estén neutros (pH 7).

A continuación, se alimentan a un secador por aire caliente (secador de canalón, cuba), en el que se secan a temperaturas entre 120° y 160°C, preferiblemente aprox. a 150°C durante aprox. 3 horas. A continuación, se alimentan a una extrusora de 1 árbol, de 2 árboles o de varios árboles (extrusora anular) con un número de revoluciones del tornillo sin fin de aprox. 350 r.p.m. y un diámetro de aprox. 50 mm, que presenta varias, en particular 3 zonas de desgasificación con puestos de bombas de vacío, extrusionándose el material casi bajo vacío (< 100 mbar) a una temperatura de aprox. 280°C. Después de la extrusión y la granulación del PET, el material se somete a una corriente de aire caliente en el lecho vibrante (cristalizador), manteniéndose el material durante 10 a 20 min., preferiblemente durante 15 min. a temperaturas entre 130°C y 160°C, preferiblemente 140°C en el lecho vibrante, hasta que se ajuste una cristalinidad parcial determinada entre el 30 % y el 50 %, preferiblemente del 40 %, que impide en particular una conglutinación del PET en el procesamiento posterior.

Después de la etapa de cristalización, con el material reciclado se realiza una

condensación final de sólidos, que se realiza en un secador tambaleante a temperaturas de 200 a 250°C y a una presión inferior a 1 mbar durante 4 a 18 horas, realizando el secador tambaleante hasta 2 vueltas por minuto.

- 5 En el material reciclado de PET así obtenido ya sólo pudieron detectarse trazas de contaminación del orden de ppm. Los valores están por debajo de los valores límite para la industria de víveres.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para el reciclaje de tereftalato de polietileno (PET) con las etapas del procedimiento

5

- extrusión y/o granulación sustancialmente bajo vacío (desgasificación) con o sin "stripping" (extracción por arrastre con gas) para la eliminación de contaminaciones volátiles, en particular de acetaldehído y oligómeros;
- realización de una condensación final de sólidos sustancialmente bajo vacío con o sin "stripping" para la eliminación de contaminaciones restantes;

10

caracterizado por

una etapa de cristalización entre la extrusión/granulación y la condensación final de sólidos y preferiblemente una etapa de secado antes de la extrusión/granulación.

15

2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado por que**, para la eliminación de primeras contaminaciones, el PET se lava, lavándose previamente en particular con agua alcalina, en particular con agua que contiene sosa cáustica en el intervalo de concentración entre el 1 y el 10 %, preferiblemente del 3 %, y sometiéndose a una limpieza fina con agua o vapor, preferiblemente mezclados con agentes tensioactivos.

20

3. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, **caracterizado por que**, en particular antes del lavado del PET, el PET se prepara mediante trituración, lavado previo y/o separación, se limpia y/o separa de impurezas gruesas y sustancias extrañas y se obtienen en particular copos de PET.

25

4. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la etapa de secado se realiza mediante aire caliente o tratamiento con ondas electromagnéticas, en particular infrarrojos o microondas.

30

5. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** a temperaturas de 120°C a 160°C, preferiblemente 150°C, la etapa de secado tiene en particular una duración de 1 a 6 horas.
- 5 6. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la etapa de cristalización se realiza hasta que el PET alcance una cristalinidad parcial, que impide en particular una conglutinación durante el procesamiento posterior, alcanzando en particular valores entre el 30 y el 50 %, preferiblemente del 40 % de cristalinidad parcial.
- 10 7. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la etapa de cristalización se realiza a temperaturas de 130°C a 160°C, preferiblemente 140°C, durante 10 a 20 min., preferiblemente durante 15 min.
- 15 8. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la etapa de cristalización se realiza en una corriente de aire caliente, preferiblemente en un canalón vibrante.
- 20 9. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el stripping sólo se realiza con gas inerte.
- 25 10. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el material de PET fundido se filtra, usándose en particular filtros intercambiables y/o combinaciones de tamices en forma de bujías o discos con un tamaño de poros preferiblemente inferior a 100 µm.
- 30 11. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** los copos de PET se pulverizan antes o durante la extrusión con etilenglicol y/o se mezclan con aditivos adicionales, como estabilizadores, catalizadores y similares.
12. Procedimiento según la reivindicación 11, **caracterizado por que** la sollicitación por pulverización de los copos de PET con etilenglicol se realiza

antes o durante la extrusión en función de la viscosidad medida en la salida de la extrusora, estando prevista para la determinación de la viscosidad en particular una unidad de medición de la presión diferencial en la salida de la extrusora.

5

13. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** al material reciclado se añaden antes o durante la extrusión aditivos colorantes, que confieren en particular un color gris al material reciclado.

10

14. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el material reciclado se mezcla antes o durante la etapa de extrusión con material nuevo amorfo de PET.

15

15. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el material reciclado se ajusta durante la etapa de granulación a un tamaño de grano de 0,8 a 3 mm, en particular de 0,8 a 1,5 mm.

20

16. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el material reciclado se mezcla al final del proceso de reciclaje con material nuevo de PET.