

19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
COURBEVOIE

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

3 142 191

21 N° d'enregistrement national : 22 12078

51 Int Cl⁸ : C 08 J 11/08 (2023.01), B 29 B 17/02

12 DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 21.11.22.

30 Priorité :

43 Date de mise à la disposition du public de la
demande : 24.05.24 Bulletin 24/21.

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) : HAROUN Yacine, TEBIANIAN Sina,
WEISS Wilfried, GIRARDON Stéphane et LEINEKU-
GEL LE COCQ Damien.

73 Titulaire(s) : IFP Energies nouvelles EPIC.

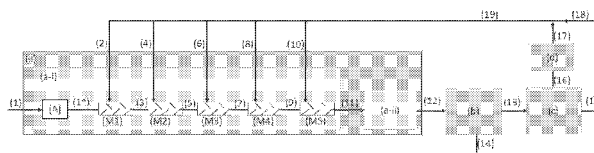
74 Mandataire(s) :

54 PROCEDE DE RECYCLAGE ET TRAITEMENT DE PLASTIQUES USAGES PAR DISSOLUTION DANS UN
SOLVANT AVEC INTRODUCTION ETAGEE DU SOLVANT.

57 La présente invention concerne un procédé de traitement d'une charge plastique, comprenant :

- a) une étape de dissolution, mettant en œuvre :
- i) une section de mise en contact de la charge plastique avec au moins une partie d'un solvant de dissolution, comprenant au moins un mélangeur statique ou dynamique, chaque mélangeur étant alimenté par un flux plastique et une fraction du solvant de dissolution de sorte que chaque mélangeur présente un taux de dilution volumique en solvant de dissolution compris entre 3% et 70%, chaque mélangeur étant opéré à une température entre 100°C et 300°C ; puis
- ii) une section de dissolution opérée à une température entre 100°C et 300°C et une pression entre 1,0 et 100,0 MPa absolu ; puis
- b) une étape de purification ; puis,
- c) une étape de séparation solvant-polymère, pour obtenir au moins une fraction de polymères thermoplastiques purifiés.

Figure 1 à publier



FR 3 142 191 - A1



Description

Titre de l'invention : PROCEDE DE RECYCLAGE ET TRAITEMENT DE PLASTIQUES USAGES PAR DISSOLUTION DANS UN SOLVANT AVEC INTRODUCTION ETAGEE DU SOLVANT

Domaine technique

[0001] La présente invention concerne un procédé de traitement de plastiques, en particulier usagés, afin d'obtenir un flux de polymères thermoplastiques 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 de déchets plastiques, comprenant des polymères thermoplastiques en particulier des polyoléfines, par exemple du polyéthylène et/ou du polypropylène, par dissolution des thermoplastiques visés dans un solvant puis purification de la solution polymère obtenue. Ledit procédé comprend un mélange étagé du solvant avec la charge plastique, pour obtenir un mélange homogène, présentant de préférence une viscosité inférieure ou égale à 50 mPa.s, et très avantageusement un coefficient de variation de concentration inférieur ou égal à 10%, de manière à optimiser la dissolution des thermoplastiques visés et la purification de la solution polymère obtenu pour récupérer un flux de thermoplastiques purifiés.

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, même s'il permet d'obtenir un flux concentré en un type particulier de polymère, le tri mécanique ne permet pas d'éliminer 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 enchainement 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'enchainement

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 impuretés, par exemple les additifs tels que les charges ou fillers selon la terminologie anglo-saxonne, les colorants, les pigments, et les métaux et/ou les polymères de la charge autres que celui/ceux visés.
- [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 sélective d'un polymère particulier 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 et séparer efficacement les impuretés autres que les polymères, par exemples les additifs.
- [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 perfectionner ces procédés de traitement des thermoplastiques par dissolution dans un solvant. En particulier, la présente invention cherche à optimiser les procédés d'élimination des impuretés d'une charge plastique, en améliorant tout particulièrement la phase de mise en contact du solvant avec la charge plastique à traiter. La présente invention vise ainsi à obtenir un mélange homogène et présentant avantageusement une viscosité suffisamment faible, permettant ainsi une dissolution optimale des thermoplastiques visés, notamment en termes de temps de dissolution, de puissance d'agitation nécessaire pour le mélange dans le réacteur et de coût de fonctionnement. Très avantageusement, l'élimination des impuretés peut ainsi être maximisée afin d'obtenir un flux de thermoplastiques purifiés, en particulier un flux de polyoléfines purifiées, qui pourra être réutilisé 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 traitement d'une charge plastique, comprenant :
- [0011] a) une étape de dissolution de la charge plastique dans un solvant de dissolution, pour obtenir au moins une solution polymère brute, l'étape a) de dissolution mettant en œuvre :
- [0012] i) une section de mise en contact de la charge plastique avec au moins une partie du solvant de dissolution, comprenant au moins un mélangeur statique ou dynamique, pour produire une charge conditionnée, chaque mélangeur statique ou dynamique étant opéré à une température comprise entre 100°C et 300°C,
- [0013] chaque mélangeur statique ou dynamique étant alimenté par un flux plastique, comprenant la charge plastique, et par une fraction d'au moins ladite partie du solvant de dissolution, de sorte que chaque mélangeur présente un taux de dilution volumique en solvant de dissolution compris entre 3% et 70%,
- [0014] le taux de dilution volumique en solvant de dissolution étant le rapport entre le débit volumique de la fraction d'au moins ladite partie du solvant de dissolution qui alimente le mélangeur statique ou dynamique considéré et la somme des débits volumiques de la fraction d'au moins ladite partie du solvant de dissolution et du flux plastique qui alimentent le mélangeur statique ou dynamique considéré ;
- [0015] ii) une section de dissolution alimentée au moins par la charge conditionnée issue de la section de mise en contact et opérée à une température de dissolution comprise entre 100°C et 300°C et une pression de dissolution entre 1,0 et 100,0 MPa absolu ; puis
- [0016] b) une étape de purification de la solution polymère brute pour obtenir une solution polymère purifiée, ladite étape de purification comprenant :
- [0017] b1) une sous-étape de séparation des insolubles ; et/ou
- [0018] b2) une sous-étape de lavage, par contact avec une solution dense ; et/ou
- [0019] b3) une sous-étape d'extraction, par contact avec un solvant d'extraction ; et/ou
- [0020] b4) une sous-étape d'adsorption des impuretés par contact avec un adsorbant solide ; puis,
- [0021] c) une étape de séparation solvant-polymère, pour obtenir au moins une fraction de polymères thermoplastiques purifiés.
- [0022] L'avantage du procédé de l'invention est de proposer un procédé de traitement efficace d'une charge plastique, et notamment des déchets plastiques en particulier issus des filières de collecte et de tri, de manière à récupérer les polymères thermoplastiques, en particulier les polyoléfines, qu'elle contient pour pouvoir les recycler vers tout type d'applications. Le procédé selon l'invention permet plus particulièrement d'améliorer la phase de mise en contact de la charge plastique avec le solvant de dissolution afin d'obtenir un mélange homogène présentant avantageusement une viscosité de préférence inférieure ou égale à 50 mPa.s, préférentiellement inférieure ou égale à 20 mPa.s, très préférentiellement inférieure ou égale à 5 mPa.s, de manière très

préférée inférieure ou égale à 1 mPa.s. Très avantageusement, ledit mélange homogène présente un coefficient de variation (CoV) de concentration de préférence inférieur ou égal à 10%, préférentiellement inférieur ou égal à 5%. Un tel mélange a l'avantage de conduire ainsi à une viscosité effective suffisamment faible dans le réacteur de dissolution, participant ainsi à la dispersion et l'homogénéisation du mélange charge plastique – solvant de dissolution. La dissolution des thermoplastiques que l'on cherche à séparer et récupérer est alors optimale, sans obliger à fournir des puissances d'agitation trop élevées et/ou tout en permettant l'utilisation de divers systèmes d'agitation, comme une agitation mécanique et/ou une agitation par boucle de recirculation. Parallèlement, le temps de séjour nécessaire pour dissoudre efficacement les thermoplastiques visés peut également être avantageusement réduit, ce qui peut se traduire par l'utilisation d'équipements, par exemple le réacteur de dissolution, de taille optimisée.

[0023] La présente invention permet ainsi de pré-mélanger de manière efficace la charge plastique avec le solvant de dissolution (ou au moins une partie du solvant de dissolution), tout en respectant des contraintes techniques imposées par les équipements de mélange utilisés, notamment par le système d'agitation de la section de dissolution mais aussi par des équipements utilisés dans la section de mise en contact, par exemple des mélangeurs statiques. Généralement, les mélangeurs statiques sont utilisés pour mélanger des fluides dont le rapport de viscosités entre lesdits fluides varie jusqu'à 1000 (c'est-à-dire ≤ 1000). Or la présente invention permet de mélanger efficacement une charge plastique comprenant des thermoplastiques, en particulier des polyoléfinés, dont la viscosité à l'état fondu est typiquement comprise entre 300 et 20 000 Pa.s, avec un solvant dont la viscosité varie entre 1 et 0,01 mPa.s, en particulier entre 0,2 et 0,03 mPa.s, dans la gamme de températures à laquelle le mélange est opéré, soit un rapport de viscosité entre ces deux fluides dans une gamme d'environ 10^5 - 10^9 , ce qui est très élevé et habituellement incompatible avec les contraintes techniques des mélangeurs statiques ou dynamiques.

[0024] Le procédé selon l'invention qui comprend une étape de dissolution et en particulier une mise en contact améliorée du solvant et de la charge permet ainsi l'obtention d'un flux de thermoplastiques purifiés, comprenant avantageusement une teneur en impuretés, et en particulier en additifs, négligeables ou au moins suffisamment faibles pour que le flux de polymères thermoplastiques purifiés puisse être utilisé dans tout type de formulation de plastiques à la place de résine vierge. Par exemple, le flux de thermoplastiques purifiés et notamment le flux de polyoléfinés purifiés, obtenu à l'issue du procédé selon l'invention, présente avantageusement une teneur en impuretés inférieure ou égale à 5% poids d'impuretés, très avantageusement inférieure ou égale à 1,0% poids d'impuretés, encore plus préférentiellement une teneur inférieure

ou égale à 0,5% poids d'impuretés.

[0025] 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. Selon les conditions mises en œuvre dans les étapes du procédé, les additifs présents dans la charge plastique peuvent avantageusement 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.

[0026] 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 polymères vierges, en vue d'obtenir des produits plastiques avec des propriétés d'usage, esthétiques, mécaniques ou rhéologiques facilitant leur réemploi et leur valorisation.

Description des modes de réalisation

[0027] 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.

[0028] 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.

[0029] 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.

- [0030] Selon la présente invention, les pressions sont des pressions absolues et sont données en MPa absolus (ou MPa abs.).
- [0031] Les termes « amont » et « aval » sont à comprendre en fonction de l'écoulement général du/des fluides ou flux en question dans le procédé.
- [0032] Dans cette description, les termes « polymère », « polymère thermoplastique » et « thermoplastique » peuvent être utilisés indifféremment à la place les uns des autres.
- [0033] Les termes « mélangeur statique ou dynamique » et « mélangeur » sont utilisés indifféremment et correspondent à des équipements de mélange bien connus par l'homme du métier comme mélangeur statique ou mélangeur dynamique.
- [0034] Selon l'invention, la viscosité est définie comme étant une viscosité dynamique, en particulier mesurée à une température de 200°C et à un taux de cisaillement de 0,1 s⁻¹, à l'aide d'un viscosimètre, de préférence à l'aide d'un viscosimètre de type plan-plan par exemple de de type DHR3 de TA Instrument.
- [0035] Selon l'invention, le coefficient de variation (CoV) de concentration est calculé en divisant l'écart type de z mesures de concentration par la concentration moyenne, exprimé en pourcentage :
- [0036] $CoV = \frac{\sigma}{\bar{x}}$
- [0037] avec : l'écart type sur les mesures de concentration :
$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$
- [0038] la concentration moyenne :
$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$$
- [0039] n représentant dans ces formules mathématiques, le nombre total de mesures de concentration,
- [0040] xi représentant la valeur de concentration déterminé à la mesure i ; et
- [0041] z étant un nombre entier supérieur ou égal à 2, de préférence supérieur ou égal à 4, et en général inférieur ou égal à 10 000, de préférence inférieur ou égal à 1 000,
- [0042] la concentration étant déterminée par toute méthode connue de l'homme du métier, par exemple par visualisation de la couleur d'un mélange de fluides de couleurs différentes, par mesure de la teneur en un composé particulier d'échantillons prélevés (en particulier z échantillons) et déterminée par exemple par chromatographie liquide (ou HPLC) ou chromatographie en phase gaz.
- [0043] Plus coefficient de variation (CoV) de concentration est faible, plus la qualité du mélange est bonne, c'est-à-dire plus le mélange est homogène.
- [0044] 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.

[0045] Les additifs correspondent à au moins une partie des impuretés de la charge plastique à traiter et que le procédé de traitement 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.

[0046] 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.

[0047] 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 solvaté(e)s et dispersé(e)s) dans ledit solvant de dissolution, les polymères 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.

[0048] Il est bien connu que la température d'ébullition d'un composé varie avec la pression d'opération. Cependant, sans autre indication, c'est-à-dire sans indication de la pression, la température d'ébullition du composé considéré, en particulier du solvant de dissolution, s'entend comme étant la température d'ébullition dudit composé, en particulier dudit solvant de dissolution, à la pression atmosphérique (en particulier égale à 0,1 MPa). Ainsi, la température d'ébullition qui caractérise le solvant de dissolution doit être comprise comme étant la température d'ébullition dudit solvant de

dissolution à pression atmosphérique (en particulier égale à 0,1 MPa).

- [0049] 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 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.
- [0050] L'invention concerne ainsi un procédé de traitement 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 :
- [0051] a) une étape de dissolution de la charge plastique dans un solvant de dissolution, de préférence comprenant au moins un composé hydrocarboné de préférence aliphatique, de manière préférée présentant une température d'ébullition comprise entre -50 et 250°C, de préférence entre -15 et 150°C, préférentiellement entre -1 et 110°C et de manière préférée entre 20 et 100°C, de préférence selon un ratio pondéral entre le solvant de dissolution et la charge plastique, compris entre 0,2 et 100,0, de préférence entre 0,3 et 20,0, de manière préférée entre 1,0 et 10,0, encore plus préférentiellement entre 3,0 et 7,0, pour obtenir au moins une solution polymère brute, l'étape a) de dissolution mettant en œuvre :
- [0052] i) une section de mise en contact de la charge plastique avec au moins une partie du solvant de dissolution, comprenant au moins un, de préférence entre un et dix, préférentiellement entre deux et six, de manière préférée entre deux et cinq, mélangeur(s) statique(s) ou dynamique(s), avantageusement en série, pour produire une charge conditionnée, chaque mélangeur statique ou dynamique étant opéré à une température comprise entre 100°C et 300°C, de préférence entre 150 et 250°C, chaque mélangeur statique ou dynamique étant alimenté par un flux plastique, comprenant la charge plastique, et par une fraction d'au moins ladite partie du solvant de dissolution de sorte que chaque mélangeur présente un taux de dilution volumique en solvant de dissolution compris entre 3% et 70%, de préférence compris :
- [0053] - entre 3% et 50%, de manière préférée entre 10% et 35%, et de manière très préférée entre 15% et 30%, lorsque le rapport des viscosités entre le flux plastique et la fraction d'au moins ladite partie du solvant de dissolution, qui alimentent le mélangeur statique ou dynamique considéré, est supérieur ou égal à 3500, de préférence supérieur ou égal à 3000,
- [0054] - entre 10% et 70%, de manière préférée entre 20% et 65%, de manière très préférée entre 30% et 65%, voire entre 35% et 65%, lorsque le rapport des viscosités entre le

flux plastique et la fraction d'au moins ladite partie du solvant de dissolution, qui alimentent le mélangeur statique ou dynamique considéré, est inférieur à 3500, de préférence inférieur à 3000,

- [0055] le taux de dilution volumique en solvant de dissolution, pour chaque mélangeur statique ou dynamique considéré, étant le rapport entre le débit volumique de la fraction d'au moins ladite partie du solvant de dissolution qui alimente le mélangeur statique ou dynamique considéré et la somme des débits volumiques de ladite fraction d'au moins ladite partie du solvant de dissolution et du flux plastique qui alimentent le mélangeur statique ou dynamique considéré,
- [0056] la section de mise en contact pouvant comprendre un moyen pour fondre au moins en partie la charge plastique, situé en amont du premier mélangeur statique ou dynamique, le moyen pour fondre étant alors avantageusement alimenté par la charge plastique et éventuellement étant également alimenté par une fraction d'au moins ladite partie du solvant de dissolution, par exemple entre 0,02 et 4,0% poids, voire entre 0,1 et 1,0% poids, du poids de solvant de dissolution introduit dans l'étape a) ;
- [0057] ii) une section de dissolution alimentée au moins par la charge conditionnée issue de la section de mise en contact, et éventuellement par une autre partie du solvant de dissolution, et opérée à une température de dissolution comprise entre 100°C et 300°C, de préférence entre 150 et 250°C, et une pression de dissolution entre 1,0 et 100,0 MPa absolu, de préférence entre 1,0 et 25,0 MPa absolu, préférentiellement entre 1,5 et 18,0 MPa absolu et de manière très préférée entre 2,0 et 15,0 MPa absolu ; puis
- [0058] b) une étape de purification de la solution polymère brute, comprenant :
- [0059] b1) une sous-étape de séparation des insolubles permettant d'obtenir au moins une solution polymère clarifiée et une fraction insoluble ; et/ou
- [0060] b2) une sous-étape de lavage, par contact avec une solution dense, permettant d'obtenir au moins un effluent de lavage et une solution polymère lavée ; et/ou
- [0061] b3) une sous-étape d'extraction, par contact avec un solvant d'extraction, permettant d'obtenir au moins une solution polymère extraite et un solvant usagé ; et/ou
- [0062] b4) une sous-étape d'adsorption des impuretés par contact avec un adsorbant solide, pour obtenir au moins une solution polymère raffinée ;
- [0063] l'étape de purification permettant d'obtenir une solution polymère purifiée qui correspond avantageusement à une solution polymère clarifiée ou lavée ou extraite ou raffinée ; puis,
- [0064] c) une étape de séparation solvant-polymère, pour obtenir au moins une fraction de polymères thermoplastiques purifiés, plus particulièrement au moins une fraction de polyoléfines purifiées.
- [0065] La charge
- [0066] La charge du procédé selon l'invention, dite charge plastique, comprend des

plastiques qui eux-mêmes comprennent plus particulièrement des polymères thermoplastiques, comme les polyoléfinés. De préférence, la charge plastique comprend entre 50 et 100% poids, de manière préférée entre 70% et 100% poids de plastiques.

[0067] Les plastiques compris dans la charge du procédé selon l'invention sont généralement des rebus de production et/ou des déchets « post-consommation » d'objets plastiques, 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 afin d'apporter des propriétés spécifiques aux matériaux, en vue de constituer, après mise en forme, des objets divers (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 des charges ou « fillers », colorants, pigments, plastifiants, modificateurs de propriétés, retardateur de combustion, etc.

[0068] 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. 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 polyoléfinés, telles que du polyéthylène (PE), du polypropylène (PP) et/ou des copolymères de l'éthylène et du propylène ou encore leurs mélanges. 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 polyoléfinés par rapport au poids total de la charge plastique. Le procédé selon l'invention vise ainsi tout particulièrement à purifier et récupérer les polyoléfinés contenues dans la charge pour pouvoir les réutiliser dans différentes applications.

[0069] La charge plastique peut comprendre des mélanges de polymères, en particulier des mélanges de thermoplastiques et/ou des mélanges de thermoplastiques et autres polymères, des additifs avantageusement utilisés pour formuler la matière plastique 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, l'ensemble de ces composés étant considérés comme des impuretés. La charge du procédé selon l'invention comprend généralement moins de 50% poids d'impuretés, de préférence moins de 20% poids d'impuretés, de manière préférée moins de 10% poids

d'impuretés. La charge plastique peut comprendre par exemple au moins 1% poids d'impuretés, voire au moins 5% poids d'impuretés.

[0070] 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, paillettes ou de poudre, ou encore de granulés, de manière à faciliter la manipulation et le transport jusqu'au procédé.

[0071] Etape a) de dissolution

[0072] 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 et les thermoplastiques qu'elle contient, et dont la séparation et purification sont avantageusement visées, en particulier les polyoléfines qu'elle contient, sont dissous dans le solvant de dissolution, pour obtenir au moins une, de préférence une, solution polymère brute. L'étape a) de dissolution met alors en œuvre i) une section de mise en contact de la charge plastique avec une partie ou la totalité du solvant de dissolution, ladite mise en contact étant avantageusement réalisée par introduction étagée du solvant de dissolution, et ii) une section de dissolution permettant la dissolution d'au moins une partie de la charge plastique, de préférence d'au moins une partie des thermoplastiques visés, de manière préférée de la totalité des thermoplastiques visés, en particulier des polyoléfines visées, dans le solvant de dissolution. La section de mise en contact et la section de dissolution peuvent être des sections distinctes et successives, la section de mise en contact précédant la section de dissolution, ou des sections conjointes et simultanées.

[0073] Par dissolution, il faut comprendre tout phénomène conduisant à l'obtention d'au moins d'une solution de polymères thermoplastiques, c'est-à-dire un liquide (ou fluide) comprenant les polymères thermoplastiques visés dissous dans le solvant de dis-

solution. L'homme du métier connaît bien le/les phénomènes(s) mis en jeu dans la dissolution des polymères et qui comprend au moins un mélange, une solvation, une dispersion, une homogénéisation, un désenchevêtrement des chaînes polymères thermoplastiques.

[0074] 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 ou éventuellement à l'état supercritique, tandis que la fraction soluble de la charge plastique, en particulier les polymères thermoplastiques visés et tout particulièrement les polyoléfines visées, et par exemple au moins une partie des impuretés, est avantageusement dissoute, au moins en partie et de préférence en totalité, dans le solvant de dissolution.

[0075] Le solvant de dissolution est un solvant organique ou un mélange de solvants organiques. Avantageusement, le solvant de dissolution comprend, de préférence consiste en, au moins un composé hydrocarboné de préférence aliphatique et en particulier paraffinique (c'est-à-dire saturé), de préférence linéaire ou ramifié. De préférence, le solvant de dissolution comprend au moins 80% poids, préférentiellement au moins 95% poids, de manière préférée au moins 98% poids d'au moins un composé hydrocarboné, de préférence aliphatique et en particulier paraffinique, de préférence linéaire ou ramifié, les pourcentages étant exprimés par rapport au poids total du solvant de dissolution (100% étant le maximum). De manière préférée, le solvant de dissolution comprend au moins un composé hydrocarboné de préférence aliphatique et en particulier paraffinique, présentant une température d'ébullition (à pression atmosphérique, en particulier à 0,1 MPa) comprise entre - 50 et 250°C, de préférence entre - 15 et 150°C, préférentiellement entre - 1 et 110°C et de manière préférée entre 20 et 100°C. De manière préférée, le solvant de dissolution comprend, de préférence consiste en, au moins un composé hydrocarboné, de préférence aliphatique et en particulier paraffinique, de préférence linéaire ou ramifié, ayant entre 3 et 12 atomes de carbone, préférentiellement entre 4 et 8 atomes de carbone. Par exemple, le solvant de dissolution comprend un composé choisi parmi les isomères du butane, du pentane, de l'hexane, de l'heptane et de l'octane. Le solvant de dissolution peut comprendre, de préférence consister en, un mélange d'isomères du butane, du pentane, de l'hexane, de l'heptane et/ou de l'octane, et de manière préférée à une teneur en ledit mélange dans le solvant de dissolution supérieure ou égale à 80% poids, préférentiellement supérieure ou égale à 95% poids, de manière préférée supérieure ou égale à 98% poids, par rapport au poids total du solvant de dissolution. Très avantageusement, un composé hydrocarboné préféré pour le solvant de dissolution comprend un composé aliphatique paraffinique, présentant une température critique (température au point critique dudit composé hydrocarboné pur) comprise de préférence entre 95 et 350°C, préféren-

tiellement entre 130 et 300°C, de manière préférée entre 180 et 285°C.

[0076] De préférence, l'étape a) de dissolution est alimentée par la charge plastique et un solvant de dissolution, selon un ratio pondéral entre le solvant de dissolution et la charge plastique, compris entre 0,2 et 100,0, de préférence entre 0,3 et 20,0, de manière préférée entre 1,0 et 10,0, encore plus préférentiellement entre 3,0 et 7,0.

[0077] Avantageusement, le solvant de dissolution qui alimente l'étape a) de dissolution est sous forme liquide ou éventuellement supercritique. Il peut avantageusement être préchauffé, de préférence à une température entre 100 et 300°C, préférentiellement entre 150 et 250°C, préalablement à son introduction dans l'étape a), en particulier préalablement à son introduction dans la section de mise en contact et éventuellement dans la section de dissolution, afin de faciliter la mise en température de la charge plastique et/ou une chute de température du flux de matière dans les sections de mise en contact et éventuellement de dissolution de l'étape a).

[0078] 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 au moins en partie issu de l'étape c) de séparation solvant-polymère.

[0079] i) la section de mise en contact :

[0080] Selon l'invention, la section de mise en contact de la charge plastique avec au moins une partie du solvant de dissolution comprend au moins un mélangeur statique ou dynamique, de préférence entre un et dix, préférentiellement entre deux et six, très préférentiellement entre deux et cinq mélangeur(s) statique(s) ou dynamique(s), préférentiellement statique(s). Lorsque la section de mise en contact comprend plusieurs (c'est-à-dire au moins deux) mélangeurs statiques ou dynamiques, les mélangeurs statiques ou dynamiques sont avantageusement en série les uns par rapport aux autres (ou successifs). Avantageusement, chaque mélangeur statique ou dynamique est opéré à une température de préférence comprise entre 100°C et 300°C, de préférence entre 150 et 250°C.

[0081] Chaque mélangeur statique ou dynamique est alimenté par un flux plastique, comprenant la charge plastique, et par une fraction d'au moins ladite partie du solvant de dissolution (c'est-à-dire une fraction de la partie, de préférence la totalité, du solvant de dissolution qui alimente la section i) de mise en contact) de sorte que, dans chaque mélangeur, le taux de dilution volumique en solvant de dissolution est compris entre 3% et 70%. Le taux de dilution volumique en solvant de dissolution dans un mélangeur statique ou dynamique correspond, selon l'invention, au rapport entre le débit volumique de la fraction de solvant de dissolution qui alimente le mélangeur statique ou dynamique considéré (plus précisément de la fraction de la partie du solvant de dissolution qui alimente la section i) de mise en contact) et la somme des

débits volumiques de ladite fraction de solvant de dissolution (i.e. de la fraction d'au moins la partie du solvant de dissolution qui alimente la section i)) et du flux plastique qui alimentent le mélangeur statique ou dynamique considéré. Le terme « flux plastique » correspond à tout flux dans la section i) de mise en contact de l'étape a) de dissolution, qui comprend au moins la charge plastique et l'ensemble des fractions de solvant de dissolution (i.e. des fractions d'au moins la partie du solvant de dissolution qui alimente la section i)) introduites dans la section de mise en contact en amont du mélangeur statique ou dynamique considéré. En d'autres termes, le flux plastique, qui alimente un mélangeur statique ou dynamique, correspond à un flux de matière comprenant, de préférence constitué de, la charge plastique, avantageusement au moins en partie fondue, additionnée de l'ensemble des fractions de solvant de dissolution (i.e. des fractions d'au moins la partie du solvant de dissolution qui alimente la section i)) introduites dans le(ou les) mélangeur(s) statique(s) ou dynamique(s) situé(s) en amont du mélangeur statique ou dynamique considéré et éventuellement dans un moyen pour fondre au moins en partie la charge plastique éventuellement situé en amont du premier mélangeur statique ou dynamique. Ainsi le flux plastique qui alimente la section i) de mise en contact correspond à la charge plastique ; le flux plastique en sortie de la section i) de mise en contact correspond à un flux de charge conditionnée et comprend la charge plastique et au moins une partie du solvant de dissolution. Le flux plastique qui alimente le premier mélangeur statique ou dynamique comprend, en particulier consiste en, la charge plastique qui est sous forme fondue (ou au moins en partie sous forme fondue) ou un pré-mélange comprenant la charge plastique au moins en partie sous forme fondue et une fraction du solvant de dissolution : le flux plastique qui alimente le premier mélangeur statique ou dynamique est alors en particulier sous forme de fluide visqueux. L'expression « fluide visqueux » signifie que le flux considéré est un fluide présentant une viscosité, en particulier une viscosité dynamique, typiquement entre 0,5 et 20000 Pa.s, voire plus particulièrement entre 1,0 et 4000 Pa.s. La viscosité, en particulier une viscosité dynamique, est mesurée à une température de 200°C et un taux de cisaillement de 0,1 s⁻¹, à l'aide d'un viscosimètre, de préférence à l'aide d'un viscosimètre de type plan-plan par exemple de type DHR3 de TA Instrument.

[0082] De préférence, le taux de dilution volumique en solvant de dissolution dans chaque mélangeur statique ou dynamique est compris :

[0083] - entre 3% et 50%, de manière préférée entre 10% et 35%, et de manière très préférée entre 15% et 30%, lorsque le rapport des viscosités entre le flux plastique et la fraction de solvant de dissolution (i.e. la fraction d'au moins la partie du solvant de dissolution qui alimente la section i)), qui alimentent le mélangeur statique ou dynamique considéré, est supérieur ou égal à 3500, de préférence supérieur ou égal à 3000,

- [0084] - entre 10% et 70%, de manière préférée entre 20% et 65%, de manière très préférée entre 30% et 65%, voire entre 35% et 65%, lorsque le rapport des viscosités entre le flux plastique et la fraction de solvant de dissolution (i.e. la fraction d'au moins la partie du solvant de dissolution qui alimente la section i), qui alimentent le mélangeur statique ou dynamique considéré, est inférieur à 3500, de préférence inférieur à 3000.
- [0085] De manière préférée, le solvant de dissolution qui alimente l'étape a) de dissolution est divisé en n flux partiels de solvant de dissolution, n étant un nombre entier égal à m, à m+1 ou m+2, m étant un nombre entier égal au nombre de mélangeurs statiques ou dynamiques mis en œuvre dans la section i) de mise en contact, chaque mélangeur statique ou dynamique étant alimenté par un des flux partiels de solvant de dissolution de sorte que, dans chaque mélangeur statique ou dynamique, le taux de dilution volumique en solvant de dissolution est compris entre 3% et 70%, et de préférence :
- [0086] - entre 3% et 50%, de manière préférée entre 10 et 35%, et de manière très préférée entre 15% et 30%, lorsque le rapport des viscosités entre le flux plastique et le flux partiel de solvant de dissolution (i.e. la fraction de solvant de dissolution), qui alimentent le mélangeur statique ou dynamique considéré, est supérieur ou égal à 3500, de préférence supérieur ou égal à 3000 ; ou
- [0087] - entre 10% et 70%, de manière préférée entre 20 et 65%, de manière très préférée entre 30% et 65%, voire entre 35% et 65%, lorsque le rapport des viscosités entre le flux plastique et le flux partiel de solvant de dissolution (i.e. la fraction de solvant de dissolution), qui alimentent le mélangeur statique ou dynamique considéré, est inférieur à 3500, de préférence inférieur à 3000.
- [0088] Eventuellement, un flux partiel de solvant de dissolution (i.e. une fraction de solvant de dissolution) peut alimenter un moyen pour fondre au moins en partie la charge plastique situé en amont du premier mélangeur statique ou dynamique, et/ou un flux partiel de solvant de dissolution (i.e. une fraction de solvant de dissolution) peut alimenter directement la section ii) de dissolution.
- [0089] Chaque mélangeur statique ou dynamique est de préférence mis en œuvre avec un temps de séjour inférieur ou égal à 20 minutes, de préférence compris entre 0,01 seconde et 20 minutes, de préférence entre 0,1 seconde et 10 minutes, de manière préférée entre 0,5 seconde secondes et 5 minutes, le temps de séjour étant défini ici comme le rapport entre le volume de liquide (ou fluide visqueux) dans le mélangeur statique ou dynamique considéré par rapport à la somme des débits volumiques du flux plastique et de la fraction de solvant de dissolution qui alimentent le mélangeur statique ou dynamique considéré.
- [0090] Selon un mode de réalisation particulier de l'invention, la section i) de mise en contact peut également comprendre un moyen pour fondre au moins en partie la charge plastique, de préférence au moins en partie les thermoplastiques visés, de préférence en

totalité les thermoplastiques visés. Lorsque la section de mise en contact comprend un moyen pour fondre au moins en partie la charge plastique, ledit moyen est situé en amont du (ou des) mélangeur(s) statique(s) ou dynamique(s), de préférence en amont du premier mélangeur statique ou dynamique de la série. De préférence, le moyen pour fondre au moins en partie la charge polyester est une extrudeuse, mono- ou bi-vis.

[0091] Avantageusement, le moyen pour fondre au moins en partie la charge plastique permet de mélanger et de fondre au moins en partie la charge plastique, et plus particulièrement de fondre au moins en partie, de préférence en totalité, les thermoplastiques visés de la charge plastique. Ledit moyen pour fondre, de préférence ladite extrudeuse, est donc avantageusement mis en œuvre à une température comprise entre 100°C et 300°C, de préférence entre 150 et 250°C. La charge plastique alimente ainsi ledit éventuel moyen pour fondre, par exemple une extrudeuse, dans lequel elle est avantageusement chauffée à une température comprise entre 100°C et 300°C, de préférence entre 150 et 250°C, et en particulier à une température proche voire légèrement supérieure à la température de fusion des thermoplastiques visés, par exemple des polyoléfinés visés, de manière à devenir sous forme de fluide visqueux, en sortie dudit moyen pour fondre. A son introduction dans le moyen pour fondre, la charge plastique peut être déjà à une température entre 100°C et 300°C, de préférence entre 150 et 250°C, ou à une température ambiante, par exemple entre 10 et 30°C. Elle est donc avantageusement chauffée ou maintenue à une température entre 100°C et 300°C, de préférence entre 150 et 250°C, dans le moyen pour fondre, de manière à être au moins en partie fondue. Très avantageusement, au moins 70% poids de la charge plastique, de préférence au moins 80% poids, préférentiellement au moins 90% poids, de la charge plastique est sous forme de fluide visqueux en sortie dudit moyen pour fondre, par exemple de l'extrudeuse. Ainsi lorsqu'il est intégré à la section de mise en contact, le moyen pour fondre au moins en partie la charge plastique est alimenté par la charge plastique, par exemple sous forme de particules solides, et permet d'obtenir un flux sous forme de fluide visqueux, typiquement de viscosité dynamique entre 0,5 et 20000 Pa.s, voire plus particulièrement entre 1,0 et 3000 Pa.s. L'éventuel moyen pour fondre au moins en partie la charge plastique permet avantageusement de porter la charge plastique à une température comprise entre 100°C et 300°C, de préférence entre 150 et 250°C, et à une pression comprise de préférence entre la pression atmosphérique (c'est-à-dire 0,1 MPa) et 20 MPa absolu, de préférence entre 0,15 MPa et 15 MPa absolu, conditions dans lesquelles ladite charge plastique est avantageusement au moins en partie fondue, et en particulier dans lesquelles les thermoplastiques visés, compris dans la charge plastique, sont au moins en partie fondus, de préférence intégralement fondus.

[0092] L'alimentation du moyen pour fondre par la charge plastique peut avantageusement

être réalisée par toute méthode connue de l'homme du métier, par exemple via une trémie d'alimentation, et peut être inertée afin de limiter l'introduction d'oxygène dans le procédé.

[0093] Selon un mode de réalisation très particulier de l'invention, la section de mise en contact comprend un moyen pour fondre, de préférence une extrudeuse, qui est alimenté par la charge plastique et qui peut également être alimenté par une fraction du solvant de dissolution, ce qui peut aider à diminuer la viscosité du flux plastique en sortie dudit moyen, participant ainsi à l'homogénéisation globale de la charge plastique au moins en partie fondue avec le solvant de dissolution, et avantageusement permettant de limiter la dégradation des thermoplastiques visés, en particulier des polyoléfines visées. Un autre avantage de ce mode de réalisation très particulier réside dans le fait que cette mise en œuvre (i.e. introduction d'une fraction du solvant de dissolution dans le moyen pour fondre) peut permettre d'améliorer l'efficacité des mélangeurs en particulier du premier mélangeur, et ainsi permettre une diminution du nombre de mélangeurs statiques ou dynamiques nécessaires pour atteindre une viscosité dynamique du flux de charge conditionnée, c'est-à-dire du mélange [charge plastique + solvant de dissolution] à l'issue de la section de mise en contact, inférieure ou égale à 50 mPa.s, de préférence inférieure ou égale à 20 mPa.s, très préférentiellement inférieure ou égale à 5 mPa.s, de manière très préférée inférieure ou égale à 1 mPa.s, et très avantageusement un coefficient de variation (CoV) de concentration de préférence inférieur ou égal à 10%, préférentiellement inférieur ou égal à 5%.

Lorsqu'une fraction du solvant de dissolution est introduite dans le moyen pour fondre au moins en partie la charge plastique, la quantité de ladite fraction de solvant de dissolution qui alimente ledit moyen est de préférence ajustée de sorte que le rapport pondéral entre la fraction de solvant de dissolution qui alimente ledit moyen et la charge plastique qui alimente ledit moyen est compris entre 0,001 et 0,20000, de préférence entre 0,001 et 0,100, préférentiellement entre 0,003 et 0,050, de manière très préférée entre 0,005 et 0,030. Par exemple, une fraction du solvant de dissolution est introduite dans le moyen pour fondre au moins en partie la charge plastique, la quantité de ladite fraction de solvant de dissolution qui alimente ledit moyen correspondant de préférence entre 0,02 et 4,0% poids, voire entre 0,1 et 1,0% poids, du poids total de solvant de dissolution introduit dans l'étape a).

[0094] De préférence, le temps de séjour dans le moyen pour fondre au moins en partie la charge plastique, éventuellement mis en œuvre dans la section i) de mise en contact, est avantageusement inférieur ou égal à 1 heure, de préférence inférieur ou égal à 5 min, de préférence inférieur ou égal à 2 min, et de manière préférée supérieur ou égal à 0,5 seconde, préférentiellement supérieur ou égal à 1 seconde, très préférentiellement supérieur ou égal à 10 secondes. Ledit temps de séjour est défini ici comme le volume

disponible dans ledit moyen divisé par le débit volumique de la charge plastique.

[0095] L'éventuel moyen pour fondre au moins en partie la charge plastique peut avantageusement être connecté à un système d'extraction sous vide, de manière à éliminer des impuretés telles que des gaz dissous, des composés organiques légers et/ou de l'humidité présents dans la charge.

[0096] Ledit éventuel moyen pour fondre, de préférence une extrudeuse, peut également avantageusement comprendre en sortie un système de filtration permettant ainsi d'éliminer des particules solides de taille supérieure à 20 μm , et de préférence inférieure à 2 cm, telles que des particules de sable, de bois, métalliques. Par exemple, le moyen pour fondre au moins en partie la charge plastique, de préférence une extrudeuse, est directement connecté, en sortie, à un premier système de filtration, en particulier un filtre, adapté pour éliminer des particules solides de taille typiquement supérieure ou égale 1000 μm , de préférence supérieure ou égale à 500 μm , de préférence supérieure ou égale à 400 μm , préférentiellement supérieure ou égale à 300 μm , suivi d'une pompe à matière fondue (ou « melt pump » selon le terme anglo-saxon consacré) ou une pompe à engrenage (ou gear pump selon le terme anglo-saxon) permettant de maintenir et/ou d'augmenter la pression, suivie d'un second système de filtration adapté pour éliminer des particules solides de taille typiquement supérieure ou égale à 60 μm , de préférence supérieure ou égale à 20 μm .

[0097] A l'issue de la section i) de mise en contact, c'est-à-dire en sortie du dernier mélangeur statique, le flux plastique obtenu correspond avantageusement à la charge conditionnée, qui est très avantageusement sous forme liquide, et présente de préférence une viscosité inférieure ou égale à 50 mPa.s, de préférence inférieure ou égale à 20 mPa.s, très préférentiellement inférieure ou égale à 5 mPa.s, de manière très préférée inférieure ou égale à 1 mPa.s. Très avantageusement, à l'issue de la section de mise en contact, la charge conditionnée présente également un coefficient de variation (CoV) de concentration de préférence inférieur ou égal à 10%, préférentiellement inférieur ou égal à 5%.

[0098] La charge conditionnée peut alors être définie comme un mélange homogène comprenant une solution polymère de thermoplastiques, en particulier de polyoléfines et plus particulièrement de polypropylène et/ou polyéthylène, dans un solvant de dissolution, de préférence dans un ratio pondéral entre le solvant de dissolution et la charge plastique compris entre 0,2 et 100,0, préférentiellement entre 0,3 et 20,0, de manière préférée entre 1,0 et 10,0, encore plus préférentiellement entre 3,0 et 7,0, et comprenant des impuretés solubles et/ou insolubles, ledit mélange homogène présentant une viscosité et viscosité inférieure ou égale à 50 mPa.s, de préférence inférieure ou égale à 20 mPa.s, très préférentiellement inférieure ou égale à 5 mPa.s, de manière très préférée inférieure ou égale à 1 mPa.s.

[0099] ii) la section de dissolution :

[0100] La charge conditionnée issue de la section de mise en contact alimente la section de dissolution dans l'étape a) de dissolution. La section de dissolution peut également être alimentée par une partie de solvant de dissolution, en particulier lorsque toute la quantité de solvant de dissolution n'a pas été introduite entièrement dans la section i) de mise en contact. Le flux récupéré en sortie de section de dissolution correspond à la une solution polymère, en particulier à une solution polymère brute.

[0101] Très avantageusement, la section de dissolution est opérée à une température de dissolution comprise entre 100°C et 300°C, de préférence entre 150 et 250°C, et une pression de dissolution entre 1,0 et 100,0 MPa absolu, de préférence entre 1,0 et 25,0 MPa absolu, préférentiellement entre 1,5 et 18,0 MPa absolu et de manière très préférée entre 2,0 et 15,0 MPa absolu. La température et la pression peuvent évoluer dans la section de dissolution, depuis les conditions d'introduction de la charge conditionnée issue de la section de mise en contact et/ou de la fraction de solvant de dissolution éventuellement introduite dans la section de dissolution, jusqu'à atteindre les conditions de dissolution, c'est-à-dire la température de dissolution, en particulier entre 100 et 300°C, de préférence entre 150 et 250°C, et la pression de dissolution, en particulier entre 1,0 et 100,0 MPa absolu, de préférence entre 1,0 et 25,0 MPa absolu, préférentiellement entre 1,5 et 18,0 MPa absolu et de manière très préférée entre 2,0 et 15,0 MPa absolu. Très avantageusement, à l'issue de la section de dissolution, la solution polymère brute est à la température de dissolution et à la pression de dissolution.

[0102] Le fait de limiter la température dans la section de dissolution et plus globalement dans l'étape a) de dissolution, à une température inférieure ou égale à 300°C, de préférence inférieure ou égale à 250°C, permet d'éviter ou de limiter la dégradation thermique des thermoplastiques et plus particulièrement des polyoléfines, mais aussi de limiter le besoin énergétique du procédé, participant ainsi à la limitation des coûts de fonctionnement du procédé. Avantageusement, la température de dissolution est supérieure ou égale à la température de fusion des thermoplastiques et plus particulièrement des polyoléfines, de manière à favoriser leur dissolution et très avantageusement réduire le temps de séjour nécessaire pour dissoudre efficacement les thermoplastiques visés. De manière préférée, la température dans la section de dissolution et plus globalement dans l'étape a) de dissolution est inférieure ou égale à la température critique du solvant de dissolution, de manière éviter la formation d'une phase supercritique lors de l'étape a) de dissolution susceptible de perturber la dissolution.

[0103] Parallèlement, la pression de dissolution dans la section de dissolution est 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 ou éventuellement supercritique, à la température de dissolution, ce qui permet d'optimiser la dissolution des thermoplastiques visés et plus particulièrement des polyoléfines, en particulier en termes de qualité, de temps d'opération.

- [0104] Très avantageusement, les conditions de température et pression de dissolution atteintes dans la section ii) de dissolution sont ajustées de sorte que le mélange (solvant de dissolution + thermoplastiques visés) est monophasique à l'issue de l'étape a), ledit mélange pouvant comprendre éventuellement des impuretés insolubles en suspension dans ledit mélange.
- [0105] Avantageusement, la section ii) 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, dans ce cas, 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 la section de dissolution.
- [0106] La section ii) de dissolution peut mettre en œuvre différents types d'équipements tels que des dispositifs de mélange, de transport, de chauffage, et comme par exemple un réacteur, une pompe, un circuit de transport, un système d'agitation, un four, un échangeur, un mélangeur, etc.
- [0107] Selon un mode de réalisation particulier, la section de dissolution met en œuvre un réacteur agité en continu, appelé encore « Continuous Stirred Tank Reactor » (CSTR) selon la terminologie anglo-saxonne, ou une série de réacteurs agités en continu (ou réacteurs CSTR), ladite série pouvant comprendre entre deux et cinq réacteurs CSTR, de préférence deux ou trois réacteurs CSTR, chaque réacteur agité en continu (réacteur CSTR) comprenant avantageusement un système d'agitation mécanique. En effet, le procédé selon l'invention, comprenant en particulier une section de mise en contact comme décrit plus haut, qui permet l'obtention d'une charge conditionnée présentant une viscosité de préférence inférieure ou égale à 50 mPa.s, préférentiellement inférieure ou égale à 20 mPa.s, très préférentiellement inférieure ou égale à 5 mPa.s, de manière très préférée inférieure ou égale à 1 mPa.s, permet l'utilisation d'une puissance d'agitation mécanique raisonnable (c'est-à-dire limitée) dans le réacteur de dissolution, facilitant ainsi l'opérabilité de la section de dissolution tout en limitant les coûts nécessaires à sa mise en œuvre, et tout en assurant une homogénéisation optimale du mélange et une dissolution maximale des thermoplastiques visés de la charge plastique dans le solvant de dissolution.
- [0108] La section de dissolution peut mettre en œuvre tout réacteur agité par tout système d'agitation. En effet, l'obtention d'une charge conditionnée présentant une viscosité de

préférence inférieure ou égale à 50 mPa.s, préférentiellement inférieure ou égale à 20 mPa.s, très préférentiellement inférieure ou égale à 5 mPa.s, de manière très préférée inférieure ou égale à 1 mPa.s, et très avantageusement un coefficient de variation (CoV) de concentration de préférence inférieur ou égal à 10%, préférentiellement inférieur ou égal à 5%, à l'issue de la section i) de mise en contact permet l'utilisation d'une puissance d'agitation raisonnable (c'est-à-dire limitée) dans le réacteur de dissolution, facilitant ainsi l'opérabilité de la section de dissolution, ce qui permet l'utilisation de tout système d'agitation, tout en autorisant avantageusement une réduction du temps de mélange, c'est-à-dire du temps de séjour dans la section de dissolution, et/ou l'utilisation d'une gamme de pressions d'opération large, et en assurant une homogénéisation optimale du mélange et de fait une dissolution maximale des thermoplastiques visés de la charge plastique dans le solvant de dissolution.

[0109] Eventuellement, un adsorbant, avantageusement solide, de préférence sous forme de particules divisées, mises en forme ou pas, peut être introduit dans la solution polymère dans la section ii) de dissolution, en particulier dans le réacteur de dissolution. Dans ce cas-là, le procédé de purification comprend une étape a') d'adsorption intermédiaire, située pendant l'étape a) de dissolution. L'adsorbant est avantageusement choisi parmi les alumines, silices, silices-alumines, charbons actifs ou terres décolorantes. L'adsorbant solide pourra alors être éliminé lors de l'étape b) de purification, par exemple lors d'une sous-étape b1) de séparation des insolubles et/ou une sous-étape b2) de lavage. Cette éventuelle étape a') d'adsorption en présence d'adsorbant solide sous forme divisée permet d'optimiser la purification de la solution polymère.

[0110] Selon un mode de réalisation préféré de l'invention, l'étape a) de dissolution met en œuvre : i) une section de mise en contact de la charge plastique avec au moins une partie d'un solvant de dissolution, présentant une température d'ébullition comprise entre -50 et 250°C, de préférence entre -15 et 150°C, de manière préférée entre 20 et 100°C, et ii) une section de dissolution. Dans ce mode de réalisation préféré, la section i) de mise en contact est opérée à une température entre 150 et 250°C et met en œuvre une extrudeuse, éventuellement un système de filtration en sortie d'extrudeuse, puis trois, quatre ou cinq mélangeurs statiques, fonctionnant en série les uns par rapport aux autres, et la section ii) de dissolution met en œuvre un réacteur agité en continu par agitation mécanique (c'est-à-dire de type CSTR) opéré à une température entre 150 et 250°C et une pression entre 1,5 et 18,0 MPa absolu. Le solvant de dissolution est divisé en n flux partiels de solvant de dissolution, n étant un nombre entier naturel et le nombre n de flux partiels de solvant de dissolution étant égal au nombre m de mélangeurs statiques mis en œuvre dans la section i) de mise en contact (dans ce mode de réalisation, m étant un nombre entier égal trois, quatre ou cinq) ou à un nombre m+1

ou $m+2$. Dans ce mode de réalisation, l'extrudeuse est alimentée par la charge plastique, pour obtenir un flux plastique composé de la charge plastique au moins en partie fondue, dans lequel les thermoplastiques visés, en particulier les polyoléfinés visés, de la charge plastiques sont avantageusement fondus, et éventuellement un des flux partiels de solvant de dissolution de sorte que le rapport pondéral entre la fraction de solvant de dissolution (i.e. le flux partiel de solvant de dissolution) qui alimente l'extrudeuse et la charge plastique qui alimente l'extrudeuse est compris entre 0,001 et 0,200, de préférence entre 0,001 et 0,100, préférentiellement entre 0,003 et 0,050, de manière très préférée entre 0,005 et 0,030, par exemple de sorte que le flux partiel de solvant de dissolution qui alimente l'extrudeuse représente de préférence entre 0,02 et 4,0% poids, voire entre 0,1 et 1,0% poids, du poids total de solvant de dissolution introduit dans l'étape a). Dans ce mode de réalisation préféré, chacun des mélangeurs statiques est alimenté par un flux plastique et un des flux partiels de solvant de dissolution de sorte que, dans chaque mélangeur statique, le taux de dilution volumique en solvant de dissolution est compris :

- [0111] - entre 3% et 50%, de manière préférée entre 10 et 35%, et de manière très préférée entre 15% et 30%, lorsque le rapport des viscosités entre le flux plastique et le flux partiel de solvant de dissolution qui alimentent le mélangeur statique considéré est supérieur ou égal à 3500, de préférence supérieur ou égal à 3000 ;
- [0112] - entre 10% et 70%, de manière préférée entre 20 et 65%, de manière très préférée entre 30% et 65%, voire entre 35% et 65%, lorsque le rapport des viscosités entre le flux plastique et le flux partiel de solvant de dissolution qui alimentent le mélangeur statique considéré est inférieur à 3500, de préférence inférieur à 3000.
- [0113] De préférence, dans ce mode de réalisation préféré, le temps de séjour dans l'extrudeuse, défini comme le volume disponible dans ladite extrudeuse divisé par le débit volumique de charge, est entre 0,5 seconde et une heure, de préférence entre 0,5 seconde et 5 minutes, de préférence 1 seconde et 2 minutes, ou entre 10 secondes et 2 minutes.
- [0114] La section ii) de dissolution, en particulier le réacteur de type CSTR, de ce même mode de réalisation préféré est alors alimentée par le flux plastique issu du dernier mélangeur statique de la section i) de mise en contact et éventuellement par un flux partiel de solvant de dissolution.
- [0115] La solution polymère, dite avantageusement 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 visés que la présente invention cherche à récupérer purifiés, dissous dans le solvant de dissolution. En général, la solution polymère obtenue à l'issue de l'étape a) de dissolution comprend également des impuretés solubles également dissoutes dans le solvant de dissolution. Elle peut éventuellement

comprendre en outre des impuretés insolubles en suspension. La solution polymère, dite avantageusement 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.

[0116] Etape b) de purification de la solution polymère

[0117] Le procédé de traitement 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 :

[0118] b1) une sous-étape de séparation des insolubles,

[0119] b2) une sous-étape de lavage, par contact avec une solution dense,

[0120] b3) une sous-étape d'extraction, par contact avec un solvant d'extraction,

[0121] b4) une sous-étape d'adsorption des impuretés par contact avec un solide adsorbant.

[0122] 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. 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.

[0123] Sous-Etape b1) de séparation des insolubles

[0124] 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).

[0125] La sous-étape b1) de séparation des insolubles permet ainsi d'éliminer au moins une partie, de préférence la totalité, des particules de impuretés insolubles dans le solvant de dissolution, présentes en suspension dans la solution polymère brute issue de l'étape a). Les impuretés insolubles éliminées 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.

- [0126] Lorsqu'elle est mise en œuvre, cette sous-étape b1) de séparation permet, outre l'élimination d'au moins une partie des impuretés insolubles, avantageusement de limiter les problèmes opératoires, en particulier de type bouchage et/ou érosion, des étapes du procédé situées en aval, tout en contribuant à la purification de la charge plastique.
- [0127] La sous-étape b1) de séparation des insolubles est avantageusement mise en œuvre à une température entre 100 et 300°C, de préférence entre 150 et 250°C, et à une pression entre 1,0 et 100,0 MPa absolu, de préférence entre 1,0 et 25,0 MPa absolu, préférentiellement entre 1,5 et 18,0 MPa absolu et de manière très préférée entre 2,0 et 15,0 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.
- [0128] 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). 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.
- [0129] Avantageusement, la sous-étape b1) met en œuvre une section comprenant au moins un équipement de séparation solide-liquide, par exemple choisi parmi 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 éventuellement en présence d'adjuvants de filtration (par exemple des terres de diatomées), 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. Avantageusement, 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.
- [0130] 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.
- [0131] 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.

- [0132] Certaines impuretés insolubles, notamment certains additifs comme des pigments et charges minérales, ajoutés classiquement lors de la formulation des polymères, peuvent être introduites sous forme de particules de taille inférieure à 1 μm . 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 μm . 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 μm . Selon encore un autre mode de réalisation particulier de la sous-étape b1), 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.
- [0133] 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. Selon un autre mode de réalisation particulier, la sous-étape b1) met avantageusement en œuvre des équipements permettant la séparation de cette seconde phase liquide, de préférence au moyen d'au moins un séparateur biphasique ou triphasique.
- [0134] Sous-étape b2) de lavage
- [0135] Le procédé de traitement peut éventuellement comprendre en outre une sous-étape b2) de lavage par une solution dense, pour obtenir avantageusement au moins un effluent de lavage et une solution polymère lavée. La solution polymère lavée obtenue à l'issue de la sous-étape b2) comprend avantageusement les polymères visés que la présente invention cherche à récupérer purifiés, dissous dans le solvant de dissolution. Eventuellement la solution polymère lavée peut comprendre également des impuretés résiduelles en particulier solubles dans le solvant de dissolution et/ou éventuellement des traces du solvant de lavage si la sous-étape b2) est réalisée.
- [0136] 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.
- [0137] 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 insolubles en suspension et/ou des impuretés solubilisées. Ces impuretés 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.

[0138] La sous-étape b2) de lavage comprend avantageusement la mise en contact de la solution polymère, brute ou clarifiée, qui alimente la sous-étape b2), 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 thermoplastiques visés et le solvant de dissolution dans lequel sont dissous les thermoplastiques visés), en particulier supérieure ou égale à 0,85, de préférence supérieure ou égale à 0,9, préférentiellement supérieure ou égale à 1,0. 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 certaines impuretés. 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.

[0139] La sous-étape b2) de lavage est avantageusement mise en œuvre à une température entre 100 et 300°C, de préférence entre 150 et 250°C, et à une pression entre 1,0 et 100,0 MPa absolu, de préférence entre 1,0 et 25,0 MPa absolu, préférentiellement entre 1,5 et 15,0 MPa absolu et de manière très préférée entre 2,0 et 15,0 MPa absolu. Très avantageusement, la sous-étape b2) de lavage est mise en œuvre à la température de dissolution et la pression de dissolution.

[0140] Dans la sous-étape b2) de lavage, lorsqu'elle est intégrée au procédé, le ratio massique entre le débit massique de la solution dense et le débit massique de la solution polymère, brute ou clarifiée, 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, brute ou

clarifiée, 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 brute ou clarifiée 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.

[0141] 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.

[0142] 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, de la colonne 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, de la colonne 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 un effluent de lavage.

[0143] 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.

[0144] 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 un effluent de lavage.

[0145] A l'issue de la sous-étape b2) de lavage, l'effluent de lavage obtenu comprend avantageusement des impuretés solubilisées dans le solvant dense et/ou insolubles et entraînées dans l'effluent de lavage. L'effluent de lavage peut être retraité dans une section de traitement de lavage, d'une part pour séparer au moins en partie les impuretés solubilisées et/ou entraînées 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 de lavage purifiée. Cette section de traitement 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 usés lorsque la solution dense est une solution aqueuse.

[0146] Etape b3) d'extraction

[0147] 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 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 également des impuretés résiduelles en particulier solubles dans le solvant de dissolution et/ou des traces du solvant de lavage et/ou du solvant d'extraction si la(les) sous-étape(s) b2) et/ou b3) est(sont) réalisée(s).

[0148] 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, et éventuellement en amont ou en aval d'une sous-étape b4) d'adsorption si cette dernière est également intégrée à l'étape b), et de préférence en aval d'une sous-étape b1) de séparation des insolubles.

[0149] 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 également comprendre des impuretés solubilisées. Ces impuretés solubilisées peuvent en partie ou en totalité être éliminées 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 b4) d'adsorption permet une purification améliorée de la solution polymère, en utilisant éventuellement à la fois l'affinité des impuretés pour l'adsorbant et pour le solvant d'extraction.

[0150] 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.

[0151] Le ratio massique 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.

[0152] 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 de préférence aliphatique et en particulier paraffinique (c'est-à-dire saturé), de préférence linéaire ou ramifié. De préférence, le solvant d'extraction comprend au moins 80% poids, préférentiellement au moins 95% poids, de manière préférée 98% poids d'au moins un composé hydrocarboné, de préférence aliphatique et en particulier paraffinique, de préférence linéaire ou ramifié, les pourcentages étant exprimés par rapport au poids total du solvant de dissolution (100% étant le maximum). De manière préférée, le solvant d'extraction comprend au moins un composé hydrocarboné de préférence aliphatique et en particulier paraffinique, présentant une température d'ébullition comprise entre - 50 et 250°C, de préférence entre - 15 et 150°C, préférentiellement entre - 1 et 110°C et de manière préférée entre 20 et 100°C (à pression atmosphérique, en particulier à 0.1 MPa). De manière préférée, le solvant d'extraction comprend, de préférence consiste en, au moins un composé hydrocarboné aliphatique en particulier paraffinique, de préférence linéaire ou ramifié, ayant entre 3 et 12 atomes de carbone, préférentiellement entre 4 et 8 atomes de carbone. Par exemple, le solvant d'extraction comprend un composé choisi parmi les isomères du butane, du pentane, de l'hexane, de l'heptane et de l'octane. Le solvant d'extraction peut comprendre, de préférence consister en, un mélange d'isomères du butane, du pentane, de l'hexane, de l'heptane et/ou de l'octane, et de manière préférée à une teneur en ledit mélange d'isomères dans le solvant d'extraction supérieure ou égale à 80% poids, préférentiellement supérieure ou égale à 95% poids, de manière préférée supérieure ou égale à 98% poids, par rapport au poids total du solvant d'extraction. De manière préférée, le solvant d'extraction comprend un composé aliphatique paraffinique, présentant une température critique (température au point critique dudit composé hydrocarboné pur) comprise de préférence entre 95 et 350°C, préférentiellement entre 130 et 300°C, de manière préférée entre 180 et 285°C.

[0153] 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, est, 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, de limiter les consommations énergétiques et les coûts en particulier générés par le traitement et la purification des solvants.

- [0154] 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.
- [0155] 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 polymère 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, de la colonne 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, de la colonne le plus proche du fond de colonne d'extraction à contre-courant.
- [0156] 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.
- [0157] 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.

- [0158] Avantageusement, 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.
- [0159] 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 100°C et 300°C, de préférence entre 150°C et 250°C, et à une pression entre 1,0 et 100,0 MPa absolu, de préférence entre 1,0 et 25,0 MPa absolu, préférentiellement entre 1,5 et 18,0 MPa absolu et de manière très préférée entre 2,0 et 15,0 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 atteintes à 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.
- [0160] 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, 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, 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, plastifiants, etc., 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 une séparation par décantation entre la

phase supercritique et la phase liquide, et par conséquent ce qui contribue à la purification de la solution polymère.

- [0161] Dans cet autre mode de réalisation préféré, la sous-étape b3) met en œuvre un solvant d'extraction comprenant au moins 80% poids, préférentiellement au moins 95% poids, de manière préférée 98% poids d'au moins un composé hydrocarboné paraffinique aliphatique (ou alcane) (100% étant le maximum, les pourcentages étant exprimés par rapport au poids total du solvant d'extraction) présentant une température critique de préférence comprise entre 95 et 350°C, préférentiellement entre 130 et 300°C, de manière préférée entre 180 et 285°C.
- [0162] Avantageusement, la sous-étape b3) d'extraction supercritique de cet autre mode de réalisation particulier est mise en œuvre à une température de préférence entre 150°C et 300°C, de manière préférée entre 180°C et 280°C, et à une pression de préférence entre 2,0 et 100,0 MPa absolu, de préférence entre 2,0 et 25,0 MPa absolu, de manière préférée entre 2,0 et 18,0 MPa absolu et de manière très préférée entre 3,0 et 15,0 MPa absolu. De manière très préférée, la pression d'opération d'une telle sous-étape b3) d'extraction supercritique est comprise entre 2,7 MPa et 7,5 MPa absolu, préférentiellement entre 3,0 MPa et 5,5 MPa absolu. 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.
- [0163] Dans un mode très préféré de réalisation de b3), 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, hormis le fait que le solvant d'extraction est au moins en partie sous en phase supercritique. Dans ce cas très avantageux d'extraction supercritique, le solvant de dissolution peut devenir au moins en partie sous forme supercritique, optimisant avantageusement la décantation lors de l'étape d'extraction, plus particulièrement à chaque phase ou plateau d'extraction, entre la phase liquide et la phase supercritique, ce qui permet ainsi de maximiser la purification.
- [0164] Avantageusement 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, cristal-

lisation et précipitation des insolubles, ou par purge.

[0165] Sous-Etape b4) d'adsorption

[0166] 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.

[0167] 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, lorsqu'elle est intégrée au procédé selon l'invention, la sous-étape b4) d'adsorption est mise en œuvre par mise en contact de la solution polymère qui l'alimente avec un(ou des) adsorbant(s).

[0168] 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. Le(ou les) adsorbant(s) mis en œuvre dans la sous-étape b) est(sont) 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.

[0169] Avantageusement, lorsqu'elle est intégrée au procédé, la sous-étape b4) d'adsorption est mise en œuvre à une température entre 100 et 300°C, de préférence entre 150 et 250°C, et à une pression entre 1,0 et 100,0 MPa absolu, de préférence entre 1,0 et 25,0 MPa absolu, préférentiellement entre 1,5 et 18,0 MPa absolu et de manière très préférée entre 2,0 et 15,0 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 atteintes à 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⁻¹, préférentiellement entre 0,1 et 5,0 h⁻¹.

- [0170] 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, 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.
- [0171] Un autre mode de fonctionnement de ce mode de réalisation particulier de b4) 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 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.
- [0172] Selon ce mode de réalisation particulier de la sous-étape b4) d'adsorption en lit fixe d'adsorbant, 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 en amont ou aval d'une sous-étape b3) d'extraction. Avantagusement, la combinaison d'une sous-étape b1) de séparation des insolubles, et/ou d'une sous-étape b2) de lavage, et 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 le solide adsorbant et aussi pour le solvant d'extraction et éventuellement une solution dense.
- [0173] 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 étape b1) de séparation des insolubles ou à l'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.

[0174] Etape c) de séparation solvant-polymère

[0175] 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 au moins une fraction de solvant.

[0176] L'étape c) de séparation solvant-polymère vise 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 thermoplastiques débarrassés au moins en partie, de préférence en totalité, des impuretés et du solvant de dissolution, et éventuellement du(des) autres solvants mis en œuvre dans le procédé (i.e. 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% poids, 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 solvant-polymère 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. L'étape c) peut mettre en œuvre plusieurs opérations de séparation en série. Par exemple, l'étape c) peut comprendre une séparation solvant-polymère par démixtion d'au moins une partie du(ou des) solvant(s) sous forme supercritique, le(ou les) solvant(s) étant sous forme supercritique après ajustement des conditions de températures et/ou pression à l'étape c), de préférence ajustement de la pression et la température étant maintenue entre 100 et 300°C, de préférence entre 150 et 250°C, de manière à être dans les conditions supercritiques d'au moins un des composés du(ou des) solvant(s), suivie par au moins une séparation du solvant résiduel par évaporation notamment dans des conditions de pression plus basse que la pression

utilisée pour le passage à l'état supercritique du solvant, en particulier à une pression entre 4 et 0,000005 MPa (soit 5 Pa), de préférence entre 3 et 0,000005 MPa (soit 5 Pa), la température pouvant être maintenue entre 100 et 300°C, de préférence entre 150 et 250°C.

- [0177] 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.
- [0178] 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), et 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% poids, 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 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) et/ou de la sous-étape b3).
- [0179] Très avantageusement, la fraction de 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 un solvant purifié, en particulier un solvant de dissolution purifié, pour pouvoir avantageusement le recycler vers l'étape a) de dissolution, et/ou 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.
- [0180] Ainsi, le procédé selon l'invention permet 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 polymères, c'est-à-dire la

fraction de polymères thermoplastiques purifiés, obtenu par le procédé selon l'invention présente ainsi une teneur en impuretés suffisamment faible 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 (c'est-à-dire la fraction de polymères thermoplastiques purifiés) présente avantageusement une teneur en impuretés inférieure ou égale à 5% poids d'impuretés, très avantageusement impuretés inférieure ou égale à 1,0% poids d'impuretés, voire une teneur inférieure ou égale à 0,5% poids d'impuretés. Très avantageusement, le flux de polymères thermoplastiques purifiés obtenu à l'issue du procédé (c'est-à-dire la fraction de polymères thermoplastiques purifiés) présente une teneur en solvant résiduel (en particulier en solvant de dissolution) inférieure ou égale à 5% poids de solvant résiduel, de préférence inférieure ou égale à 1,0% poids de solvant résiduel, de manière préférée inférieure ou égale à 0,1% poids de solvant résiduel, voire une teneur inférieure ou égale à 500 ppm poids de solvant résiduel, par rapport au poids total du flux de polymères thermoplastiques.

- [0181] Les exemples et figures qui suivent illustrent l'invention, en particulier des modes de réalisation particuliers de l'invention, sans en limiter la portée.

LISTE DES FIGURES

[Fig 1]

- [0182] La [Fig.1] représente le schéma d'un mode de réalisation du procédé de la présente invention, comprenant :
- [0183] - une étape a) de dissolution de la charge plastique 1 dans un solvant de dissolution 19, pour obtenir une solution polymère brute 12, l'étape a) mettant en œuvre :
- [0184] - une section a-i) de mise en contact de la charge plastique 1 avec un solvant de dissolution 19 pour obtenir une charge conditionnée 11, ladite section a-i) mettant en œuvre une extrudeuse (A) pour obtenir une charge plastique 1* au moins en partie fondue, et cinq échangeurs statiques M1, M2, M3, M4, M5, chaque échangeur étant alimenté par un flux partiel de solvant de dissolution 2, 4, 6, 8, 10, issu du flux total de solvant de dissolution 19, et par un flux plastique 1*, 3, 5, 7, 9,
- [0185] - une section a-ii) de dissolution, mettant en œuvre en particulier un réacteur agité en continu de type CSTR, pour obtenir une solution polymère brute 12,
- [0186] - une étape b) de purification, comprenant de préférence une séparation des insolubles suivie en particulier d'une sous-étape d'adsorption, pour obtenir une solution polymère purifiée 13 et une fraction insoluble 14,
- [0187] - une étape c) de séparation solvant-polymère, pour obtenir une fraction de thermoplastiques purifiés 15, et plus particulièrement une fraction de polyoléfines purifiées, et un flux de solvant 16.

[0188] Le flux de solvant 16 est avantageusement purifié, par exemple dans une section de distillation d), pour récupérer un flux de solvant de dissolution purifié 17 qui est mélangé avec un flux de solvant frais 18 pour constituer le solvant de dissolution 19, ce dernier étant divisé en cinq flux partiels 2, 4, 6, 8, 10, de solvant de dissolution pour alimenter les mélangeurs statiques M1, M2, M3, M4, M5 de la section a-i).

EXEMPLES

Exemple 1 (conforme à l'invention)

- [0189] Dans cet exemple, seule est testée la section i) de mise en contact d'un procédé de purification correspondant au mode de réalisation schématisé en [Fig.1] et dans lequel la section i) de mise en contact de l'étape a) de dissolution comprend :
- [0190] - une extrudeuse A, qui comprend une trémie d'alimentation à travers laquelle l'extrudeuse est alimentée en charge plastique issue de la filière de collecte et de tri ; suivie de
- [0191] - cinq mélangeurs statiques M1, M2, M3, M4, M5, en série.
- [0192] La charge plastique comprend : 95% poids de polypropylène ; 5% poids de polyéthylène et d'impuretés, en particulier d'additifs de type pigments, colorants, charges, etc.
- [0193] La section de mise en contact est mise en œuvre à une température de 200°C et à une pression de 2,5 MPa (25 bars).
- [0194] Le débit de charge plastique introduite dans l'extrudeuse A est de 50 kg/h. La charge 1* est fondue au moins en partie en sortie d'extrudeuse A ; plus particulièrement, les polyoléfines, et donc au moins le polypropylène, que ladite charge contient, sont sous forme fondues en sortie d'extrudeuse.
- [0195] Le solvant de dissolution utilisé est le n-heptane et un mélange 19 d'un flux 17 de n-heptane purifié et recyclé avec un flux de n-heptane frais 18. Le débit total de n-heptane 19, qui alimente l'étape a) de dissolution, est de 250 kg/h.
- [0196] Chaque mélangeur statique M1, M2, M3, M4, M5, est alimenté par un flux partiel de n-heptane, respectivement 2, 4, 6, 8, 10, et un flux plastique, respectivement 1*, 3, 5, 7, 9, qui comprend au moins le polypropylène fondu. Le coefficient de variation de la concentration visé en sortie de chaque mélangeur statique est de 5% (ou 0,05).
- [0197] Le Tableau 1 présente à la fois les quantités de solvant de dissolution introduites dans chaque mélangeur statique et l'évolution de la viscosité des flux entrée/sortie de chaque mélangeur statique dans les conditions opératoires de température et pression. Le Tableau 1 donne également le rapport des viscosités entre le flux plastique et le flux de n-heptane qui entrent dans chaque mélangeur statique ainsi que le taux de dilution volumique en n-heptane dans chaque mélangeur.

[0198] [Tableaux1]

Flux	Nature du flux	Débit (kg/h) en entrée des mélangeurs	Taux de dilution en n-heptane (%vol)	Ratio pondéral n-heptane _{cumulé} / charge (kg/kg)	Viscosité du flux considéré (mPa.s)	Rapport des viscosités
1*	Charge plastique	50,0	-	-	3 000 000	21 428 571
2	n-heptane	13,75	-	-	0,14	
3	Flux plastique	63,75	30% (M1)	0,28	19 703,0	140 736
4	n-heptane	20,00	-	-	0,14	
5	Flux plastique	83,75	30% (M2)	0,68	548,0	3 914
6	n-heptane	28,75	-	-	0,14	
7	Flux plastique	112,50	30% (M3)	1,25	44,7	321
8	n-heptane	70,00	-	-	0,14	
9	Flux plastique	182,50	42% (M4)	2,65	3,8	58
10	n-heptane	117,50	-	-	0,14	
11	Flux plastique	300,00	42% (M5)	5,00	0,95	-

[0199] A l'issue de la section de mise en contact a-i) de l'étape a) mettant en œuvre une extrudeuse suivie de cinq mélangeurs statiques alimentés en flux partiels de n-heptane, la viscosité du flux de charge conditionnée est inférieure à 1 mPa.s (0,95 mPa.s), ceci tout en respectant les contraintes techniques imposées par les mélangeurs statiques relativement aux viscosités des flux mis en jeu. Une telle viscosité permet de faciliter ensuite l'homogénéisation du mélange dans un réacteur de dissolution de type CSTR dans la section de dissolution, ledit réacteur de dissolution étant de, type CSTR.

Revendications

[Revendication 1]

Procédé de traitement d'une charge plastique, comprenant :

a) une étape de dissolution de la charge plastique dans un solvant de dissolution, pour obtenir au moins une solution polymère brute, l'étape a) de dissolution mettant en œuvre :

i) une section de mise en contact de la charge plastique avec au moins une partie du solvant de dissolution, comprenant au moins un mélangeur statique ou dynamique, pour produire une charge conditionnée, chaque mélangeur statique ou dynamique étant opéré à une température comprise entre 100°C et 300°C,

chaque mélangeur statique ou dynamique étant alimenté par un flux plastique, comprenant la charge plastique, et par une fraction d'au moins ladite partie du solvant de dissolution de sorte que chaque mélangeur présente un taux de dilution volumique en solvant de dissolution compris entre 3% et 70%,

le taux de dilution volumique en solvant de dissolution étant le rapport entre le débit volumique de la fraction d'au moins ladite partie du solvant de dissolution qui alimente le mélangeur statique ou dynamique considéré et la somme des débits volumiques de la fraction d'au moins ladite partie du solvant de dissolution et du flux plastique qui alimentent le mélangeur statique ou dynamique considéré ;

ii) une section de dissolution alimentée au moins par la charge conditionnée issue de la section de mise en contact et opérée à une température de dissolution comprise entre 100°C et 300°C et une pression de dissolution entre 1,0 et 100,0 MPa absolu ; puis

b) une étape de purification de la solution polymère brute pour obtenir une solution polymère purifiée, ladite étape de purification 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 solide ; puis,

c) une étape de séparation solvant-polymère, pour obtenir au moins une fraction de polymères thermoplastiques purifiés.

[Revendication 2]

Procédé selon la revendication 1, dans lequel la section de mise en

contact comprend entre un et dix, préférentiellement entre deux et six,

de manière préférée entre deux et cinq, mélangeur(s) statique(s) ou dynamique(s), de préférence en série.

[Revendication 3]

Procédé selon la revendication 1 ou 2, dans lequel chaque mélangeur présente un taux de dilution volumique en solvant de dissolution compris :

- entre 3% et 50%, de manière préférée entre 10% et 35%, et de manière très préférée entre 15% et 30%, lorsque le rapport des viscosités entre le flux plastique et la fraction d'au moins ladite partie du solvant de dissolution, qui alimentent le mélangeur statique ou dynamique considéré, est supérieur ou égal à 3500, de préférence supérieur ou égal à 3000,
- entre 10% et 70%, de manière préférée entre 20% et 65%, de manière très préférée entre 30% et 65%, voire entre 35% et 65%, lorsque le rapport des viscosités entre le flux plastique et la fraction d'au moins ladite partie du solvant de dissolution, qui alimentent le mélangeur statique ou dynamique considéré, est inférieur à 3500, de préférence inférieur à 3000.

[Revendication 4]

Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel la section de mise en contact comprend un moyen pour fondre au moins en partie la charge plastique, situé en amont du premier mélangeur statique ou dynamique, ledit moyen pour fondre étant de préférence une extrudeuse.

[Revendication 5]

Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel le solvant de dissolution comprend au moins un composé hydrocarboné aliphatique paraffinique présentant une température d'ébullition comprise entre -50 et 250°C, de préférence entre -15 et 150°C, préférentiellement entre -1 et 110°C et de manière préférée entre 20 et 100°C.

[Revendication 6]

Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel le solvant de dissolution et la charge plastique alimentent l'étape a) selon un ratio pondéral entre le solvant de dissolution et la charge plastique, compris entre 0,2 et 100,0, de préférence entre 0,3 et 20,0, de manière préférée entre 1,0 et 10,0, encore plus préférentiellement entre 3,0 et 7,0.

[Revendication 7]

Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel chaque mélangeur statique ou dynamique est opéré à une température comprise entre 150 et 250°C.

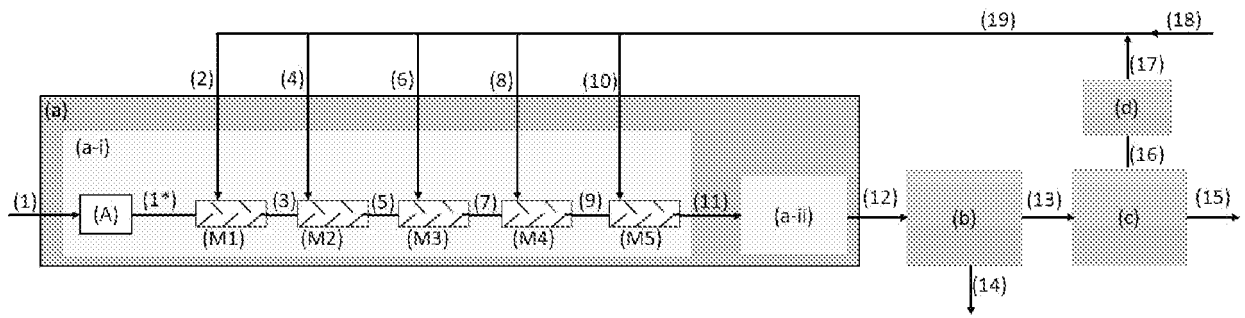
[Revendication 8]

Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel la section de dissolution est opérée à une température de dis-

solution comprise entre 150 et 250°C.

- [Revendication 9] Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel la section de dissolution est opérée à une pression de dissolution entre 1,0 et 25,0 MPa absolu, préférentiellement entre 1,5 et 18,0 MPa absolu et de manière très préférée entre 2,0 et 15,0 MPa absolu.
- [Revendication 10] Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel l'étape b) de purification comprend une sous étape b1) de séparation des insolubles de préférence suivie au moins d'une sous-étape d'adsorption.
- [Revendication 11] Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel la charge plastique comprend des polymères thermoplastiques, plus particulièrement des polyoléfines.

[Fig. 1]



RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

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

N° d'enregistrement
national

FA 912696

FR 2212078

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		
Y	US 2022/356322 A1 (COLLIAS DIMITRIS IOANNIS [US] ET AL) 10 novembre 2022 (2022-11-10) * alinéas [0081] – [0084]; revendications 1, 7; figure 1; exemples 1-4; tableau 1 * -----	1-11	C08J11/08 B29B17/02
Y	CA 3 045 910 A1 (PROCTER & GAMBLE [US]) 28 juin 2018 (2018-06-28) * revendications 3-7 * -----	1-11	
A	US 5 278 282 A (NAUMAN E BRUCE [US] ET AL) 11 janvier 1994 (1994-01-11) * le document en entier * -----	1-11	
A	US 10 442 912 B2 (PROCTER & GAMBLE [US]) 15 octobre 2019 (2019-10-15) * le document en entier * -----	1-11	
A	US 10 450 436 B2 (PROCTER & GAMBLE [US]) 22 octobre 2019 (2019-10-22) * le document en entier * -----	1-11	
Y	EP 1 189 979 B1 (DER GRUENE PUNKT DUALES SYST [DE]) 23 avril 2003 (2003-04-23) * revendication 3 * -----	1-11	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC) C08J C08F C08L
Y	FR 3 117 395 A1 (IFP ENERGIES NOW [FR]) 17 juin 2022 (2022-06-17) * alinéa [0052] * -----	1-11	
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
15 juin 2023		Mooibroek, Tidlo	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		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	
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			

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE **RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 2212078 FA 912696**

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 **15-06-2023**
 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
US 2022356322 A1	10-11-2022	US 2022356322 A1	10-11-2022
		WO 2022240625 A1	17-11-2022
CA 3045910 A1	28-06-2018	BR 112019012860 A2	10-12-2019
		CA 3045910 A1	28-06-2018
		CN 110072927 A	30-07-2019
		JP 6877547 B2	26-05-2021
		JP 2020513458 A	14-05-2020
		RU 2719851 C1	23-04-2020
		WO 2018118579 A1	28-06-2018
US 5278282 A	11-01-1994	AU 6420490 A	08-04-1991
		BR 9007650 A	18-08-1992
		CA 2065046 A1	12-03-1991
		DE 69026829 T2	21-11-1996
		DE 69033888 T2	31-10-2002
		EP 0491836 A1	01-07-1992
		EP 0664314 A1	26-07-1995
		JP 2968998 B2	02-11-1999
		JP H05500186 A	21-01-1993
		US 5198471 A	30-03-1993
		US 5278282 A	11-01-1994
		WO 9103515 A1	21-03-1991
US 10442912 B2	15-10-2019	EP 3339360 A1	27-06-2018
		ES 2767687 T3	18-06-2020
		PL 3339360 T3	30-04-2020
		US 2018171095 A1	21-06-2018
US 10450436 B2	22-10-2019	EP 3339359 A1	27-06-2018
		ES 2767683 T3	18-06-2020
		PL 3339359 T3	30-04-2020
		US 2018171094 A1	21-06-2018
EP 1189979 B1	23-04-2003	AT 238382 T	15-05-2003
		AU 6263600 A	02-01-2001
		BR 0011704 A	26-03-2002
		CA 2376488 A1	21-12-2000
		CN 1370196 A	18-09-2002
		DE 19927523 A1	21-12-2000
		DK 1189979 T3	11-08-2003
		EP 1189979 A1	27-03-2002
		ES 2194758 T3	01-12-2003
		HK 1046917 A1	30-01-2003
		JP 2003502466 A	21-01-2003
		PT 1189979 E	30-09-2003

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 2212078 FA 912696**

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 **15-06-2023**
 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
		WO 0077082 A1	21-12-2000
FR 3117395 A1	17-06-2022	CA 3198556 A1	23-06-2022
		FR 3117395 A1	17-06-2022
		TW 202233743 A	01-09-2022
		WO 2022128488 A1	23-06-2022