

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 768 653**

51 Int. Cl.:

**B29C 44/34** (2006.01)

**B29C 44/42** (2006.01)

**B29C 44/50** (2006.01)

**B29B 17/00** (2006.01)

**B29K 105/26** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **06.11.2014 PCT/EP2014/073931**

87 Fecha y número de publicación internacional: **17.09.2015 WO15135604**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.11.2014 E 14802603 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.01.2020 EP 3079877**

54 Título: **Un proceso para reciclar materiales de plástico expansible**

30 Prioridad:

**10.03.2014 EP 14158542**

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

**23.06.2020**

73 Titular/es:

**SULZER MANAGEMENT AG (100.0%)**

**Neuwiesenstrasse 15**

**8401 Winterthur, CH**

72 Inventor/es:

**FENNESSEY, SIAN FRANCES;**

**NISING, PHILIP;**

**WEBER, JÖRG y**

**LIPPUNER, JAN**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

ES 2 768 653 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**

Un proceso para reciclar materiales de plástico expansible

**Antecedentes de la invención**

La presente invención se refiere a un proceso para reciclar y/o formular materiales de plástico expansible.

5 Los plásticos expansibles se conocen hace mucho tiempo y se ha demostrado su utilidad en muchos campos. Dichas espumas se pueden producir por medio de espumación de granulados de polietileno, polipropileno, poliéster o poliestireno impregnados con agentes de expansión y posterior soldadura de manera conjunta de los granulados de espuma producidos de este modo para proporcionar moldeados. El poliestireno expansible típicamente se conoce como EPS. Los campos importantes de uso de EPS y otros plásticos expansibles incluyen el aislamiento  
10 térmico en edificación y construcción, recipientes, copas o envases o paneles reforzados o barreras acústicas en edificación y construcción.

No obstante, una inquietud cada vez mayor en los últimos años es la eliminación eficaz o el reciclaje del residuo de plástico expansible o expandido. Los principales problemas asociados al reciclaje del residuo de EPS después del consumo, son los elevados costes de transporte debido a su densidad aparente muy reducida, la escasa creación de valor debido a la reducida eficacia de purificación y la escasa viabilidad económica. Por ese motivo, la principal  
15 fracción del residuo se recicla por vía térmica.

Para los productores de EPS, así como para los pre-espumadores y moldeadores, sería útil disponer de un proceso para el reprocesado del material que se encuentre fuera de especificaciones (por ejemplo, pellas impregnadas demasiado pequeñas o demasiado grandes) o para mejorar el EPS producido por medio del método de suspensión con el fin de mejorar fácilmente la reserva de EPS para aportar valor añadido y/o aditivos funcionales.  
20

Los métodos conocidos actualmente o propuestos para reciclar termoplásticos impregnados con residuos únicamente permiten el reciclaje parcial de los materiales residuales de plástico expansible y sus componentes. Por ejemplo, el documento US 6,310,109 B1 divulga la disolución de hasta un 30% del material de PS expandido reciclado en monómero de estireno antes de la polimerización en suspensión; no obstante, cabe esperar que el poliestireno disuelto y sus diversos aditivos puedan interferir con la polimerización en suspensión posterior. Además, la presencia de comonómeros, especialmente los de reticulación, puede interferir con la disolución del EPS reciclado en monómero de estireno.  
25

Similarmente, el documento US 8,173,714 B1 divulga un proceso para preparar un granulado de EPS que contiene partículas atérmicas y que tienen una reducida conductividad térmica, por medio de polimerización en suspensión en la que aproximadamente un 13% de las fracciones de EPS con tamaño sobredimensionado e infradimensionado (micropellas expansibles o granulado que contiene cantidades sustanciales de agente de expansión) se disolvieron en estireno antes de su polimerización en suspensión. Cabe esperar que el agente de expansión se pierda durante el proceso de disolución, y el poliestireno disuelto y sus diversos aditivos puedan interferir con la polimerización en suspensión posterior. Por tanto, existe demanda de métodos de reciclaje de materiales residuales de plástico expansible de la manera más completa y eficaz que resulte posible, por medio de disolución de pequeñas cantidades del material residual de plástico expansible en su monómero antes de llevar a cabo una etapa de polimerización en suspensión.  
30  
35

Genéricamente, el documento WO 03/053651 A1 divulga y reivindica un proceso de extrusión para la producción de granulados de polímeros termoplásticos expansibles que supuestamente pueden contener hasta un 30% de producto reciclado o productos residuales de procesados previos; no obstante, no se divulga específicamente el modo en que se puede llevar a cabo, especialmente sin pérdida de agente de expansión, o ejemplos de dichos procesos que se proporcionen en el momento actual.  
40

El documento EP1925418A1 divulga un proceso para la impregnación continua en masa fundida de un termoplástico para producir granulados espumados o espumables a partir de una masa fundida polimérica, y una masa fundida polimérica reciclada, en el que al menos una parte de la masa fundida polimérica reciclada se produce a partir de granulados poliméricos reciclados que contienen un propelente. Los granulados poliméricos reciclados que contienen el propelente se funden en un extrusor, y se retira el propelente presente en los granulados poliméricos reciclados que contienen propelente de la masa fundida polimérica reciclada en un aparato de desgasificación. Se añade al menos un aditivo en forma dosificada a la masa fundida polimérica reciclada aguas abajo del aparato de desgasificación. La masa fundida polimérica se produce bien directamente en una planta de polimerización, que incluye un reactor y un aparato de desgasificación, o bien por medio de fusión del granulado polimérico en un aparato de fusión. Se introduce la masa fundida polimérica con un propelente fluido, de manera que se obtenga una masa fundida polimérica que contiene propelente, dispersándose el propelente en un aparato de mezcla siguiente y se homogeneiza. La masa fundida polimérica que contiene propelente y la masa fundida polimérica reciclada que contiene aditivo se mezclan a continuación y se homogeneizan en un aparato de mezcla siguiente para formar una masa fundida polimérica homogénea que a continuación se somete a una etapa de granulación, que se lleva a cabo por medio de un granulador. Aunque resulta útil, el método de fusión y la planta del documento EP '418A1 permiten únicamente un reciclaje parcial de los granulados que contienen propelente, ya que también se requiere una masa  
45  
50  
55

fundida "virgen" convencional como corriente de alimentación, y el propelente de los granulados poliméricos reciclados que contienen propelente se pierde en la etapa de desgasificación.

En conclusión, sería deseable disponer de un proceso mejorado para reciclar materiales de plástico expansible. Por ejemplo, resultaría deseable la posibilidad de procesar una materia prima completa que consista esencialmente solo en material de plástico expansible reciclado. También sería deseable disponer de un proceso en masa fundida simple y directo para la preparación de calidades mejoradas y/o formuladas de material de plástico expansible a partir de una materia prima de granulados de plásticos expansible, tales como los que se obtienen a partir de la polimerización en suspensión convencional o procesos de impregnación en masa fundida. También resultaría deseable disponer de un material de plástico expansible granulado, un material de plástico sometido a extrusión, conformado y expandido, o un artículo de plástico expandido y moldeado obtenido por medio de dichos procesos.

### Sumario de la invención

Partiendo de este estado de la técnica, es un objetivo de la invención proporcionar un proceso mejorado para reciclar y/o formular materiales de plástico expansible, que no sufran las deficiencias anteriormente mencionadas, en particular la ausencia de reciclaje completo y eficaz del material de plástico expansible y una pérdida significativa del agente de expansión. Un objetivo adicional consiste en proporcionar un proceso que no necesariamente requiera materias primas "virgenes" o no-recicladas. Objetivos adicionales de la invención incluyen el suministro de un material de plástico expansible y granulado, un material de plástico sometido a extrusión, conformado y expansible, o un artículo de plástico expandido y moldeado, obtenido por medio del proceso de la invención.

De acuerdo con la invención, estos objetivos se logran por medio de un proceso para reciclar materiales de plástico expansible usando un sistema que comprende las siguientes unidades en comunicación fluida unas con otras y en la siguiente secuencia:

- una unidad de extrusor

- una unidad de mezclador-intercambiador de calor

comprendiendo el sistema además una unidad de bombeo en masa fundida también en comunicación fluida con las unidades previamente comentadas,

en el que la unidad de bombeo en masa fundida está ubicada bien aguas arriba de la unidad de mezclador-intercambiador de calor y aguas abajo de la unidad de extrusor O bien la unidad de bombeo en masa fundida está ubicada aguas abajo de la unidad de mezclador-intercambiador de calor,

comprendiendo dicho proceso las etapas de:

- fundir la corriente de alimentación que comprende el material de plástico expansible que contiene un primer agente de expansión en la unidad de extrusor para formar un material de plástico expansible fundido,

- enfriar el material de plástico expansible fundido en la unidad de mezclador-intercambiador de calor;

- controlar la presión en masa fundida del material de plástico expansible fundido por medio de la unidad de bombeo en masa fundida,

y posteriormente bien

(i) granulación del material de plástico expansible fundido por medio de una unidad de granulación para formar un material de plástico expansible y granulado,

(ii) extrusión del material de plástico expansible fundido por medio de una boquilla a presión reducida controlada, preferentemente presión atmosférica, para dar lugar a un material de plástico expandido, conformado y extruido, O bien

(iii) moldeo por inyección del material de plástico expansible fundido por medio de una unidad de moldeo por inyección para formar un artículo plástico expandido y moldeado,

en el que el material de plástico expansible comprende al menos un 40%, más preferentemente un 60%, incluso más preferentemente un 90% en peso, y del modo más preferido esencialmente la totalidad de la corriente de alimentación, en el que el sistema no tiene una unidad de desgasificación, y en el que el primer agente de expansión no se desgasifica durante el proceso de fusión en el sistema, de manera que el primer agente de expansión está sustancialmente presente en el material de plástico expansible granulado o se usa para formar bien el material de plástico expandido, conformado y sometido a extrusión o bien el artículo plástico expandido y moldeado,

en el que el sistema además comprende una o más unidad(es) de mezclador estático y se lleva a cabo una mezcla adicional del material de plástico expansible fundido por medio de la(s) unidad(s) de mezclador estático,

y en el que una unidad de filtración en masa fundida está presente y se lleva a cabo una filtración del material de plástico expansible en masa fundida por medio de la unidad de filtración en masa fundida para formar un material expansible fundido filtrado antes de la granulación, extrusión o moldeo por inyección.

5 Sorprendentemente, los inventores han encontrado que dicho proceso se puede usar por un lado para el reciclaje completo de materias primas puramente recicladas de materiales de plástico expansible y/o por otro, para la formulación o mejora de las materias primas de materiales granulados preexistentes de plástico expansible. De este modo, el proceso de reciclaje y/o formulación mejora significativamente con respecto a los de la técnica anterior. En particular, el proceso de la invención tiene únicamente una pérdida muy pequeña de agente de expansión, y por tanto en muchas realizaciones se requiere escasa o nula dosificación de agente de expansión adicional. Además, no solo se puede reciclar el agente de expansión en la presente invención, sino también se pueden reciclar cualesquiera aditivos presentes en el material de plástico expansible. Además, debido a que se debe dosificar y mezclar poco o nada de agente de expansión con el material de plástico expansible usado como materia prima, ventajosamente, se puede usar una temperatura de fusión y un perfil global de temperatura de procesado más bajo. Por ejemplo, los aditivos sensibles a la temperatura tales como los retardantes de llama se pueden dosificar directamente, por ejemplo, en la unidad de extrusor, sin precisar un equipo adicional especial tal como un extrusor lateral o un segundo enfriador o paquetes especiales de estabilizador de retardante de llama.

En el caso de formular o mejorar una materia prima de granulados de plástico expansible, tal como la que se puede obtener a partir de polimerización en suspensión convencional o procesos de impregnación, la escala de la planta y las líneas de producción se puede reducir considerablemente debido a que la materia prima ya contiene agente de expansión. Además, las materias primas de granulados de plástico expansible se pueden producir de manera apropiada y centralmente en instalaciones de producción eficientes y a gran escala, y posteriormente se pueden producir formulaciones o calidades adaptadas o mejoradas o – incluso en cantidades relativamente pequeñas – según lo demande el cliente. Dichas instalaciones de formulación o mejora se pueden distribuir geográficamente a continuación de forma apropiada en ubicaciones regionales para satisfacer el mercado local y los requisitos de producto. Además, debido a que los procesos de mejora y/o formulación y/o reciclaje no requieren la etapa de polimerización en suspensión, se evita el uso de disolventes.

Esta ausencia de necesidad del procesado térmico extensivo y altas temperaturas de procesado es el resultado del uso de una materia prima de un material de plástico expansible, preferentemente en forma de granulados, a la unidad del extrusor donde se funde y se procesa de forma adicional. En algunas realizaciones, se puede usar el material de plástico no expansible como parte de la materia prima al extrusor, por ejemplo, bien como granulado o bien en forma de una corriente fundida. No obstante, la corriente de alimentación del material de plástico al extrusor preferentemente es de al menos un 40%, más preferentemente un 60%, incluso más preferentemente un 90% en peso, y del modo más preferido esencialmente solo material de plástico expansible. En una realización particularmente preferida, solo se usa material de plástico expansible en forma de gránulo como corriente de alimentación al extrusor.

En determinadas realizaciones del proceso, solo tiene lugar bien la granulación o bien la extrusión. En otras realizaciones, tiene lugar una granulación seguida de un moldeo por inyección posterior. En otras realizaciones, se proporciona un sistema tampón en una ubicación entre el mezclador-intercambiador de calor y la unidad de moldeo por inyección para facilitar la transición entre el proceso de extrusión típicamente continuo o semicontinuo y el proceso de moldeo por inyección típicamente no continuo o discontinuo.

Se obtiene un material de plástico expansible por medio del proceso de la invención en el que la unidad de granulación está presente, en el que la unidad de granulación es un granulador de hebras o sumergido, y se lleva a cabo la granulación del material de plástico expansible fundido y filtrado para formar un material de plástico expansible granulado, que preferentemente contiene uno o más aditivos, más preferentemente al menos un compuesto retardante de llama y al menos uno del grupo que consiste en un estabilizador en masa fundida, un agente sinérgico, un reflector de infrarrojos, un absorbedor de infrarrojos, un pigmento, un agente de nucleación y una cera.

El tercer objetivo adicional de un material de plástico expandido, conformado y extruido se obtiene por medio del proceso de la invención en el que el material de plástico expansible fundido o el material de plástico expansible fundido y filtrado se someten a extrusión por medio de una boquilla a presión reducida controlada, preferentemente presión atmosférica, para dar lugar a un material de plástico expandido, conformado y extruido, que preferentemente contiene uno o más aditivos, más preferentemente al menos un compuesto de retardante de llama y al menos uno del grupo que consiste en un reflector de infrarrojos, un absorbedor de infrarrojos, un pigmento, un agente de nucleación y una cera. En muchas realizaciones, se prefiere que el material de plástico expansible de la corriente de alimentación del proceso se obtenga a partir de un método de polimerización en suspensión, ya que el método es el más ampliamente usado de forma convencional para la producción de granulados de plástico expansible.

Estos y otros objetivos de la invención comparten las ventajas obtenidas por medio del proceso de la invención, concretamente el reciclaje completo de materias primas puramente recicladas de materiales de plástico expansible y/o la formulación o mejora de materias primas de materiales granulados preexistentes de plástico expansible con únicamente una pequeña pérdida de agente de expansión, y por tanto que permite el uso ventajoso de una

temperatura de fusión y un perfil global de temperatura de procesado más baja. En determinadas realizaciones, la temperatura máxima de fusión en el proceso es de 210, preferentemente 200, más preferentemente 190, incluso más preferentemente 180, lo más preferentemente de 175 °C. Como resultado de este procesado suave en la presente invención, existe únicamente una disminución limitada de Mw y Mn y únicamente un aumento limitado de Mw/Mn del material de plástico expansible durante el procesado. En algunas realizaciones, la disminución de Mn es menor de un 40%, preferentemente menor de un 30%, y la disminución de Mw es menor de un 20%, preferentemente de un 15%, y el aumento de Mw/Mn es menor de un 35%, preferentemente de un 25%.

En realizaciones preferidas, el material de plástico reciclado expansible fundido, el material de plástico expansible fundido filtrado, el material de plástico expansible granulado, o el material de plástico expandido, conformado y extruido de la invención tienen propiedades de peso molecular de Mw de 150-250 kDalton (absoluto) y un Mw/Mn de entre 2,1 y 2,5, cuando se mide por medio de GPC usando THF como disolvente. Dichas propiedades de peso molecular confieren propiedades mecánicas y/o de procesado favorables a los productos resultantes.

En una realización preferida del proceso y el sistema de la invención, dispositivo de dosificación de agente de expansión opcional se encuentra ausente del sistema y no se lleva a cabo adición opcional alguna de agente de expansión adicional opcional. Esta realización tiene una ventaja significativa a la hora de simplificar el sistema y el proceso de la invención, reduciendo de este modo los costes de inversión y las operaciones de mantenimiento y eliminando el coste, la complejidad y los peligros potenciales de materias primas gaseosas. Estas ventajas se pueden atribuir al uso de un material de plástico expansible como corriente de alimentación principal o incluso única en el proceso de la invención.

En una realización del proceso de la invención, una o más unidad(es) de mezclador estático está(n) presente(s) y se lleva a cabo una mezcla adicional del material de plástico expansible fundido por medio de la(s) unidad(es) de mezclador estático opcional(es) y una unidad de filtración en masa fundida se encuentra presente y se lleva a cabo una filtración del material de plástico expansible fundido por medio de la unidad de filtración en masa fundida para formar un material expansible fundido filtrado antes de la granulación, extrusión o moldeo por inyección posterior. En otras realizaciones, pueden estar presentes unidades adicionales de mezclador estático. Una unidad de mezclador estático resulta particularmente beneficiosa cuando se añaden componentes adicionales tales como agentes de expansión, ya que el mezclador estático mejora la dispersión del agente de expansión u otro componente en el material expansible fundido. Una unidad de filtración en masa fundida resulta particularmente beneficiosa para su uso con corrientes de alimentación de granulado impregnado reciclado, que pueden estar contaminadas con partículas, y el uso de un filtro reduce la obstrucción y, con ello, la limpieza y mantenimiento de la boquilla cuando se usa granulación sumergida y potencialmente también granulación por hebras con tamaños pequeños de orificio de boquilla de hebra.

En otra realización del proceso de la invención, el dispositivo opcional de dosificación de agente de expansión está presente y se lleva a cabo la adición opcional del agente de expansión adicional por medio del dispositivo opcional de dosificación de agente de expansión. Esta realización se usa ventajosamente cuando el material residual de plástico expansible que se va a reciclar y alimentar a la unidad de extrusor para fusión es viejo, ha envejecido y perdido el agente de expansión. En diversas realizaciones, la cantidad de agente de expansión adicional que se añade es menor de un 4, más preferentemente un 3, e incluso más preferentemente un 2, en la mayoría de realizaciones, un 1% en peso, basado en la masa de polímero total en masa fundida. Alternativamente, esta realización se puede usar cuando se recicla, formula o mejora el material de plástico expansible para otra aplicación que requiere niveles más elevados de agente de expansión o cuando se desea añadir un agente de co-expansión no presente en la alimentación de material de plástico expansible.

En una realización específica de la realización de proceso anterior, el dispositivo de dosificación de agente de expansión se realiza para inyectar el agente de expansión opcional en el interior de la unidad de extrusor, preferentemente un extrusor de husillo gemelar. La inyección en el interior de la unidad de extrusor para la dispersión y mezcla sin el uso de mezcladores estáticos requiere menos inversión y permite una huella potencialmente menor debido a la ausencia de mezcladores estáticos. Se prefiere un extrusor de husillo gemelar debido a su dispersión adicional y mezcla de cizalladura con respecto a los extrusores de husillo individual.

No obstante, el uso de la unidad de extrusor en lugar del(de los) mezclador(es) estático(s) para la dispersión y mezcla del agente de expansión opcional, con frecuencia, es menos flexible en términos de ventana de procesado y diseño de husillo requerido para el proceso. Por lo tanto, en una realización alternativa, la(s) unidad(es) de mezclador estático opcional(es) está/están presente(s) y se lleva a cabo la mezcla adicional opcional del material de plástico expansible fundido por medio de la(s) unidad(es) de mezclador estático opcional(es), y el dispositivo de dosificación de agente de expansión se realiza para inyectar el agente de expansión opcional en y/o antes de la(s) unidad(es) de mezclador estático. En una realización particularmente preferida, al menos dos unidades de mezclador estático están presentes, en las que en una primera unidad de mezclador estático se lleva a cabo una etapa de dispersión que somete la mezcla a homogeneización intensa; y en las que en una segunda unidad de mezclador estático se lleva a cabo una etapa de retención que somete la mezcla a una mezcla menos intensiva (homogeneización) que en la primera unidad de mezclador estático. La presente realización ventajosamente proporciona el tiempo suficiente para la disolución y mezcla del agente de expansión en el polímero fundido.

De acuerdo con una realización específica del proceso en el que se inyecta el agente de expansión opcional, comprende uno o más agentes de expansión, preferentemente un gas inerte, un metilol, formiato de metilo, un pentano, un butano o sus mezclas. Estos agentes de expansión son menos nocivos para el medio ambiente.

5 En otra realización del proceso, se añade un lote maestro a la unidad del extrusor, preferentemente un extrusor de husillo individual. Los extrusores de husillo individual carecen de la dispersión y mezcla de los extrusores de husillo gemelar, y por tanto se pueden usar lotes maestros de manera apropiada para mejorar la dispersión y la mezcla en la adición de los aditivos por medio de extrusores de husillo individual. Los lotes maestros permiten al procesador formular o mejorar económicamente el material de plástico expansible durante el proceso de la invención. Los lotes maestros de aditivos pueden modificar diversas propiedades del material de plástico expansible de base, tales como  
10 su resistencia a luz ultravioleta, propiedades de retardante de llama, antiestáticas, lubricación, anti-deslizamiento, inhibición de la corrosión, anti-microbianas, anti-oxidación, extrusión o fosforescencia. Los aditivos preferidos en la presente invención incluyen absorbedores o reflectores de infrarrojo (por ejemplo, grafito), agentes de nucleación, y retardantes de llama.

15 En otra realización que tiene ventajas similares a la realización anterior, se añade un aditivo a la unidad de extrusor, preferentemente un extrusor de husillo gemelar. Debido a su dispersión favorable y propiedades de mezcla de cizalladura, un extrusor de husillo gemelar puede añadir flexiblemente aditivos sin requerir el uso de lotes maestros.

El experto en la técnica comprende que la combinación de las materias objetivo de las diversas reivindicaciones y realizaciones de la invención resulta posible sin limitación de la invención en el sentido de que dichas combinaciones son técnicamente viables. En la presente combinación, la materia objetivo de una cualquiera de las reivindicaciones se puede combinar con la materia objetivo de una o más de las otras reivindicaciones. En la presente combinación de las materias objetivo, la materia objetivo de una cualquiera de las reivindicaciones del proceso se puede combinar con la materia objetivo de una o más de las otras reivindicaciones del proceso o la materia objetivo de una o más reivindicaciones de material de plástico reciclado expansible granulado, o material de plástico conformado y expandido o artículo plástico expandido y moldeado, o la materia objetivo de una mezcla de una o más  
20 reivindicaciones de proceso y reivindicaciones de artículo. Por analogía, la materia objetivo de una cualquiera de las reivindicaciones de material o artículo se puede combinar con la materia objetivo de una o más de las reivindicaciones de material o artículo o la materia objetivo de una o más reivindicaciones de proceso o la materia objetivo de una mezcla de una o más reivindicaciones de material o artículo y reivindicaciones de proceso. A modo de ejemplo, la materia objetivo de una cualquiera de las reivindicaciones se puede combinar con las materias  
25 objetivo de cualquier número de las otras reivindicaciones sin limitación del alcance de que dichas combinaciones sean técnicamente viables.

El experto en la técnica comprende que la combinación de las materias objetivo de las diversas realizaciones de la invención resulta posible sin limitación de la invención. Por ejemplo, la materia objetivo de una de las realizaciones de proceso anteriormente mencionadas se puede combinar con la materia objetivo de una o más de las otras realizaciones de material anteriormente mencionadas o viceversa sin limitación, con tal de que sea técnicamente viable.  
35

### Breve descripción de los dibujos

La invención se explica con más detalle a continuación con referencia a las diversas realizaciones de la invención, así como también a los dibujos. Los dibujos esquemáticos muestran:

La Figura 1 muestra una vista esquemática de cinco realizaciones de un proceso y un sistema para reciclar y/o formular materiales de plástico expansible mediante la preparación de un material de plástico reciclado expansible granulado, un material de plástico extruido, conformado y expandido o un artículo plástico expandido moldeado, comprendiendo dicho sistema una unidad de extrusor, una unidad de mezclador-intercambiador de calor, una unidad de bombeo en masa fundida, junto con una boquilla, una unidad de granulación, y/o una unidad de moldeo por inyección.

La Figura 2 muestra una vista esquemática de tres realizaciones de un proceso y un sistema para reciclar y/o formular materiales de plástico expansible mediante la preparación de un material de plástico reciclado expansible granulado, comprendiendo dicho sistema una unidad de extrusor, una unidad de mezclador-intercambiador de calor, una unidad de bombeo en masa fundida y una unidad de granulación.

La Figura 3 muestra una vista esquemática de tres realizaciones de un proceso y un sistema para reciclar y/o formular materiales de plástico expansible mediante la preparación de un material de plástico expandido y conformado, comprendiendo dicho sistema una unidad de extrusor, una unidad de mezclador-intercambiador de calor, una unidad de bombeo en masa fundida y una boquilla.

Figura 4 Perlas expandidas que tienen densidades de (a) 21 g/l (Aumentos = 20) y (b) 11 g/l (Aumentos = 12) producidas a partir de material de plástico expandido granulado, generado por una realización del proceso de la invención.

Tabla 1 Tabla que compara las propiedades de peso molecular de materiales de plástico expansible (EPS) antes y después del proceso de la invención.

### Descripción detallada de la invención

#### Definiciones

Tal y como se usa en la memoria descriptiva y reivindicaciones de la presente solicitud, se deberían aplicar las siguientes definiciones:

5 “Un”, “una”, “el” y “la” como un antecedente pueden hacer referencia a cualquier singular o plural, a menos que el contexto indique lo contrario.

10 Un “material de plástico expansible” es un material de plástico que contiene una cantidad sustancial de agente de expansión, que es una cantidad detectable por medio de cromatografía de gases con espacio de cabecera. En algunas realizaciones, la cantidad de agente de expansión en el material de plástico expansible es de al menos un 1% en peso, preferentemente de un 4 a un 8% en peso. Por lo tanto, un material de plástico expansible se distingue de un producto expandido o ya espumado (que contiene como máximo únicamente niveles bajos de agente de expansión residual) obtenido a partir del moldeo o extrusión de un material de plástico expansible tal como EPS.

15 El experto en la técnica comprenderá que los granulados plásticos expansibles obtenidos a partir de la polimerización en suspensión convencional y los procesos de impregnación en masa fundida se pueden distinguir fácilmente unos de otros por su aspecto y composición química.

20 Los granulados procedentes de procesos de polimerización en suspensión tienen, de modo casi perfecto, forma esférica, mientras que los granulados procedentes de los procesos de impregnación en masa fundida son de forma esférica menos perfecta debido a que se preparan usando granuladores de hebra o sumergidos. Además, los granulados se pueden distinguir unos de otros, debido a que los granulados procedentes de un proceso de granulado de hebras o sumergido (procesos de impregnación en masa fundida) exhiben líneas de corte sobre su superficie procedentes del contacto con la cuchilla o cuchillo de corte, mientras que dichas líneas de corte se encuentran ausentes de la superficie de los gránulos preparados por medio de método de polimerización en suspensión.

25 Además, se conocen los sistemas especiales de tensioactivo por su uso para estabilizar el granulado de plástico expansible producido por el método de polimerización en suspensión. Dichos tensioactivos también se pueden denominar por medio de otros términos tales como estabilizadores de suspensión, agentes de suspensión, estabilizadores o coloides protectores. Estos tensioactivos normalmente se usan junto con un estabilizador de Pickering (o coloide protector), como se describe en los ejemplos de US8173714 B2. Alternativamente, se pueden usar junto con un tensioactivo aniónico o solos. Es importante apreciar que dichos sistemas de tensioactivo no se usan en el proceso de impregnación en masa fundida para preparar granulados de plástico expansible.

30 Algunos sistemas de tensioactivo representativos y sus componentes son “agentes de suspensión orgánicos, estabilizadores y tensioactivos aniónicos” divulgados en el documento US7.825.165B2, los “estabilizadores o agentes de suspensión” divulgados en el documento WO2014/009145A1, el “coloide protector” divulgado en el documento DE333157A11 y los “estabilizadores de suspensión y coloides protectores” divulgados en el documento US4036794AA1.

40 Por lo tanto, los granulados de plástico expansible preparados por medio de métodos de polimerización en suspensión y, con ello, que contienen tensioactivos y/o sus residuos son químicamente distintos de los preparados por medio de métodos de impregnación en masa fundida que carecen de estos tensioactivos y/o sus residuos. Estos tensioactivos y sus residuos se pueden detectar por medio de métodos analíticos convencionales tales como los divulgados en “Additives in Polymers: Industrial Analysis and Applications”, por parte de Jan C. J. Bart, publicado por John Wiley & Sons en 2005 (ISBN: 978-0-470-85062-6).

45 Un “agente de expansión” es una sustancia capaz de producir una estructura celular por medio de un proceso de espumación en un material de plástico que experimenta endurecimiento, solidificación o transición de fase. Convencionalmente, se conoce como agente de soplado químico o físico. En la presente invención, el agente de expansión es preferentemente un agente de soplado físico.

50 “El primer agente de expansión está sustancialmente presente en el material de plástico expansible granulado o se usa para formar bien el material de plástico extruido, conformado y expandido o bien el artículo plástico expandido y moldeado” significa que se pierde poco agente de expansión en el proceso de la invención. En una realización, la pérdida de agente de expansión es menor de un 1, preferentemente de un 0,8, más preferentemente de un 0,6, y lo más preferentemente menor de un 0,5% en peso, medido en base al peso del material de plástico expansible, por ejemplo, los granulados, y con respecto al contenido del primer agente de expansión introducido en el proceso mediante el material de plástico expansible en la corriente de alimentación.

Por ejemplo, en diversas realizaciones el material de plástico expansible de la corriente de alimentación tiene un

5 contenido de agente de expansión de aproximadamente un 4 a aproximadamente un 8, preferentemente de aproximadamente un 5 a aproximadamente un 6% en peso, y el material de plástico expansible granulado producido tiene un contenido de agente de expansión que es de aproximadamente un 0,05 a aproximadamente un 0,8% en peso menor cuando la corriente de alimentación consiste de forma esencial y exclusiva en el material de plástico expansible y no se añade agente de expansión adicional durante el proceso.

10 La cantidad del primer agente de expansión se puede determinar fácilmente por medio de comparación de la cantidad del primer agente de expansión con la cantidad total del agente de expansión presente en el material de plástico expansible granulado producido por medio del proceso, teniendo en cuenta, por ejemplo, la adición de cualquier agente de expansión adicional al proceso y la cantidad de cualquier material de plástico no expansible en la corriente de alimentación y las cantidades de aditivos añadidos etc. Para realizaciones en las que el producto se extruye directamente o se moldea por inyección, la cantidad de agente de expansión se puede medir tomando muestras de material de plástico expansible fundido poco antes de la boquilla o la unidad de moldeo por inyección, por ejemplo, por medio de un puerto de toma de muestras.

15 A modo de ejemplo, se puede usar análisis de gas en células de cromatografía de gases para medir la composición del agente de expansión en las diversas muestras intermedias o de producto, así como también su contenido en los métodos analíticos modificados. Se han desarrollado específicamente métodos de cromatografía de gases capilar con extracción múltiple en espacio de cabecera (MHE-CGC) para la determinación cuantitativa, exacta y rápida de los componentes volátiles en sólidos tales como plásticos. En particular, ASTM D4526 proporciona una Práctica Convencional para la Determinación de Volátiles en Polímeros por medio de Cromatografía de Gases con Espacio de Cabecera Estático. Alternativamente, también se pueden usar pares de análisis gravimétrico y térmico con FTIR o MS para el análisis cuantitativo de volátiles en plásticos. Diversos métodos convencionales para el análisis cuantitativo de especies volátiles tales como agentes de expansión se divulgan en Additives in Polymeros: Industrial Analysis and Applications, de J.C.J. Bart, publicado por John Wiley & Sons en West Sussex, Reino Unido en 2005 (ISBN 0-470-85062-0).

25 Alternativamente, el contenido del agente de expansión se puede medir indirectamente por medio de mediciones de densidad del material de plástico expansible granulado, el material de plástico extruido, conformado y expandido o los artículos de plástico expandido y moldeado producidos por medio del proceso de la invención. Dichas densidades se miden de acuerdo con ISO 845 o bien ASTM D1622. Las densidades de estos productos se pueden comparar entonces con las densidades de los productos obtenidos con procesos en los cuáles únicamente se han usado materiales de plástico no expansible vírgenes como corriente de alimentación y a los cuáles se han añadido cantidades conocidas de agente de expansión. Además, el contenido de agente de expansión se puede medir indirectamente a través de la medición de la viscosidad en masa fundida en la unidad de extrusor u otros puntos del sistema y comparando estos valores con las viscosidades en masa fundida de los materiales de plástico comparable vírgenes no expansibles en condiciones de proceso comparables de temperatura, presión y tiempo etc., en las que se han añadido cantidades conocidas del agente de expansión.

40 Se aprecia que se conocen métodos en línea de Infrarrojo Próximo (NIR) para el control del contenido de agente de soplado de perlas poliméricas. Por ejemplo, el documento EP 1752236 B1 divulga dichos métodos para controlar el contenido de agente de soplado de las perlas poliméricas usadas para preparar patrones en el proceso de moldeo de espuma perdida. Por lo tanto en una realización, se pueden usar mediciones NIR en línea para medir y controlar el contenido de agente de expansión, por ejemplo, en la corriente de alimentación 101 y/o el material 110 plástico expansible fundido para que la adición del agente de expansión 80 adicional se pueda llevar a cabo, con el fin de garantizar la obtención de un nivel especificado en el material 130 plástico expansible granulado o se puede usar para formar bien el material 140 plástico expandido, conformado y extruido o el artículo 150 plástico expandido y fundido. En realizaciones alternativas, el contenido de los agentes de expansión se puede medir indirectamente y controlar por medio de mediciones reométricas en línea.

45 En la presente invención, el contenido del primer agente de expansión presente en un material de plástico expansible (por ejemplo, antes, durante o después de completar el proceso de la invención) se define como el contenido tal y como viene determinado por medio de cromatografía de gases con espacio de cabecera.

50 Un "lote maestro" en la presente solicitud se define como un sólido (gránulo o mezcla seca) o aditivo líquido para el material de plástico expansible usado para conferir propiedades específicas al material de plástico expansible (lote maestro de aditivo).

De este modo, típicamente un lote maestro es una mezcla concentrada de aditivos encapsulados durante el proceso térmico en una resina de vehículo que, posteriormente, se enfría y somete a granulación. Los lotes maestros encuentran aplicación en la formulación y mejora de los materiales de plástico.

55 Los valores numéricos de la presente solicitud se refieren a valores promedio. Además, a menos que se indique lo contrario, los valores numéricos se deberían comprender para que incluyan valores numéricos que son iguales cuando se reduce al mismo número de dígitos significativos y valores numéricos que difieren del valor comentado en menos que el error experimental de la técnica de medición convencional del tipo descrito en la presente solicitud para determinar el valor.

Un proceso o sistema para reciclar materiales expansibles significa que el producto del proceso o producido por medio del sistema comprende al menos una parte de materiales expansibles reciclados. El material expansible reciclado contiene un primer agente de expansión, y es típicamente un material fuera de especificaciones (por ejemplo, pellas impregnadas demasiado pequeñas o demasiado grandes). En cualquier caso, el material expansible reciclado ya contiene el primer agente de expansión, y generalmente está en forma de gránulos o pellas. El primer agente de expansión no está limitado específicamente y generalmente es un agente de soplado físico convencional tal como HFC (por ejemplo, CFC-11), un HCFC (por ejemplo, HCFC-22, HCFC-142b, HCFC-134a o HFC-365-mfc), un HCC, un HFC, hidrocarburos (por ejemplo, isobuteno, un butano, un pentano, isopentano, o ciclopentano), formiato de metilo, metilol, agua, nitrógeno, CO<sub>2</sub> o sus combinaciones. El material de plástico expansible de la corriente de alimentación típicamente contiene de un 1 a un 10, preferentemente de un 2 a un 9, más preferentemente de un 5 a un 8% en peso de agente de soplado físico. De este modo, el material expansible reciclado es parte de una corriente de alimentación al proceso y al sistema.

En diversas realizaciones, los intermedios, el producto del proceso o producido por el sistema (es decir, el material expansible fundido, el material expansible fundido y filtrado, el material expansible granulado o el material de plástico extruido, conformado y expandido, dependiendo de las etapas particulares del proceso y de las unidades del sistema) comprenden al menos un 25, preferentemente un 50, más preferentemente un 75, incluso más preferentemente un 90% en peso, del modo más preferido esencialmente la totalidad del producto, como material expansible reciclado. Esencialmente todo significa que todo el% en peso del componente de resina del producto procede de material reciclado, rechazando de este modo la contribución de aditivos y/o agentes de expansión, etc.

Un proceso o sistema para formular materiales de plástico expansible significa que el producto del proceso o producido por medio del sistema comprende al menos una parte de los materiales expansibles preexistentes, tales como los producidos por el método de suspensión convencional de EPS. De este modo, una realización se refiere a la mejora de un material expansible de reserva preexistente para que aporte valor añadido y/o aditivos funcionales. Por lo tanto, el material expansible preexistente es una materia prima para el proceso y el sistema. En cualquier caso, el material expansible preexistente ya contiene un agente de expansión, y generalmente está en forma de granulado o pellas. En diversas realizaciones, los intermedios o el producto del proceso o producido por el sistema (es decir, el material expansible fundido, el material expansible fundido filtrado, el material expansible granulado, o el material de plástico extruido, conformado y expandido, dependiendo de las etapas particulares del proceso y las unidades del sistema) comprenden al menos un 50, preferentemente un 60, más preferentemente un 75, incluso más preferentemente un 90% en peso, de la forma más preferida esencialmente todo el producto, como material expansible preexistente. Esencialmente todo significa que todo el% en peso del componente de resina del producto está en forma de material expansible preexistente, rechazando de este modo la contribución de aditivos y/o agentes de expansión, etc.

Como se ha comentado anteriormente, la característica del proceso de la invención de reciclaje completo de las materias primas puramente recicladas de materiales de plástico expansible y/o la formulación o mejora de las materias primas de materiales granulados preexistentes de plástico expansible con únicamente una pérdida muy pequeña de agente de expansión, permiten por tanto el uso ventajoso de una temperatura de fusión y un perfil de temperaturas de proceso global más bajo. Esto es porque la presencia del primer agente de expansión 81 actúa para reducir la viscosidad del material de plástico fundido en la unidad del extrusor 10, y allí se permiten temperaturas de fusión máximas más bajas y perfiles de temperatura más suaves. En determinadas realizaciones, la viscosidad relativa en masa fundida en la unidad de extrusor 10 se puede medir convenientemente por medio de un reómetro en línea conectado directamente a la unidad de extrusor 10 por medio de un puerto, tal como un puerto M28 convencional.

El experto en la técnica, comprende que las combinaciones tanto de reciclaje como de formulación de materiales de plástico expansible resultan posibles, en las cuales se usan corrientes de alimentación de material expansible reciclado y materia prima preexistente de material expansible. Una característica de dicho proceso y sistemas en las diversas realizaciones comentadas anteriormente es que una parte sustancial o incluso esencialmente la totalidad de la materia prima contiene un primer agente de expansión 81. Por lo tanto, muchas de estas realizaciones requieren la adición de poco o incluso nada del agente de expansión 80 adicional.

No obstante, en algunas realizaciones, se añade agente de expansión 80 adicional, por ejemplo, para aumentar la carga de agente de expansión en el material 110 de plástico expansible fundido, por ejemplo en la mejora o formulación de la materia prima para una aplicación que requiera una carga mayor del agente de expansión o como consecuencia de que se ha perdido cierto agente de expansión a partir del material 100 de plástico expansible debido a almacenamiento durante largos períodos de tiempo y/o a temperaturas elevadas, antes del comienzo del proceso de la invención. En algunas de estas realizaciones, la viscosidad en masa fundida se controla en línea y se añade agente de expansión 80 adicional en una cantidad suficiente para mantener la viscosidad en masa fundida deseada en un valor constante. El agente de expansión 80 adicional no está limitado específicamente, y preferentemente es un agente de soplado físico. En diversas realizaciones, será igual o diferente del primer agente de expansión 81. En diversas realizaciones, preferentemente no es un CFC, HCFC, HCC o HFC debido a consideraciones ambientales.

La Figura 1 muestra una vista esquemática de las tres realizaciones de un proceso y un sistema 1 para reciclar y/o

formular materiales de plástico expansible por medio de la preparación de un material 110 expansible fundido, que posteriormente se somete a granulación, extrusor o moldeo por inyección. Estas realizaciones particulares del sistema 1 tienen únicamente una unidad de extrusor 10, una unidad 20 de mezclador-intercambiador de calor y una unidad 50 de bombeo en masa fundida, y cualquier unidad de granulación 40, boquilla 90, o unidad 95 de moldeo por inyección. De este modo, todas estas realizaciones carecen de la adición opcional de agente 80 de expansión opcional por medio del dispositivo 70 de dosificación de agente de expansión opcional. Además, la realización de la Figura 1 (b) comprende la adición de un aditivo 210 a un extrusor 12 de husillo gemelar, y la realización de la Figura 1 (c) comprende un extrusor 14 de husillo individual.

En la realización de la Figura 1 (d), el material 110 de plástico expansible fundido se alimenta en la unidad 95 de moldeo por inyección por medio de un sistema de tampón 96. En la realización de la Figura 1 (e), el material 110 de plástico expansible fundido se granula en primer lugar para dar lugar a un material 130 de plástico expansible granulado, que posteriormente se alimenta en una unidad 95 de moldeo por inyección fuera de línea.

El proceso y sistema de la invención no están específicamente limitados, a menos que se afirme lo contrario. Los procesos y sistemas para la preparación de los polímeros expansibles, así como también sus aplicaciones, se conocen bien y se describen, por ejemplo, en el Handbook of Polymer Foams editado por D. Eaves y publicado por Rapra Press of Shawbury, Reino Unido el 1 de enero de 2004 (ISBN 1-85957-388-6), y Handbook of Polymeric Foams and Foam Technology, 2ª edición por D. Klemper, V. Sendjarevic y R.M. Aseeva publicado por Hanser Gardner Publ. de Munich, Alemania en abril de 2004 (ISBN 1-56990-336). Divulgaciones adicionales de los procesos para preparar granulados de polímero expansible se encuentran en los documentos US 4.243.717; US 5.000.891; y US 4.606.873.

A menos que indique específicamente lo contrario, el proceso de la invención puede comprender las etapas y usar polímeros y materias primas como las convencionales y conocidas en la técnica. Las etapas de procesado incluyen secado, trituración, mezcla, alimentación, transporte, homogeneización y formulación. Los polímeros usados como materia prima para la producción de material 110 expansible fundido incluyen poliestireno, poliolefinas tales como polietileno o polipropileno, poliuretanos, alcohol etilen vinílico, poli(alcohol vinílico), policaprolactona, poli(ácido láctico), almidón, poli(tereftalato de etileno), poli(tereftalato de butileno), elastómero de poli(tereftalato de butileno), poli(tereftalato de ciclohexano), poli(naftalato de etileno), termoplásticos de ingeniería tales como policarbonato o poli(óxido de fenileno) o mezclas y/o copolímeros de los mismos.

Los aditivos para su uso en el proceso y sistema de la invención incluyen aditivos para la reducción de fricción (agentes de deslizamiento), antioxidante, estabilizador de luz, agente anti-formación de bloques, anti-estático, anti-empañamiento/humectante, tecnología de dispersión, estabilizadores de proceso, absorbedor de infrarrojos, reflector de infrarrojos y absorbedores UV de nano-partículas. De este modo, el material 110 de plástico expansible fundido, el material 120 de plástico expansible fundido filtrado, el material 130 de plástico expansible granulado, y el material 140 de plástico extruido, conformado y expandido pueden contener también aditivos convencionales en cantidades eficaces, tales como colorantes, materiales de relleno, estabilizadores, retardantes de llama, agentes sinérgicos, agentes de nucleación, lubricantes, agentes antiestáticos, pigmentos, negro de carbono, grafito, aluminio, partículas inorgánicas, partículas atóxicas y ceras. Dichos aditivos se pueden añadir a través de corrientes laterales, permitiendo de este modo el procesado de los aditivos líquidos y sólidos, así como también de los lotes maestros. La homogeneización necesaria para la distribución uniforme de aditivo dentro del producto se puede lograr de manera favorable por medio del uso de mezcladores estáticos.

De este modo, en las realizaciones del proceso de la invención, el material 110 plástico expansible fundido o un material 120 plástico expansible fundido filtrado que se puede obtener, preferentemente que se obtiene, durante el transcurso del proceso preferentemente contiene uno o más aditivos, más preferentemente al menos un compuesto de retardante de llama y al menos uno del grupo que consiste en un estabilizador en masa fundida, un agente sinérgico, un reflector de infrarrojos, un absorbedor de infrarrojos, un pigmento, un agente de nucleación y una cera. Estos materiales de plástico fundido expansible y formulado se granulan posteriormente, se someten a extrusión, o se moldean por inyección de forma directa o indirecta.

El experto en la técnica comprenderá que un material 130 plástico expansible granulado, que se puede obtener, preferentemente que se obtiene, por medio del proceso de la invención, que preferentemente contiene uno o más aditivos, más preferentemente al menos un compuesto retardante de llama y al menos uno del grupo que consiste en un estabilizador en masa fundida, un agente sinérgico, un reflector de infrarrojos, un absorbedor de infrarrojos, un pigmento, un agente de nucleación y una cera, en el que el material 100 plástico expansible en la corriente de alimentación 101 se obtiene a partir de un método de polimerización en suspensión, se puede distinguir fácilmente de los materiales plástico expansibles granulados conocidos en la técnica. Esto es porque estos materiales de plástico expansible granulado de la presente realización tienen características de la granulación sumergida, tal como una forma menos perfectamente esférica junto con la presencia de líneas de corte sobre su superficie, combinado con la firma química del proceso de polimerización en suspensión, tal como un componente detectable de un sistema tensioactivo o su residuo. De este modo, la observación visual de las líneas de corte sobre la superficie junto con la detección de un componente de un sistema de tensioactivo o su residuo por medio de métodos de análisis químico se puede usar para identificar el único material 130 plástico expansible granulado de la presente realización.

- El sistema de la invención puede comprender unidades, subunidades y agentes auxiliares como resulta convencional y conocido en la técnica de extrusión que incluye bombas, tolvas, alimentadores, intercambiadores de calor, mezcladores estáticos, aglutinantes, inductores, sistemas de control, suministros eléctricos, suministros de fluido de calentamiento y refrigerante y distribuciones, bombas, válvulas, tuberías, líneas, recipientes, tambores, tanques, y sensores para la medición de parámetros tales como flujo, temperaturas, presiones y niveles. El proceso y el sistema de la invención se pueden controlar de manera apropiada por medio de una interfaz de ordenador equipado con sensores apropiados. Los sistemas de extrusión y sus componentes y procesos de operación resultan conocidos, por ejemplo, a partir de *Extrusion: The Definitive Processing Guide and Handbook*, de H. F. Giles Jr, E.M. Mount III, J.R. Wagner, publicado por Williams Andrews de Norwich, Nueva York en 2005 (ISBN 0-8155-1473-5).
- La unidad de extrusor 10 no está específicamente limitada y puede ser un amasador en masa fundida, un extrusor 14 de husillo individual, como en la Figura 1 (c), o un extrusor 12 de husillo gemelar, como en la Figura 1 (b). Como se muestra en la Figura 1 (b), el proceso puede incluir una etapa en la que se añade un aditivo 210 a la unidad de extrusor 10, preferentemente un extrusor 12 de husillo gemelar.
- La unidad 20 de mezclador-intercambiador de calor no está específicamente limitada, y puede ser un intercambiador de calor de tubos y cubierta, un intercambiador de calor de contacto directo, un intercambiador de calor de espiral, preferentemente puede ser un intercambiador de calor tubular con elementos de mezcla y flujo pistón, tal como un enfriador-mezclador estático Sulzer SMR.
- La unidad 50 de bomba en masa fundida no está específicamente limitada, y, por ejemplo, puede ser una bomba de engranajes de accionamiento por doble eje o eje individual. Funciona para garantizar la formación de presión necesaria que permita la filtración opcional en masa fundida y la formación de pellas con un aporte energético muy reducido. El experto en la técnica comprenderá que la ubicación de la unidad 50 de bombeo en masa fundida generalmente viene definida por el tipo de extrusor usado (es decir, extrusor gemelar o extrusor individual) así como también por el tamaño del sistema. Por lo tanto, una realización preferida de la Figura 1B, incluiría un extrusor 12 de husillo gemelar con un puerto de aditivo 210, un intercambiador 20 de calor y mezclador, una unidad 50 de bombeo en masa fundida y una unidad de granulación 40 o boquilla 90. Una realización preferida de la Figura 1c incluiría una segunda unidad 50 de bombeo en masa fundida tras el extrusor 14 de husillo individual. Similarmente, las realizaciones preferidas de otros sistemas basados en extrusores 14 de husillo individual (por ejemplo, las Figuras 2c y 3c) tendrían una segunda unidad 50 de bombeo en masa fundida tras el extrusor 50 de husillo individual. En el proceso y sistema de la invención, las temperaturas típicas de la unidad de extrusor 10 son desde temperaturas de fusión mínimas de al menos aproximadamente 110, preferentemente 120, más preferentemente 140, lo más preferentemente 150 °C. Las temperaturas de fusión en el mezclador-intercambiador de calor típicamente son de aproximadamente 150 a aproximadamente 200, preferentemente de aproximadamente 155 a aproximadamente 190, más preferentemente de aproximadamente 160 a aproximadamente 180 °C. En muchas realizaciones, la temperatura de fusión en el mezclador-intercambiador de calor 20 es aproximadamente la misma o preferentemente menor que la de la unidad de extrusor 10. La diferencia entre la temperatura de fusión mínima en la unidad de extrusor 10 y la temperatura máxima de la masa fundida en la unidad 20 de mezclador-intercambiador de calor es de 0 a 15 °C. Se aprecia que las temperaturas de fusión se pueden medir de manera apropiada por medio de termopares comunes de masa fundida de montaje instantáneo, por ejemplo, con frecuencia instalados en el recipiente del extrusor, pero ocasionalmente montados en el adaptador de boquilla.
- Además, las realizaciones de la Figura 1 pueden tener opcionalmente unidades adicionales y dispositivos y etapas (no mostrados) en la preparación de un material expansible fundido. Dichas características de sistema opcional y etapas de proceso pueden incluir: una o más unidad(es) 60 de mezclador estático opcional(es) para la mezcla adicional opcional del material 110 plástico expansible fundido; un dispositivo 70 de dosificación de agente de expansión opcional realizado para inyectar un agente 80 de expansión opcional en la unidad de extrusor 10 y/o en el interior o antes de una de las unidades 60 de mezclador estático opcionales; una unidad (30) de filtración en masa fundida opcional para la filtración opcional del material 110 plástico expansible fundido con el fin de formar un material 120 expansible fundido filtrado.
- Se aprecia que las realizaciones de la Figura 1 continúan aguas abajo hasta una unidad de granulación 40 tal como un granulador sumergido para preparar los granulados expansibles o un granulador de hebras para formar hebras espumadas, o hasta una boquilla 90 para formar tubos espumados, placas u otras formas, o pueden continuar directa o indirectamente hasta un sistema 95 de moldeo por inyección para formar indirecta (fuera de línea) o incluso directamente artículos espumados en un proceso integrado y continuo o semicontinuo.
- La Figura 2 ilustra tres realizaciones a modo de ejemplo del proceso y sistema para preparar un material 130 de plástico expansible granulado. De este modo, todas estas realizaciones tienen una unidad 40 de granulación para producir un material 130 de plástico expansible granulado a partir de un material 120 de plástico expansible fundido filtrado. Además, se ilustra que puede estar presente una unidad 30 opcional de filtración en masa fundida para llevar a cabo una filtración opcional del material 110 de plástico expansible fundido con el fin de formar un material 120 expansible fundido filtrado. En las realizaciones a modo de ejemplo (a) a (c) existe una adición de agente 80 de expansión adicional opcional por medio de un dispositivo 70 opcional de dosificación de agente de expansión. En la realización (a), la adición del agente 80 de expansión adicional es a la unidad de extrusor 10, y en la realización (b), la adición es un extrusor 12 de husillo gemelar.

En la realización (c) de la Figura 2, el dispositivo 70 de dosificación de agente de expansión se realiza para inyectar el agente 80 de expansión adicional opcional tanto en el interior como antes de la unidad 60 de mezclador estático, en particular una primera unidad 61 de mezclador estático, en la que en una primera unidad 61 de mezclador estático se lleva a cabo una etapa de dispersión y se somete la mezcla a mezcla intensiva; y en la que en una segunda

5 unidad 62 de mezclador estático se lleva a cabo una etapa de retención y se somete la mezcla a una mezcla menos intensiva (homogeneización) que en la primera unidad 61 de mezclador estático. La Figura 2 (b) ilustra que la(s) unidad(es) 60 de mezclador estático opcional(es) se puede(n) usar alternativamente para proporcionar simplemente mezcla adicional del material 110 de plástico expansible fundido y el agente 80 de expansión adicional opcional se puede añadir de forma preliminar, como en la presente realización, o incluso se puede no añadir (no mostrado).

10 Las realizaciones de la Figura 2 también ilustran que la unidad 50 de bombeo en masa fundida puede estar ubicada bien aguas arriba de la unidad 20 de mezclador-intercambiador de calor o bien aguas debajo de la unidad de extrusor 10 como en la Figura 2 (a), o la unidad 50 de bombeo en masa fundida puede estar ubicada aguas abajo de la unidad 20 de mezclador-intercambiador de calor y aguas arriba de la unidad de granulación 40 (o alternativamente una boquilla 90 o unidad 95 de moldeo por inyección), como en la Figura 2 (b) y (c).

15 La Figura 3 ilustra tres realizaciones a modo de ejemplo del proceso y sistema para preparar un material 140 de plástico extruido, conformado y expandido. De este modo, todas estas realizaciones tienen una boquilla 90 para producir un material 140 de plástico extruido, conformado y expandido bien a partir de un material 120 de plástico expansible fundido y filtrado o bien a partir de un material 110 de plástico expansible fundido. La boquilla 90 no está específicamente limitada, y puede ser una boquilla de lámina de tipo gancho de revestimiento para productos de

20 lámina, una boquilla con forma de T o una boquilla anular para productos de película, una boquilla anular para tuberías y tubos, una boquilla de extrusión de perfil abierto o cerrado, o una boquilla de co-extrusión. Las boquillas y su diseño se divulgan, por ejemplo, en "Design of Extrusion Dies" por parte de M.M. Kostic y L.G. Reifschneider en Encyclopedia of Chemical Processing, publicado en 2006 por Taylor & Francis (DOI: 10.1081/E-ECHP-120039324).

25 Como en las realizaciones de la Figura 2, las realizaciones de la Figura 3 (a) y (b) ilustran la adición de un agente 80 de expansión adicional por medio de un dispositivo 70 de dosificación de agente de expansión a un extrusor 12 de husillo gemelar o un primer mezclador estático 61, respectivamente. Las realizaciones de la Figura 3 (b) y (c) ilustran que el proceso y sistema de la invención puede tener más de una unidad 50 de bombeo en masa fundida y la realización de la Figura 3 (c) ilustra que se puede añadir un lote maestro 200 a la unidad de extrusor 10, preferentemente un extrusor 14 de husillo individual.

### 30 Ejemplos

Los siguientes ejemplos se explican para proporcionar a los expertos comunes en la técnica una descripción detallada de como se evalúan los procesos, el material 110 de plástico expansible fundido, el material 130 de plástico expansible granulado, el material 140 de plástico extruido, conformado y expandido y el artículo 150 de

35 plástico moldeado y expandido, y los usos reivindicados en la presente memoria, y no se pretende que limiten el alcance de los que inventores consideran su invención.

En todos los ejemplos, se usó el método cromatográfico de gases con espacio de cabecera para cuantificar el contenido del agente de expansión en las diversas corrientes de alimentación, así como también el material de plástico expansible granulado producido. En algunos ejemplos, las propiedades de peso molecular del material de plástico expansible granulado producido se caracterizó por medio de mediciones GPC. El peso molecular absoluto

40 de PS tras el procesado se midió en tetrahidrofurano (THF) por medio de cromatografía de permeabilidad de gel (GPC) usando un Malvern GPCmax (Malvern Instruments Ltd. Reino Unido) con dos columnas polares I-MBHMW 3078 y una columna de protección orgánica polar I-Guard 0748, y un detector triple (índice de refracción, dispersión de luz, y viscosímetro). Las muestras disueltas (4 mg/ml) se filtraron (un filtro de jeringa ChromafilXtra PTFE, tamaño de poro de 0,45  $\mu\text{m}$ ) antes de la inyección. THF, HPLC calidad 99,9% con estabilizador, se adquirió en Sigma Aldrich; se usó tal y como se recibió. Se calibró en primer lugar Viscotek TDAMax con un patrón de poliestireno de distribución estrecha (PS) y se validó por medio de un control PS de distribución amplia; el error de la medición de  $M_n$  y  $M_w$  de PS estuvo por debajo de un 5%.

#### Ejemplo 1

En el presente ejemplo se usó un sistema 1 que comprendía un extrusor 12 de husillo gemelar equipado con un

50 equipo de dosificación gravimétrico y un puerto de inyección de pentano, una primera y segunda unidades 61 y 62 de mezclador estático, un intercambiador de calor de tipo SMR como unidad 20 de mezclador-intercambiador de calor, dos bombas 50 de masa fundida, una válvula de desviador, un filtro de control como unidad 30 de filtración en masa fundida y un sistema granulador sumergido como unidad de granulación 40. La corriente de alimentación 101 consistió esencialmente en EPS que contenía aproximadamente un 5,4% en peso de pentano y agentes de nucleación como material 100 plástico expansible. Se aprecia una pérdida de pentano de aproximadamente un 0,4% en peso en el material 130 plástico expansible granulado, que tuvo un contenido de aproximadamente un 5% en peso de pentano sin agente de expansión adicional añadido. En parte del ensayo, se confirmó que el contenido de pentano se podría aumentar cuando se inyectó la adición de pentano en el extrusor 12 de husillo gemelar.

## Ejemplo 2

En el presente ejemplo se usó otro sistema 1 que comprendía un extrusor 12 de husillo gemelar equipado con un equipo de dosificación gravimétrico y un puerto de inyección de pentano, una primera y segunda unidades 61 y 62 de mezclador estático, un intercambiador de calor de tipo SMR como unidad 20 de mezclador-intercambiador de calor, dos bombas 50 de masa fundida, una válvula de desviador, un filtro de control como unidad 30 de filtración en masa fundida y un sistema granulador sumergido como unidad de granulación 40. La corriente de alimentación 101 consistió esencialmente en EPS que contenía aproximadamente un 6% en peso de pentano y agentes de nucleación como material 100 plástico expansible. Se formuló adicionalmente el presente material de reciclaje por medio de la adición de un 3,5% en peso de absorbedor de infrarrojos. Se controló la temperatura de fusión global para que estuviese entre 170 °C y 172 °C. Se observó una pérdida de pentano de aproximadamente un 0,8-0,6% en peso de pentano con el presente procesado, y de este modo el material 130 de plástico expansible granulado tuvo un contenido de aproximadamente un 5,2 a aproximadamente un 5,4% en peso de pentano. Se confirmó una dispersión homogénea del absorbedor de infrarrojos por medio de microscopía óptica, y se produjeron micropellas con un tamaño promedio de perla de aproximadamente 1,4 mm.

## Ejemplo 3

En el presente ejemplo se usó un sistema 1 que comprendía un extrusor 12 de husillo gemelar equipado con un equipo de dosificación gravimétrico, un enfriador de tipo SMR como unidad 20 de mezclador-intercambiador de calor, una bomba 50 de masa fundida, una válvula de desviador, una unidad 30 de filtración en masa fundida y un sistema granulador sumergido como unidad de granulación 40. La corriente de alimentación 101 consistió esencialmente en EPS que contenía aproximadamente un 5% en peso de pentano, agentes de nucleación y un revestimiento antiestático como material 100 plástico expansible. Este material de reciclaje se formuló de forma adicional por medio de la adición de un 3% en peso de absorbedor de infrarrojos. La temperatura de fusión en el extrusor se optimizó a un valor entre 165 y 171 °C, en la válvula de desviador a un valor entre 152 y 154 °C, y con ello se pudo lograr una temperatura de fusión final de 152 a 154 °C. Se confirmó una dispersión homogénea del absorbedor de infrarrojos por medio de microscopía óptica.

## Ejemplo 4

En el presente ejemplo se usó otro sistema 1 que comprendía un extrusor 12 de husillo gemelar equipado con un equipo de dosificación gravimétrico, un enfriador de tipo SMR como unidad 20 de mezclador-intercambiador de calor, una bomba 50 de masa fundida, una válvula de desviador, una unidad 30 de filtración en masa fundida y un sistema granulador sumergido como unidad de granulación 40. La corriente de alimentación 101 consistió esencialmente en EPS que contenía aproximadamente un 5-8% en peso de agente de expansión y un 2-4% en peso de retardante de llama como material 100 plástico expansible. El presente material de reciclaje se formuló de forma adicional por medio de la adición de un 0,2% en peso de agente de nucleación y un 4% en peso de absorbedor de infrarrojos. El proceso fue estable durante un tiempo de ensayo de aproximadamente 12 horas, y se controló la temperatura de fusión total para que estuviera en un valor entre aproximadamente 150 °C y aproximadamente 155 °C. Se aprecia una pérdida de agente de expansión de aproximadamente un 0,2-0,5% en peso en el material 130 de plástico expansible granulado. Se confirmó una dispersión homogénea del absorbedor de infrarrojos por medio de microscopía óptica, y se produjeron micropellas con un tamaño promedio de perla de entre aproximadamente 1,35 y aproximadamente 1,6 mm.

Posteriormente, se expandieron estas micropellas usando un equipo de pre-espumación comercial convencional hasta densidades de 21 g/l y 11 g/l (Figura 4). De este modo, el presente ejemplo demuestra que el reciclaje de EPS se puede reprocesar satisfactoriamente como corriente de alimentación 110 usando el proceso de la invención para dar lugar a un material 130 de plástico expansible granulado, que se puede expandir satisfactoriamente y moldear usando un equipo comercial y condiciones de procesado convencionales para proporcionar productos moldeados y expandidos sustancialmente idénticos a los obtenidos a partir de EPS "virgen".

La Tabla 1 proporciona una tabla resumen que compara las propiedades de peso molecular de algunos materiales de plástico expansible (EPS) antes y después del proceso de la invención. Se puede apreciar que la degradación del material de plástico expansible con el procesado para reciclar el EPS es mínima, y el alcance de la reducción de peso molecular y el ensanchamiento del índice de polidispersidad del polímero dependen de las condiciones de procesado usadas. Las condiciones de procesado tales como temperatura y cizalladura se pueden controlar para limitar la degradación del material, en particular en presencia de un retardante de llama, al tiempo que se permite una dispersión excelente de las partículas, tales como agentes de nucleación, o absorbedores/reflectores de infrarrojos. El sistema divulgado 1 se puede operar de manera favorable para evitar la degradación del retardante de llama presente en la materia prima de material de plástico expansible reciclado y/o el retardante de llama que se dosifica como aditivo.

Aunque se han explicado diversas realizaciones con fines de ilustración, no deberían interpretarse las descripciones anteriores como una limitación del alcance de la presente memoria. Por consiguiente, se contemplan diversas modificaciones, adaptaciones y alternativas para el experto en la técnica sin apartarse del alcance de la presente memoria.

Números de referencia

- 1 Sistema
- 10 Unidad de extrusor
- 12 Extrusor de husillo gemelar
- 14 Extrusor de husillo individual
- 20 Unidad de mezclador-intercambiador de calor
- 25 Unidad de desgasificación
- 30 Unidad opcional de filtración en masa fundida
- 40 Unidad de granulación
- 50 Unidad de bombeo en masa fundida
- 60 Unidad opcional de mezclador estático
- 61 Primera unidad de mezclador estático
- 62 Segunda unidad de mezclador estático
- 70 Dispositivo de medición de agente de expansión
- 80 Agente de expansión adicional
- 81 Primer agente de expansión
- 90 Boquilla
- 95 Unidad de moldeo de inyección
- 96 Sistema tampón
- 100 Material de plástico expansible
- 101 Corriente de alimentación
- 110 Material de plástico expansible fundido
- 120 Material de plástico expansible fundido filtrado
- 130 Material de plástico expansible granulado
- 140 Material de plástico extruido, conformado y expandido
- 150 Artículo de plástico moldeado y expandido
- 200 Lote maestro
- 210 Aditivo

Tabla 1

<b>Material</b>	<b>Retardante de llama</b>	<b>Condiciones de procesado</b>	<b>Contenido de aditivo de absorción de infrarrojos</b>	<b>Cambio en Mn</b>	<b>Cambio en Mw</b>	<b>Cambio en Mw/Mn</b>
			[%]	[%]	[%]	[%]
EPS 2	si	bajo rendimiento; bajo cizalladura	4	-19	-10	14
EPS 1	No	bajo rendimiento; alta cizalladura	3	-35	-15	33
EPS 1	No	alto rendimiento; alta cizalladura	3	-28	-14	22
EPS 3	No	bajo rendimiento; baja cizalladura elementos de mezcla adicionales	3.5	-26	-16	-4

**REIVINDICACIONES**

1. Un proceso para reciclar y/o formular materiales de plástico expansible usando un sistema (1) que comprende las unidades siguientes en comunicación fluida unas con otras y en la siguiente secuencia:

- una unidad de extrusor (10)

5 - una unidad de mezclador-intercambiador de calor (20)

comprendiendo además el sistema (1) una unidad (50) de bombeo en masa fundida también en comunicación fluida con dichas unidades (10, 20) previas,

en el que la unidad (50) de bombeo en masa fundida está ubicada bien aguas arriba de la unidad (20) de mezclador-intercambiador de calor o bien aguas abajo de la unidad de extrusor (10) O la unidad (50) de bombeo en masa fundida está ubicada aguas abajo de la unidad (20) de mezclador-intercambiador de calor, comprendiendo dicho proceso las etapas de:

- fundir una corriente de alimentación (101) que comprende un material (100) de plástico expansible que contiene un primer agente de expansión (81) en la unidad de extrusor (10) para formar un material (110) de plástico expansible fundido,

15 - enfriar el material (110) de plástico expansible fundido en la unidad (20) de mezclador-intercambiador de calor;

- controlar la presión en masa fundida del material (110) de plástico expansible fundido por medio de la unidad (50) de bombeo en masa fundida,

y posteriormente bien:

20 (i) granulación del material (110) de plástico expansible fundido por medio de una unidad de granulación (40) para formar un material (130) de plástico expansible granulado,

(ii) extrusión del material (110) de plástico expansible fundido por medio de una boquilla (90) a una presión reducida controlada, preferentemente presión atmosférica, para dar lugar a un material (140) de plástico extruido, conformado y expandido, O

25 (ii) moldeo por inyección del material (110) de plástico expansible fundido por medio de una unidad (95) de moldeo por inyección para formar un artículo (150) de plástico expandido moldeado,

en el que el material (100) de plástico expansible comprende al menos un 40%, más preferentemente un 60%, incluso más preferentemente un 90% en peso, y de la manera más preferida esencialmente toda la corriente de alimentación (101), en el que el sistema (1) no tiene una unidad de desgasificación (25) y el primer agente de expansión (81) no se desgasifica durante un proceso de fusión en el sistema (1), de manera que el primer agente de expansión (81) está sustancialmente presente en el material (130) de plástico expansible granulado o se usa para formar el material (140) de plástico extruido, conformado y expandido o el artículo (150) de plástico moldeado y expandido,

30 en el que el sistema (1) además comprende una o más unidad(es) (60) de mezclador estático y se lleva a cabo una mezcla adicional del material (110) de plástico expansible fundido por medio de la(s) unidad(es) (60) de mezclador estático, y en el que la unidad (30) de filtración en masa fundida está presente y se lleva a cabo una filtración del material (110) de plástico expansible fundido por medio de la unidad (30) de filtración en masa fundida para formar un material (120) expansible fundido filtrado, antes de la granulación, extrusión o moldeo por inyección.

2. El proceso de la reivindicación 1, en el que el dispositivo (70) de dosificación de agente de expansión se encuentra ausente del sistema (1) y no se lleva a cabo adición alguna de agente de expansión (80) adicional.

40 3. El proceso de la reivindicación 1, en el que el dispositivo (70) de dosificación de agente de expansión está presente y se lleva a cabo una adición de un agente de expansión (80) adicional por medio del dispositivo (70) de dosificación de agente de expansión.

4. El proceso de la reivindicación 3, en el que el dispositivo (70) de dosificación de agente de expansión se realiza para inyectar el agente (80) de expansión adicional en la unidad de extrusor (10).

45 5.- El proceso de la reivindicación 3, en el que el dispositivo (70) de dosificación de agente de expansión se realiza para inyectar el agente de expansión (80) adicional en el interior y/o antes de la(s) unidad(es) (60) de mezclador estático.

6. El proceso de la reivindicación 5, en el que al menos dos unidades (60) de mezclador estático están presentes, en el que en una primera unidad (61) de mezclador estático se lleva a cabo una etapa de dispersión y que somete la mezcla a homogeneización intensiva; y en el que en una segunda unidad (62) de mezclador estático se lleva a cabo

50

una etapa de retención que somete la mezcla a una homogeneización menos intensiva que en la primera unidad (61) de mezclador estático.

7. El proceso de una cualquiera de las reivindicaciones 3 a 6, en el que el agente de expansión (80) opcional se inyecta y comprende un gas inerte, un metilol, formiato de metilo, un pentano, un butano o sus mezclas.

5 8. El proceso de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que se añade un lote maestro (200) a la unidad de extrusor (10), preferentemente un extrusor (14) de husillo individual.

9. El proceso de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que se añade un aditivo (210) a la unidad de extrusor (10).

10 10. El proceso de una cualquiera de las reivindicaciones 1 o 9, en el que la unidad de granulación (40) es un granulador sumergido o de hebras.

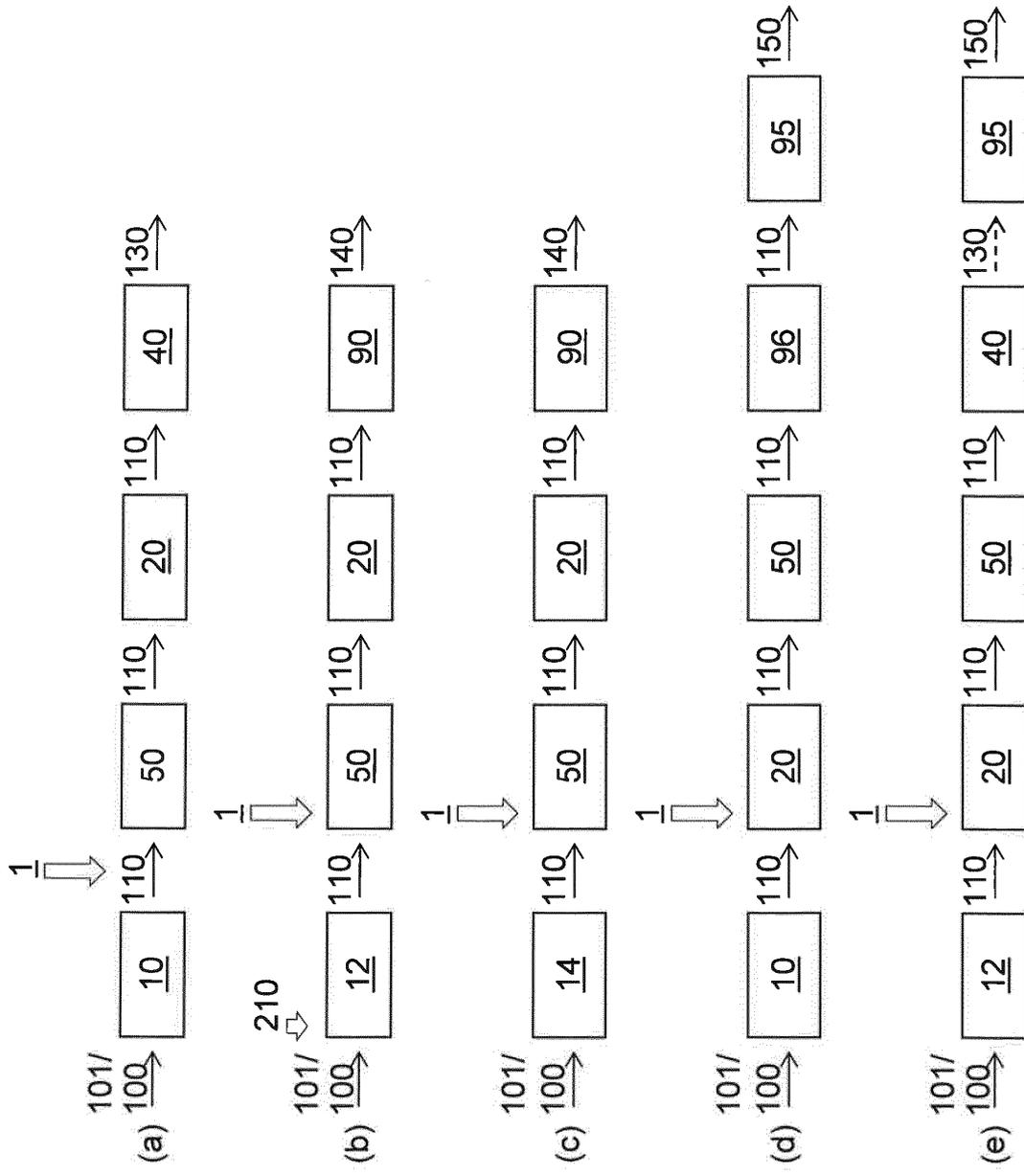


FIG 1

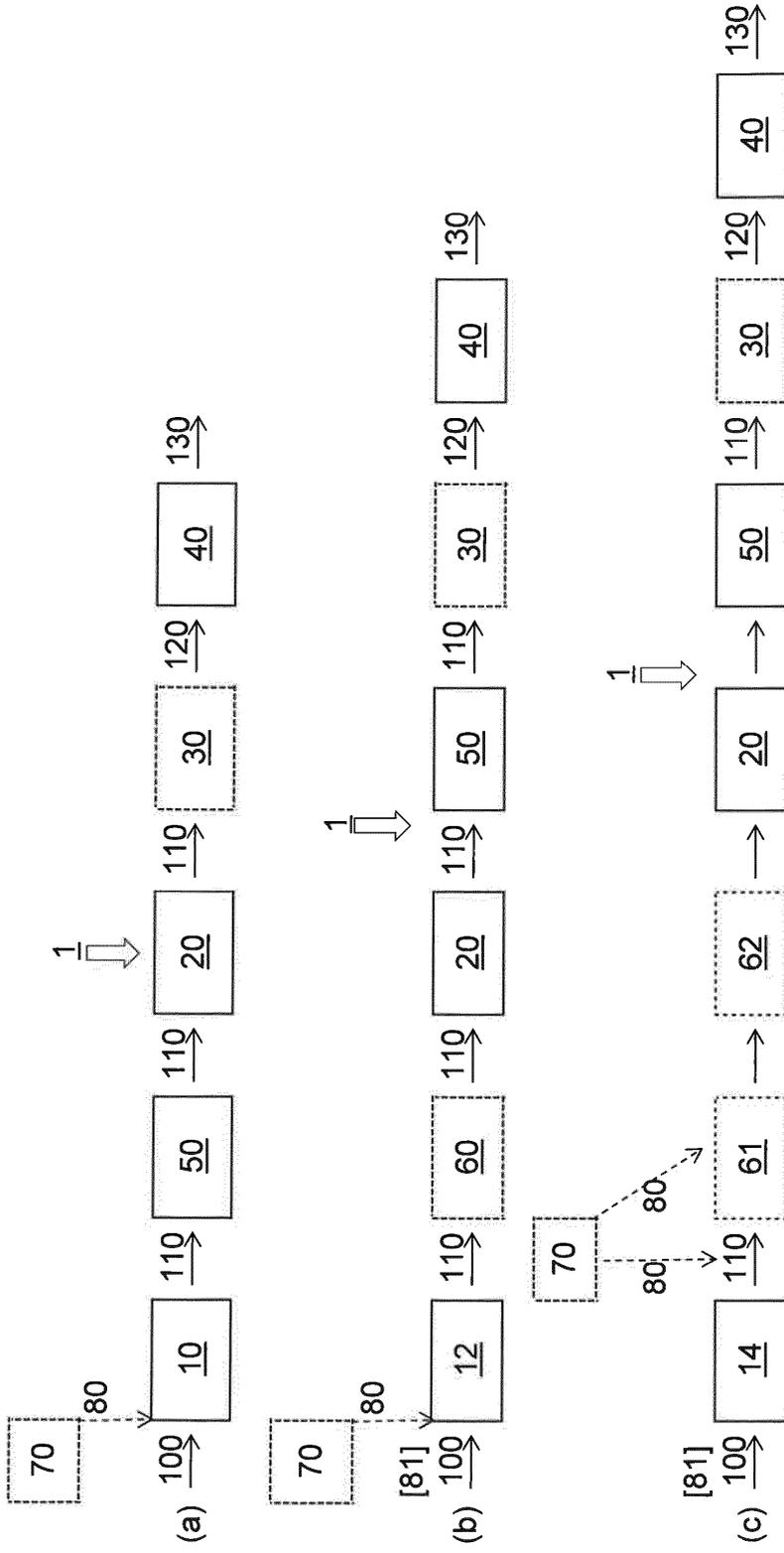


FIG 2

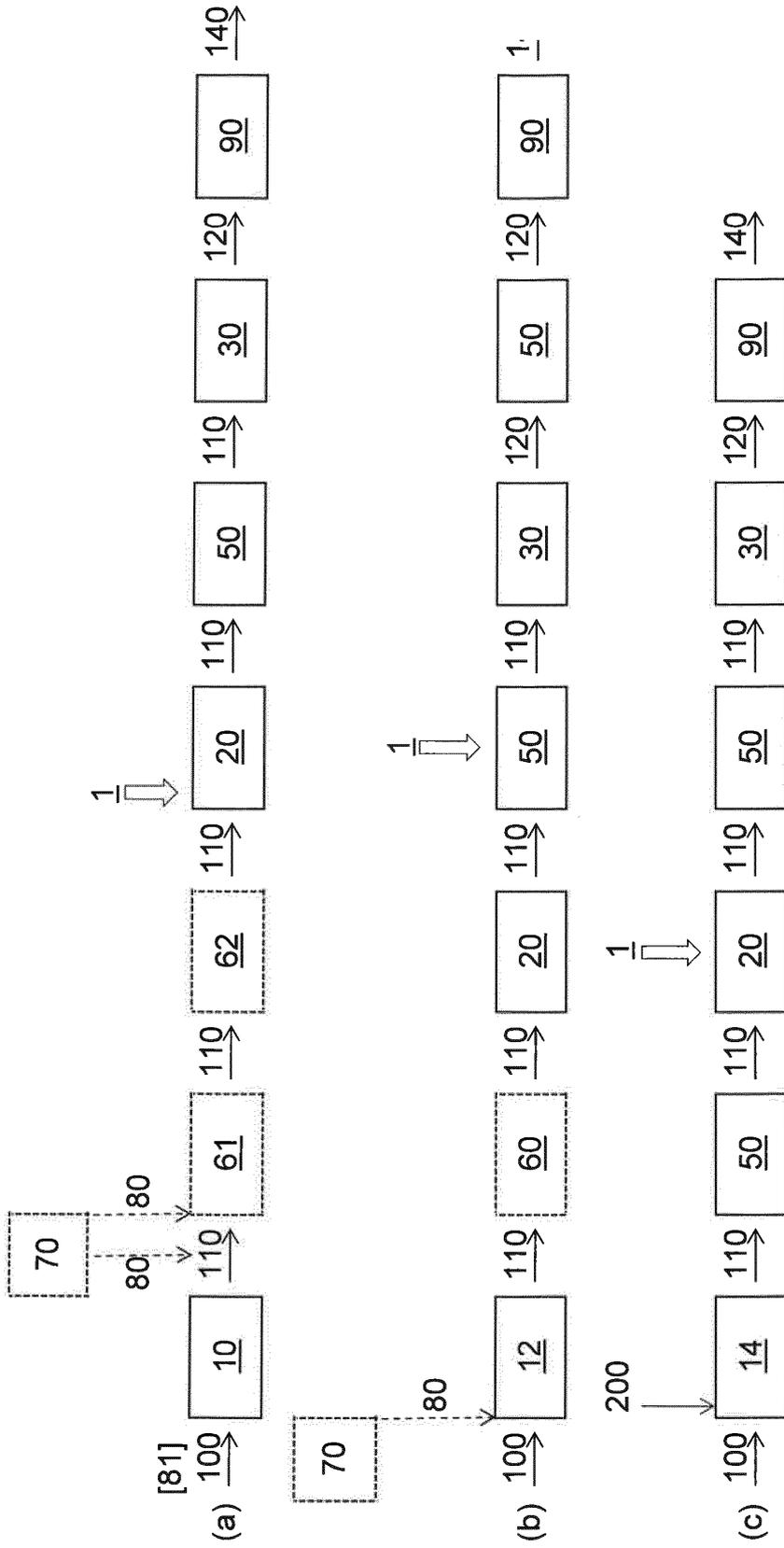


FIG 3

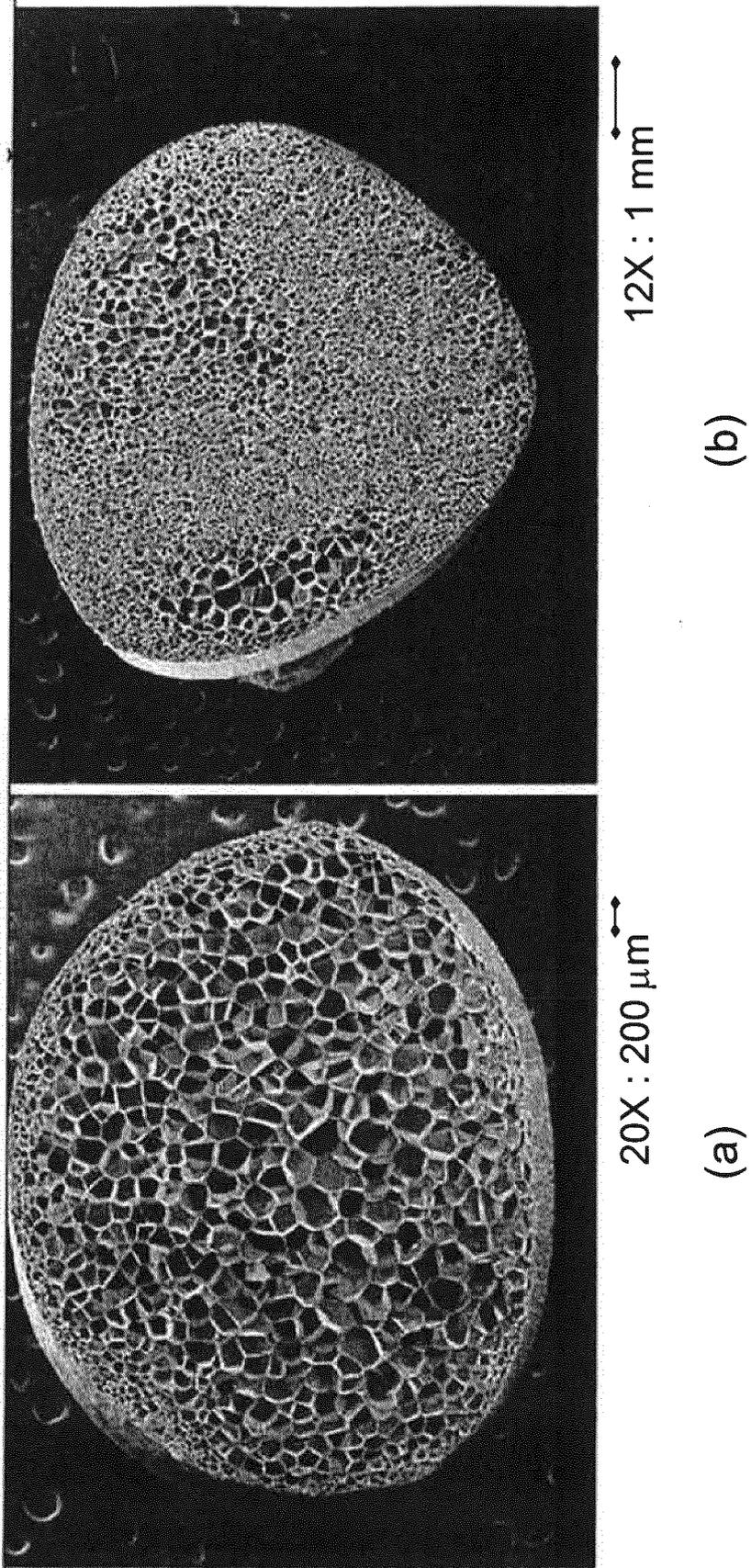


FIG 4