(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 621 825**

(51) Int. CI.:

C08J 11/08 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **07.05.2009 PCT/EP2009/055508**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **12.11.2009 WO09135891**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.05.2009 E 09742109 (3)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.03.2017 EP 2276801**

(54) Título: **Proceso para reciclar artículos basados en un polímero reforzado con fibras**

(30) Prioridad:

09.05.2008 EP 08155987

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
05.07.2017

(73) Titular/es:

SERGE FERRARI SAS (100.0%)
Zone Industrielle de la Tour du Pin
38110 Saint Jean de Soudain, FR

(72) Inventor/es:

VAN WEYNBERGH, JACQUES y
NOEL, STEPHANE

(74) Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

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 reciclar artículos basados en un polímero reforzado con fibras

La presente invención se refiere a un proceso para reciclar artículos y en particular reciclar láminas basadas en un polímero reforzado con fibras (con preferencia un polímero de cloruro de vinilo).

Los polímeros de cloruro de vinilo (PVC) se emplean en grandes cantidades para la fabricación de una gran variedad de artículos. Se emplean, por ejemplo, para la fabricación de láminas -por lo general reforzadas con fibras- destinadas a cubrir suelos, para revestir vehículos (camiones), para ocultar edificios en los que se están realizando obras, para la construcción de conjuntos para diversión (ocio) o exposiciones o con fines de aviso. Estas láminas tienen por lo general una superficie grande. Además, en muchos usos, sobre todo en los usos con fines de aviso o en usos que implican conjuntos para diversión o para exposición, que en la época actual están creciendo de forma considerable, su vida útil es corta, normalmente unas pocas semanas o meses. Por estos motivos hay una gran cantidad de láminas de este tipo que cada año se desechan como basura. Por lo tanto, el proceso para reciclarlos constituye un problema importante desde los puntos de vista ecológico y económico.

La misma situación se observa en lo tocante a otros artículos basados en uno o más polímeros rígidos o flexibles (con preferencia el PVC), por ejemplo en lo que respecta a cintas transportadoras, tejidos recubiertos y otros elementos para la tapicería interior de vehículos, tuberías y mangueras, marcos de ventanas o cables eléctricos aislados con polímeros.

Por molienda de estos artículos se obtiene normalmente una mezcla de partículas finas de composición heterogénea, que es difícil de purificar y reutilizar. Además, en el caso de los artículos reforzados con fibras (por ejemplo, artículos de poliéster o de poliamida (nylon) reforzados con fibras), las fibras forman a menudo una especie de guata, que complica mucho la reutilización de las partículas molidas.

Ya se han propuesto varios procesos consistentes en disolver con disolventes orgánicos; sin embargo, estos procesos conllevan a menudo problemas de seguridad y de contaminación.

Las patentes EP 945481, EP 1232204 y EP 1268628 de SOLVAY se centran en buscar una solución a este problema proponiendo un proceso de reciclado que es simple, económico y fiable, que no produce más contaminación y que permite recuperar los plásticos con una gran pureza y una morfología ventajosa, evitando en gran medida que se extraigan los aditivos que contienen. Este proceso consiste en la disolución del polímero en un disolvente adecuado, capaz de disolverlo y susceptible de formar un azeótropo con el agua y en su precipitación por inyección de vapor en la solución resultante, lo cual conduce además al arrastre del azeótropo de agua y disolvente y, de este modo, lo que queda es una mezcla formada esencialmente por agua y las partículas sólidas del polímero, que se recuperan, mientras que los vapores resultantes del arrastre con vapor se condensan y se decantan, de modo que se recuperan las dos cosas: una fase disolvente para la disolución posterior y una fase acuosa para la precipitación posterior.

En estas patentes se especifica que si el artículo está reforzado con fibras, dichas fibras pueden recuperarse también y con el fin de aumentar su pureza, pueden someterse a un paso posterior de centrifugado y/o lavado, empleando por ejemplo el mismo disolvente, con el fin de eliminar cualquier traza residual de polímero. Según las enseñanzas de estas patentes, el disolvente que podría emplearse para el lavado puede mezclarse con ventaja con disolvente fresco empleado para el paso de la disolución; el hecho de que contenga trazas de polímero disuelto no disminuye en modo alguno la eficacia de la operación de la disolución. Las fibras pueden reutilizarse directamente para la fabricación de artículos de plástico reforzados.

En la patente JP 20008-0621486 se describe en sus ejemplos un tratamiento de lavado según el cual las fibras recuperadas se lavan en primer lugar mediante un “lavado de filtración” (es decir, se recuperan las fibras de la solución del polímero sobre un filtro, a través del cual pasa el disolvente, eventualmente varias veces) y después o bien (1) se secan simplemente con aire caliente o bien (2) en primer lugar se dispersan de nuevo en un disolvente para formar una suspensión, en la que se inyecta vapor para eliminar el disolvente, después de lo cual se recuperan las fibras por filtración y se secan con aire caliente. Sin embargo, dicho proceso tiene el inconveniente de que el contenido residual de disolvente en las fibras es demasiado elevado (alternativa (1)) o dicho proceso resulta económicamente inviable (poco atractivo) porque hay una cantidad muy gran de disolvente que tiene que evaporarse (alternativa (2)) o porque hay que emplear aire caliente (alternativas (1) y (2)). Además, en las dos alternativas, el polímero de cloruro de vinilo residual se elimina por enjuague con un disolvente a través de las fibras retenidas sobre el filtro, lo cual no es muy eficiente.

La presente invención pretende resolver estos problemas proporcionando un proceso para reciclar un artículo de polímero reforzado con fibras, según el cual:

- se disuelve dicho artículo, eventualmente cortado en fragmentos, en un disolvente capaz de disolver el polímero pero no las fibras y susceptible de formar un azeótropo con el agua, formando una solución;
- se recuperan las fibras de dicha solución;
- se lavan dichas fibras con un disolvente poniéndolas en forma de dispersión en dicho disolvente y agitando la suspensión y/o obligando al disolvente a circular a través de ella;
- se recuperan las fibras lavadas de dicha suspensión; y
- se someten dichas fibras recuperadas a un arrastre con vapor con el fin de eliminar la práctica totalidad del disolvente.

Las artículos reforzados con fibras en cuestión pueden ser de cualquier tipo de polímero, aunque están formados con preferencia por uno o más polímeros (PVC) de cloruro de vinilo (VC) reforzados con fibras. El polímero de VC (PVC) indica cualquier homopolímero o copolímero que contenga por lo menos un 50 % en peso de VC. Se emplean en general los homopolímeros de cloruro de vinilo. Además de uno o más polímeros y de las fibras, los artículos pueden contener también uno o más de los aditivos habituales, como son, por ejemplo, los plastificantes, estabilizantes, antioxidantes, ignifugantes, pigmentos, cargas de relleno, etc.

Los artículos pueden adoptar cualquier forma, por ejemplo la forma de tubos o mangueras flexibles o la forma de tuberías rígidas, contenedores (recipientes), láminas para recubrir suelos (baldosas de pavimento, por ejemplo), lonas (telas asfálticas), marcos de ventana, vainas aislantes de cables eléctricos, papeles pintados, etc. Pueden fabricarse por cualquiera de las técnicas ya conocidas: extrusión, recubrimiento, moldeo de inyección, etc.

El término “lámina” debería entenderse en el significado de cualquier artículo delgado, flexible o rígido, de una sola capa o de varias capas, que puede estar reforzado o no con fibras de refuerzo que están totalmente envueltas por la masa del plástico. Estas láminas pueden tener cualquier grosor, aunque en general su grosor es inferior a 10 mm; su grosor se sitúa normalmente entre 0,1 y 5 mm. El proceso es especialmente ventajoso para reciclar baldosas de pavimento o lonas (telas asfálticas), es decir, láminas reforzadas con fibras destinadas en especial al revestir suelos, a revestir vehículos, a ocultar edificios en los que se están realizando obras, a la construcción de conjuntos para diversión o para exposiciones o a fines de aviso. Las láminas pueden fabricarse por cualquier técnica, por ejemplo por calandrado o por recubrimiento; las láminas reforzadas se fabrican a menudo por recubrimiento de una retícula de fibras con un plastisol y después calentado dicho recubrimiento.

Las fibras de refuerzo pueden ser de cualquier tipo, natural o sintético; pueden emplearse fibras de vidrio, fibras de celulosa o fibras de plástico. Estas fibras son a menudo fibras de plástico, en especial fibras de poliéster (por ejemplo poli(tereftalato de etileno) (PET)) o fibras de poliamida (nylon). El diámetro de las fibras se sitúa normalmente entre 10 y 100 µm. A menudo son fibras largas, su longitud puede alcanzar varios metros. Sin embargo, pueden ser también fibras cortas, cuya longitud se sitúa entre unos pocos milímetros y unos pocos centímetros, formando normalmente una tela de tejido, una tela no tejida o un fieltro. A título ilustrativo, las fibras pueden constituir del 1 al 5 % en peso de la lámina reforzada, por lo general entre el 10 y el 40 %.

El proceso de la presente invención permite reciclar artículos de polímero reforzado con fibras y este proceso puede emplearse también para reciclar materiales compuestos de polímero (con preferencia el PVC) y metal que contienen con preferencia del 5 al 99 % en peso de metal. Cualquier metal puede formar parte de dichos materiales compuestos. En los materiales compuestos estarán presentes con preferencia metales del tipo cobre, aluminio, aleaciones de hierro y aceros. Los materiales compuestos pueden adoptar cualquier forma, por ejemplo la forma de plancha, de cable, de varillas o de hilos. Pueden fabricarse por cualquier técnica conocida. Todas las características y preferencias descritas con detalle a continuación para el proceso de la invención se aplican al proceso de reciclado de tales materiales compuestos, excepto que tal preferencia se concede en especial al uso de un tambor giratorio.

El primer paso del proceso de la invención consista, si fuera necesario, en cortar los artículos para reducirlos a fragmentos que sean fáciles de manejar. Es obvio que, si el artículo ya está en forma de fragmentos de dimensiones adecuadas, el paso del corte será superfluo.

Los fragmentos de los artículos así obtenidos se someten a continuación a la acción de un disolvente que tenga varias características específicas. Esta operación puede llevarse a cabo en cualquier aparato idóneo, en especial en uno que tenga en cuenta la seguridad y las exigencias medioambientales, por ejemplo en un reactor cerrado que posea una resistencia química suficiente. El aparato será con preferencia un reactor cilíndrico cerrado, que pueda colocarse en posición horizontal o vertical. Entre los aparatos que pueden emplearse cabe mencionar el filtro - reactor de disolución que es un reactor cilíndrico cerrado montado en posición vertical, que lleva incorporado un tamiz en la placa de filtración del fondo, el tambor giratorio que es un reactor cilíndrico cerrado que trabaja en posición horizontal y contiene una cesta cilíndrica perforada y otros reactores cilíndricos cerrados dispuestos en posición vertical que contienen una cesta perforada cilíndrica.

Con preferencia la mezcla reaccionante se agita (tal es el caso en especial en el filtro - reactor de disolución, que está equipado con preferencia con un impulsor de bombeo axial), se pone en rotación solamente en una dirección o como alternativa en ambas direcciones (tal es el caso en especial en el tambor giratorio que contiene una cesta cilíndrica perforada, la rotación del mismo viene forzada por un motor) y/o se emplea una bomba para poner el disolvente en circulación dentro del aparato (tal es el caso en especial en los demás reactores cilíndricos cerrados montados en posición vertical que contienen una cesta cilíndrica perforada).

El disolvente empleado es una sustancia -o una mezcla de sustancias- capaz de disolver el polímero, con preferencia el polímero de cloruro de vinilo, que está contenido en el artículo a tratar. Sin embargo, el disolvente no deberá disolver las fibras de refuerzo. Es necesario además, en el contexto del proceso de esta invención, que el disolvente empleado sea con ventaja por lo menos parcialmente miscible en agua y pueda formar un azeótropo con el agua.

En especial, si el polímero es el PVC, el disolvente se elegirá con ventaja entre la metiletilcetona (MEK), la metilisobutilcetona (MIBK), la N-metilpirrolidona (NMP) y el tetrahidrofurano (THF). Si el polímero es en especial el PVC, entonces se prefiere el uso de la MEK (con preferencia no solo para disolver el artículo sino también para lavar las fibras) que con el agua forma un azeótropo que contiene (a presión atmosférica) un 11 % de agua y un 89 % de MEK (en peso). Este disolvente no disuelve el vidrio, ni las fibras de poliéster o de poliamida (nylon) y da unos resultados muy buenos.

De hecho, en el contexto de un proceso industrial, que puede ser un proceso por partidas que funcione en bucle o bien un proceso continuo en el que se reciclan los reactivos (agua y disolvente) y se emplean aditivos (como un agente de separación de fases (PSA) y un alcohol que se han descrito en la solicitud de patente FR 2921372 a nombre de SOLVAY), por lo general el disolvente no es puro y puede llevar pequeños porcentajes (en peso) de estos aditivos (por ejemplo hasta un 10 %, incluso un 31 %). Por lo tanto, el término “disolvente” deberá entenderse en el sentido de sustancias individuales y también de mezclas de sustancias.

Los ejemplos de PSA son los hidrocarburos alifáticos que tienen de 5 a 7 átomos de carbono. En particular cuando se emplea la MEK como disolvente, se han obtenido resultados excelentes eligiendo el n-hexano o el isohexano (2-metilpentano) como agente de separación de fases. Los ejemplos de alcoholes son los alcoholes alifáticos lineales, además del metanol. En particular, son especialmente indicados los alcoholes alifáticos lineales C2-C6 y son muy especialmente apropiados los alcoholes alifáticos lineales C3-C5. Por lo tanto son muy adecuados el isopropanol y el alcohol tert-butílico (2-metil-2-propanol). El disolvente puede contener además una cierta cantidad de agua.

Cuando el polímero es el PVC se han obtenido buenos resultados cuando el disolvente empleado no solo para disolver el artículo sino también para lavar las fibras contiene entre el 2 % y el 8 % en peso de un alcohol (con preferencia el isopropanol), entre el 13 % y el 17 % de un PSA (con preferencia el isohexano) y entre el 4 % y el 6 % de agua, el resto (a saber entre el 69 % y el 81 % en peso) está formado por la MEK.

La operación de disolución se lleva a cabo a cualquier temperatura, pero el disolvente, obviamente, tendrá que ser con ventaja líquido a dicha temperatura. Es preferible trabajar con una presión autogenerada y a una temperatura situada con ventaja entre 20 y 120ºC, con preferencia entre 50 y 100ºC.

La operación de disolución puede llevarse a cabo a cualquier presión. Sin embargo es preferible realizar dicha operación a una presión comprendida entre 2 y 10 barg (presión relativa, es decir, la presión manométrica medida en el manómetro de presión), comprendida con preferencia entre 2 y 4 bares.

El tiempo en el que se efectúa la operación de disolución se situará con ventaja por lo menos en 5 min, con preferencia por lo menos en 10 minutos. Este período de tiempo será con ventaja inferior a 120 min, con preferencia inferior a 40 minutos.

Según una forma preferida de ejecución de la presente invención, antes de disolverse, los (fragmentos del) artículo se colocan directamente en el filtro - reactor de disolución encima del tamiz incorporado como placa de fondo para la filtración o bien en la cesta cilíndrica perforada contenida en el tambor giratorio o en los demás reactores cilíndricos cerrados. Los orificios del tamiz o de la cesta cilíndrica perforada se eligen con preferencia de un tamaño tal que retengan la mayor cantidad de las fibras dentro del recipiente y permitan todavía la circulación del disolvente, con lo cual podrá tener lugar una disolución eficiente.

Después de la introducción de los (fragmentos del) artículo en el aparato se efectúa con preferencia la eliminación del oxígeno y su sustitución por un gas inerte, por ejemplo nitrógeno, por razones de seguridad.

Después del paso de la disolución se dispondrá con ventaja de una solución que contiene por un lado una fase líquida formada por el disolvente, en el que se ha disuelto el polímero, y por otro lado todos los componentes no disueltos, que incluyen a las fibras de refuerzo. Según la invención, estos se recuperan de dicha solución por

separación de la fase líquida, con preferencia por filtración, con mayor preferencia a través del tamiz del filtro - reactor de disolución, cuyos orificios tienen dimensiones del orden de 0,1 a 10 mm, o a través de la cesta cilíndrica perforada del tambor giratorio o de los demás reactores cilíndricos cerrados, cuyos orificios tienen dimensiones del orden de 0,1 a 10 cm.

En una primera forma preferida de ejecución de la presente invención, la disolución se lleva a cabo en un filtro - reactor de disolución, en el que hay un tamiz que se incorpora el reactor de disolución en forma de placa de filtración de fondo, de modo que, al terminar el paso de la disolución, la solución de polímero se descarga a través de dicha placa para tratarse por separado, mientras que las fibras y todos los materiales eventualmente insolubles restantes permanecen dentro del reactor de disolución para recibir un tratamiento ulterior tal como se reivindica aquí, es decir, para someterlos en primer lugar a un lavado, recuperándolos de nuevo en forma sustancialmente seca y después sometiéndolos a un arrastre con vapor. Por lo tanto, en esta forma de ejecución, el reactor de disolución se llama filtro y reactor de disolución porque dentro de él se realizan todos los pasos de la disolución, la separación, el lavado y el arrastre con vapor.

En una segunda forma preferida de ejecución de la presente invención, la disolución tiene lugar en un tambor giratorio que contiene una cesta cilíndrica perforada, de modo que al terminar el paso de la disolución, la solución del polímero se descarga a través de dicha cesta perforada para tratarse por separado, mientras que las fibras y todos los demás materiales eventualmente insolubles permanecen dentro de la cesta para someterse a un tratamiento posterior dentro de dicha cesta y tambor, tal como se reivindica aquí, es decir, para someterlos en primer lugar a un lavado, recuperándolos de nuevo en forma sustancialmente seca y después sometiéndolos a un arrastre con vapor. Por lo tanto, en esta forma de ejecución, dentro de la cesta y el tambor se realizan todos los pasos de la disolución, la separación, el lavado y el arrastre con vapor.

Si el paso de arrastre con vapor se realiza en las fibras tal como se hallan después de su separación de la solución del polímero, el contenido residual de polímero (con preferencia PVC) sobre las fibras será tal que dichas fibras todavía se peguen entre sí. Por lo tanto el contenido residual de polímero tiene que ser muy bajo y/o dicho polímero tiene que precipitarse sobre las fibras antes de someterlas al arrastre con vapor.

Por lo tanto, según la invención, las fibras se lavan con disolvente poniéndolas en forma de suspensión en dicho disolvente (con preferencia caliente, con mayor preferencia el mismo que se emplea para la disolución del artículo), con ventaja por lo menos una vez, antes de someterlas al arrastre con vapor. Con preferencia, las fibras se lavan por lo menos dos veces e incluso con mayor preferencia por lo menos 3 veces antes de someterlas al arrastre con vapor. El disolvente resultante de cada paso de lavado se almacena con preferencia en un tanque regulador de modo que pueda reutilizarse en la partida siguiente, por ejemplo para el lavado y/o para la disolución. Durante el lavado, la suspensión se agita con preferencia y/o se hace circular el disolvente a través de ella.

Como alternativa o de modo adicional, después del lavado (eventualmente varias veces) con el disolvente, las fibras pueden lavarse con agua (con preferencia caliente) introduciéndolas en forma de suspensión en el agua, antes del arrastre con vapor (de modo que el polímero precipite sobre las fibras). Durante el lavado, la suspensión se agita con preferencia y/o se hace circular agua a través de ella.

La recuperación de las fibras después del o de cada paso de lavado tiene lugar con preferencia igual que después de la disolución, es decir, las fibras quedan retenidas en la placa de filtración del fondo del filtro - reactor de disolución o dentro de la cesta cilíndrica perforada del tambor giratorio y el paso del arrastre con vapor se lleva a cabo mientras las fibras están todavía retenidas sobre o en estos elementos, inyectando vapor en ellos. En el caso particular del filtro - reactor de disolución se puede introducir el vapor por el fondo o por la cabeza, con preferencia por la cabeza. En el caso particular del tambor giratorio, el punto de introducción del vapor no es crítico. El disolvente evaporado se envía al sector de condensación y se recupera.

Después del arrastre, las fibras se colocan con ventaja en suspensión con agitación por adición de agua fría y se descargan del filtro - reactor de disolución a la atmósfera circunvalando (evitando) la placa de filtración de fondo o bien el tambor se abre con ventaja y entonces se extrae la cesa del tambor con un dispositivo mecánico y se abre, de modo que las fibras retenidas en ella puedan descargarse a la atmósfera.

Por otro lado, la solución de polímero se envía con ventaja al precipitador. En este reactor, el disolvente se evapora con ventaja con vacío y agitación por inyección directa de vapor. En un momento determinado, la fase orgánica deja de ser un disolvente para el polímero, de modo que dicho polímero precipitará con ventaja en partículas pequeñas junto con las cargas de relleno y el plastificante. El tamaño de partícula y la densidad aparente de las partículas de polímero se controlan con ventaja por inyección de agua y agente tensioactivo durante este proceso. La fase orgánica se reemplaza con ventaja por la fase acuosa y al final de este proceso se obtiene una suspensión sin disolvente de las partículas de polímero recicladas en agua. Esta suspensión se descarga con ventaja a un tanque de suspensión y se centrifuga en continuo. El agua se envía con ventaja al tratamiento de aguas residuales y el polímero reciclado se seca con ventaja en un lecho fluidizado, se tamiza y se envasa en big-bags.

El disolvente evaporado se envía con ventaja al sector de condensación, se decanta de la fase acuosa y se almacena, listo para el uso. El gas no condensado, que contiene nitrógeno y disolvente, se quema con ventaja.

La invención se describe a continuación con mayor detalle en base a un modo óptimo de llevar a la práctica la primera forma de ejecución preferida de la presente invención y que se refiere al tratamiento de lonas (telas asfálticas) fabricadas con PVC plastificado que contiene entre otros DOP (ftalato de dioctilo) como plastificante, poliéster así como $CaCO_3$ como carga de relleno inerte.

En primer lugar se cortan las lonas en fragmentos, cuyas dimensiones máximas se situará entre 10 y 15 cm y después se introducirán en el filtro - reactor de disolución cilíndrico, colocado en posición vertical, equipado con un impulsor axial de bombeo y con un tamiz incorporado a la placa de filtración de fondo. Se cierra este filtro - reactor de disolución, se elimina el oxígeno y se reemplaza por nitrógeno. Este paso es necesario por razones de seguridad, porque el vapor de disolvente mezclado con oxígeno es explosivo.

Se introduce el disolvente caliente (procedente del tanque regulador que contiene el disolvente del primer lavado de la última partida) en el filtro - reactor de disolución. La disolución tiene lugar normalmente a 95ºC, 3 barg, con agitación y dura 10 minutos.

El disolvente contiene normalmente un 75 % de MEK, un 15 % de isohexano, un 5 % de agua y un 5 % de isopropanol.

Este disolvente disolverá de modo selectivo la resina de PVC y el plastificante. Las cargas de relleno ($CaCO_3$) no se disuelven, sino que quedan en suspensión en la solución. Las fibras de poliéster y de poliamida (nylon) no se disuelven.

Una vez disuelto el PVC por completo se descarga la solución del filtro - reactor de disolución a un precipitador a través de la placa de filtración de fondo. Esta placa de filtración está perforada y sus orificios son lo suficientemente pequeños para retener las fibras y son suficientemente grandes para evitar el taponamiento y para lograr una velocidad filtración elevada.

Una vez finalizada la filtración, las fibras están todavía húmedas y contienen una cierta cantidad de la solución de la resina de PVC.

En función de la concentración máxima permitida de resina de PVC en las fibras, pueden necesitarse algunos pasos de lavado. Este o estos pasos de lavado se llevan a cabo poniendo las fibras en suspensión en el filtro - reactor de disolución con disolvente caliente. El disolvente caliente procede del o de los tanques reguladores que contienen el disolvente de lavado de las partidas previas. Por lo general, se necesitan por lo menos tres pasos de lavado para que el contenido de PVC en las fibras sea lo suficientemente bajo para minimizar el riesgo de pegado de las fibras durante el paso del arrastre con vapor. Con preferencia, solamente el último paso de lavado se lleva a cabo con disolvente caliente limpio. El disolvente de lavado de cada paso se almacena en un tanque regulador separado y se emplea para la partida siguiente.

Las fibras lavadas están húmedas y todavía contienen disolvente. Este disolvente tiene que eliminarse con el fin de descargar las fibras con seguridad a la atmósfera. La eliminación del disolvente se efectúa en el filtro - reactor de disolución inyectando vapor en el mismo a través de la parte superior de dicho reactor de disolución. Se envía el disolvente evaporado a un sector de condensación y se recupera. Después del arrastre con vapor se colocan las fibras en suspensión por agitación y con adición de agua fría y se descargan del filtro - reactor de disolución a la atmósfera cerca de la planta de tratamiento de las fibras.

El filtro - reactor de disolución queda disponible para la partida siguiente.

Por otro lado, la solución de PVC se envía al precipitador. En este reactor se evapora el disolvente con vacío y agitación por inyección directa de vapor. En un momento determinado, la fase orgánica deja de tener disolvente para el PVC, de modo que este PVC precipitará en forma de partículas pequeñas junto con las cargas de relleno y el plastificante. El tamaño de partícula y la densidad aparente de las partículas de PVC se controlan por inyección de agua y agente tensioactivo durante este proceso. La fase orgánica se reemplaza por la fase acuosa y al final de este proceso se obtiene una suspensión sin disolvente de las partículas de PVC recicladas en agua. Esta suspensión se descarga con ventaja a un tanque de suspensión y se centrifuga en continuo. El agua se envía con ventaja al tratamiento de aguas residuales y el PVC reciclado se seca con ventaja en un lecho fluidizado, se tamiza y se envasa en big-bags.

El disolvente evaporado se envía al sector de condensación, se decanta de la fase acuosa y se almacena, listo para el uso. El gas no condensado, que contiene nitrógeno y disolvente, se quema.

La invención se describe a continuación con mayor detalle en base a un modo óptimo de llevar a la práctica la segunda forma de ejecución preferida de la presente invención y que se refiere al tratamiento de baldosas de pavimento fabricadas con PVC plastificado que contiene entre otros DOP (ftalato de dioctilo) como plastificante, fibras de poliéster y/o de poliamida (nylon), así como $CaCO_3$ como carga de relleno inerte.

Se cortan previamente estas baldosas cuyas dimensiones son las de un cuadrado de 50 x 50 cm, se introducen en una cesta cilíndrica perforada, que se inserta con un dispositivo mecánico en un tambor, cuya rotación puede forzarse con un motor. Se cierra este tambor, se elimina el oxígeno y se reemplaza por nitrógeno. Este paso es necesario por razones de seguridad, porque el vapor de disolvente mezclado con oxígeno es explosivo.

Se introduce el disolvente caliente (procedente del tanque regulador que contiene el disolvente del primer lavado de la última partida) en el tambor. La disolución tiene lugar normalmente a 95ºC, 3 barg, con rotación del tambor y de la cesta y dura 10 minutos.

El disolvente contiene normalmente un 75 % de MEK, un 15 % de isohexano, un 5 % de agua y un 5 % de isopropanol.

Este disolvente disolverá de modo selectivo la resina de PVC y el plastificante. Las cargas de relleno ($CaCO_3$) no se disuelven, sino que quedan en suspensión en la solución. Las fibras de poliéster y de poliamida (nylon) no se disuelven.

Una vez disuelto el PVC por completo se descarga la solución del tambor a un precipitador a través de la cesta cilíndrica perforada. Esta cesta está perforada y sus orificios son lo suficientemente pequeños para retener las fibras y son suficientemente grandes para evitar el taponamiento y para lograr una velocidad filtración elevada.

Una vez finalizada la filtración, las fibras están todavía húmedas y contienen una cierta cantidad de la solución de la resina de PVC.

En función de la concentración máxima permitida de resina de PVC en las fibras, pueden necesitarse algunos pasos de lavado. Este o estos pasos de lavado se llevan a cabo poniendo las fibras en suspensión en el tambor con disolvente caliente. El disolvente caliente procede del o de los tanques reguladores que contienen el disolvente de lavado de las partidas previas. Por lo general, se necesitan por lo menos tres pasos de lavado para que el contenido de PVC en las fibras sea lo suficientemente bajo para minimizar el riesgo de pegado de las fibras durante el paso del arrastre con vapor. Con preferencia, solamente el último paso de lavado se lleva a cabo con disolvente caliente limpio. El disolvente de lavado de cada paso se almacena en un tanque regulador separado y se emplea para la partida siguiente.

Las fibras lavadas están húmedas y todavía contienen disolvente. Este disolvente tiene que eliminarse con el fin de descargar las fibras con seguridad a la atmósfera. La eliminación del disolvente se efectúa en el tambor inyectando vapor en el mismo. Se envía el disolvente evaporado a un sector de condensación y se recupera. Después del arrastre con vapor se colocan las fibras en suspensión por agitación y con adición de agua fría y se descargan del tambor a la atmósfera cerca de la planta de tratamiento de las fibras. El tambor queda disponible para la partida siguiente (en este momento deberá haberse preparado otra cesta llena de baldosas de pavimento).

Por otro lado, la solución de PVC se envía al precipitador. En este reactor se evapora el disolvente con vacío y agitación por inyección directa de vapor. En un momento determinado, la fase orgánica deja de tener disolvente para el PVC, de modo que este PVC precipitará en forma de partículas pequeñas junto con las cargas de relleno y el plastificante. El tamaño de partícula y la densidad aparente de las partículas de PVC se controlan por inyección de agua y agente tensioactivo durante este proceso. La fase orgánica se reemplaza por la fase acuosa y al final de este proceso se obtiene una suspensión sin disolvente de las partículas de PVC recicladas en agua. Esta suspensión se descarga con ventaja a un tanque de suspensión y se centrifuga en continuo. El agua se envía con ventaja al tratamiento de aguas residuales y el PVC reciclado se seca con ventaja en un lecho fluidizado, se tamiza y se envasa en big-bags.

El disolvente evaporado se envía al sector de condensación, se decanta de la fase acuosa y se almacena, listo para el uso. El gas no condensado, que contiene nitrógeno y disolvente, se quema.

REIVINDICACIONES

1. Proceso para reciclar un artículo de polímero reforzado con fibras, según este proceso:

- se disuelve dicho artículo, eventualmente cortado en fragmentos, en un disolvente capaz de disolver el polímero pero no las fibras y susceptible de formar un azeótropo con el agua, formando una solución;
- se recuperan las fibras de dicha solución;
- se lavan dichas fibras con un disolvente poniéndolas en forma de dispersión en dicho disolvente y agitando la suspensión y/o obligando al disolvente a circular a través de ella;
- se recuperan las fibras lavadas de dicha suspensión; y
- se someten dichas fibras recuperadas a un arrastre con vapor con el fin de eliminar la práctica totalidad del disolvente.

2. Proceso según la reivindicación 1, en el que el disolvente empleado para disolver el artículo y para lavar las fibras es el mismo.

3. Proceso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 ó 2, en el que el polímero es un polímero de cloruro de vinilo y el disolvente se emplea no solo para disolver el artículo sino también para lavar las fibras y contiene entre el 2 % y el 8 % en peso de alcohol, entre el 13 % y el 17 % de un agente de separación de fases y entre el 4 % y el 6 % de agua, el resto (a saber, entre el 69 % y el 81 % en peso) está formado por la metiletilcetona.

4. Proceso según una cualquiera de las reivindicaciones de 1 a 3, en el que la disolución se lleva a cabo en un filtro - reactor de disolución, en el que un tamiz se ha incorporado al reactor de disolución como placa de filtración de fondo, de modo que, al terminar el paso de la disolución, la solución de polímero se descarga a través de dicha placa para tratarse por separado mientras que las fibras y todos los demás materiales eventualmente insolubles permanecen en el interior del reactor de disolución para someterse a un tratamiento ulterior.

5. Proceso según una cualquiera de las reivindicaciones de 1 a 3, en el que la disolución tiene lugar en un tambor giratorio que contiene una cesta cilíndrica perforada, de tal manera que al final del paso de la disolución, la solución de polímero se descarga a través de dicha cesta perforada para tratarse por separado, mientras que las fibras y todos los demás materiales eventualmente insolubles permanecen dentro de la cesta para someterse a un tratamiento ulterior dentro de dicha ceta y tambor.

6. Proceso según una cualquiera de las reivindicaciones de 1 a 5, en el que se lavan las fibras por lo menos una vez antes de someterlas al arrastre con vapor.

7. Proceso según una cualquiera de las reivindicaciones de 1 a 6, en el que se lavan las fibras por lo menos dos veces antes de someterlas al arrastre con vapor.

8. Proceso según una cualquiera de las reivindicaciones 6 ó 7, en el que el disolvente resultante de cada paso de lavado se almacena en un tanque regulador y se reutiliza en la partida siguiente, por ejemplo para el lavado y/o la disolución.

9. Proceso según una cualquiera de las reivindicaciones de 1 a 8, en el que después de haber lavado con disolvente y antes de someterlas al arrastre con vapor, las fibras se lavan con agua con el fin de precipitar el polímero sobre dichas fibras.

10. Proceso según una cualquiera de las reivindicaciones de 4 a 9, en el que después del paso de lavado, las fibras quedan retenidas en la placa de filtración de fondo del filtro - reactor de disolución o dentro de la cesta cilíndrica perforada del tambor giratorio y el paso de arrastre con vapor se lleva a cabo mientras las fibras están todavía retenidas sobre/en estos elementos, inyectando vapor en ellos.