

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
COURBEVOIE

①1 N° de publication :  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

**3 136 469**

②1 N° d'enregistrement national : **22 05772**

⑤1 Int Cl<sup>8</sup> : **C 08 J 11/08 (2022.01), C 08 F 6/12, 110/02, 110/06, C 08 L 23/06, 23/12, B 09 B 3/80**

⑫

**DEMANDE DE BREVET D'INVENTION**

**A1**

②2 Date de dépôt : 14.06.22.

③0 Priorité :

④3 Date de mise à la disposition du public de la demande : 15.12.23 Bulletin 23/50.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du présent fascicule*

⑥0 Références à d'autres documents nationaux apparentés :

Demande(s) d'extension :

⑦1 Demandeur(s) : IFP Energies nouvelles EPIC — FR.

⑦2 Inventeur(s) : LEINEKUGEL LE COCQ Damien, WEISS Wilfried, BORDES Emilie et BERLIOZ-BARBIER Alexandra.

⑦3 Titulaire(s) : IFP Energies nouvelles EPIC.

⑦4 **PROCÉDE(S) DE RECYCLAGE DE PLASTIQUES USAGES UTILISANT UN SOLVANT HYDROCARBONE LEGER.**

⑤7 La présente invention concerne un procédé de purification d'une charge plastique, comprenant :  
a) une étape de dissolution comprenant la mise en contact de la charge plastique avec un solvant de dissolution comprenant un composé hydrocarboné présentant une température d'ébullition entre -15 et 100°C, à une température de dis-

solution entre 120°C et 250°C et une pression de dissolution entre 1,0 et 25,0 MPa, pour obtenir une solution polymère brute;

b) une étape de purification de la solution polymère brute pour obtenir une solution polymère purifiée, comprenant:

b1) une séparation des insolubles;

b2) un lavage, par contact avec une solution dense ;

b3) une extraction, par contact avec un solvant d'extraction ; et/ou

b4) une adsorption des impuretés ; puis

c) une étape de séparation solvant-polymère, mettant en œuvre une section de séparation supercritique, opérée entre 160 et 300°C et à une pression entre 2,7 et 10,0 MPa, suivie par au moins une section de récupération de solvant, pour obtenir des thermoplastiques purifiés.

FR 3 136 469 - A1



## **Description**

### **Titre de l'invention : PROCÉDE DE RECYCLAGE DE PLASTIQUES USAGES UTILISANT UN SOLVANT HYDROCARBONE LEGER**

#### **Domaine technique**

[0001] La présente invention concerne un procédé de recyclage de plastiques usagés afin d'obtenir un flux de polymères thermoplastique purifiés qui peut être valorisé par exemple dans la fabrication de nouveaux objets plastiques. Plus particulièrement, la présente invention concerne un procédé de purification d'une charge plastique, notamment issue des déchets plastiques, comprenant des polymères thermoplastiques en particulier des polyoléfinés, ledit procédé comprenant la dissolution des polymères thermoplastiques dans un solvant hydrocarboné léger, en particulier à base d'alcane(s) ayant un point d'ébullition entre  $-15^{\circ}\text{C}$  et  $100^{\circ}\text{C}$ , au moins une étape de purification de la solution polymère obtenue, afin d'éliminer au moins en partie les impuretés, notamment les additifs classiquement utilisés dans les matériaux à base de matière plastique, et une étape optimisée de séparation du polymère et du solvant afin de récupérer des polymères thermoplastiques purifiés, de manière à pouvoir réutiliser les polymères thermoplastiques purifiés récupérés et ainsi valoriser la charge plastique.

#### **Technique antérieure**

[0002] Les plastiques issus des filières de collecte et de tri peuvent être valorisés selon différentes filières.

[0003] Le recyclage dit mécanique permet de réutiliser en partie certains déchets soit directement dans de nouveaux objets soit en mélangeant les flux de déchets plastiques triés mécaniquement à des flux de polymères vierges. Ce type de valorisation est limitée puisque le tri mécanique permet d'améliorer la pureté d'un flux en un type de polymère donné mais généralement il ne permet pas d'éliminer suffisamment les impuretés qui sont au moins en partie emprisonnées dans la matrice polymère, comme par exemple les additifs, tels que les charges (ou « fillers » selon la terminologie Anglo-Saxonne), les colorants, les pigments, et les métaux.

[0004] Le recyclage dit chimique vise à reformer au moins en partie des monomères selon un enchaînement d'étapes généralement complexe. Par exemple, les déchets plastiques peuvent subir une étape de pyrolyse et l'huile de pyrolyse récupérée, généralement après purification, peut être convertie au moins en partie par exemple en oléfines par vapocraquage. Ces oléfines peuvent ensuite être polymérisées. Ce type d'enchaînement peut être adapté pour des charges peu triées ou des refus de centre de tri mais il nécessite généralement une consommation d'énergie importante du fait notamment des

traitements à haute température.

- [0005] Une autre voie de recyclage des déchets plastiques consiste à mettre en solution, au moins en partie, les plastiques, en particulier les thermoplastiques, en vue de les purifier en éliminant les polymères de la charge autres que celui/ceux visés et/ou les impuretés, par exemple les additifs tels que les charges ou fillers selon la terminologie anglo-saxonne, les colorants, les pigments, et les métaux.
- [0006] Plusieurs études présentent ainsi différentes méthodes de traitement de déchets plastiques par dissolution et purification. Le document US 2017/002110 décrit une méthode particulière de purification d'une charge polymère notamment issue de déchets plastiques par dissolution du polymère dans un solvant, dans des conditions particulières de température et de pression, puis contact de la solution polymère obtenue avec un solide.
- [0007] Le document WO 2018/114047 propose quant à lui une méthode de dissolution d'un plastique dans un solvant à une température de dissolution proche de la température d'ébullition du solvant. Cependant, le procédé du document WO 2018/114047 ne permet de traiter efficacement les impuretés autres que les polymères.
- [0008] Le document US 2018/0208736 propose un procédé de traitement par liquéfaction de thermoplastiques dans un solvant puis séparation des insolubles et/ou des gaz. Le procédé du document US 2018/0208736 ne permet pas de traiter efficacement les impuretés solubles dans le solvant.
- [0009] La présente invention vise à pallier ces inconvénients et participer au recyclage des plastiques. Plus particulièrement, elle vise à proposer un procédé efficace, simple et économiquement viable, de traitement d'une charge plastique notamment issue des déchets plastiques, afin d'éliminer au moins en partie les impuretés qu'elle contient, en particulier au moins en partie les additifs qu'elle contient et qui sont classiquement ajoutés dans les matières plastiques, de manière à pouvoir valoriser ladite charge plastique et plus particulièrement les déchets plastiques. La présente invention cherche en effet à séparer efficacement les impuretés des thermoplastiques, et en particulier des polyoléfines, que les matières plastiques usagées comprennent et à récupérer les polymères thermoplastiques, et en particulier les polyoléfines, purifiés, pour pouvoir les utiliser par exemple comme base polymère dans la fabrication de nouveaux objets plastiques notamment à la place de résine vierge.

### **Résumé de l'invention**

- [0010] L'invention concerne un procédé de purification d'une charge plastique, comprenant :
- [0011] a) une étape de dissolution comprenant la mise en contact de la charge plastique avec un solvant de dissolution comprenant au moins un composé hydrocarboné présentant

une température d'ébullition comprise entre -15 et 100°C, à une température de dissolution comprise entre 120°C et 250°C, et une pression de dissolution entre 1,0 et 25,0 MPa absolu, pour obtenir au moins une solution polymère brute ;

- [0012] b) une étape de purification de la solution polymère brute pour obtenir une solution polymère purifiée, comprenant :
- [0013] b1) une sous-étape de séparation des insolubles ; et/ou
- [0014] b2) une sous-étape de lavage, par contact avec une solution dense ; et/ou
- [0015] b3) une sous-étape d'extraction, par contact avec un solvant d'extraction ; et/ou
- [0016] b4) une sous-étape d'adsorption des impuretés par contact avec un adsorbant ; puis
- [0017] c) une étape de séparation solvant-polymère, mettant en œuvre au moins une section de séparation supercritique opérée à une température entre 160 et 300°C et à une pression (P<sub>supercritique</sub>) comprise entre 2,7 et 10,0 MPa absolu, suivie par au moins une section de récupération de solvant, pour obtenir au moins une fraction de polymères thermoplastiques purifiés.
- [0018] L'avantage du procédé de l'invention est de proposer un procédé de traitement efficace d'une charge comprenant des plastiques et en particulier des déchets plastiques notamment issus des filières de collecte et de tri, de manière à récupérer les polymères thermoplastiques, et notamment les polyoléfines, qu'elle contient pour pouvoir les recycler vers tout type d'applications. Le procédé selon l'invention permet en effet d'obtenir un flux de thermoplastiques purifiés, comprenant avantageusement des teneurs en impuretés, en particulier en additifs, et en solvant, en particulier en solvant de dissolution, négligeables ou au moins suffisamment faibles pour que le flux de polymères thermoplastiques purifiés puisse être introduit dans tout type de formulations de plastiques à la place de résine vierge. Par exemple, le flux de thermoplastiques purifiés, et notamment le flux de polyoléfines purifiées, obtenu à l'issue du procédé selon l'invention comprend avantageusement moins de 5% poids d'impuretés, très avantageusement moins de 1% poids d'impuretés et très avantageusement moins de 5% poids de solvant (en particulier de solvant de dissolution), de préférence moins de 1% poids de solvant, de manière préférée moins de 0,1% poids de solvant.
- [0019] Le procédé selon l'invention propose ainsi un schéma simple correspondant à un enchaînement d'opérations, qui permet de débarrasser les déchets plastiques d'au moins une partie de leurs impuretés, notamment d'au moins une partie des additifs, et de récupérer des polymères thermoplastiques purifiés, comprenant avantageusement peu voire pas de solvant, de manière à pouvoir valoriser les déchets plastiques par recyclage desdits thermoplastiques purifiés. Avantageusement, selon les conditions mises en œuvre dans les étapes du procédé, les additifs présents dans la charge plastique peuvent être solubles ou insolubles dans le solvant utilisé tout au long du procédé selon l'invention, permettant une purification et une séparation efficaces des

polymères.

- [0020] De plus, le procédé selon l'invention propose un enchaînement d'opérations mises en œuvre dans des conditions opératoires notamment de températures et de pression optimales, pour séparer efficacement les impuretés et les solvants des polymères thermoplastiques, mais raisonnables, limitant ainsi la consommation énergétique du procédé et par conséquent rendant ledit procédé économiquement intéressant.
- [0021] L'invention a encore comme avantage de participer au recyclage des plastiques et à la préservation des ressources fossiles, en permettant la valorisation des déchets plastiques. Elle permet, en effet, la purification des déchets plastiques en vue d'obtenir des fractions de polymères thermoplastiques purifiés, en particulier de polyoléfines purifiées, à teneur réduite en impuretés, notamment des fractions thermoplastiques décolorées et désodorisées, pouvant être réutilisées pour former des nouveaux objets plastiques. Les fractions de thermoplastiques purifiés obtenues pourront ainsi être utilisées directement dans des formulations en mélange avec des additifs, par exemple des colorants, des pigments, d'autres polymères, à la place ou en mélange avec des résines vierges, en vue d'obtenir des produits plastiques avec des propriétés d'usage, esthétiques, mécaniques ou rhéologiques facilitant leur réemploi et leur valorisation.
- [0022] La présente invention permet en outre de séparer efficacement, et avantageusement à moindre coût, les polymères thermoplastiques visés du solvant utilisé (en particulier du solvant de dissolution), tout en limitant la dégradation thermique des polymères thermoplastiques visés. Ainsi, le solvant utilisé pour traiter la charge plastique, en particulier le solvant de dissolution, est récupéré au moins en partie, et peut être recyclé vers l'une des étapes du procédé, ce qui permet d'éviter une consommation excessive de solvant, d'où l'intérêt écologique et économique du procédé.
- [0023] Ainsi, la présente invention vise à purifier une charge plastique, en particulier des déchets plastiques, pour obtenir des polymères thermoplastiques purifiés et plus particulièrement les polyoléfines purifiées, de manière à pouvoir les utiliser dans toute application notamment en remplacement de résines vierges.
- [0024] Plus particulièrement, la présente invention vise à proposer un procédé comprenant une étape de dissolution suivie d'au moins une étape de purification puis d'une séparation solvant/polymère optimisée, pour obtenir un flux de polymères thermoplastiques purifiés.

### **Description des modes de réalisation**

- [0025] Selon la présente invention, les expressions « compris entre ... et ... » et « entre .... et ... » sont équivalentes et signifient que les valeurs limites de l'intervalle sont incluses dans la gamme de valeurs décrite. Si tel n'est pas le cas et que les valeurs limites ne sont pas incluses dans la gamme décrite, une telle précision sera apportée

par la présente invention.

- [0026] Dans le sens de la présente invention, les différentes plages de paramètres pour une étape donnée telles que les plages de pression et les plages de température peuvent être utilisées seules ou en combinaison. Par exemple, dans le sens de la présente invention, une plage de valeurs préférées de pression peut être combinée avec une plage de valeurs de température plus préférées.
- [0027] Dans la suite, des modes de réalisation particuliers de l'invention peuvent être décrits. Ils pourront être mis en œuvre séparément ou combinés entre eux, sans limitation de combinaisons lorsque c'est techniquement réalisable.
- [0028] Selon la présente invention, les pressions sont des pressions absolues et sont données en MPa absolus (ou MPa abs.).
- [0029] Les termes « amont » et « aval » sont à comprendre en fonction de l'écoulement général du/des fluides ou flux en question dans le procédé.
- [0030] Dans cette description, les termes « polymère thermoplastique » et « thermoplastique » sont utilisés indifféremment les uns des autres.
- [0031] Le terme « additifs » est un terme classiquement utilisé dans le domaine des polymères et en particulier dans le domaine des formulations des polymères. Les additifs introduits dans les formulations polymères peuvent être, par exemple, des plastifiants, des charges ou « fillers » selon la terminologie anglosaxonne consacrée (qui sont des composés solides organiques ou minéraux, permettant de modifier les propriétés physiques, thermiques, mécaniques et/ou électriques des matériaux polymères ou d'en abaisser le prix de revient), des agents de renfort, des colorants, des pigments, des durcisseurs, des agents ignifugeants, des agents retardateurs de combustion, des agents stabilisants, antioxydants, des absorbeurs UV, des agents anti-statiques, etc.
- [0032] Les additifs correspondent à au moins une partie des impuretés de la charge plastique à traiter et que le procédé selon l'invention permet d'éliminer au moins en partie. D'autres types d'impuretés peuvent être des impuretés d'usage, comme par exemples des impuretés métalliques, des papiers/cartons, de la biomasse, des polymères autres que le(s) polymère(s) visé(s), etc.
- [0033] Ainsi selon l'invention, les impuretés, que le procédé selon l'invention permet d'éliminer au moins en partie, comprennent les additifs classiquement utilisés dans les formulations polymères et généralement des impuretés d'usage issues du cycle de vie des matériaux et objets plastiques, et/ou issues du circuit de collecte et de tri des déchets. Ces dernières peuvent être des impuretés de type métalliques, organiques ou minérales ; il peut s'agir de résidus d'emballages, de résidus alimentaires ou de résidus compostables (biomasse). Ces impuretés d'usage peuvent également comprendre du verre, du bois, du carton, du papier, de l'aluminium, du fer, des métaux, des pneus, du

caoutchouc, des silicones, des polymères rigides, des polymères thermodurcissables, des produits ménagers, chimiques ou cosmétiques, des huiles usagées, de l'eau.

[0034] Selon l'invention, une solution polymère est une solution comprenant le solvant de dissolution et au moins les polymères thermoplastiques visés, notamment les polyoléfines visées, dissous, c'est-à-dire en particulier solvatés et dispersés, dans ledit solvant de dissolution, les polymères thermoplastiques dissous étant initialement présents dans la charge. La solution polymère peut en outre comprendre des impuretés solubles (et solubilisées dans le solvant de dissolution) et/ou insolubles (et en suspension dans la solution polymère). En fonction des étapes du procédé selon l'invention subies, ladite solution polymère peut donc comprendre des impuretés sous forme de particules insolubles qui sont avantageusement en suspension dans ladite solution polymère, des impuretés solubles dissoutes dans le solvant de dissolution, et/ou éventuellement une autre phase liquide non miscible avec ladite solution polymère.

[0035] La température critique et la pression critique d'un solvant, en particulier du solvant de dissolution, sont propres audit solvant et dépendent de la nature chimique du solvant considéré. Pour un corps pur, la température critique et la pression critique d'un corps pur sont respectivement la température et la pression du point critique dudit corps pur. Comme bien connu par l'homme du métier, au point critique et au-delà, le corps pur considéré est sous forme supercritique ou à l'état supercritique ; il peut alors être appelé fluide supercritique.

[0036] L'invention concerne un procédé de purification d'une charge plastique, composée de préférence de déchets plastiques, et comprenant avantageusement des polymères thermoplastiques, plus particulièrement des polyoléfines, ledit procédé comprenant, de préférence consistant en :

[0037] a) une étape de dissolution comprenant la mise en contact de la charge plastique avec un solvant de dissolution comprenant au moins un composé hydrocarboné avantageusement aliphatique et de préférence paraffinique, présentant une température d'ébullition comprise entre -15 et 100°C, de préférence entre 8 et 100°C, préférentiellement entre 25 et 69°C, très préférentiellement entre 25 et 61°C et de manière préférée entre 25 et 40°C, à une température de dissolution comprise entre 120°C et 250°C, de préférence entre 130 et 225°C, préférentiellement entre 150°C et 210°C, et de manière préférée entre 150°C et 195°C, et une pression de dissolution comprise entre 1,0 et 25,0 MPa abs., de préférence entre 1,0 et 20,0 MPa abs., de préférence entre 3,0 et 18,0 MPa abs., préférentiellement entre 5,0 et 18,0 MPa abs., et de manière préférée entre 6,0 et 17,0 MPa abs, pour obtenir au moins une solution polymère brute ; puis

[0038] b) une étape de purification de la solution polymère brute, comprenant au moins une des sous-étapes suivantes :

- [0039] b1) une sous-étape de séparation des insolubles permettant d'obtenir au moins une solution polymère clarifiée et de préférence une fraction insoluble ; et/ou
- [0040] b2) une sous-étape de lavage, par contact avec une solution dense, permettant d'obtenir au moins une solution polymère lavée et de préférence un effluent de lavage ; et/ou
- [0041] b3) une sous-étape d'extraction, par contact avec un solvant d'extraction, permettant d'obtenir au moins une solution polymère extraite et de préférence un solvant usagé ; et/ou
- [0042] b4) une sous-étape d'adsorption des impuretés par contact avec un adsorbant, pour obtenir au moins une solution polymère raffinée ;
- [0043] l'étape de purification permettant d'obtenir une solution polymère purifiée qui correspond avantageusement à une solution polymère clarifiée et/ou lavée et/ou extraite ou/et raffinée ; puis,
- [0044] c) une étape de séparation solvant-polymère mettant en œuvre au moins une section de séparation supercritique opérée à une température comprise entre 160 et 300°C, de préférence entre 190 et 250°C, préférentiellement entre 200 et 230°C, et à une pression ( $P_{\text{supercritique}}$ ) comprise entre 2,7 et 10,0 MPa abs., de préférence entre 3,0 et 6,0 MPa abs., préférentiellement entre 3,0 et 5,0 MPa abs. et de manière préférée entre 3,0 et 4,0 MPa abs., suivie par au moins une section de récupération de solvant, en particulier opérée à une température comprise entre 160 et 300°C et une pression de préférence comprise entre  $P_{\text{supercritique}}$  et 0,000005 MPa (soit 5 Pa), préférentiellement entre 2,7 MPa et 0,000005 MPa, et notamment entre 1,0 MPa et 0,000005 MPa, pour obtenir au moins une fraction de polymères thermoplastiques purifiés, plus particulièrement au moins une fraction de polyoléfines purifiées, et avantageusement une fraction de solvant.
- [0045] La charge
- [0046] La charge du procédé selon l'invention, dite charge plastique, comprend des plastiques qui eux-mêmes comprennent plus particulièrement des polymères thermoplastiques. De préférence, la charge plastique comprend entre 50 et 100% poids, de manière préférée entre 70% et 100% poids de plastiques.
- [0047] Les plastiques compris dans la charge du procédé selon l'invention sont généralement des rebus de production et/ou des déchets d'objets plastiques en fin de vie, notamment des déchets plastiques ménagers, des déchets plastiques issus du bâtiment, des déchets plastiques automobiles ou de tout type de transports ou encore des déchets d'équipements électriques et électroniques. De préférence, les déchets plastiques sont issus des filières de collecte et de tri. Les plastiques ou matières plastiques comprennent des polymères qui sont mélangés à des additifs, en vue de constituer après mise en forme des matériaux et objets diverses (pièces moulées par injections, tubes,

films, fibres, tissus, mastics, revêtements, etc.). Les additifs utilisés dans les plastiques peuvent être des composés organiques ou des composés inorganiques. Ce sont par exemple par exemple des charges ou « fillers », colorants, pigments, plastifiants, modificateurs de propriétés, retardateur de combustion, etc.

[0048] La charge du procédé selon l'invention comprend en particulier des polymères thermoplastiques, de préférence au moins 50% poids, préférentiellement au moins 70% poids, de manière préférée au moins 80% poids et de manière très préférée au moins 90% poids de polymères thermoplastiques, par rapport au poids total de la charge plastique. Les polymères thermoplastiques compris dans la charge plastique peuvent être des polymères d'alcènes, des polymères de diènes, des polymères vinyliques et/ou des polymères styréniques. De manière préférée, les polymères thermoplastiques compris dans la charge plastique sont des polyoléfines, telles que du polyéthylène (PE), du polypropylène (PP) et/ou des copolymères de l'éthylène et du propylène. De manière préférée, la charge plastique comprend au moins 80% poids, de préférence au moins 85% poids, de manière préférée au moins 90% poids, de polyoléfines par rapport au poids total de la charge plastique, les polyoléfines étant en particulier des mélanges de polyoléfines et/ou des copolymères d'oléfines, notamment des mélanges de polyéthylène (PE), polypropylène (PP) et/ou des copolymères de l'éthylène et du propylène. Avantagement, selon l'invention, les polyoléfines de la charge plastique ne sont pas majoritairement composées de polyéthylène (PE) ou de polypropylène (PP) mais sont en effet des mélanges de polyéthylène (PE) et polypropylène (PP) et/ou des copolymères de l'éthylène et du propylène. Par majoritairement, il faut comprendre ici, au moins 80% poids. Les polyoléfines de la charge plastique comprennent donc moins de 80% poids de polyéthylène ou moins de 80% poids de polypropylène. Ainsi, de manière plus particulière, la charge plastique comprend au moins 80% poids, de préférence au moins 85% poids, de manière préférée au moins 90% poids, d'un mélange de polyéthylène, de polypropylène et/ou de copolymères d'éthylène et propylène, les pourcentages étant donnés par rapport au poids total de la charge plastique, ledit mélange comprenant moins de 80% poids de polyéthylène et moins de 80% poids de polypropylène. La charge plastique peut donc comprendre du polyéthylène à une teneur inférieure à 80% poids, de préférence inférieure à 72% poids, préférentiellement inférieure à 68% poids et de manière préférée inférieure à 64% poids, et du polypropylène à une teneur inférieure à 80% poids, de préférence inférieure à 72% poids, préférentiellement inférieure à 68% poids et de manière préférée inférieure à 64% poids, les pourcentages étant donnés relativement par rapport au poids de la charge plastique traitée par le procédé selon l'invention. Le procédé selon l'invention vise ainsi tout particulièrement à purifier et récupérer les polyoléfines, en particulier les mélanges de polyoléfines ou leurs copolymères, contenues dans la

charge pour pouvoir les réutiliser dans différentes applications.

[0049] La charge plastique peut comprendre en outre des impuretés, comme par exemple des polymères autres que les thermoplastiques visés, des additifs avantageusement utilisés pour formuler la matière plastique et aussi généralement des impuretés d'usage issues du cycle de vie des matériaux et objets plastiques, et/ou issues du circuit de collecte et de tri des déchets, l'ensemble de ces composés étant considérés comme des impuretés. La charge du procédé selon l'invention peut comprendre jusqu'à 50% poids d'impuretés, de préférence jusqu'à 20% poids d'impuretés, de manière préférée jusqu'à 10% poids d'impuretés. La charge plastique peut comprendre par exemple au moins 5% poids d'impuretés.

[0050] La charge plastique peut avantageusement être prétraitée en amont du procédé de manière à au moins éliminer tout ou partie des impuretés dites grossières, c'est-à-dire des impuretés sous forme de particules de taille supérieure ou égale 10 mm, de préférence supérieure ou égale à 5 mm, voire supérieure ou égale à 1 mm, par exemple des impuretés de type bois, papier, biomasse, fer, aluminium, verre..., et de la mettre en forme généralement sous forme de solides divisés de manière à faciliter le traitement dans le procédé. Ce prétraitement peut comprendre une étape de broyage, une étape de lavage à pression atmosphérique et/ou une étape de séchage. Ce prétraitement peut être réalisé sur un site différent, par exemple dans un centre de collecte et de tri des déchets, ou sur le même site où est mis en œuvre le procédé de traitement selon l'invention. De manière préférée, ce prétraitement permet de réduire la teneur en impuretés à moins de 20% en poids, de préférence moins de 15% poids, de manière préférée moins de 10% poids, les pourcentages étant donnés relativement par rapport au poids de la charge plastique traitée par le procédé selon l'invention. A l'issue du prétraitement, la charge est généralement stockée sous forme de solides divisés, par exemple sous forme de broyats ou de poudre, de manière à faciliter la manipulation et le transport jusqu'au procédé.

[0051] Etape a) de dissolution

[0052] Selon l'invention, le procédé comprend une étape a) de dissolution dans laquelle la charge plastique est mise en contact avec un solvant de dissolution, pour obtenir au moins une, de préférence une, solution polymère brute. Cette étape permet en effet avantageusement la dissolution d'au moins une partie, de préférence de la totalité, des polymères thermoplastiques visés, tout particulièrement des polyoléfinés visés, que la charge plastique contient.

[0053] Par dissolution, il faut comprendre tout phénomène conduisant à l'obtention d'au moins d'une solution de polymères, c'est-à-dire un liquide comprenant des polymères thermoplastiques dissous dans un solvant, plus particulièrement dans le solvant de dissolution. L'homme du métier connaît bien les phénomènes mis en jeu dans la dis-

solution des polymères et qui comprennent au moins un mélange, une dispersion, une homogénéisation, une solvation et un désenchevêtrement des chaînes polymères thermoplastiques.

[0054] Au cours et à l'issue de l'étape a) de dissolution, les conditions de pression et de température permettent de maintenir le solvant de dissolution, au moins en partie et de préférence en totalité, à l'état liquide, de manière à optimiser la dissolution des thermoplastiques visés, en particulier des polyoléfines visées.

[0055] La nature du solvant de dissolution permet avantageusement l'utilisation de conditions opératoires, et en particulier de conditions de température et pression, notamment de pression, raisonnables pour assurer, d'une part en étape a) de dissolution mais aussi avantageusement en étape b) de purification, le maintien en phase liquide, au moins en partie de préférence en totalité, du solvant de dissolution, permettant ainsi une dissolution optimale du(des) polymère(s) visé(s) et avantageusement une purification efficace de la solution polymère, et, d'autre part à l'étape c) de séparation solvant-polymère, le passage à l'état supercritique d'au moins une partie dudit solvant de dissolution, pour permettre la démixtion et donc la séparation d'au moins une partie du solvant de dissolution, et éventuellement l'évaporation du solvant de dissolution résiduel, au moins en partie, ce qui permet ainsi d'atteindre une teneur en solvant très faible dans les polymères thermoplastiques purifiés et récupérés à l'issue du procédé (avantageusement une teneur inférieure à 5% poids de solvant, de préférence inférieure à 1% poids de solvant, de manière préférée inférieure à 0,1% poids de solvant par rapport au poids total de la fraction de polymères thermoplastiques purifiés). En effet, un solvant composé d'alcane très légers avec un point d'ébullition inférieur à -15°C, comme par exemple le propane, qui pourrait être intéressant notamment pour ses conditions (température et pression) critiques relativement douces, demanderait l'utilisation d'une pression élevée pour conserver le solvant de dissolution au moins en partie de préférence en totalité sous forme liquide pendant toute la durée des étapes a) de dissolution et b) de purification, ce qui entraînerait des coûts importants notamment d'investissement. Inversement, l'utilisation d'un solvant lourd, comme les alcanes ayant un point d'ébullition supérieur à 100°C, demanderait des conditions opératoires très sévères à l'étape c) pour atteindre les conditions critiques dudit solvant lourd et pourvoir obtenir ledit solvant au moins en partie à l'état supercritique.

[0056] Avantageusement, le solvant de dissolution comprend, de préférence consiste en, au moins un composé hydrocarboné avantageusement aliphatique et de préférence paraffinique (c'est-à-dire saturé), de préférence au moins un alcane, présentant une température d'ébullition comprise entre -15 et 100°C, de préférence entre 8 et 100°C, préférentiellement entre 25 et 69°C, très préférentiellement entre 25 et 61°C et de manière préférée entre 25 et 40°C. De manière préférée, le solvant de dissolution comprend ma-

majoritairement, de préférence au moins 80% poids, préférentiellement au moins 95% poids, de manière préférée 98% poids, d'un composé hydrocarboné avantageusement aliphatique de préférence paraffinique (ou alcane) (100% étant le maximum, les pourcentages étant exprimés par rapport au poids total du solvant de dissolution) ayant une température d'ébullition comprise entre -15 et 100°C, de préférence entre 8 et 100°C, préférentiellement entre 25 et 69°C, très préférentiellement entre 25 et 61°C et de manière préférée entre 25 et 40°C. Très avantageusement, le composé hydrocarboné avantageusement aliphatique de préférence paraffinique, majoritaire du solvant de dissolution présente une température critique (température au point critique dudit composé hydrocarboné pur) comprise entre 130 et 285°C, de préférence entre 158 et 285°C, préférentiellement entre 185 et 245°C, très préférentiellement entre 185 et 230°C et de manière préférée entre 185 et 200°C. De manière très particulière, le composé hydrocarboné paraffinique majoritaire du solvant de dissolution présente une pression critique comprise entre 2,5 et 5,0 MPa, de préférence entre 2,7 et 4,6 MPa, préférentiellement entre 3,0 et 3,8 MPa, et de manière préférée entre 3,0 et 3,5 MPa. Selon un mode de réalisation préféré, le solvant de dissolution comprend majoritairement, de préférence au moins 80% poids, préférentiellement au moins 95% poids, de manière préférée 98% poids, d'un composé hydrocarboné paraffinique aliphatique, de préférence linéaire ou ramifié, présentant une température d'ébullition comprise entre -15 et 100°C, de préférence entre 8 et 100°C, préférentiellement entre 25 et 69°C, très préférentiellement entre 25 et 61°C et de manière préférée entre 25 et 40°C, et contenant entre 4 et 7 atomes de carbone (c'est-à-dire en C4-C7), de préférence 5, 6 ou 7 atomes de carbone (respectivement en C5, C6 ou C7), préférentiellement contenant 5 ou 6 atomes de carbone (en C5 ou C6) et très préférentiellement contenant 5 atomes de carbone (en C5).

[0057] Avantageusement, l'étape a) de dissolution est opérée à une température de dissolution comprise entre 120°C et 250°C, de préférence entre 130 et 225°C, préférentiellement entre 150°C et 210°C et de manière préférée entre 150 et 195°C, et une pression de dissolution comprise entre 1,0 et 25,0 MPa absolu, de préférence entre 1,0 et 20,0 MPa absolu, préférentiellement entre 3,0 et 18,0 MPa absolu, très préférentiellement entre 5,0 et 18,0 MPa absolu et de manière préférée entre 6,0 et 17,0 MPa absolu. Plus particulièrement, la température et la pression peuvent évoluer tout au long de l'étape a), depuis les conditions d'introduction de la charge plastique et/ou du solvant de dissolution, par exemple depuis des conditions ambiantes, c'est-à-dire une température entre 10 et 30°C et la pression atmosphérique (0,1 MPa), jusqu'à atteindre les conditions de dissolution, c'est-à-dire la température de dissolution, en particulier entre 120°C et 250°C, de préférence entre 130 et 225°C, préférentiellement entre 150°C et 210°C et de manière préférée entre 150 et 195°C, et la pression de dissolution, en

particulier entre 1,0 et 25,0 MPa abs., de préférence entre 1,0 et 20,0 MPa abs., de préférence entre 3,0 et 18,0 MPa abs., préférentiellement entre 5,0 et 18,0 MPa abs. et de manière très préférée entre 6,0 et 17,0 MPa abs. Très avantageusement, à l'issue de l'étape a) de dissolution, le flux de polymère dissous est à la température de dissolution et à la pression de dissolution.

- [0058] Le fait de limiter la température dans l'étape a), à une température inférieure ou égale à 250°C, de préférence inférieure ou égale à 225°C, préférentiellement inférieure ou égale à 210°C voire à 195°C, permet d'éviter ou de limiter la dégradation thermique des polymères, en particulier des thermoplastiques et plus particulièrement des polyoléfinés, mais aussi de limiter le besoin énergétique du procédé, participant ainsi à la limitation des coûts de fonctionnement et de l'empreinte carbone du procédé. De préférence, la température de dissolution est supérieure ou égale à la température de fusion des polymères, en particulier des thermoplastiques et plus particulièrement des polyoléfinés, de manière à favoriser leur dissolution.
- [0059] Parallèlement, la pression de dissolution est avantageusement supérieure à la tension de vapeur saturante du solvant de dissolution, à la température de dissolution, de manière à ce que le solvant de dissolution soit au moins en partie, et de préférence en totalité, sous forme liquide, à la température de dissolution, de manière à optimiser la dissolution des thermoplastiques visés.
- [0060] Très avantageusement, les conditions de température et pression de dissolution atteintes à l'étape a) sont ajustées de sorte que le mélange (solvant de dissolution + thermoplastiques visés) est homogène et de manière très préférée monophasique, ledit mélange pouvant comprendre éventuellement des impuretés insolubles en suspension dans ledit mélange.
- [0061] De préférence, le ratio pondéral (charge/solvant) entre la charge plastique et le solvant de dissolution (ou le rapport entre le débit massique de la charge plastique et le débit massique du solvant de dissolution, en entrée de l'étape a) de dissolution) est entre 0,01 et 2,0, de préférence entre 0,05 et 1,0, de manière préférée entre 0,10 et 0,8.
- [0062] Avantageusement, l'étape a) de dissolution est mise en œuvre pendant un temps de séjour compris entre 1 et 600 minutes, de préférence entre 2 et 300 minutes, de manière préférée entre 5 et 180 minutes. Le temps de séjour est entendu comme le temps de séjour à la température de dissolution et à la pression de dissolution, c'est-à-dire le temps de mise en œuvre de la charge plastique avec le solvant de dissolution à la température de dissolution et à la pression de dissolution, dans l'étape a).
- [0063] Avantageusement, le solvant de dissolution comprend, de préférence est constitué de, un appoint de solvant frais et/ou un flux de solvant recyclé issu d'une étape ultérieure du procédé, de préférence issu de l'étape c) de séparation solvant-polymère.
- [0064] La mise en contact entre le solvant de dissolution et la charge plastique pour

dissoudre au moins en partie, de préférence en totalité, les polymères thermoplastiques de la charge plastique dans le solvant de dissolution peut être réalisée dans une ligne et/ou un équipement et/ou entre deux équipements. Ainsi, l'étape a) met en œuvre avantageusement au moins un équipement de dissolution, et éventuellement au moins un dispositif de préparation de la charge, un dispositif de mélange et/ou un dispositif de transport. Ces équipements et/ou dispositifs peuvent être par exemple un mélangeur statique, une extrudeuse, une pompe, un réacteur, une colonne à co- ou contre-courant, ou dans une combinaison de lignes et d'équipements. Les dispositifs de transport en particulier des fluides, comme les liquides ou solides, sont bien connus de l'Homme du métier. De manière non limitative, les dispositifs de transport peuvent comprendre une pompe, une extrudeuse, un tube vibrant, une vis sans fin, une vanne. Les équipements et/ou dispositifs peuvent aussi comprendre ou être associés à des systèmes de chauffe (par exemple four, échangeur, traçage...) pour atteindre les conditions nécessaires à la dissolution.

[0065] L'étape a) de dissolution est au moins alimentée par la charge plastique, en particulier sous forme d'un ou plusieurs flux de charge plastique, et par le solvant de dissolution, en particulier sous forme d'un ou plusieurs flux de solvant de dissolution, avantageusement au moyen d'un ou plusieurs dispositifs de transport. Le(les) flux de charge plastique peut(peuvent) être distinct(s) du(des) flux de solvant de dissolution. Une partie ou la totalité de la charge plastique peut également alimenter l'étape a) en mélange avec une partie ou la totalité du solvant de dissolution, le reste du solvant et/ou de la charge, le cas échéant, pouvant alimenter l'étape a) séparément.

[0066] Lors de la mise en contact de la charge plastique avec le solvant de dissolution, le solvant de dissolution est avantageusement au moins en partie, et de préférence en totalité, sous forme liquide, tandis que la charge plastique, qui comprend des polymères thermoplastiques notamment des polyoléfines, peut être sous forme solide ou liquide comprenant éventuellement des particules solides en suspension. La charge plastique peut également éventuellement être injectée dans l'équipement de dissolution, en mélange avec le solvant de dissolution, sous forme de suspension dans le solvant de dissolution, la préparation et l'injection de la suspension pouvant être continue ou discontinue.

[0067] Selon un mode de réalisation particulier de l'invention, l'étape a) peut mettre en œuvre une extrudeuse et éventuellement au moins un autre équipement de dissolution. Dans ce cas, la charge plastique alimente, éventuellement avec au moins une fraction du solvant de dissolution, l'extrudeuse de sorte que, en sortie de l'extrudeuse, au moins une partie et de préférence la totalité des polymères thermoplastiques visés, plus particulièrement des polyoléfines, compris dans la charge, se trouve à l'état fondu (et/ou au moins en partie dissoute). La charge plastique, éventuellement en mélange avec au

moins une fraction du solvant de dissolution, est alors injectée dans un équipement de dissolution, par exemple de type réacteur, au moins en partie sous forme fondue (ou en partie dissoute). La charge plastique, au moins en partie à l'état fondu (ou en partie dissoute) en sortie d'extrudeuse, peut également être pompée à l'aide d'une pompe dédiée aux fluides visqueux souvent appelée pompe de melt ou pompe à engrenage. La charge plastique, au moins en partie à l'état fondu (ou en partie dissoute) peut également être, en sortie d'extrudeuse, filtrée à l'aide d'un dispositif de filtration, éventuellement en complément de la pompe de melt, en vue d'éliminer les particules les plus grosses, généralement la taille de la maille de ce filtre est comprise entre 10 microns et 1 mm, de préférence entre 20 et 200 microns.

- [0068] De manière préférée, l'étape a) met en œuvre une extrudeuse dans laquelle le solvant de dissolution est injecté, avantageusement en plusieurs points, de manière à favoriser le cisaillement et donc le mélange intime entre le solvant de dissolution et la charge plastique, ce qui contribue à la dissolution des thermoplastiques et plus particulièrement des polyoléfines.
- [0069] Eventuellement, le procédé de traitement peut comprendre une étape a') d'adsorption intermédiaire, située pendant l'étape a) de dissolution ou directement en aval de l'étape a) de dissolution, et qui comprend l'introduction d'un adsorbant solide, de préférence de type alumine, silice, silice-alumine, charbon actif ou terre décolorante, sous forme de particules divisées, dans la solution polymère brute obtenue à l'issue de l'étape a) ou éventuellement pendant l'étape a) de dissolution. L'adsorbant solide pourra alors être éliminé lors de l'étape b) de purification, par exemple lors d'une étape b1) de séparation des insolubles et/ou une étape b2) de lavage. Cette éventuelle étape a') d'adsorption en présence d'un adsorbant solide sous forme divisée permet d'optimiser la purification de la solution polymère.
- [0070] La solution polymère brute obtenue à l'issue de l'étape a) de dissolution comprend au moins le solvant de dissolution, des polymères, en particulier les polymères thermoplastiques que la présente invention cherche à récupérer purifiés, dissous dans le solvant de dissolution. En général, la solution polymère brute comprend également des impuretés solubles également dissoutes dans le solvant de dissolution. La solution polymère brute peut éventuellement comprendre en outre des impuretés ou composés insolubles en suspension. La solution polymère brute obtenue à l'issue de l'étape a) peut éventuellement comprendre également des polymères, autres que les polymères visés, par exemple à l'état fondu.
- [0071] A l'issue de l'étape de dissolution opérée dans de telles conditions opératoires, notamment de température et pression, les thermoplastiques visés, en particulier les polyoléfines, de la charge plastique sont avantageusement solubilisés, en tout ou partie, dans le solvant de dissolution. La solution de thermoplastiques obtenue (i.e. la solution

polymère brute) va pouvoir subir l'étape b) de purification puis l'étape c) de séparation solvant-polymère, de manière à récupérer les thermoplastiques de la charge plastique, sous forme purifiée, avec des teneurs en impuretés et solvant résiduel très faibles et compatibles avec tout type d'application ultérieure. Ainsi, le procédé selon l'invention permettra de récupérer les thermoplastiques, en particulier les polyoléfines, de déchets plastiques de manière optimale et dans des conditions opératoires tout à fait raisonnables (en particulier une pression de dissolution bien bornée), et donc une consommation énergétique maîtrisée et par conséquent avec un coût limité.

[0072] Etape b) de purification de la solution polymère

[0073] Le procédé de purification selon l'invention comprend une étape de purification de la solution polymère brute issue de l'étape a). Cette étape b) de purification comprend au moins l'une des sous-étapes b1), b2), b3), b4) décrites ci-après :

[0074] b1) une sous-étape de séparation des insolubles,

[0075] b2) une sous-étape de lavage, par contact avec une solution dense,

[0076] b3) une sous-étape d'extraction, par contact avec un solvant d'extraction,

[0077] b4) une sous-étape d'adsorption des impuretés par contact avec un adsorbant.

[0078] De préférence, l'étape b) de purification comprend au moins une sous-étape b1) de séparation des insolubles. L'étape b) de purification comprend de manière préférée plusieurs (c'est-à-dire au moins deux) sous-étapes choisies parmi les sous-étapes b1), b2), b3) et b4), en série, et de manière préférée au moins une sous-étape b1) de séparation des insolubles et par exemple une sous-étape b4) d'adsorption, et très avantageusement dans cet ordre. La combinaison d'au moins deux sous-étapes choisies parmi b1), b2), b3) et b4) permet avantageusement une purification optimale de la solution polymère.

[0079] La solution polymère obtenue à l'issue de l'étape b) est une solution polymère purifiée et comprend les thermoplastiques visés, dissous dans le solvant de dissolution. Cette solution polymère purifiée peut correspondre à une solution polymère clarifiée issue d'une sous-étape b1) de séparation des insolubles, une solution polymère lavée issue d'une sous-étape b2) de lavage, une solution polymère extraite issue d'une sous-étape b3) d'extraction ou une solution polymère raffinée issue d'une sous-étape b4) d'adsorption des impuretés.

[0080] Sous-Etape b1) de séparation des insolubles

[0081] Le procédé de purification peut comprendre une sous-étape b1) de séparation des insolubles par séparation solide-liquide, pour obtenir avantageusement au moins une solution polymère clarifiée et de préférence une fraction insoluble. La fraction insoluble comprend avantageusement au moins en partie, de préférence la totalité, des impuretés insolubles, notamment en suspension dans la solution polymère brute issue de l'étape a).

- [0082] La sous-étape b1) de séparation des insolubles permet ainsi d'éliminer au moins une partie, de préférence la totalité, des particules de composés insolubles dans le solvant de dissolution, présentes en suspension dans la solution polymère brute issue de l'étape a) ou d'une éventuelle étape a'). Les composés (ou impuretés) insolubles éliminés lors de la sous-étape b1) de séparation des insolubles sont par exemple des pigments, des composés minéraux, des résidus d'emballages (verre, bois, carton, papier, aluminium) et des polymères insolubles.
- [0083] Lorsqu'elle est mise en œuvre, cette sous-étape b1) de séparation permet avantageusement, outre l'élimination d'au moins une partie des impuretés insolubles, de limiter les problèmes opératoires, en particulier de type bouchage et/ou érosion, des étapes du procédé situées en aval d'une telle sous-étape b1), tout en contribuant à la purification de la charge plastique.
- [0084] La sous-étape b1) de séparation des insolubles est avantageusement mise en œuvre à une température comprise entre 120°C et 250°C, de préférence entre 130 et 225°C, préférentiellement entre 150°C et 210°C et de manière préférée entre 150 et 195°C, et une pression comprise entre 1,0 et 25,0 MPa absolu, de préférence entre 1,0 et 20,0 MPa absolu, préférentiellement entre 3,0 et 18,0 MPa absolu, de manière préférée entre 5,0 et 18,0 MPa absolu et de manière très préférée entre 6,0 et 17,0 MPa absolu. Très avantageusement, la sous-étape b1) de séparation des insolubles est mise en œuvre aux conditions de température et de pression en sortie de l'étape a) de dissolution, c'est-à-dire à la température de dissolution et la pression de dissolution telles que définies plus haut.
- [0085] Lorsqu'elle est intégrée au procédé, la sous-étape b1) de séparation des insolubles est de préférence alimentée par la solution polymère brute issue de l'étape a) ou issue d'une éventuelle étape a') d'adsorption intermédiaire. Selon un autre mode de réalisation, la sous-étape b1) peut être alimentée par une solution polymère lavée issue d'une sous-étape b2) de lavage.
- [0086] Avantageusement, la sous-étape b1) met en œuvre au moins une section de séparation solide-liquide (ou de séparation solide-liquide-liquide notamment dans le cas où l'effluent obtenu à l'issue de l'étape de dissolution comprend outre la solution polymère et les impuretés solides, des impuretés et/ou polymères de nature différente que le thermoplastique visé, sous forme liquide et peu ou pas soluble). La section de séparation solide-liquide comprend au moins un équipement de séparation solide-liquide, par exemple un ballon séparateur, un décanteur, un décanteur centrifuge, une centrifugeuse, un filtre, un filtre à sable, un filtre tangentiel mettant notamment en œuvre une membrane et/ou un filtre en profondeur, un séparateur à courant de Foucault, un séparateur électrostatique, un séparateur triboélectrique, de préférence un décanteur, un filtre, un filtre à sable et/ou un séparateur électrostatique. Avanta-

geusement, un filtre autonettoyant peut être utilisé, le nettoyage ou décolmatage permettant l'élimination des insolubles étant réalisé à l'aide d'un flux de solvant. De préférence, la sous-étape b1) met en œuvre au moins une section de décantation comprenant avantageusement au moins un décanteur et/ou au moins une section de filtration. Lors de la sous-étape b1), des adjuvants de filtration (par exemple des terres de diatomées ou du sable) peuvent éventuellement être ajoutés préalablement à la décantation et/ou la filtration.

- [0087] L'évacuation de la fraction insoluble peut être facilitée par des équipements permettant le transport et/ou l'élimination des traces de solvant éventuellement présentes dans la fraction insoluble, par exemple un convoyeur, un tube vibrant, une vis sans fin, une extrudeuse, un stripage. La sous-étape b1) peut donc mettre en œuvre des équipements de transport et/ou d'élimination des traces de solvant pour évacuer la fraction insoluble. Avantageusement, au moins une partie du solvant récupéré lors de la sous-étape b1) est recyclée dans le procédé.
- [0088] Selon un mode de réalisation particulier, la sous-étape b1) de séparation des insolubles met en œuvre au moins deux, et généralement moins de cinq, équipements de séparation solide-liquide en série et/ou en parallèle. La présence de au moins deux équipements de séparation solide-liquide en série permet d'améliorer l'élimination des insolubles tandis que la présence d'équipements en parallèle permet de gérer la maintenance desdits équipements et/ou des opérations de décolmatage.
- [0089] Certains composés insolubles, notamment certains pigments et charges minérales, ajoutés classiquement lors de la formulation des polymères, peuvent être sous forme de particules de taille inférieure à 1  $\mu\text{m}$ . C'est par exemple le cas du dioxyde de titane, du carbonate de calcium et du noir de carbone. Selon un mode de réalisation particulier de la sous-étape b1), ladite sous-étape b1) de séparation des insolubles met avantageusement en œuvre un séparateur électrostatique, ce qui permet d'éliminer efficacement au moins en partie, les particules insolubles de taille inférieure à 1  $\mu\text{m}$ . Selon un autre mode de réalisation particulier de la sous-étape b1), la sous-étape b1) des insolubles met en œuvre un filtre à sable, pour éliminer les particules de différentes tailles et notamment des particules de taille inférieure à 1  $\mu\text{m}$ . Selon encore un autre mode de réalisation particulier, la sous-étape b1) des insolubles met en œuvre un filtre tangentiel mettant notamment en œuvre une membrane et/ou un filtre en profondeur, éventuellement en présence d'adjuvants de filtration comme par exemple des terres de diatomées.
- [0090] En fonction de la nature de la charge, la solution polymère qui alimente la sous-étape b1), de préférence la solution polymère brute, peut éventuellement également comprendre une deuxième phase liquide, par exemple constituée de polymères fondus de nature différente de celle des thermoplastiques visés. Selon un autre mode de réa-

lisation particulier, la sous-étape b1) met avantageusement en œuvre une section de séparation solide-liquide-liquide, mettant en œuvre des équipements permettant la séparation de deux phases liquides et une phase solide, de préférence au moyen d'au moins un séparateur diphasique ou triphasique.

[0091] Sous-étape b2) de lavage

[0092] Le procédé de purification peut éventuellement comprendre une sous-étape b2) de lavage par une solution dense, pour obtenir avantageusement au moins une solution polymère lavée et de préférence un effluent de lavage. La solution polymère lavée obtenue à l'issue de la sous-étape b2) comprend avantageusement les polymères thermoplastiques visés que la présente invention cherche à récupérer purifiés, dissous dans le solvant de dissolution. Eventuellement la solution polymère lavée peut comprendre encore des impuretés résiduelles en particulier solubles dans le solvant de dissolution et/ou éventuellement des traces du solvant de lavage (i.e. de solution dense) si la sous-étape b2) est réalisée.

[0093] La sous-étape b2) de lavage peut être intégrée en amont ou en aval, de préférence en aval, d'une sous-étape b1) de séparation des insolubles, lorsque ces deux sous-étapes sont intégrées à l'étape b) de purification.

[0094] Lorsqu'elle est intégrée au procédé, la sous-étape b2) de lavage est alimentée par une solution dense et par la solution polymère brute issue de l'étape a) ou issue d'une éventuelle étape a') d'adsorption intermédiaire, ou encore par la solution polymère clarifiée issue de b1). La solution polymère qui alimente la sous-étape b2) de lavage, en particulier la solution polymère brute ou clarifiée, peut comprendre des impuretés sous forme de composés insolubles en suspension et/ou sous forme de composés solubilisés. Ces composés en suspension ou solubilisés peuvent, en partie ou en totalité, être éliminés lors de la sous-étape b2) de lavage par dissolution ou précipitation et/ou par entraînement dans la solution dense. Ainsi lorsqu'elle est mise en œuvre, cette sous-étape b2) contribue au traitement de la charge plastique et plus particulièrement à la purification de la solution polymère.

[0095] La sous-étape b2) de lavage comprend avantageusement la mise en contact de la solution polymère qui alimente la sous-étape b2), c'est-à-dire la solution polymère brute ou clarifiée, avec une solution dense. Avantageusement, la solution dense a une densité plus élevée que la solution polymère (c'est-à-dire le mélange comprenant au moins les polymères thermoplastiques visés et le solvant de dissolution dans lequel sont dissous les polymères thermoplastiques visés). En particulier, la solution dense a une densité de préférence supérieure ou égale à 0,85, de préférence supérieure ou égale à 0,9, préférentiellement supérieure ou égale à 1,0, et de manière préférée inférieure ou égale à 1,5. La solution dense peut être une solution aqueuse, qui comprend de préférence au moins 50% poids d'eau, de manière préférée au moins 75% poids d'eau,

de manière très préférée au moins 90% poids d'eau. Le pH de la solution aqueuse peut être ajusté à l'aide d'un acide ou d'une base de manière à favoriser la dissolution de certains composés. La solution dense peut aussi être éventuellement une solution comprenant, de préférence consistant en, un solvant organique de densité avantageusement supérieure ou égale à 0,85, de préférence supérieure ou égale à 0,9, préférentiellement supérieure ou égale à 1,0, et dans lequel les polymères de la charge plastique restent insolubles dans les conditions de température et pression de la sous-étape b2), par exemple un solvant organique choisi parmi sulfolane ou N-méthylpyrrolidone (NMP), éventuellement en mélange avec de l'eau. De manière très préférée, la solution dense est une solution aqueuse qui comprend de préférence au moins 50% poids d'eau, de manière préférée au moins 75% poids d'eau, de manière très préférée au moins 90% poids d'eau.

[0096] La sous-étape b2) de lavage est avantageusement mise en œuvre à une température comprise entre 120°C et 250°C, de préférence entre 130 et 225°C, préférentiellement entre 150°C et 210°C et de manière préférée entre 150 et 195°C, et une pression comprise entre 1,0 et 25,0 MPa absolu, de préférence entre 1,0 et 20,0 MPa absolu, préférentiellement entre 3,0 et 18,0 MPa absolu, de manière préférée entre 5,0 et 18,0 MPa absolu et de manière très préférée entre 6,0 et 17,0 MPa absolu. Très avantageusement, la sous-étape b2) de lavage est mise en œuvre à la température de dissolution et la pression de dissolution.

[0097] Dans la sous-étape b2) de lavage, lorsqu'elle est intégrée au procédé, le ratio massique (solution dense / solution polymère) entre le débit massique de la solution dense et le débit massique de la solution polymère qui alimente la sous-étape b2) est avantageusement compris entre 0,05 et 20,0, de préférence entre 0,1 et 10,0 et de manière préférée entre 0,5 et 3,0. La mise en contact entre la solution polymère et la solution dense peut être réalisée en plusieurs points du(des) équipement(s) utilisé(s), c'est-à-dire par plusieurs injections de la solution polymère et/ou de la solution dense en différents points le long de l'équipement (des équipements), c'est alors la somme des flux injectés qui est prise en compte dans le calcul du ratio massique (solution dense / solution polymère).

[0098] La sous-étape b2) peut être réalisée dans un ou plusieurs équipements de lavage permettant la mise en contact avec la solution dense et/ou avec des équipements de séparation permettant de récupérer au moins un effluent de lavage et une solution polymère lavée. Ces équipements sont bien connus, par exemple réacteurs agités, mélangeurs statiques, mélangeurs décanteurs, ballons séparateurs diphasique ou triphasique, colonnes de lavage à co ou contre-courant, colonne à plateaux, colonne agitée, colonne garnie, colonne pulsée, etc, chaque type d'équipement pouvant comprendre un ou plusieurs équipements utilisés seul(s) ou en combinaison avec des

équipements d'un autre type.

- [0099] Selon un mode de réalisation préféré, la sous-étape b2) de lavage est réalisée dans une colonne de lavage à contre-courant dans laquelle la solution dense est injectée, de préférence dans la moitié, de manière préférée le tiers, supérieure de la colonne de préférence le plus proche de la tête de colonne, d'une part et la solution polymère brute ou clarifiée est injectée, de préférence dans la moitié, de manière préférée le tiers, inférieure de la colonne de préférence le plus proche du fond de colonne, d'autre part. Selon ce mode de réalisation, il est possible de récupérer au moins une solution polymère lavée et avantageusement un effluent de lavage.
- [0100] Selon un mode très particulier, les flux en entrée et/ou sortie de la colonne de lavage peuvent être divisés et injectés en plusieurs points d'injection le long de la colonne et/ou soutirés en plusieurs points de soutirage le long de la colonne.
- [0101] Selon un autre mode de réalisation, la sous-étape b2) de lavage est réalisée dans un mélangeur-décanteur comprenant une zone de mélange agitée, pour mettre en contact la solution dense et la solution polymère brute ou clarifiée, et une zone de décantation, permettant de récupérer une solution polymère lavée et avantageusement un effluent de lavage.
- [0102] A l'issue de la sous-étape b2) de lavage, l'effluent de lavage avantageusement obtenu comprend en particulier composés solubilisés dans la solution dense et/ou insolubles et entraînés dans l'effluent de lavage. L'effluent de lavage peut être retraité dans une section de traitement de l'effluent de lavage, d'une part pour séparer au moins en partie les composés solubilisés et/ou entraînés et éventuellement purifier l'effluent de lavage, pour obtenir une solution dense purifiée, et d'autre part pour recycler au moins une partie de la solution dense purifiée. Cette section de traitement de l'effluent de lavage peut mettre en œuvre un ou des équipement(s) bien connu(s) de séparation solide-liquide, par exemple un ballon séparateur, un décanteur, un décanteur centrifuge, une centrifugeuse, un filtre. L'effluent de lavage peut également être envoyé en dehors du procédé, par exemple dans une station de traitement des eaux usées lorsque la solution dense est une solution aqueuse.
- [0103] Etape b3) d'extraction
- [0104] L'étape b) du procédé selon l'invention peut comprendre une sous-étape b3) d'extraction par mise en contact avec un solvant d'extraction, pour obtenir au moins une solution polymère extraite et de préférence un solvant usagé en particulier chargé en impuretés. La solution polymère extraite obtenue à l'issue de la sous-étape b3) comprend avantageusement les polymères thermoplastiques visés que la présente invention cherche à récupérer purifiés, dissous dans le solvant de dissolution. Eventuellement la solution polymère extraite peut comprendre encore des impuretés résiduelles en particulier solubles dans le solvant de dissolution et/ou des traces de

solution dense et/ou du solvant d'extraction si la(les) sous-étape(s) b2) et/ou b3) est(sont) réalisée(s).

- [0105] Lorsqu'elle est intégrée au procédé selon l'invention, la sous-étape b3) d'extraction est située avantageusement entre l'étape a) de dissolution et l'étape c) de séparation solvant-polymères, de préférence en aval d'une sous-étape b1) de séparation des insolubles et éventuellement en amont ou en aval d'une sous-étape b4) d'adsorption si cette dernière est également intégrée à l'étape b).
- [0106] La sous-étape b3) d'extraction est alimentée avantageusement par un solvant d'extraction et par la solution polymère, en particulier la solution polymère brute issue de l'étape a), la solution polymère clarifiée issue de la sous-étape b1), la solution polymère lavée issue de la sous-étape b2) ou la solution polymère raffinée issue d'une sous-étape b4) d'adsorption. De préférence, la sous-étape b3) d'extraction est alimentée par un solvant d'extraction et par la solution polymère clarifiée issue de la sous-étape b1) ou la solution polymère lavée issue de la sous-étape b2), ou encore éventuellement par une solution polymère raffinée issue d'une sous-étape b4) d'adsorption. La solution polymère qui alimente la sous-étape b3), de préférence la solution polymère clarifiée, la solution polymère lavée ou la solution polymère raffinée, peut donc éventuellement comprendre des composés solubilisés ou impuretés solubilisées. Ces composés solubilisés peuvent alors en partie ou en totalité être éliminés lors de la sous-étape b3) d'extraction par mise en contact avec un solvant d'extraction. Très avantageusement, la combinaison d'une sous-étape b3) d'extraction avec une sous-étape b1) de séparation des insolubles et éventuellement une sous-étape b2) de lavage et/ou une sous-étape b4) d'adsorption permet une purification améliorée de la solution polymère, en utilisant à la fois l'affinité des impuretés pour le solvant d'extraction et éventuellement pour la solution dense et/ou l'adsorbant.
- [0107] Lorsqu'elle est intégrée au procédé selon l'invention, la sous-étape b3) d'extraction met avantageusement en œuvre au moins une section d'extraction, de préférence entre une et cinq section(s) d'extraction, de manière très préférée une section d'extraction.
- [0108] Le ratio massique (solvant d'extraction / solution polymère) entre le débit massique du solvant d'extraction et le débit massique de la solution polymère qui alimente b3), de préférence la solution polymère clarifiée, la solution polymère lavée ou la solution polymère raffinée, est avantageusement compris entre 0,05 et 20,0, de préférence entre 0,1 et 10,0 et de manière préférée entre 0,2 et 5,0. La mise en contact entre la solution polymère qui alimente la sous-étape b3), de préférence la solution polymère clarifiée, la solution polymère lavée ou la solution polymère raffinée, et le solvant d'extraction peut être réalisée en plusieurs points de la section d'extraction, c'est-à-dire par plusieurs injections de la solution polymère et/ou du solvant d'extraction en différents points le long de la section d'extraction, c'est alors la somme des flux injectés qui est

prise en compte dans le calcul du ratio massique (solvant d'extraction / solution polymère).

[0109] Le solvant d'extraction mis en œuvre dans la sous-étape b3) d'extraction comprend avantageusement un solvant organique ou un mélange de solvants organiques. De préférence, le solvant d'extraction comprend, de préférence consiste en, au moins un composé hydrocarboné avantageusement aliphatique de préférence paraffinique, de préférence au moins un alcane, présentant une température d'ébullition comprise entre -15 et 100°C, de préférence entre 8 et 100°C, préférentiellement entre 25 et 69°C, de manière préférée entre 25 et 61°C et de manière très préférée entre 25 et 40°C. De manière préférée, le solvant d'extraction comprend majoritairement, de préférence au moins 80% poids, préférentiellement au moins 95% poids, de manière préférée 98% poids d'un composé hydrocarboné de préférence aliphatique paraffinique (ou alcane) (100% étant le maximum, les pourcentages étant exprimés par rapport au poids total du solvant de dissolution), ayant une température d'ébullition comprise entre -15 et 100°C, de préférence entre 8 et 100°C, préférentiellement entre 25 et 69°C, de manière préférée entre 25 et 61°C et de manière très préférée entre 25 et 40°C. Très avantageusement, le composé hydrocarboné avantageusement aliphatique de préférence paraffinique, majoritaire du solvant d'extraction présente une température critique (température au point critique dudit composé hydrocarboné pur) comprise entre 130 et 285°C, de préférence entre 158 et 285°C, préférentiellement entre 185 et 245°C, de manière préférée entre 185 et 230°C et de manière très préférée entre 185 et 200°C. Selon un mode de réalisation préféré, le solvant d'extraction comprend majoritairement, de préférence au moins 80% poids, préférentiellement au moins 95% poids, de manière préférée 98% poids d'un composé hydrocarboné paraffinique aliphatique, de préférence linéaire ou ramifié, présentant une température d'ébullition comprise entre -15 et 100°C, de préférence entre 8 et 100°C, préférentiellement entre 25 et 69°C, de manière préférée entre 25 et 61°C et de manière très préférée entre 25 et 40°C, et contenant entre 4 et 7 atomes de carbone (de C4 à C7), de préférence 5, 6 ou 7 atomes de carbone (respectivement en C5, C6 ou C7), de préférence contenant 5 ou 6 atomes de carbone (en C5 ou C6) et préférentiellement contenant 5 atomes de carbone (en C5).

[0110] De manière très préférée, le solvant extraction mis en œuvre dans b3) est le même solvant que le solvant de dissolution mis en œuvre dans l'étape a), éventuellement dans un état physique différent (par exemple le solvant d'extraction à l'état supercritique par rapport au solvant de dissolution à l'état liquide), de manière à faciliter la gestion des solvants et notamment leur purification et leur recyclage en particulier vers l'étape a) de dissolution et éventuellement vers la sous-étape b3) d'extraction. Un autre intérêt d'utiliser des solvants de dissolution et d'extraction identiques, dans des états physiques identiques ou différents, réside en, en plus de faciliter la gestion des solvants

mis en jeu dans le procédé selon l'invention, en particulier la récupération des solvants, leur traitement et leur recyclage vers au moins une des étapes du procédé, la limitation des consommations énergétiques et les coûts en particulier générés par le traitement et la purification des solvants.

- [0111] La(les) section(s) d'extraction de b3) peu(ven)t comprendre un ou des équipement(s) d'extraction, permettant la mise en contact avec le solvant d'extraction et/ou avec des équipements de séparation permettant de récupérer au moins un solvant usagé, en particulier chargé en impuretés, et une solution polymère extraite. Ces équipements sont bien connus, comme par exemple des réacteurs agités, mélangeurs statiques, mélangeurs décanteurs, ballons séparateurs diphasique ou triphasique, colonnes de lavage à co- ou contre-courant, colonne à plateaux, colonne agitée, colonne garnie, colonne pulsée etc., chaque type d'équipement pouvant comprendre un ou plusieurs équipements utilisés seul(s) ou en combinaison avec des équipements d'un autre type.
- [0112] Selon un mode de réalisation préféré de b3), l'extraction est réalisée dans une colonne d'extraction à contre-courant où le solvant d'extraction est injecté d'une part et la solution polymère qui alimente la sous-étape b3) est injectée d'autre part. Selon ce mode de réalisation, il est possible de récupérer au moins une solution polymères extraite, d'une part, et un solvant usagé notamment chargé en impuretés, d'autre part. De préférence, la solution polymère qui alimente b3), de préférence la solution polymère clarifiée, lavée ou raffinée, est injectée dans la moitié, de manière préférée le tiers, supérieure de la colonne, de préférence le plus proche de la tête de la colonne d'extraction à contre-courant, tandis que le solvant d'extraction est injecté dans la moitié, de manière préférée le tiers, inférieure de la colonne, de préférence le plus proche du fond de colonne d'extraction à contre-courant.
- [0113] Les flux en entrée et/ou sortie de la colonne d'extraction à contre-courant peuvent être divisés en plusieurs points d'injection et/ou de soutirage le long de la colonne.
- [0114] Selon un autre mode de réalisation de b3), l'extraction est réalisée dans un mélangeur-décanteur qui comprend avantageusement une zone de mélange agitée pour mettre en contact le solvant d'extraction et la solution polymère qui alimente b3), de préférence la solution polymère clarifiée, lavée ou raffinée, et une zone de décantation permettant de récupérer une solution polymère extraite d'une part et un solvant usagé d'autre part.
- [0115] Avantagement, la sous-étape b3) d'extraction est mise en œuvre dans des conditions de température et pression différentes des conditions de température et pression de l'étape a) de dissolution.
- [0116] Selon un mode de réalisation préféré de b3), la sous-étape b3) d'extraction met en œuvre une section d'extraction liquide/liquide. De manière préférée, la section d'extraction liquide/liquide est opérée entre 120°C et 250°C, de préférence entre 130 et

225°C, préférentiellement entre 150°C et 210°C et de manière préférée entre 150 et 195°C, et une pression comprise entre 1,0 et 25,0 MPa absolu, de préférence entre 1,0 et 20,0 MPa absolu, préférentiellement entre 3,0 et 18,0 MPa absolu, de manière préférée entre 5,0 et 18,0 MPa absolu et de manière très préférée entre 6,0 et 17,0 MPa absolu. Dans tous les cas, dans ce mode de réalisation, les conditions de température et pression sont ajustées de sorte que le solvant d'extraction soit à l'état liquide, le solvant de dissolution étant de préférence lui-aussi à l'état liquide. Très avantageusement, l'extraction liquide/liquide en particulier lorsque le solvant d'extraction est le même que le solvant de dissolution, est mise en œuvre dans des conditions de température et de pression différentes des conditions de dissolution de l'étape a), en particulier à une température supérieure à la température de dissolution et/ou à une pression inférieure à la pression de dissolution, de manière à se placer ainsi dans une zone diphasique du diagramme de mélange polymère-solvant correspondant.

[0117] Selon un autre mode de réalisation préféré de b3), la sous-étape b3) d'extraction met en œuvre une section d'extraction dans des conditions de température et pression particulières dans lesquelles le solvant d'extraction est avantageusement au moins en partie sous forme supercritique. Une telle extraction peut être appelée extraction supercritique. Dans ce mode de réalisation, l'extraction est réalisée par mise en contact de la solution polymère qui alimente b3), de préférence la solution polymère clarifiée, lavée ou raffinée, avec un solvant d'extraction, avantageusement dans des conditions de température et de pression qui permettent l'obtention d'une phase supercritique composée majoritairement (c'est-à-dire de préférence au moins 50% poids, préférentiellement au moins 70% poids, de manière préférée au moins 90% poids) du solvant d'extraction. En d'autres termes, dans ce mode de réalisation, l'extraction est réalisée par mise en contact de la solution polymère qui alimente b3), de préférence la solution polymère clarifiée, lavée ou raffinée, avec un solvant d'extraction qui est au moins en partie, de préférence en totalité, à l'état supercritique. Une telle sous-étape b3) d'extraction supercritique permet avantageusement une purification efficace de la solution polymère, notamment du fait de la très forte affinité des impuretés organiques, comme par exemple certains des additifs, notamment certains colorants ou plastifiants, pour la phase supercritique. L'utilisation d'un solvant d'extraction à l'état supercritique permet également de créer un écart de densité conséquent entre la phase supercritique et la solution polymère sous forme liquide, ce qui facilite la démixtion et une séparation par décantation entre les deux phases, soit entre la phase supercritique et la phase liquide, ce qui par conséquent contribue à l'efficacité de la purification de la solution polymère.

[0118] Dans cet autre mode de réalisation préféré, la sous-étape b3) met en œuvre un solvant d'extraction comprenant majoritairement, de préférence au moins 80% poids, préférentiellement au moins 95% poids, de manière préférée 98% poids d'un composé hy-

drocarboné, de préférence aliphatique paraffinique (ou alcane), (100% étant le maximum, les pourcentages étant exprimés par rapport au poids total du solvant de dissolution), présentant une température critique de préférence comprise entre 130 et 285°C, de préférence entre 158 et 285°C, préférentiellement entre 185 et 245°C, de manière préférée entre 185 et 230°C et de manière très préférée entre 185 et 200°C. De manière très préférée, dans une telle sous-étape b3) d'extraction supercritique, le solvant d'extraction comprend majoritairement, de préférence au moins 80% poids, préférentiellement au moins 95% poids, de manière préférée 98% poids d'un composé hydrocarboné aliphatique paraffinique présentant une température d'ébullition comprise entre -15 et 100°C, de préférence entre 8 et 100°C, préférentiellement entre 25 et 69°C, très préférentiellement entre 25 et 61°C et de manière préférée entre 25 et 40°C, et contenant entre 4 et 7 atomes de carbone (c'est-à-dire en C4-C7), de préférence 5, 6 ou 7 atomes de carbone (respectivement en C5, C6 ou C7), préférentiellement contenant 5 ou 6 atomes de carbone (en C5 ou C6) et très préférentiellement contenant 5 atomes de carbone (en C5). De manière très particulière, le composé hydrocarboné aliphatique paraffinique majoritaire du solvant d'extraction présente une pression critique comprise entre 2,5 et 5,0 MPa, de préférence entre 2,7 et 4,6 MPa, préférentiellement entre 3,0 et 3,8 MPa, et de manière préférée entre 3,0 et 3,5 MPa.

[0119] Avantageusement, la sous-étape b3) d'extraction supercritique de ce mode de réalisation particulier est mise en œuvre à une température de préférence entre 160°C et 300°C, préférentiellement entre 190 et 250°C, de manière préférée entre 200°C et 230°C, et à une pression de préférence entre 2,7 et 10,0 MPa absolu, préférentiellement entre 3,0 et 6,0 MPa absolu, de manière préférée entre 3,0 et 5,0 MPa absolu et de manière très préférée entre 3,0 et 4,0 MPa absolu. Selon un mode très particulier de ce mode de réalisation préféré de la sous-étape b3), la pression à laquelle l'extraction supercritique est opérée est très avantageusement comprise entre la pression critique (PC(solvant extraction)) du composé hydrocarboné aliphatique paraffinique majoritaire du solvant d'extraction (c'est-à-dire la pression critique de manière préférée du composé hydrocarboné aliphatique paraffinique majoritaire présentant une température d'ébullition comprise entre -15 et 100°C, de préférence entre 8 et 100°C, préférentiellement entre 25 et 69°C, très préférentiellement entre 25 et 61°C et de manière préférée entre 25 et 40°C, et contenant entre 4 et 7 atomes de carbone, de préférence 5, 6 ou 7 atomes de carbone, préférentiellement contenant 5 ou 6 atomes de carbone et très préférentiellement contenant 5 atomes de carbone, comme défini ci-dessus) et une pression égale à 3,0 MPa au-delà de la pression critique du composé hydrocarboné aliphatique paraffinique majoritaire du solvant d'extraction (c'est-à-dire : PC(solvant extraction) + 3,0 MPa), de préférence entre la pression critique (PC(solvant extraction)) du composé hydrocarboné aliphatique paraffinique majoritaire du solvant d'extraction

et une pression égale à 1,5 MPa au-delà de la pression critique du composé hydrocarboné aliphatique paraffinique majoritaire du solvant d'extraction (c'est-à-dire :  $PC(\text{solvant extraction}) + 1,5 \text{ MPa}$ ), de manière préférée entre la pression critique ( $PC(\text{solvant extraction})$ ) du composé hydrocarboné aliphatique paraffinique majoritaire du solvant d'extraction et une pression égale à 0,5 MPa au-delà de la pression critique du composé hydrocarboné aliphatique paraffinique majoritaire du solvant d'extraction (c'est-à-dire : égale à  $PC(\text{solvant extraction}) + 0,5 \text{ MPa}$ ), les pressions étant des pressions absolues. Dans tous les cas, dans ce mode de réalisation, les conditions de température et pression sont ajustées, notamment dans une section d'ajustement mise en œuvre à la sous-étape b3) d'extraction en amont de la section d'extraction, de sorte que le solvant d'extraction soit au moins en partie à l'état supercritique dans la section d'extraction, l'ajustement de la température et pression du solvant d'extraction dans ladite section d'ajustement étant avantageusement réalisé par les moyens connus de l'homme du métier (en mettant en œuvre par exemple pompe et/ou vanne et/ou turbine et/ou échangeur et/ou four).

- [0120] Dans un mode très préféré de réalisation, la sous-étape b3) d'extraction met en œuvre une extraction supercritique et le solvant d'extraction est le même que le solvant de dissolution (ou comprend le même composé majoritaire que le solvant de dissolution et éventuellement des impuretés), hormis le fait que le solvant d'extraction est au moins en partie en phase supercritique.
- [0121] Avantagement à l'issue de la sous-étape b3) d'extraction, le solvant usagé obtenu est en particulier chargé en impuretés. Il peut être retraité dans une section de traitement organique permettant d'une part de séparer au moins une partie des impuretés et purifier le solvant pour obtenir un solvant d'extraction purifié, et d'autre part de recycler au moins une partie du solvant d'extraction purifié en entrée de b3) d'extraction, et/ou en entrée de l'étape a) de dissolution dans le cas où le solvant de dissolution et le solvant d'extraction sont identiques. Le solvant usagé peut être traité selon toute méthode connue de l'homme du métier, comme par exemple une ou plusieurs méthodes parmi distillation, évaporation, extraction, adsorption, cristallisation et précipitation des insolubles, ou par purge.
- [0122] Sous-Etape b4) d'adsorption
- [0123] L'étape b) du procédé de traitement selon l'invention peut comprendre une sous-étape b4) d'adsorption, pour obtenir au moins une solution polymère raffinée. La solution polymère raffinée obtenue à l'issue de la sous-étape b4) comprend avantageusement les polymères thermoplastiques visés que la présente invention cherche à récupérer purifiés, dissous dans le solvant de dissolution.
- [0124] Lorsqu'elle est intégrée au procédé selon l'invention, la sous-étape b4) d'adsorption est avantageusement mise en œuvre en aval de l'étape a) de dissolution et en amont de

l'étape c) de séparation solvant-polymères. Elle peut être mise en œuvre en amont d'une sous-étape b1) de séparation des insolubles et/ou b2) de lavage et correspondre en particulier à l'éventuelle étape a') d'adsorption intermédiaire. De préférence, elle est mise en œuvre en aval d'une sous-étape b1) de séparation des insolubles et éventuellement d'une sous-étape b2) de lavage elle-même de préférence en aval de la sous-étape b1). Elle peut encore être mise en œuvre, par exemple, en amont ou en aval d'une sous-étape b3) d'extraction. Ainsi, la sous-étape b4) d'adsorption est mise en œuvre par mise en contact de la solution polymère qui l'alimente, en particulier la solution polymère brute issue de l'étape a), la solution polymère clarifiée issue de b1) ou lavée issue b2) ou encore la solution polymère extraite issue de b3), avec un(ou des) adsorbant(s).

- [0125] La sous-étape b4) d'adsorption met avantageusement en œuvre une section d'adsorption opérée en présence d'au moins un adsorbant, de préférence solide, et en particulier sous forme de lit fixe, de lit entraîné (ou slurry, c'est-à-dire sous forme de particules introduites dans le flux à purifier et entraînées avec ce flux) ou sous forme de lit bouillonnant, de préférence sous forme de lit fixe ou de lit entraîné. Chaque adsorbant mis en œuvre dans la sous-étape b4) est de préférence une alumine, une silice, une silice-alumine, un charbon actif, une terre décolorante, ou leurs mélanges, de manière préférée un charbon actif, une terre décolorante ou leurs mélanges, de préférence sous forme de lit fixe ou de lit entraîné, la circulation des flux pouvant être ascendante ou descendante.
- [0126] Avantageusement, lorsqu'elle est intégrée au procédé, la sous-étape b4) d'adsorption est mise en œuvre à une température comprise entre 120°C et 250°C, de préférence entre 130 et 225°C, préférentiellement entre 150°C et 210°C et de manière préférée entre 150 et 195°C, et une pression comprise entre 1,0 et 25,0 MPa absolu, de préférence entre 1,0 et 20,0 MPa absolu, préférentiellement entre 3,0 et 18,0 MPa absolu, de manière préférée entre 5,0 et 18,0 MPa absolu et de manière très préférée entre 6,0 et 17,0 MPa absolu. Très avantageusement, la sous-étape b4) d'adsorption est mise en œuvre aux conditions de température et de pression de dissolution, c'est-à-dire à la température de dissolution et la pression de dissolution de l'étape a). De préférence, dans l'éventuelle sous-étape b4), la vitesse volumique horaire (ou VVH), qui correspond au ratio entre le débit volumique de la solution polymère qui alimente b4) et le volume d'adsorbant, avantageusement en opération dans b4), est comprise entre 0,05 et 10 h<sup>-1</sup>, préférentiellement entre 0,1 et 5,0 h<sup>-1</sup>.
- [0127] Selon un mode de réalisation particulier de la sous-étape b4), la section d'adsorption peut comprendre un ou plusieurs lit(s) fixe(s) d'adsorbant(s), par exemple sous forme de colonne(s) d'adsorption, de préférence au moins deux colonnes d'adsorption, préférentiellement entre deux et quatre colonnes d'adsorption, contenant ledit(ou lesdits)

adsorbant(s). Lorsque la section d'adsorption comprend deux colonnes d'adsorption, un mode de fonctionnement peut être un fonctionnement appelé «swing », selon le terme anglo-saxon consacré, dans lequel l'une des colonnes est en ligne, c'est-à-dire en fonctionnement, tandis que l'autre colonne est en réserve. Lorsque l'adsorbant de la colonne en ligne est usé, cette colonne est isolée tandis que la colonne en réserve est mise en ligne, c'est-à-dire en fonctionnement. L'adsorbant usé peut être ensuite régénéré *in situ* et/ou remplacé par de l'adsorbant frais pour que la colonne le contenant puisse à nouveau être remise en ligne une fois que l'autre colonne aura été isolée.

[0128] Un autre mode de fonctionnement de ce mode de réalisation particulier de b4), comprenant un ou plusieurs lit(s) fixe(s) d'adsorbant(s), est d'avoir au moins deux colonnes fonctionnant en série. Lorsque l'adsorbant de la colonne placée en tête est usé, cette première colonne est isolée et l'adsorbant usé est soit régénéré *in situ* ou remplacé par de l'adsorbant frais. La colonne est ensuite remise en ligne en dernière position et ainsi de suite. Ce fonctionnement est appelé mode permutable, ou selon le terme anglais « PRS » pour Permutable Reactor System ou encore « lead and lag » selon le terme anglo-saxon consacré. L'association d'au moins deux colonnes d'adsorption permet de palier à l'empoisonnement et/ou au colmatage possible et éventuellement rapide de l'adsorbant sous l'action conjointe des impuretés, des contaminants et des insolubles éventuellement présents dans le flux à traiter. La présence d'au moins deux colonnes d'adsorption facilite en effet le remplacement et/ou la régénération de l'adsorbant, avantageusement sans arrêt du procédé, et permet aussi de maîtriser les coûts et de limiter la consommation d'adsorbant.

[0129] Selon ce mode de réalisation particulier de la sous-étape b4) d'adsorption en lit fixe d'adsorbant(s), la sous-étape b4) est mise en œuvre de préférence en aval d'une sous-étape b1) de séparation des insolubles et/ou d'une sous-étape b2) de lavage, et éventuellement en amont ou aval d'une sous-étape b3) d'extraction. Avantageusement, la combinaison d'une sous-étape b1) de séparation des insolubles et/ou d'une sous-étape b2) de lavage, et éventuellement d'une sous-étape b3) d'extraction, avec une sous-étape b4) d'adsorption permet une purification améliorée de la solution polymère, en utilisant à la fois l'affinité des impuretés résiduelles pour l'adsorbant et pour le solvant d'extraction et éventuellement une solution dense.

[0130] La section d'adsorption de b4) peut, selon un autre mode de réalisation, consister à un ajout de particules d'adsorbant dans la solution polymère, en particulier la solution polymère brute, lesdites particules pouvant être séparées de la solution polymère via une étape d'élimination des particules d'adsorbant située en aval de ladite section d'adsorption. L'élimination des particules d'adsorbant peut alors avantageusement correspondre à une sous-étape b1) de séparation des insolubles ou à une sous-étape b2) de

lavage. Une telle mise en œuvre de la sous-étape b4) d'adsorption, par introduction des particules d'adsorbant puis séparation solide/liquide, correspond avantageusement à l'éventuelle étape a') d'adsorption intermédiaire, décrite plus avant dans cette description.

[0131] Etape c) de séparation solvant-polymère

[0132] Selon l'invention, le procédé comprend une étape c) de séparation solvant-polymère, pour obtenir au moins une fraction de polymères thermoplastiques purifiés, plus particulièrement au moins une fraction de polyoléfines purifiées et de préférence une fraction solvant.

[0133] L'étape c) de séparation solvant-polymère met avantageusement en œuvre au moins une section de séparation supercritique, suivie par au moins une section de récupération de solvant, de préférence entre une et cinq section(s) de récupération de solvant, en série. L'étape c) de séparation solvant-polymère, plus particulièrement la section de séparation supercritique, notamment la première section de séparation supercritique, est alimentée par la solution polymère purifiée issue de l'étape b) de purification.

[0134] L'étape c) de séparation solvant-polymère vise ainsi d'abord à séparer au moins en partie, de préférence majoritairement, voire en totalité, le(les) solvant(s), en particulier le solvant de dissolution, contenu(s) dans la solution polymère purifiée qui alimente l'étape c), de manière à récupérer les polymères thermoplastiques débarrassés au moins en partie, de préférence majoritairement et préférentiellement en totalité, des impuretés et du solvant de dissolution et éventuellement du(des) autres solvants mis en œuvre dans le procédé (c'est-à-dire le solvant d'extraction et/ou la solution dense). Par majoritairement, il faut comprendre au moins 50% poids, préférentiellement au moins de préférence au moins 70% poids, de manière préférée au moins 90% poids, de manière très préférée au moins 95%, par rapport au poids du(ou des) solvant(s) contenu(s) dans la solution polymère purifiée qui alimente l'étape c), en particulier du solvant de dissolution et éventuellement du solvant d'extraction et/ou de la solution dense contenu(s) dans la solution polymère purifiée qui alimente l'étape c). Toute méthode de séparation du solvant des polymères connue de l'homme du métier peut être mise en œuvre, notamment toutes les méthodes permettant un changement de phase des polymères ou des solvant(s). Le(les) solvant(s) peu(ven)t être séparé(s), par exemple par évaporation, stripage, démixtion, différence de densité et notamment décantation ou centrifugation, etc.

[0135] La fraction de polymères thermoplastiques purifiés obtenue à l'issue de l'étape c) peut correspondre à une solution polymère concentrée ou à des polymères thermoplastiques purifiés liquides (c'est-à-dire l'état fondu) ou solides. L'étape c) de séparation solvant-polymère peut éventuellement comprendre en outre une section de

conditionnement pour conditionner les thermoplastiques récupérés, sous forme solide et plus particulièrement sous forme de granulés solides. Dans cette éventuelle section de conditionnement, les polymères thermoplastiques purifiés récupérés sont refroidis, avantageusement à une température inférieure à la température de fusion des polymères, pour obtenir une fraction comportant des polymères à l'état solide.

[0136] L'étape c) de séparation solvant-polymère vise également à récupérer au moins en partie, de préférence majoritairement et préférentiellement en totalité, le(les) solvant(s) contenu(s) dans la solution polymère purifiée qui alimente l'étape c), en particulier le solvant de dissolution et éventuellement le solvant d'extraction et/ou la solution dense. Par majoritairement, il faut comprendre au moins 50% poids, préférentiellement au moins de préférence au moins 70% poids, de manière préférée au moins 90% poids, de manière très préférée au moins 95%, par rapport au poids du(ou des) solvant(s) contenu(s) dans la solution polymère purifiée qui alimente l'étape c). Ainsi, l'étape c) permet avantageusement d'obtenir également au moins une fraction de solvant. L'étape c) de séparation solvant-polymère vise aussi éventuellement à purifier la fraction de solvant récupérée et à la recycler notamment en amont de l'étape a) de dissolution et éventuellement en amont de la sous-étape b2) de lavage et/ou de la sous-étape b3) d'extraction.

[0137] L'étape c) de séparation solvant-polymère met ainsi en œuvre une section de séparation supercritique qui permet de séparer au moins une partie du solvant de dissolution, éventuellement du solvant d'extraction et/ou de la solution dense, et éventuellement une partie des impuretés résiduelles qui n'auraient pas été éliminées lors de l'étape b), dans des conditions de température et de pression ajustées de sorte à se placer dans des conditions supercritiques, c'est-à-dire au-delà du point critique du(des) solvant(s) à séparer, en particulier au-delà du point critique du solvant de dissolution, plus particulièrement au-delà du point critique du composé hydrocarboné majoritaire du solvant de dissolution, ce qui permet avantageusement de séparer facilement et récupérer au moins une partie du solvant, en particulier du solvant de dissolution. Cette section de séparation supercritique met en particulier en œuvre un système de fluides qui se compose d'une phase supercritique comprenant majoritairement du solvant, en particulier du solvant de dissolution, et d'une phase liquide comprenant les polymères thermoplastiques. Le terme « majoritairement » signifie ici, au moins 50% poids, de préférence au moins 70% poids, de manière préférée au moins 90% poids, de manière très préférée au moins 95% poids, par rapport au poids du flux considéré, c'est-à-dire de la phase supercritique. La séparation peut alors être appelée séparation supercritique du(des) solvant(s). La séparation supercritique du(des) solvant(s) permet de séparer efficacement d'une part au moins une partie du(des) solvant(s) et en particulier le solvant de dissolution et d'autre part les polymères thermoplastiques ou une solution polymère

concentrée, la séparation supercritique étant avantageusement permise par la différence significative de densité entre les deux phases, la phase supercritique et la phase liquide comprenant les polymères thermoplastiques. De plus, la séparation supercritique du(des) solvant(s) permet avantageusement de présenter un coût énergétique et environnemental significativement réduit par rapport à une simple vaporisation du solvant, puisque lors du passage à l'état supercritique, il n'y a pas de chaleur latente de vaporisation.

[0138] La section de séparation supercritique est opérée avantageusement à une température comprise 160°C et 300°C, préférentiellement entre 190 et 250°C, de manière préférée entre 200°C et 230°C, et à une pression ( $P_{\text{supercritique}}$ ) comprise entre 2,7 et 10,0 MPa absolu, de préférence entre 3,0 et 6,0 MPa absolu, préférentiellement entre 3,0 et 5,0 MPa absolu et de manière préférée entre 3,0 et 4,0 MPa absolu. Selon un mode de réalisation particulier, la section de séparation supercritique est mise en œuvre à une pression ( $P_{\text{supercritique}}$ ) comprise entre la pression critique du composé hydrocarboné majoritaire du solvant de dissolution ( $PC(\text{solvant dissolution})$ ) et une pression égale à 3,0 MPa au-delà de la pression critique du composé hydrocarboné majoritaire du solvant de dissolution (c'est-à-dire :  $PC(\text{solvant dissolution}) + 3,0 \text{ MPa}$ ), préférentiellement entre la pression critique du composé hydrocarboné majoritaire du solvant de dissolution ( $PC(\text{solvant dissolution})$ ) et une pression égale à 1,5 MPa au-delà de la pression critique du composé hydrocarboné majoritaire du solvant de dissolution (c'est-à-dire :  $PC(\text{solvant dissolution}) + 1,5 \text{ MPa}$ ), de manière préférée entre la pression critique du composé hydrocarboné majoritaire du solvant de dissolution ( $PC(\text{solvant})$ ) et une pression égale à 0,5 MPa au-delà de la pression critique du composé hydrocarboné majoritaire du solvant de dissolution (c'est-à-dire : égale à  $PC(\text{solvant dissolution}) + 0,5 \text{ MPa}$ ), les pressions étant des pressions absolues, le composé hydrocarboné majoritaire du solvant de dissolution étant un composé hydrocarboné avantageusement aliphatique de préférence paraffinique présentant une température d'ébullition comprise entre -15 et 100°C, de préférence entre 8 et 100°C, préférentiellement entre 25 et 69°C, très préférentiellement entre 25 et 61°C et de manière préférée entre 25 et 40°C, et de préférence contenant entre 4 et 7 atomes de carbone, de préférence 5, 6 ou 7 atomes de carbone, préférentiellement contenant 5 ou 6 atomes de carbone et très préférentiellement contenant 5 atomes de carbone, comme décrit en détail dans la description de l'étape a) ci-avant.

[0139] La section de séparation supercritique de l'étape c) est de préférence mise en œuvre par démixtion puis décantation de la phase liquide (comprenant les polymères thermoplastiques) et de la phase supercritique (composée de solvant). Avantageusement, la phase supercritique issue de la section de séparation supercritique constitue au moins en partie la fraction solvant obtenue à l'issue de l'étape c). La phase liquide qui

comprend les polymères thermoplastiques est de préférence envoyée vers une section de récupération de solvant ou une série de sections de récupération de solvant.

[0140] L'étape c) peut éventuellement comprendre une ou plusieurs sections de séparation supercritique successives, en particulier entre une et cinq, plus particulièrement une, deux ou trois. La phase liquide qui comprend le polypropylène et qui est issue d'une section de séparation supercritique peut donc également alimenter une autre section de séparation supercritique ultérieure, la phase liquide de la dernière section de séparation supercritique étant avantageusement envoyée vers une section de récupération de solvant ou une série de sections de récupération de solvant. De manière très préférée, l'étape c) comprend une section de séparation supercritique.

[0141] Très avantageusement, la séparation supercritique du solvant permet de réduire encore davantage la teneur en impuretés résiduelles de la fraction de polymères thermoplastiques purifiés, plus particulièrement au moins une fraction de polyoléfines purifiées.

[0142] De préférence, la section de séparation supercritique, éventuellement la série de sections de séparation supercritique, est suivie par au moins une, de préférence entre une et cinq, section(s) de récupération de solvant, de préférence successives. La première section de récupération de solvant est alimentée par la phase liquide comprenant les polymères thermoplastiques visés et issue de la section de séparation supercritique, éventuellement la série de sections de séparation supercritique et en particulier de la dernière section de séparation supercritique, et, dans le cas où la section de séparation comprend au moins deux sections de récupération de solvant, chacune des sections de récupération de solvant suivante, c'est-à-dire à partir de la deuxième section de récupération de solvant, est alimentée par la phase liquide comprenant les polymères thermoplastiques visés issue de la section de récupération de solvant précédente, par exemple la deuxième section de récupération de solvant étant alimentée par la phase liquide comprenant les polymères thermoplastiques visés issue de la première section de récupération de solvant. La phase liquide contenant les polymères thermoplastiques issue de la dernière section de récupération de solvant constitue la fraction de polymères thermoplastiques purifiés, plus particulièrement la fraction de polyoléfines purifiées, obtenue à l'issue de l'étape c).

[0143] La phase ou l'ensemble des phases ne contenant que du solvant, issue(s) de la (ou des) section(s) de récupération de solvant constitue(nt) avec la phase supercritique issue de la section de séparation supercritique, éventuellement de la série de sections de séparation supercritique, la(ou les) fraction(s) solvant avantageusement récupérée(s) à l'issue de l'étape c). La phase ou l'ensemble des phases ne contenant que du solvant issu(e) de la (ou des) section(s) de récupération de solvant est (ou sont) de préférence sous forme gazeuse. Elle(s) peu(ven)t être condensée(s) et éventuellement mélangée(s)

avec la phase supercritique issue de la section de séparation supercritique et dont les conditions de températures et pression ont été préalablement ajustés pour être sous forme liquide.

[0144] Chaque section de récupération de solvant est mise en œuvre à une température avantageusement opérée à une température comprise entre 160 et 300°C (et de préférence à une température supérieure à la température de fusion des polymères thermoplastiques visés) et une pression comprise entre la pression mise en œuvre dans la section de séparation supercritique ( $P_{\text{supercritique}}$ ) et 0,000005 MPa (soit 5 Pa). Très avantageusement, chaque section de récupération de solvant est mise en œuvre à une température comprise entre 160 et 300°C et à une pression comprise entre la pression de la section précédente de l'étape c) et 0,000005 MPa. Ainsi, lorsque l'étape c) met en œuvre une section de séparation supercritique et plusieurs (au moins deux) sections de récupération de solvant, la première section de récupération de solvant S1, qui suit directement la section de séparation supercritique, est mise en œuvre à une pression  $P(S1)$  comprise entre la pression ( $P_{\text{supercritique}}$ ) mise en œuvre dans la section de séparation supercritique (avantageusement directement antérieure) et 0,000005 MPa ; la deuxième section de récupération de solvant S2, qui suit directement la section de récupération de solvant S1, est mise en œuvre à une pression  $P(S2)$  comprise entre la pression  $P(S1)$  mise en œuvre dans la première section de récupération de solvant S1 et 0,000005 MPa, et ainsi de suite pour les sections suivantes. Selon un mode de réalisation préféré, chaque section de récupération de solvant est mise en œuvre à une température avantageusement opérée à une température comprise entre 160 et 300°C et une pression comprise entre la pression de la section précédente de l'étape c) et 0,000005 MPa et de manière préférée à une pression comprise entre 10,0 MPa et 0,000005 MPa, préférentiellement entre 5,0 MPa et 0,000005 MPa, de manière préférée entre 2,7 MPa et 0,000005 MPa. De préférence, les conditions de température et pression sont ajustées dans chaque section de récupération de solvant pour jouer sur la volatilité du(des) solvant(s) encore présent(s) dans la phase polymère qui se trouve avantageusement sous forme de solution polymère concentrée ou sous forme de polymères fondus ou solides.

[0145] Dans le cas où plusieurs solvants différents ont été mis en œuvre dans le procédé de purification selon l'invention, en particulier dans l'étape a) de dissolution et éventuellement dans une sous-étape b3) d'extraction, l'étape c) peut mettre en œuvre plusieurs sections de récupération de solvant, par exemple deux, trois ou quatre sections de récupération du solvant, de manière à récupérer séparément, séquentiellement et/ou successivement les différents solvants, en particulier le solvant de dissolution et éventuellement le solvant d'extraction.

[0146] Très avantageusement, la fraction solvant récupérée à l'issue de l'étape c) peut être

traitée dans une section de traitement organique située à l'issue de l'étape c), de manière à la purifier et obtenir au moins un solvant purifié, en particulier au moins un solvant de dissolution purifié, pour pouvoir avantageusement le recycler vers l'étape a) de dissolution, et éventuellement vers la sous-étape b2) de lavage ou la sous-étape b3) d'extraction. Ladite éventuelle section de traitement organique à l'issue de l'étape c) peut mettre en œuvre toute méthode connue de l'homme du métier, comme par exemple une ou plusieurs méthodes parmi distillation, évaporation, extraction liquide-liquide, adsorption, cristallisation et précipitation des insolubles, ou par purge.

[0147] Le procédé selon l'invention permet ainsi d'obtenir un flux purifié de polymères thermoplastiques et plus particulièrement de polyoléfines, à partir de déchets plastiques, qui peut être utilisé dans toute application par exemple en remplacement des mêmes polymères à l'état vierge. Le flux purifié de thermoplastiques, c'est-à-dire la fraction de polymères thermoplastiques purifiés, obtenu par le procédé selon l'invention présente ainsi des teneurs en impuretés et en solvant résiduel suffisamment faibles pour pouvoir être utilisé dans toute application. De manière préférée, le flux de polymères thermoplastiques purifiés, et notamment le flux de polyoléfines purifiées, obtenu à l'issue du procédé selon l'invention comprend avantageusement moins de 5% poids d'impuretés, très avantageusement moins de 1% poids d'impuretés et très avantageusement moins de 5% poids de solvant résiduel (en particulier de solvant de dissolution), de préférence moins de 1% poids de solvant résiduel, de manière préférée moins de 0,1% poids de solvant résiduel.

[0148] Selon un mode de réalisation préféré de l'invention, le procédé de purification de la charge plastique comprend, de préférence consiste en :

[0149] a) une étape de dissolution dans un solvant de dissolution comprenant au moins un composé hydrocarboné aliphatique paraffinique, présentant une température d'ébullition comprise entre -15 et 100°C, de préférence entre 8 et 100°C, préférentiellement entre 25 et 69°C, de manière préférée entre 25 et 61°C et de manière très préférée entre 25 et 40°C, mise en œuvre à une température de dissolution comprise entre 120°C et 250°C, de préférence entre 130 et 225°C, préférentiellement entre 150°C et 210°C, de manière préférée entre 150 et 195°C, et une pression de dissolution comprise entre 1,0 et 25,0 MPa abs., de préférence entre 1,0 et 20,0 MPa abs., préférentiellement entre 3,0 et 18,0 MPa abs., de manière préférée entre 5,0 et 18,0 MPa abs., et de manière très préférée entre 6,0 et 17,0 MPa abs, pour obtenir au moins une solution polymère brute ; puis

[0150] b) une étape de purification de la solution polymère brute, comprenant :

[0151] b1) une sous-étape de séparation des insolubles pour obtenir une solution polymère clarifiée et une fraction insoluble ; puis

[0152] b4) une sous-étape d'adsorption des impuretés par contact de la solution polymère

clarifiée avec un adsorbant, pour obtenir au moins une solution polymère raffinée ;  
puis

- [0153] c) une étape de séparation solvant-polymère mettant en œuvre au moins une section de séparation supercritique opérée à une température comprise entre 160 et 300°C, de préférence entre 190 et 250°C, préférentiellement entre 200 et 230°C, et à une pression ( $P_{\text{supercritique}}$ ) comprise entre 2,7 et 10,0 MPa abs., de préférence entre 3,0 et 6,0 MPa abs., préférentiellement entre 3,0 et 5,0 MPa abs. et de manière préférée entre 3,0 et 4,0 MPa abs, suivie par au moins une section de récupération de solvant, opérée à une température comprise entre 160 et 300°C et une pression comprise entre la pression de la section de séparation supercritique ( $P_{\text{supercritique}}$ ) et 0,000005 MPa (soit 5 Pa), pour obtenir au moins une fraction de polymères thermoplastiques purifiés.
- [0154] Les exemples qui suivent illustrent l'invention, en particulier des modes de réalisation particuliers de l'invention, sans en limiter la portée.

## EXEMPLES

### Exemple 1 (conforme à l'invention)

- [0155] Etape a) de dissolution :
- [0156] Une charge plastique colorée sous forme de pellets de taille inférieure à 5 mm à base de polyoléfines (contenant 95% poids d'un mélange de polypropylène et de polyéthylène 50/50), issue de déchets plastiques, est introduite sous forme de paillettes dans une extrudeuse chauffée à 180°C. En sortie d'extrudeuse, la charge est au moins en partie sous forme fondue et est mélangée avec un solvant comprenant 99% de n-pentane et préalablement chauffée à 180°C, selon un ratio massique solvant/charge de 9/1. Le mélange de solvant et de charge est introduit dans un réacteur agité et chauffé à 180°C, et maintenu à 12 MPa absolu, pendant un temps de séjour de 1 heure. Une solution polymère est alors obtenue.
- [0157] La solution polymère issue de l'étape a) de dissolution est ensuite soumise à une étape b) de purification :
- [0158] La solution polymère est soutirée en continu du réacteur agité et traverse trois filtres placés en série, maintenus à 180°C et présentant des diamètres de coupure respectivement de 500  $\mu\text{m}$ , 100  $\mu\text{m}$  et 10  $\mu\text{m}$  (dans cet ordre-là). La perte de charge sur les filtres est de 0,05 MPa.
- [0159] En sortie de la série de filtres, la solution polymère clarifiée traverse une section d'adsorption comprenant un lit de des particules de charbon actif selon un temps de contact de 2 heures puis un filtre permettant de retenir les particules de charbon actif. Cette section d'adsorption est opérée à 180°C. Elle conduit à une perte de charge de 0,2 MPa.
- [0160] La solution purifiée issue de l'étape b) de purification est soumise ensuite à une étape

c) de séparation solvant-polymère comprenant une section supercritique :

- [0161] La solution polymère purifiée issue de la section d'adsorption est ensuite chauffée à 210°C, la pression étant légèrement inférieure à 12 MPa (pression de dissolution moins les pertes de charges induites dans les sections de l'étape b) de purification). La solution polymère est ensuite détendue à 4 MPa absolu puis injectée dans un décanteur maintenu à 4 MPa abs et 210°C et pendant un temps de séjour de 5 minutes. Deux phases se forment : une phase supérieure comprenant majoritairement le solvant à l'état supercritique et une phase inférieure liquide comprenant les polyoléfines dissoutes dans du solvant. La phase supérieure est soutirée de la partie supérieure du décanteur.
- [0162] La phase liquide inférieure est ensuite soumise à une évaporation du solvant résiduel dans deux sections, dans un premier temps à une température de 210°C et une pression 0,5 MPa pendant 5 minutes, puis dans un second temps une température de 210°C et une pression 0,01 MPa pendant 2 minutes.
- [0163] En sortie de procédé, à température et pression atmosphérique, un solide A composé de polyoléfines (polypropylène et polyéthylène 50/50) purifiées est obtenu. Le solide A est analysé.
- [0164] Le solide A obtenu est quasi incolore et quasi translucide (moins de 5% poids d'impuretés) et comprend moins de 1% poids de n-pentane.

**Exemple 2 (non conforme)**

- [0165] Dans cet exemple 2, les étapes a) de dissolution et b) de purification sont conduites de manière identique au procédé décrit dans l'exemple 1.
- [0166] La solution purifiée issue de l'étape b) de purification est soumise à une étape de séparation solvant-polymère ne comprenant pas de section supercritique :
- [0167] La solution polymère purifiée issue de la section d'adsorption est maintenue à 180°C et détendue à 2 MPa absolu puis injectée dans un décanteur maintenu à 2 MPa abs et 180°C, pendant un temps de séjour de 5 minutes. Deux phases se forment : une phase supérieure gazeuse comprenant majoritairement le solvant et une phase inférieure liquide comprenant les polyoléfines dissoutes dans du solvant. La phase gazeuse est soutirée de la partie supérieure du décanteur.
- [0168] La phase liquide inférieure est ensuite soumise à une évaporation du solvant résiduel, dans un premier temps à une température de 210°C et une pression 0,5 MPa pendant 5 minutes, puis dans un second temps une température de 210°C et une pression 0,01 MPa pendant 2 minutes.
- [0169] En sortie de procédé, à température et pression atmosphérique, un solide B composé de polyoléfines (polypropylène et polyéthylène 50/50) purifiées est obtenu. Le solide B est analysé.
- [0170] Le solide B obtenu est quasi incolore (moins de 5% poids d'impuretés) et quasi

translucide et comprend moins de 1% poids de n-pentane.

[0171] Cependant, la teneur en impuretés (composés organiques hors solvant de dissolution) du solide B est plus élevée que celle mesurée dans le solide A obtenu dans l'exemple 1 conforme à l'invention.

[0172] De plus, selon l'exemple 2, la consommation énergétique nécessaire à la séparation polymère-solvant est supérieure à la consommation énergétique nécessaire à la séparation polymère-solvant du procédé décrit dans l'exemple 1, c'est-à-dire lorsque séparation polymère-solvant comprend une section en phase supercritique.

## Revendications

- [Revendication 1] Procédé de purification d'une charge plastique, comprenant :
- a) une étape de dissolution comprenant la mise en contact de la charge plastique avec un solvant de dissolution comprenant au moins un composé hydrocarboné présentant une température d'ébullition comprise entre -15 et 100°C, à une température de dissolution comprise entre 120°C et 250°C, et une pression de dissolution entre 1,0 et 25,0 MPa absolu, pour obtenir au moins une solution polymère brute ;
  - b) une étape de purification de la solution polymère brute pour obtenir une solution polymère purifiée, comprenant :
    - b1) une sous-étape de séparation des insolubles ; et/ou
    - b2) une sous-étape de lavage, par contact avec une solution dense ; et/ou
    - b3) une sous-étape d'extraction, par contact avec un solvant d'extraction ; et/ou
    - b4) une sous-étape d'adsorption des impuretés par contact avec un adsorbant ; puis
  - c) une étape de séparation solvant-polymère, mettant en œuvre au moins une section de séparation supercritique opérée à une température entre 160 et 300°C et à une pression ( $P_{\text{supercritique}}$ ) comprise entre 2,7 et 10,0 MPa absolu, suivie par au moins une section de récupération de solvant, pour obtenir au moins une fraction de polymères thermo-plastiques purifiés.
- [Revendication 2] Procédé selon la revendication 1, dans lequel la charge plastique comprend au moins 80% poids, de préférence au moins 85% poids, de manière préférée au moins 90% poids, d'un mélange de polyéthylène, de polypropylène et/ou de copolymères d'éthylène et propylène, les pourcentages étant donnés par rapport au poids total de la charge plastique, ledit mélange comprenant moins de 80% poids de polyéthylène et moins de 80% poids de polypropylène.
- [Revendication 3] Procédé selon la revendication 1 ou 2, dans lequel le solvant de dissolution comprend un composé hydrocarboné aliphatique paraffinique présentant une température d'ébullition comprise entre 8 et 100°C, préférentiellement entre 25 et 69°C et de manière préférée entre 25 et 40°C.
- [Revendication 4] Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel l'étape a) de dissolution est opérée à une température de dissolution comprise entre 130 et 225°C, préférentiellement entre 150°C et 210°C.
- [Revendication 5] Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel l'étape

- a) de dissolution est opérée à une pression de dissolution comprise entre 1,0 et 20,0 MPa absolu, préférentiellement entre 5,0 et 18,0 MPa absolu, et de manière préférée entre 6,0 et 17,0 MPa absolu.
- [Revendication 6] Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel l'étape b) de purification comprend au moins la sous-étape b1) de séparation des insolubles, suivie éventuellement par une sous-étape b2) de lavage par contact avec une solution dense, et/ou une sous-étape b3) d'extraction par contact avec un solvant d'extraction, et/ou une sous-étape b4) d'adsorption des impuretés par contact avec un adsorbant.
- [Revendication 7] Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel la section de séparation supercritique dans l'étape c) est opérée à une température comprise entre 190 et 250°C, préférentiellement entre 200 et 230°C.
- [Revendication 8] Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel la section de séparation supercritique dans l'étape c) est opérée à une pression ( $P_{\text{supercritique}}$ ) comprise entre 3,0 et 6,0 MPa absolu, préférentiellement entre 3,0 et 5,0 MPa absolu et de manière préférée entre 3,0 et 4,0 MPa absolu.
- [Revendication 9] Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel l'étape c) comprend entre une et cinq sections de récupération de solvant, chaque section de récupération de solvant étant opérée à une température comprise entre 160 et 300°C et une pression comprise entre la pression de la section de séparation supercritique ( $P_{\text{supercritique}}$ ) et 0,000005 MPa, préférentiellement entre 2,7 MPa et 0,000005 MPa.

**RAPPORT DE RECHERCHE  
PRÉLIMINAIRE**

N° d'enregistrement  
national

établi sur la base des dernières revendications  
déposées avant le commencement de la recherche

**FA 906754**  
**FR 2205772**

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X	EP 3 339 359 A1 (PROCTER & GAMBLE [US]) 27 juin 2018 (2018-06-27) * alinéas [0053] - [0073]; revendications; exemples * -----	1-9	C08J11/08 C08F6/12 C08F110/02 C08F110/06 C08L23/06
X	EP 3 112 406 A1 (PROCTER & GAMBLE [US]) 4 janvier 2017 (2017-01-04) * alinéas [0048] - [0073]; revendications; exemples * -----	1-9	C08L23/12 B09B3/80
X	EP 3 339 360 A1 (PROCTER & GAMBLE [US]) 27 juin 2018 (2018-06-27) * alinéas [0051] - [0071]; revendications * -----	1-9	
X	US 2019/390031 A1 (LAYMAN JOHN MONCRIEF [US] ET AL) 26 décembre 2019 (2019-12-26) * alinéas [0065] - [0113]; revendications * -----	1-9	
X	US 2019/390032 A1 (LAYMAN JOHN MONCRIEF [US] ET AL) 26 décembre 2019 (2019-12-26) * alinéas [0065] - [0012]; revendications * -----	1-9	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)  B29B C09J B29K C08J
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
16 janvier 2023		Dossin, Maxime	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS			
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons ..... & : membre de la même famille, document correspondant	

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE  
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 2205772 FA 906754**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.  
Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **16-01-2023**  
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication	
<b>EP 3339359</b>	<b>A1</b>	<b>27-06-2018</b>	<b>EP 3339359 A1</b>	<b>27-06-2018</b>
			<b>ES 2767683 T3</b>	<b>18-06-2020</b>
			<b>PL 3339359 T3</b>	<b>30-04-2020</b>
			<b>US 2018171094 A1</b>	<b>21-06-2018</b>
-----				
<b>EP 3112406</b>	<b>A1</b>	<b>04-01-2017</b>	<b>BR 112017028306 A2</b>	<b>04-09-2018</b>
			<b>BR 112017028404 A2</b>	<b>28-08-2018</b>
			<b>CA 2987411 A1</b>	<b>05-01-2017</b>
			<b>CA 2987425 A1</b>	<b>05-01-2017</b>
			<b>CN 107709427 A</b>	<b>16-02-2018</b>
			<b>CN 107810227 A</b>	<b>16-03-2018</b>
			<b>EP 3112406 A1</b>	<b>04-01-2017</b>
			<b>EP 3317336 A1</b>	<b>09-05-2018</b>
			<b>EP 3317338 A1</b>	<b>09-05-2018</b>
			<b>JP 6549260 B2</b>	<b>24-07-2019</b>
			<b>JP 6549303 B2</b>	<b>24-07-2019</b>
			<b>JP 2018518587 A</b>	<b>12-07-2018</b>
			<b>JP 2018519400 A</b>	<b>19-07-2018</b>
			<b>RU 2687943 C1</b>	<b>16-05-2019</b>
			<b>RU 2691330 C1</b>	<b>11-06-2019</b>
			<b>US 2017002111 A1</b>	<b>05-01-2017</b>
			<b>US 2017002115 A1</b>	<b>05-01-2017</b>
<b>WO 2017003796 A1</b>	<b>05-01-2017</b>			
<b>WO 2017003804 A1</b>	<b>05-01-2017</b>			
-----				
<b>EP 3339360</b>	<b>A1</b>	<b>27-06-2018</b>	<b>EP 3339360 A1</b>	<b>27-06-2018</b>
			<b>ES 2767687 T3</b>	<b>18-06-2020</b>
			<b>PL 3339360 T3</b>	<b>30-04-2020</b>
			<b>US 2018171095 A1</b>	<b>21-06-2018</b>
-----				
<b>US 2019390031</b>	<b>A1</b>	<b>26-12-2019</b>	<b>BR 112020026141 A2</b>	<b>16-03-2021</b>
			<b>CA 3101602 A1</b>	<b>26-12-2019</b>
			<b>CN 112135870 A</b>	<b>25-12-2020</b>
			<b>EP 3810682 A1</b>	<b>28-04-2021</b>
			<b>JP 2021526575 A</b>	<b>07-10-2021</b>
			<b>US 2019390031 A1</b>	<b>26-12-2019</b>
			<b>WO 2019246015 A1</b>	<b>26-12-2019</b>
-----				
<b>US 2019390032</b>	<b>A1</b>	<b>26-12-2019</b>	<b>BR 112020026143 A2</b>	<b>16-03-2021</b>
			<b>CA 3101608 A1</b>	<b>26-12-2019</b>
			<b>CN 112154178 A</b>	<b>29-12-2020</b>
			<b>EP 3810683 A1</b>	<b>28-04-2021</b>
			<b>JP 2021527727 A</b>	<b>14-10-2021</b>
			<b>RU 2765954 C1</b>	<b>07-02-2022</b>
			<b>US 2019390032 A1</b>	<b>26-12-2019</b>
			<b>WO 2019246016 A1</b>	<b>26-12-2019</b>

EPO FORM P0465

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE  
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 2205772 FA 906754**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.  
Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **16-01-2023**  
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
-----			