

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 755 114**

51 Int. Cl.:

C08J 11/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **08.11.2013 PCT/EP2013/073430**

87 Fecha y número de publicación internacional: **15.05.2014 WO14072483**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.11.2013 E 13802258 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.08.2019 EP 2917273**

54 Título: **Procedimiento y dispositivo para el tratamiento de polímeros**

30 Prioridad:

09.11.2012 DE 102012220498

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

21.04.2020

73 Titular/es:

**AQUAFIL ENGINEERING GMBH (100.0%)
Düsterhauptstrasse 13
13469 Berlin, DE**

72 Inventor/es:

**KARASIAK, WOLF y
KARASIAK, DIRK**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 755 114 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 y dispositivo para el tratamiento de polímeros

- 5 La presente invención se refiere a un procedimiento continuo para la despolimerización de una mezcla polimérica no homogénea de acuerdo con la reivindicación 11 y a un dispositivo para llevar a cabo un procedimiento de este tipo de acuerdo con la reivindicación 11.

Descripción

10 Los desechos poliméricos, que se producen durante el proceso de producción de hilos, fibras, películas, botellas, etc. o durante la producción de polímeros en sí, han sido procesados en la industria desde hace mucho tiempo. En este sentido, sin embargo, se presta atención a que los desechos se mantengan lo más puros posible y no se contaminen. Sin embargo, la proporción de estos desechos limpios en el producto total de desechos es relativamente baja.

15 El mayor porcentaje son los denominados desechos postconsumo, es decir, los desechos que se producen después del uso por el consumidor, pueden estar muy sucios y hasta el momento se depositan en grandes cantidades en basureros o en vertederos. Mediante este modo de proceder no se usan grandes cantidades de materias primas y recursos.

20 En los procedimientos conocidos hasta el momento para el procesamiento de desechos poliméricos tiene lugar, por ejemplo, la recuperación de poliésteres, producidos a partir de un ácido dicarboxílico y un diol, mediante procedimientos discontinuos o semicontinuos. Para ello tienen que retirarse sustancias extrañas tales como otros polímeros, papel, adhesivos, suciedad, etc. de la sustancia de desecho.

25 La retirada de colorantes de los desechos poliméricos no tiene lugar en absoluto hasta el momento o solo de manera extremadamente limitada. Por este motivo, los desechos se clasifican previamente y los desechos coloreados se envían para un uso separado o se vuelven a colocar en los desechos.

30 Otra parte de los desechos postconsumo no coloreados se libera de sustancias extrañas en instalaciones de lavado y en instalaciones generalmente mecánicas, por ejemplo, extrusoras, se envían a un nuevo uso, generalmente con uso reciclado.

35 En el caso de desechos de poliamida (Nylon 6), las moléculas se dividen en un proceso discontinuo a alta presión y con el uso de vapor sobrecalentado y ácido. A continuación se somete la caprolactama contaminada obtenida a una purificación costosa, hasta que pueda emplearse de nuevo para la producción de poliamida.

40 Debido a los procedimientos de reciclaje discontinuos o semicontinuos, sus rendimientos son limitados y para su uso con grandes cantidades de desechos, que se producen, por ejemplo, en el ámbito de botellas de poliéster, no rentable.

45 En el caso de residuos de poliéster, el polímero de desecho se degrada o despolimeriza normalmente en procedimientos discontinuos, por ejemplo, para dar el monómero tereftalato de bis(hidroxietilo) (BHET) y otros monómeros y oligómeros. Una desventaja en los procedimientos discontinuos usados hasta el momento es el tiempo de residencia relativamente largo de la solución monomérica en las condiciones de lote, lo que conduce a una decoloración no deseada de la solución monomérica y al aumento del contenido de DEG (dietilenglicol). El largo tiempo de residencia en un reactor discontinuo se debe principalmente al diferente grosor y/o tamaño del polímero; cuanto más grandes son las partículas de polímero, más tiempo de disolución o despolimerización es necesario. A la inversa, esto significa que los monómeros ya presentes en un reactor discontinuo están expuestos a las altas temperaturas de despolimerización, y, a este respecto, se produce la formación de productos secundarios no deseados, por ejemplo, decoloraciones y DEG, que tienen que eliminarse de manera costosa o no son deseables. Esto está relacionado con costes elevados.

55 Además, el reciclaje previo discontinuo o semicontinuo hasta el momento conduce a fuertes fluctuaciones de calidad y requiere grandes capacidades de almacenamiento para las sustancias recuperadas. Por lo tanto, en este campo también hay invenciones para purificar el monómero producido (documento EP1510514). En principio, se introdujeron sin embargo límites porcentuales para el uso del oligómero/monómero reciclado del 30 % al 50 %, para evitar fluctuaciones de calidad en los procesos de polimerización/policondensación mediante adición de material reciclado.

60 El documento WO 00/47659 A1 divulga un procedimiento continuo para la despolimerización de PET que comprende las etapas de introducir una mezcla polimérica con distribución de tamaño de partícula no homogénea en un reactor dispuesto verticalmente con una entrada de reactor y una salida de reactor, añadir etilenglicol como reactivo y despolimerizar de manera continua la mezcla polimérica no homogénea para dar el oligómero líquido.

65 Debido al tratamiento y procesamiento de polímeros hasta ahora insuficientes, en particular, de desechos poliméricos, por lo tanto, el objetivo consistía en desarrollar procedimientos y dispositivos que eviten las desventajas de los procedimientos conocidos y al mismo tiempo sean rentables.

Este objetivo se consigue mediante un procedimiento continuo de acuerdo con la reivindicación 1 y un dispositivo de acuerdo con la reivindicación 11.

5 Por consiguiente, se reivindica un procedimiento continuo para el tratamiento de mezclas poliméricas no homogéneas. La falta de homogeneidad hace referencia al tamaño de partícula y/o grosor de partícula. El tratamiento comprende una despolimerización de una mezcla polimérica con la formación de un líquido monomérico que se compone esencialmente de un monómero.

10 El líquido monomérico incluye, entre otras cosas, al menos un monómero, al menos un disolvente y/o al menos un reactivo. El líquido monomérico puede contener también oligómeros y/o polímeros.

El procedimiento comprende las etapas descritas en la reivindicación 1.

15 El presente procedimiento provoca por lo tanto la formación de un gradiente a lo largo del reactor, que se determina por el grosor de partícula y/o el tamaño de partícula así como la longitud de cadena de la mezcla polimérica. Las partículas poliméricas pequeñas y delgadas se despolimerizan inmediatamente después de entrar al reactor de despolimerización y el líquido monomérico formado se retira del reactor sin un tiempo de residencia prolongado e innecesario.

20 Por el contrario, partículas grandes y gruesas requieren un mayor tiempo de despolimerización o tiempo de disolución y, por lo tanto, tienen que permanecer en el reactor durante más tiempo hasta una despolimerización o disolución completa. Las partículas grandes y gruesas se retienen por lo tanto en la zona del reactor que se encuentra más cercana a la entrada de reactor o acceso de reactor, por ejemplo, mediante medios adecuados, hasta que estas son suficientemente líquidas. El líquido monomérico formado a este respecto se conduce hacia la salida de reactor y se descarga del reactor en la salida de reactor.

25 De acuerdo con la invención, las partículas con un tamaño de partícula pequeño y/o un grosor de partícula pequeño de la mezcla polimérica no homogénea se despolimerizan y/o disuelven inmediatamente después de la entrada en el reactor y el líquido monomérico formado se conduce hacia la salida de reactor y se descarga del reactor en la salida de reactor, y permaneciendo las partículas de gran tamaño de partícula y/o grosor de partícula de la mezcla polimérica no homogénea en el reactor después de la entrada en el reactor, hasta que estas partículas de la mezcla polimérica están completamente despolimerizadas y/o disueltas.

30 De acuerdo con la invención, dentro del reactor se forman al menos dos zonas de reacción. Estas zonas de reacción se forman mediante elementos fijos adecuados mediante los que se retiene el material polimérico más grueso (partículas grandes y gruesas o insolubles o no polimerizables), pero mediante el que, al mismo tiempo, el líquido monomérico formado puede salir de las zonas de reacción. Serían concebibles, por ejemplo, placas provistas de orificios o similares. A este respecto, puede estar previsto también que tales orificios en las placas en la entrada de reactor presenten un diámetro mayor que en el extremo de reactor. En la entrada de reactor, por lo tanto, podrían retenerse partículas muy grandes y gruesas, mientras que en la dirección de la salida de reactor se retienen las partículas más pequeñas y más delgadas. Dado que el tamaño y el grosor de las partículas varía en el transcurso del proceso, en particular disminuye, las partículas despolimerizadas, no licuadas aún por completo, con tamaño decreciente se desplazan en dirección a la salida de reactor; a medida que avanza el proceso, las partículas poliméricas más pequeñas y delgadas llegan desde una zona de reacción hasta la siguiente zona de reacción.

Tal como se menciona, el presente procedimiento se lleva a cabo en un reactor vertical u horizontal.

50 En el caso de un reactor vertical, en una forma de realización puede estar previsto que la mezcla polimérica no homogénea se introduzca en este al menos un reactor vertical, que dispone de al menos dos zonas de reacción con, en cada caso, al menos un equipo de mezclado, fluyendo la mezcla polimérica no homogénea a través del reactor de arriba abajo, y disolviéndose o despolimerizándose el polímero de manera correspondiente. El uso de un reactor vertical con al menos dos zonas de reacción, que se atraviesa por el polímero de arriba abajo, permite que una disolución del polímero ya en la zona del reactor.

55 En el caso de un reactor vertical, en una forma de realización adicional puede estar previsto también que la mezcla polimérica no homogénea se introduzca en este al menos un reactor vertical, fluyendo la mezcla polimérica no homogénea a través del reactor de abajo arriba, y disolviéndose y despolimerizándose el polímero de manera correspondiente.

60 En esta segunda variante de procedimiento en el caso de un reactor vertical, la mezcla polimérica puede introducirse en el reactor de varias maneras desde abajo. De este modo, la mezcla polimérica puede alimentarse en el extremo inferior del reactor. Sin embargo, también es concebible introducir la mezcla polimérica a través de una conducción al espacio interior de reactor, de modo que la mezcla polimérica en la zona inferior del espacio interior de reactor salga de la conducción al mismo. En el caso de esta variante de realización, en la que la mezcla polimérica fluye a través del reactor de abajo arriba, la formación de gradiente tiene lugar a lo largo del reactor de abajo arriba. En este sentido,

no es forzosamente necesaria una formación de zonas de reacción, más bien, las partículas más grandes y gruesas de la mezcla polimérica permanecen debido a su mayor peso o masa en la zona inferior del reactor y el líquido monomérico aumenta en el reactor hacia arriba (o se transporta hacia arriba o se mueve hacia arriba).

5 Si se usa un reactor horizontal, entonces este reactor horizontal presenta preferentemente un equipo de mezclado y/o transporte, por ejemplo, un tornillo sin fin de transporte, que está previsto a lo largo del eje longitudinal del reactor en su espacio interior. En este caso, la mezcla polimérica no homogénea se introduce en este al menos un reactor horizontal de modo que la mezcla polimérica no homogénea se introduce en el reactor horizontal, por ejemplo en
10 el extremo de reactor. Un reactor horizontal de este tipo presenta varias zonas de reacción, sin embargo al menos dos zonas de reacción, que se forman, por ejemplo, por el tornillo sin fin de mezclado y/o de transporte. Los pasos de rosca del tornillo sin fin de mezclado y/o de transporte están provistos de orificios. Los orificios están realizados más grandes en la entrada de reactor que en la salida de reactor. De este modo, durante el giro del tornillo sin fin, las partículas más grandes y gruesas, es decir, partículas aún no despolimerizadas o no disueltas, se transportan
15 continuamente en dirección a la entrada de reactor o se mantienen en la zona de la entrada de reactor, mientras que el líquido monomérico formado por la despolimerización o disolución llega a través de los orificios cada vez más pequeños en los pasos de rosca hasta la salida de reactor. Un ejemplo de reactor de este tipo se describe en el documento DE 1518908.

20 La mezcla polimérica no homogénea que va a tratarse (por ejemplo, de poliésteres o poliamidas) es en particular una mezcla polimérica de desecho, y preferentemente una mezcla polimérica coloreada de desechos industriales y/o de consumo. Poliésteres típicos son, por ejemplo, poli(tereftalato de butileno) (PBT), poli(tereftalato de etileno) (PET), poli(tereftalato de trimetileno) (PTT), poli(naftalato de etileno) (PEN) o también policarbonatos (PC). Con el presente procedimiento se degrada preferentemente PET. Como poliamidas típicas, se hace referencia a modo de ejemplo a
25 las poliamidas 6, 6.6 o 6.10.

En el presente procedimiento, el polímero, por ejemplo un polímero de desecho, se introduce por lo tanto preferentemente de manera continua en un reactor de una etapa o de múltiples etapas, siendo el polímero preferentemente lo más puro posible. Los problemas descritos con frecuencia con el PVC se pueden separar sin
30 problemas en el procedimiento y el reactor.

El efecto negativo descrito hasta el momento de la decoloración a temperaturas demasiado altas y tiempos de residencia prolongados en el reactor de despolimerización en el caso del uso de desecho polimérico puro no coloreado se elimina, dado que el polímero introducido no tiene que clasificarse por colores en comparación con los
35 procedimientos anteriores. En el nuevo procedimiento pueden usarse todos los colores de polímeros.

En una forma de realización, el polímero se tritura para dar una mezcla polimérica no homogénea antes de la introducción en el reactor. La mezcla polimérica no homogénea puede presentar partículas poliméricas con un tamaño, en particular un tamaño medio en un intervalo entre 30 mm y 1 mm, preferentemente entre 15 mm y 3 mm. Como
40 alternativa, el tamaño de partícula medio, por ejemplo, a partir de desechos de película, puede ascender a entre 5 µm y 1 mm, en particular entre 10 µm y 0,5 mm.

Después de la trituración, la mezcla polimérica no homogénea puede ponerse en contacto o mezclarse con al menos un reactivo o con al menos un disolvente antes de alimentarla al reactor. Como reactivo y/o disolvente, pueden usarse
45 un disolvente orgánico, en particular glicoles con la fórmula general $R(OH)_2$ con $R = C_nB_{2n}$ con $n = 2$ a 12 , preferentemente etilenglicol, o una solución acuosa, en particular, una solución acuosa ácida.

El reactivo o el disolvente (líquido) para despolimerizar o disolver la mezcla polimérica no homogénea puede añadirse tanto en déficit como en exceso. Sin embargo, preferentemente se añade en déficit, para hacer que la recuperación o
50 purificación del líquido sea sencilla así como económica y para no diluir demasiado el líquido monomérico.

La mezcla polimérica no homogénea se degrada o despolimeriza en el reactor de manera continua esencialmente para dar el monómero. Principalmente, esencialmente significa que el líquido monomérico se compone predominantemente de un monómero. Además, pueden estar contenidos oligómeros con una longitud de cadena de
55 menos de 50 en el líquido monomérico después del proceso de despolimerización. En el caso del poliéster PET, el líquido monomérico contiene más del 90 % en peso del monómero tereftalato de bis(hidroxietil)(BHET).

A este respecto es irrelevante si el polímero ha sido previamente sometido a un proceso de disolución o no. Si bien el proceso de disolución repercute positivamente en el tiempo de despolimerización, en cambio en principio puede ser
60 asumido por el nuevo reactor de despolimerización de funcionamiento continuo. Adicionalmente, no es necesario un recipiente de producto ya despolimerizado, monómero o BHET, tal como se menciona con frecuencia en los procedimientos discontinuos. En las diferentes zonas del reactor de despolimerización, las condiciones de proceso pueden adaptarse de manera correspondiente a la diferente calidad y viscosidad de los desechos en bruto.

65 De acuerdo con la invención, el reactor presenta al menos dos zonas de reacción, estando dispuesto en el caso de un reactor vertical en cada una de las zonas de reacción un dispositivo de mezclado. En cambio, es concebible que una

o varias de las zonas de reacción no presente ningún dispositivo de mezclado. El dispositivo de mezclado puede ser, por ejemplo, un agitador o un tornillo sin fin. En cambio es también concebible que el dispositivo de mezclado esté diseñado en forma de una tobera mezcladora, teniendo lugar el entremezclado entonces de modo que al menos una parte de la solución de monómero que abandona el reactor se recicla a las zonas de reacción individuales en forma de corrientes parciales. Cada una de las zonas de reacción individuales puede controlarse preferentemente por separado.

La despolimerización de la mezcla polimérica no homogénea se lleva a cabo en función del tipo de polímero en el reactor, preferentemente a temperaturas entre 50 °C y 350 °C, en particular entre 180 °C y 240 °C, y presiones entre 0,05 MPa y 1 MPa (0,5 bares y 10 bares) de presión absoluta, en particular entre 0,08 MPa y 0,6 MPa (0,8 bares y 6 bares) de presión absoluta, 0,5 MPa (5 bares) de presión absoluta. El calentamiento tiene lugar a este respecto a través de un calentamiento dispuesto en el reactor y/o fuera del reactor.

El tiempo de residencia promedio de la mezcla polimérica, en particular el líquido monomérico formado, en el reactor asciende a de 30 a 120 min. El tiempo de residencia depende en particular del material polimérico usado y del tamaño de partícula, tal como se expone anteriormente.

El líquido monomérico puede añadirse a un dispositivo para separar partes o sustancias insolubles, por ejemplo, de un dispositivo de filtro. Los equipos usados para ello son familiares para el experto en la materia. Este dispositivo o equipo puede estar dispuesto en la corriente lateral del reactor.

En otra variante del procedimiento, el líquido monomérico que abandona el reactor se introduce en al menos un reactor de decoloración para decolorar el líquido monomérico. Es concebible que el líquido monomérico que abandona el reactor se libere en primer lugar de sustancias insolubles, antes de que este líquido monomérico entre al reactor de decoloración.

En una variante del procedimiento, la decoloración tiene lugar mediante un aditivo o agente decolorante en un reactor de decoloración. Los aditivos/agentes decolorantes usados para la decoloración se seleccionan de un grupo que contiene carbono activado, minerales arcillosos activados, tales como, por ejemplo, arcilla bentonita, montmorillonita, zeolitas. Los aditivos/agentes decolorantes pueden variar en composición y tipo en función del tipo de polímero que va a reciclarse. Los aditivos y/o agentes decolorantes se encuentran preferentemente como fase estacionaria, tal como por ejemplo en forma de una membrana en el reactor de decoloración. Una ventaja decisiva del nuevo procedimiento es que no es necesaria una separación costosa del agente decolorante activo por filtración, tal como se describe en otros procedimientos.

En una variante adicional del procedimiento, el reactivo o disolvente se separa del líquido monomérico en un dispositivo de separación, en particular en un dispositivo para espesar y/o concentrar. En este sentido, el reactivo o el disolvente pueden separarse del líquido monomérico, por ejemplo por evaporación en un dispositivo de evaporación. La evaporación o la separación del líquido monomérico tiene lugar en este caso a presiones y temperaturas que se adaptan a los reactivos usados o al disolvente.

El líquido monomérico concentrado en el dispositivo de separación puede alimentarse a continuación a al menos un dispositivo de polimerización para la producción de un polímero a base de monómero. Por consiguiente, el presente procedimiento permite una provisión continua de un monómero para una nueva reacción de polimerización posterior.

Es también concebible que el líquido monomérico se introduzca en forma no concentrada en al menos un dispositivo de polimerización para la producción de un polímero a base de monómero. Es decir, de manera correspondiente, el líquido monomérico se puede usarse también directamente para la polimerización sin la necesidad de etapas de tratamiento adicionales de alto coste.

En general es también posible que se divida la corriente de líquido monomérico que abandona el reactor de decoloración, alimentándose una primera parte directamente al dispositivo de polimerización y alimentándose la otra segunda parte en primer lugar al dispositivo de separación y concentrándose. El líquido monomérico concentrado puede alimentarse a continuación asimismo al dispositivo de polimerización.

En otra configuración del presente procedimiento está previsto solidificar el líquido monomérico no concentrado y/o concentrado en al menos un equipo o dispositivo adicional. La solidificación del líquido monomérico puede tener lugar, por ejemplo, en un rodillo de enfriamiento o en una banda de enfriamiento para dar escamas o partículas de forma diferente. El producto solidificado puede finalmente empaquetarse y almacenarse y posteriormente usarse para la producción de polímeros.

Se prefiere cuando el al menos un reactivo o disolvente separado en el dispositivo de separación se recicla o recircula para la producción de una mezcla con la mezcla polimérica no homogénea, en particular triturada. Por lo tanto, el presente procedimiento permite un modo de proceder continuo y ecológico, dado que el vehículo líquido se reutiliza.

Se prefiere además cuando el reactivo o disolvente separado en el dispositivo de evaporación se trata, por ejemplo,

mediante destilación, antes de la recirculación a al menos un tratamiento de reactivo o disolvente.

El presente procedimiento continuo puede llevarse a cabo en un dispositivo con las características de la reivindicación 11, que comprende al menos un reactor vertical u horizontal para la despolimerización o disolución de una mezcla polimérica no homogénea y presenta al menos una zona de reacción.

Ventajosamente, el reactor presenta al menos un equipo de mezclado y/o un equipo de transporte.

De acuerdo con la invención, una zona de reacción presenta un tornillo sin fin o se forma por un tornillo sin fin. De este modo, el reactor vertical puede presentar al menos dos zonas de reacción, estando previsto en cada zona de reacción al menos un agitador. El agitador es un tornillo sin fin. Para el caso de que el flujo de líquido monomérico tenga lugar de abajo arriba, puede ser suficiente una zona de reacción. Entonces, en determinadas circunstancias no es necesario un agitador.

A este respecto, el tornillo sin fin está provisto de orificios, aumentado el tamaño de los orificios en la dirección del extremo de entrada del reactor. En la entrada, las piezas de polímero, por ejemplo, de desechos plásticos serán aún relativamente grandes, de modo que estos se detienen a una distancia determinada de la entrada por orificios suficientemente pequeños, para que tenga lugar una despolimerización eficiente.

También es ventajoso cuando el reactor está dispuesto horizontalmente, tiene una sección transversal redonda y el tornillo sin fin es excéntrico con respecto al reactor. La realización excéntrica permite la formación de un espacio de gas, lo que permite la eliminación de vapores generados.

El dispositivo puede presentar ventajosamente un equipo para la separación de sustancias insolubles. La separación de sustancias insolubles puede tener lugar en el reactor y/o mediante un equipo de filtro después del reactor.

También puede estar previsto al menos un reactor de decoloración situado aguas abajo para decolorar el líquido monomérico.

Asimismo, el dispositivo puede presentar ventajosamente un dispositivo de solidificación aguas abajo para el líquido monomérico decolorado. El dispositivo para solidificar el monómero puede comprender un cilindro de enfriamiento o una banda de enfriamiento.

En una forma de realización adicional, está previsto al menos un dispositivo de separación, en particular para espesar y/o concentrar, para eliminar al menos parcialmente el reactivo o disolvente del líquido monomérico. En este caso, en particular el reactivo o el disolvente se separan del líquido monomérico sin colorante que abandona el reactor de decoloración y el líquido monomérico se concentra.

También es ventajoso cuando está previsto un dispositivo para tratar el reactivo o disolvente retirado al menos parcialmente en el dispositivo de separación.

En una variante adicional, el presente dispositivo presenta al menos un dispositivo para tratar el reactivo o disolvente retirado al menos parcialmente en el dispositivo de evaporación y/o el reactor, en particular el reactor de despolimerización.

El vehículo líquido tratado (reactivo o disolvente) se recicla a continuación directa o indirectamente por el dispositivo de tratamiento de reactivo o disolvente al dispositivo de alimentación para el reactor. Es también concebible que el vehículo líquido (reactivo o disolvente) se recicle directamente sin tratamiento por el dispositivo de separación. En cualquier caso, es posible un reciclaje completo del reactivo o disolvente usado.

En principio, todas las variantes de realización representadas para los procedimientos pueden transferirse a los presentes procedimientos y dispositivos y combinarse entre sí.

La invención se explica en detalle a continuación con referencia a las Figuras de los dibujos en varios ejemplos de realización. Muestran:

Figura 1 una representación esquemática de una primera forma de realización de un procedimiento no de acuerdo con la invención;

Figura 2 una representación esquemática de una segunda forma de realización de un procedimiento no de acuerdo con la invención; y

Figura 3 una representación esquemática de una tercera forma de realización de un procedimiento no de acuerdo con la invención;

Figura 4 una representación esquemática de una cuarta forma de realización de un procedimiento no de acuerdo con la invención.

La Figura 1 muestra un dispositivo o instalación para llevar a cabo una primera variante de un método no de acuerdo con la invención.

5 Para ello se tritura un polímero, preferentemente un polímero de desecho, en primer lugar en una mezcla polimérica no homogénea con un tamaño de partícula inferior a 30 mm en un dispositivo de molienda correspondiente (no mostrado) y se alimenta a través de un dispositivo de carga 1 a un equipo de alimentación 2, en el que la mezcla polimérica no homogénea se mezcla con un reactivo o disolvente adecuado tal como, por ejemplo, etilenglicol.

10 La mezcla de mezcla polimérica y reactivo o disolvente se alimenta a continuación a un reactor vertical, en particular, un reactor de despolimerización 3 con varias zonas de reacción a través del equipo de alimentación 2. En el presente caso, el reactor de polimerización 3 presenta un agitador que se extiende a lo largo de toda la longitud de reactor. La mezcla fluye en este caso de arriba abajo a través del reactor de despolimerización 3.

15 En el reactor de despolimerización 3, tiene lugar la degradación del polímero de desecho, por ejemplo, poliéster para dar monómero de BHET, a una temperatura en un intervalo entre 50 °C y 350 °C y una presión en un intervalo entre 0,05 MPa y 0,5 MPa (0,5 bares y 5 bares). El calentamiento tiene lugar a este respecto a través de un calentamiento adecuado interno y externo, por ejemplo 3B. El monómero formado en el reactor, que se compone de BHET puro, oligómeros y reactivo, se descarga en el extremo inferior del reactor vertical 3.

20 El líquido monomérico que abandona el reactor 3 se divide a continuación en una primera corriente y una segunda corriente, recirculándose la primera corriente en forma de corrientes parciales a las zonas de reacción del reactor 3 y la segunda corriente a un equipo 5 para la retirada de sólidos.

25 Después de retirar los sólidos, el líquido monomérico se introduce en un reactor de decoloración 6, en el que los colorantes se retiran del líquido monomérico mediante aditivos/agentes decolorantes activados tales como carbono o arcilla (clay).

30 El líquido monomérico sin colorante que abandona ahora el reactor de decoloración 6 se divide a su vez en dos corrientes parciales, introduciéndose una primera corriente parcial del líquido monomérico sin colorante directamente en un reactor de polimerización 10 para la producción de polímero, e introduciéndose una corriente parcial adicional se introduce en un dispositivo de evaporación o concentración 7 para separar el reactivo o disolvente.

35 El líquido monomérico sin colorante concentrado en el dispositivo de evaporación 7 se alimenta a continuación o bien al reactor de polimerización 10 para la producción de polímero y/o se introduce en un dispositivo de enfriamiento 8 tal como, por ejemplo, un cilindro de enfriamiento o una banda de enfriamiento para la solidificación. El producto solidificado puede empaquetarse convenientemente a continuación en un dispositivo de embalaje 9.

40 El reactivo retirado en el dispositivo de evaporación 7 o el disolvente retirado se somete en un dispositivo de tratamiento 11 a etapas de purificación adicionales, por ejemplo por medio de destilación o similar y a continuación se vuelve a alimentar inmediatamente o después del almacenamiento intermedio al equipo de alimentación 2 y se mezcla en este caso con el residuo de polímero.

45 El presente procedimiento permite por lo tanto un funcionamiento continuo y eficiente para el tratamiento de desechos poliméricos, sin que sea necesaria una separación costosa de los desechos de polímero de manera correspondiente a su contenido de color.

La Figura 2 muestra una segunda forma de realización de un procedimiento no de acuerdo con la invención, que se diferencia de la primera forma de realización de la Figura 1 con respecto al modo de funcionamiento del reactor 3.

50 Como en la Figura 1, el polímero de desecho triturado se mezcla en primer lugar con un reactivo o disolvente en un dispositivo de alimentación 2. Sin embargo, la mezcla se introduce a continuación en primer lugar en un recipiente de mezclado 2A, en el que se consigue un mejor entremezclado del polímero de desecho triturado y reactivo o disolvente.

55 Esta mezcla abandona el recipiente de mezclado 2A y se introduce a través de una conducción adecuada a la zona inferior del reactor de despolimerización 3, que en este ejemplo de realización no presentan ningún agitador. Por consiguiente, la mezcla desde la conducción en su abertura inferior entra directamente en la zona de reacción inferior del reactor 3 y fluye de abajo arriba a través del reactor de despolimerización 3.

60 La degradación o la despolimerización del polímero de desecho tiene lugar también en este caso a temperatura elevada. El calentamiento tiene lugar a este respecto a través de un calentamiento adecuado interno y externo, por ejemplo 3B.

Las sustancias residuales que se depositan en el reactor durante la despolimerización se descargan en el extremo

inferior del reactor de despolimerización 3 a través de un dispositivo 3A para el vaciado de las sustancias residuales. Esto tiene la ventaja de que ya en el reactor, se separan de la solución de monómero sólidos gruesos no deseados.

5 El líquido monomérico formado se descarga en el extremo superior del reactor de despolimerización 3 y se procesa adicionalmente tal como se describe para la Figura 1.

10 La tercera forma de realización no de acuerdo con la invención de la Figura 3 se diferencia de la segunda forma de realización de la Figura 2 únicamente en el tipo de alimentación de la mezcla de polímero de desecho y reactivo o disolvente en el tercer reactor de despolimerización 3.

15 En este caso, la mezcla de polímero de desecho y reactivo o disolvente se suministra desde el recipiente de mezclado 2A directamente en el extremo inferior del reactor 3 desde el exterior. La línea de suministro está correspondientemente dispuesta por completo fuera a lo largo de la longitud del reactor. También en este caso, el reactor de despolimerización 3 no presenta ningún agitador y la mezcla fluye a través del reactor de abajo arriba.

20 El líquido monomérico formado se descarga en el extremo superior del reactor 3 y se procesa adicionalmente tal como se describe para la Figura 1.

25 La figura 4 es una forma de realización no de acuerdo con la invención adicional de un dispositivo y de un procedimiento, en el que el reactor 3 no está diseñado en vertical, tal como se muestra en las formas de realización de las Figuras 1 a 3, sino en horizontal. En principio, por lo tanto, puede hacerse referencia a las descripciones de las formas de realización anteriores.

A diferencia de las formas de realización verticales, en la realización horizontal del reactor 3, está previsto un tornillo sin fin como equipo de mezclado y/o transporte. A este respecto, el tornillo sin fin puede estar dispuesto de manera concéntrica, como se representa en la Figura 4, o de manera excéntrica.

Lista de referencias

- 1 dispositivo de carga para polímero de desecho
- 2 dispositivo de alimentación
- 2A recipiente de mezclado
- 2B calentamiento para recipiente de mezclado
- 3 reactor de despolimerización-disolución
- 3A vaciado de sustancias residuales
- 3B calentamiento para reactor de despolimerización-disolución
- 4 bomba de alimentación
- 4A bomba de descarga
- 5 equipo para la separación de partes insolubles
- 6 reactor de decoloración
- 7 dispositivo de concentración/espesado
- 8 dispositivo de solidificación
- 9 dispositivo de envasado
- 10 dispositivo de polimerización
- 11 tratamiento de disolvente / tratamiento de reactivo
- tornillo sin fin

30

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento continuo para la despolimerización y disolución de una mezcla polimérica no homogénea en cuanto al tamaño de partícula y/o el grosor de partícula, con la formación de un líquido monomérico que se compone esencialmente de un monómero, que puede contener al menos un reactivo o un disolvente; que comprende las etapas
- 5 a) introducir la mezcla polimérica no homogénea con o sin reactivo o disolvente en al menos un reactor vertical u horizontal (3) con al menos una entrada de reactor y al menos una salida de reactor y con elementos fijos para la formación de al menos dos zonas de reacción dentro del reactor,
- 10 b) despolimerizar de manera continua y disolver la mezcla polimérica no homogénea para dar el líquido monomérico en el al menos un reactor vertical u horizontal (3), en donde el tamaño de partícula y/o el grosor de partícula de la mezcla polimérica no homogénea se reduce de manera continua a lo largo de la longitud del reactor (3), desde la entrada de reactor hasta la salida de reactor, mediante despolimerización y disolución,
- 15 en donde las partículas con tamaño de partícula pequeño y/o grosor de partícula pequeño de la mezcla polimérica no homogénea se despolimerizan y disuelven inmediatamente después de entrar en el reactor y el líquido monomérico formado se conduce a través de los elementos fijos hacia la salida de reactor y se descarga del reactor en la salida de reactor, y en donde las partículas de tamaño de partícula y/o grosor de partícula grande de la mezcla polimérica no homogénea son retenidas después de entrar en el reactor por los elementos
- 20 fijos y permanecen en el reactor hasta que estas partículas de la mezcla polimérica se despolimerizan y disuelven por completo.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado por que** la mezcla polimérica no homogénea es introducida en al menos un reactor vertical (3) con al menos dos zonas de reacción, cada una de ellas con al menos un equipo de mezclado y/o un equipo de transporte, en donde la mezcla polimérica no homogénea fluye a través del reactor vertical (3) de arriba abajo.
- 25 3. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado por que** la mezcla polimérica no homogénea es introducida en al menos un reactor vertical (3), en donde el polímero fluye a través del reactor vertical (3) de abajo arriba.
- 30 4. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado por que** la mezcla polimérica no homogénea es introducida en al menos un reactor vertical (3), en donde el polímero fluye de abajo hacia arriba a través del reactor vertical (3) con, en cada caso, al menos un equipo de mezclado y/o un equipo de transporte.
- 35 5. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado por que** la mezcla polimérica no homogénea es introducida en al menos un reactor horizontal (3), que presenta un equipo de mezclado y/o de transporte, en particular un tornillo sin fin de transporte, en donde la mezcla polimérica no homogénea es introducida en el reactor horizontal (3) con un equipo de transporte que trabaja en contra de la dirección de flujo y el líquido monomérico se descarga en el extremo del reactor.
- 40 6. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la mezcla polimérica no homogénea presenta partículas poliméricas con un tamaño, en particular un tamaño medio, en un intervalo entre 30 mm y 1 mm, preferentemente entre 15 mm y 3 mm o partículas de polímero con un tamaño, en particular un tamaño de partícula medio entre 5 μm y 1 mm, en particular entre 10 μm y 0,5 mm.
- 45 7. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** como reactivo o disolvente se usa una sustancia orgánica, en particular un disolvente orgánico, muy en particular un diol tal como etilenglicol, o una solución acuosa, en particular, una solución acuosa ácida.
- 50 8. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la mezcla polimérica no homogénea es una mezcla polimérica de desecho, en particular de poliéster y/o de poliamidas, de desechos industriales y/o de consumo.
- 55 9. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la despolimerización y/o la disolución de la mezcla polimérica no homogénea en el reactor (3) se lleva a cabo a temperaturas de entre 50 °C y 350 °C, en particular de entre 180 °C y 240 °C, y presiones de entre 0,05 MPa y 1 MPa (0,5 bares y 10 bares) de presión absoluta, en particular de entre 0,08 MPa y 0,6 MPa (0,8 bares y 6 bares) de presión absoluta.
- 60 10. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el líquido monomérico se decolora en al menos un paso de decoloración, en particular en un reactor de decoloración (6).
- 65 11. Dispositivo para llevar a cabo un procedimiento continuo según una de las reivindicaciones 1, 5-10, en el que el reactor (3) está dispuesto horizontal y presenta al menos dos zonas de reacción, **caracterizado por que** las al menos dos zonas de reacción están formadas por un tornillo sin fin (12), estando provisto el tornillo sin fin (12)

de orificios, y en donde el tamaño de los orificios aumenta en la dirección del extremo de entrada del reactor (3).

12. Dispositivo según la reivindicación 11, **caracterizado por que** el dispositivo presenta un equipo (5) para separar sustancias insolubles.

5 13. Dispositivo según al menos una de las reivindicaciones 11 o 12, **caracterizado por** al menos un reactor de decoloración situado aguas abajo (6) para decolorar el líquido monomérico.

10 14. Dispositivo según al menos una de las reivindicaciones 11 a 13, **caracterizado por** al menos un dispositivo de separación (7), en particular para espesar y/o concentrar, para eliminar al menos parcialmente el reactivo o el disolvente del líquido monomérico.

FIG 1

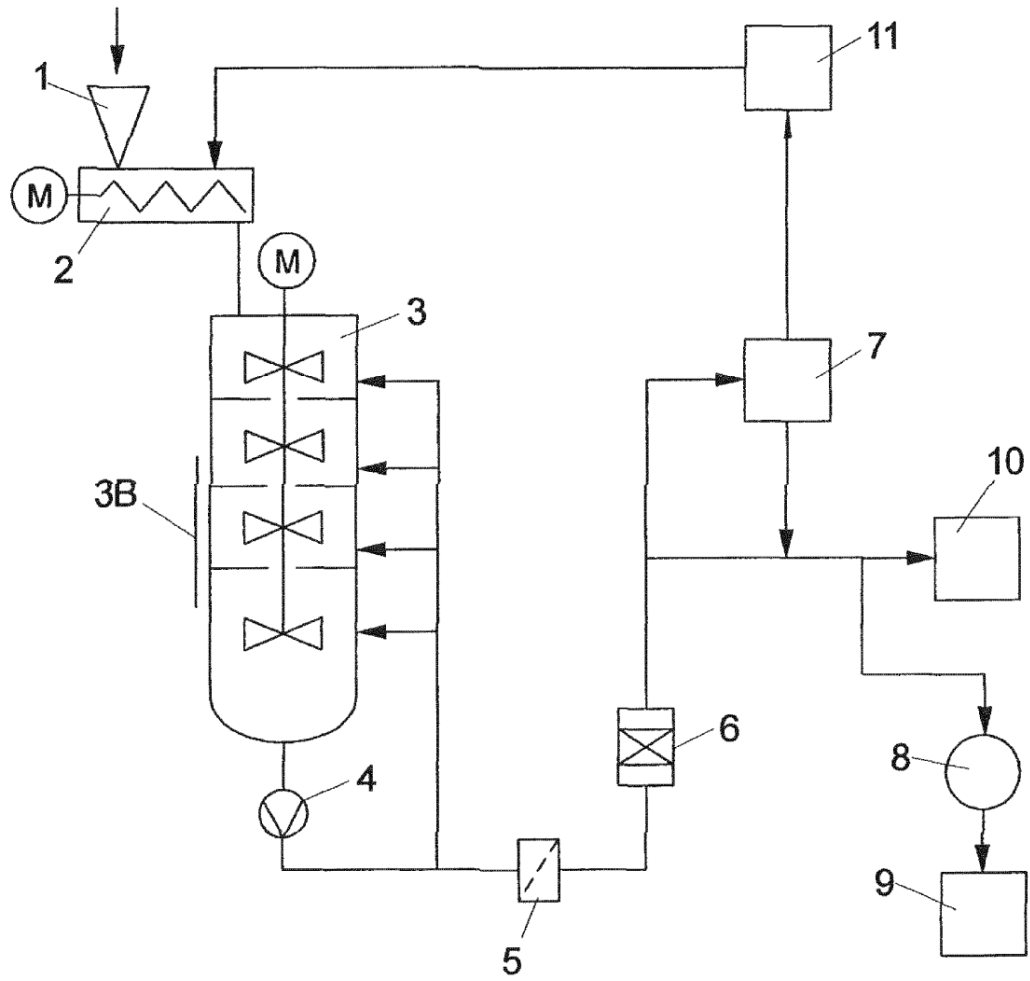


FIG 2

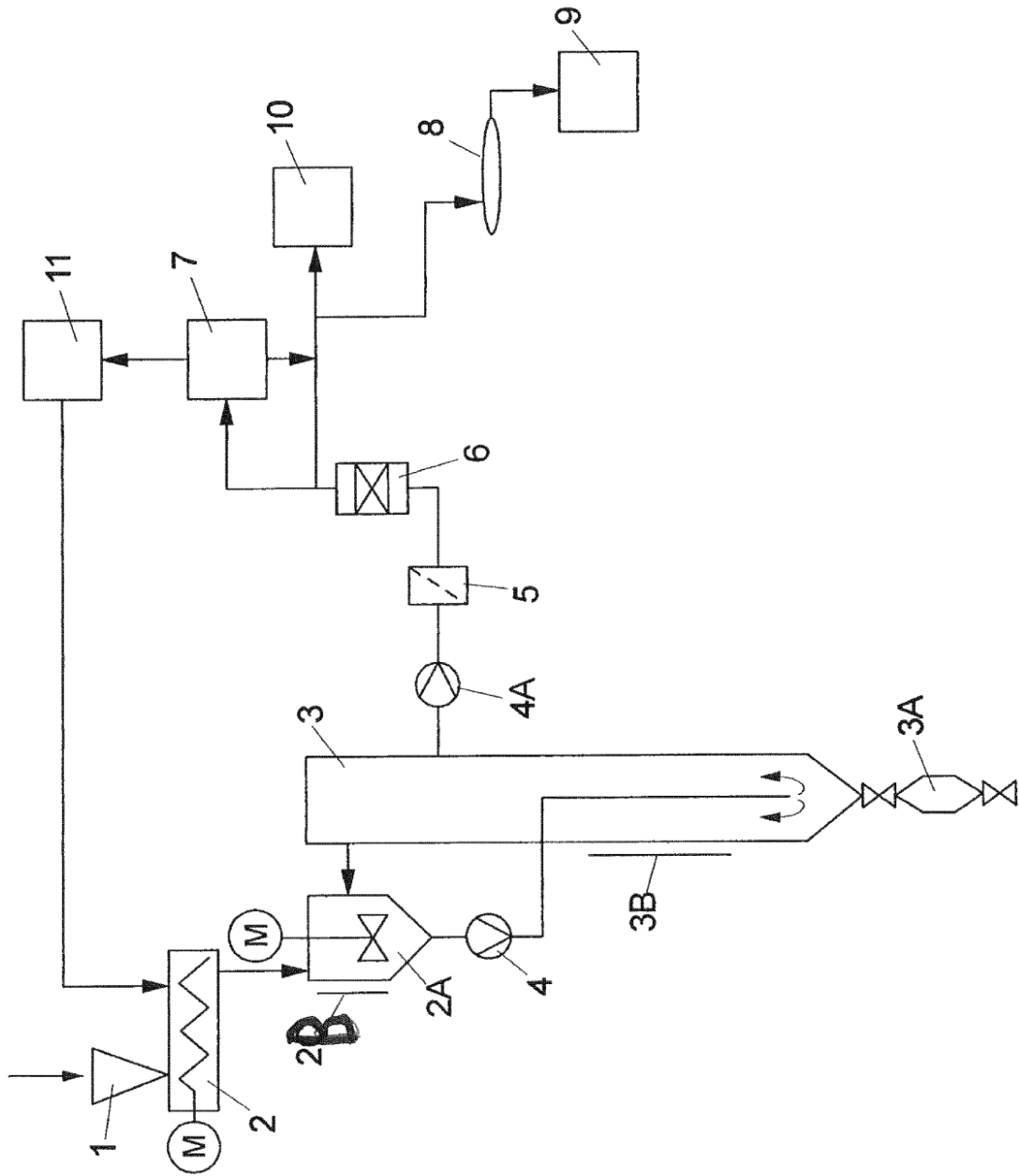


FIG 3

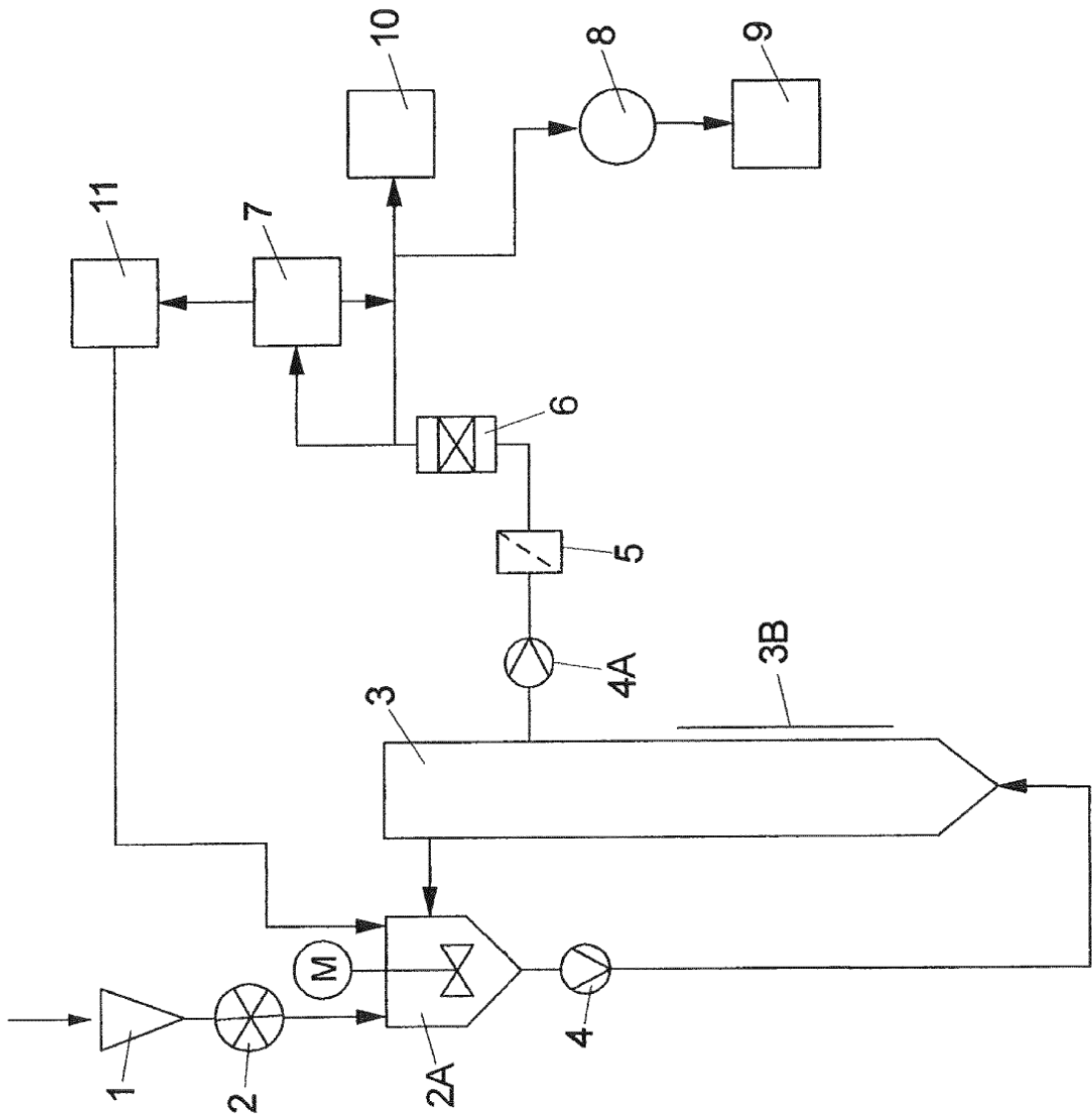


FIG 4

