



CONFÉDÉRATION SUISSE

OFFICE FÉDÉRAL DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE

⑤① Int. Cl.³: B 29 C

29/00

Brevet d'invention délivré pour la Suisse et le Liechtenstein

Traité sur les brevets, du 22 décembre 1978, entre la Suisse et le Liechtenstein

⑫ **FASCICULE DU BREVET** A5

⑪

618 915

⑫① Numéro de la demande: 2078/77

⑦③ Titulaire(s):
Solvay & Cie Société Anonyme, Bruxelles (BE)

⑫② Date de dépôt: 18.02.1977

⑫③ Priorité(s): 19.02.1976 FR 76 04989

⑦② Inventeur(s):
Léon Ninane, Ceroux-Mousty (BE)

⑫④ Brevet délivré le: 29.08.1980

⑫⑤ Fascicule du brevet
publié le: 29.08.1980⑦④ Mandataire:
E. Blum & Co., Zürich⑫⑤ **Procédé de récupération de matières plastiques contenues dans des déchets.**

⑫⑦ Les déchets comprenant une quantité prépondérante d'une matière plastique, par exemple sous forme de flacons, sont successivement broyés, séparés du papier non adhérent et du papier adhérent aux déchets par agitation dans une solution aqueuse d'un alcali; ensuite, on procède à une élutriation en milieu liquide. La densité de la solution alcaline aqueuse, normalement une lessive de soude employée entre 50 et 70°C, est portée à une valeur permettant l'utilisation de cette solution dans la première étape d'élutriation. On peut dissoudre un sel tel que le CaCl_2 , dans la lessive contenant de 5 à 50 g de NaOH par litre d'eau, jusqu'à ce que la densité désirée soit atteinte.

Ce procédé permet une récupération plus rationnelle de certaines matières plastiques.

REVENDECATIONS

1. Procédé de récupération d'une matière plastique se trouvant en quantités prépondérantes dans des déchets de matières plastiques, notamment des déchets de flacons en matières plastiques usagés, dans lequel on effectue successivement le broyage de ces déchets, la séparation des déchets de papier non adhérent à ces déchets broyés, l'élimination des déchets de papier adhérent aux déchets broyés par agitation de ces déchets dans une solution aqueuse d'un alcali et la récupération des déchets de la matière plastique à récupérer par des opérations successives d'élutriation en milieu liquide, caractérisé en ce que la solution aqueuse d'alcali est ajustée à une densité la rendant également apte à être exploitée lors de la première opération d'élutriation en milieu liquide.

2. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que la solution aqueuse d'alcali est une solution d'hydroxyde de sodium.

3. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que la solution aqueuse d'alcali est portée à une température comprise entre 50 et 70° C.

4. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que la solution aqueuse d'alcali contient de 5 à 50 g d'alcali par litre d'eau et est ajustée à la densité requise par dissolution dans cette solution d'une quantité suffisante d'un composé hydrosoluble inerte vis-à-vis de l'alcali et de la matière plastique à récupérer.

5. Procédé suivant la revendication 4, caractérisé en ce que le composé hydrosoluble est du chlorure de sodium.

6. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que la solution aqueuse d'alcali est ajustée à une densité telle qu'elle soit inférieure à la densité de la matière plastique à récupérer.

7. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que les opérations subséquentes d'élutriation en milieu liquide sont effectuées en utilisant comme milieu liquide des solutions aqueuses de chlorure de calcium maintenues à au moins 30° C.

La présente invention concerne un procédé de récupération de matières plastiques contenues dans des déchets tels que des flacons en matières plastiques usagés munis d'étiquettes collées.

Pour des raisons d'écologie et d'économie énergétique, on s'est intéressé depuis un certain temps aux problèmes de la valorisation des déchets et en particulier des déchets de matières plastiques.

Suivant une première technique, l'énergie calorifique des déchets de matières plastiques est récupérée par incinération pour la production d'énergie.

Cette technique se révélant toutefois peu valorisante, puisqu'elle revient à utiliser comme combustibles des matières nobles et coûteuses, on s'est rapidement intéressé à la récupération des déchets de matières plastiques sous une forme permettant leur réutilisation.

Ainsi, on a proposé d'effectuer une récupération des déchets de matières plastiques mélangés et de retransformer ces déchets en produits finis par fusion. Toutefois, comme ces déchets contiennent des matières plastiques incompatibles entre elles, les objets ainsi produits présentent généralement des propriétés mécaniques déficientes et, dès lors, les domaines d'applications possibles sont restreints et souvent peu rentables. On a tenté d'améliorer ces propriétés mécaniques en ajoutant aux mélanges de déchets des agents compatibilisants tels que, par exemple, le polyéthylène chloré, mais cette technique se révèle coûteuse et ne conduit pas toujours à une amélioration suffisante des propriétés mécaniques.

On a alors proposé d'effectuer une récupération sélective des déchets de matières plastiques, notamment par dissolution dans des solvants sélectifs et reprécipitation. Ces techniques sont toutefois d'un prix de revient élevé et la reprécipitation des

matières plastiques à partir de ces solutions donne souvent des produits floconneux difficiles à sécher et à remettre en œuvre. De plus, les solvants utilisés sont souvent polluants.

Enfin, on a proposé de récupérer sélectivement les matières plastiques contenues dans des déchets en les séparant les unes des autres par élutriation en phase liquide en se fondant sur les différences de densité. Ainsi, par exemple, en déversant des déchets de matières plastiques broyés dans de l'eau, on peut aisément séparer le polyéthylène et le polypropylène qui flottent à la surface de l'eau des résines présentant une densité supérieure à 1. Le choix du ou des liquides de flottation est fonction des matières plastiques à récupérer. Ainsi, pour séparer des mélanges contenant du polypropylène, du polyéthylène de basse et de haute densité, du polystyrène et du polychlorure de vinyle, le U.S. Bureau of Mines a envisagé (« Technical Progress Report 50 » de février 1972) d'utiliser successivement quatre solutions de flottation, à savoir de l'eau, des solutions alcooliques de densité 0,93 et 0,91 et une solution aqueuse de chlorure de calcium de densité 1,2. Un tel procédé permet certes de récupérer sélectivement chacune des matières plastiques, mais il se révèle délicat. De plus, ce procédé est relativement coûteux et ne se révèle réellement intéressant que lorsque les déchets traités contiennent des proportions relativement importantes de chacune des matières plastiques précitées.

Or, dans de nombreux cas, on peut avoir à traiter des déchets de matières plastiques contenant des quantités prépondérantes d'une ou éventuellement de deux matières plastiques particulières.

Ainsi, par exemple, il apparaît que les déchets broyés de bouteilles en matières plastiques collectées sélectivement contiennent actuellement plus de 85% en poids de polychlorure de vinyle rigide, le reste étant constitué par du papier provenant des étiquettes, par du verre et par du polyéthylène, du polypropylène, du polystyrène, des résines du type bakélite ou aminoplaste et du métal provenant principalement des systèmes d'obturation.

Après broyage de tels déchets, les particules de papier qui n'adhèrent plus aux déchets de matières plastiques peuvent être facilement séparées et éliminées par exemple par élutriation à l'air. On constate néanmoins qu'une fraction importante du papier adhère toujours aux déchets broyés et n'est donc nullement éliminée par l'opération d'élutriation.

Une technique utilisable pour éliminer le papier adhérent aux déchets broyés consiste à soumettre les déchets à un lavage dans de l'eau contenant un alcali et du sable.

La titulaire s'est intéressée au problème de la récupération des déchets de matières plastiques par la méthode faisant intervenir des opérations successives d'élutriation en vue de la récupération d'au moins une des matières plastiques se trouvant en quantités prépondérantes dans lesdits déchets et est parvenue à mettre au point un procédé simplifié qui se révèle particulièrement économique.

La présente invention concerne dès lors un procédé de récupération d'une matière plastique se trouvant en quantités prépondérantes dans des déchets de matières plastiques, notamment des déchets constitués de flacons en matières plastiques usagés, dans lequel on effectue successivement le broyage de ces déchets, la séparation des déchets de papier non adhérent à ces déchets broyés, l'élimination des déchets de papier adhérent aux déchets broyés par agitation de ces déchets dans une solution aqueuse d'un alcali et la récupération de la matière plastique à récupérer par des opérations successives d'élutriation en milieu liquide, et l'invention consiste en ce que la solution aqueuse d'alcali est ajustée à une densité la rendant également apte à être exploitée lors de la première opération d'élutriation en milieu liquide.

Le procédé conforme à l'invention permet dès lors de simplifier notablement la séquence des opérations nécessaires, puisqu'il n'est plus indispensable de récupérer les particules de matières plastiques en suspension dans la solution d'alcali en vue de les remettre en suspension dans un milieu convenant pour entamer la séquence suivante d'élutriation en milieu liquide.

La solution aqueuse d'alcali est de préférence une solution d'hydroxyde de sodium, mais on peut également utiliser avec succès une solution de carbonate de sodium.

Pour des raisons d'efficacité, la solution aqueuse d'alcali est de préférence portée à une température comprise entre 50 et 70°C durant l'opération d'élimination du papier adhérent aux déchets. La titulaire a en effet constaté que, si l'on opère à des températures plus faibles, le temps de traitement devient excessif et que, par contre, si l'on opère à des températures plus élevées, la solution risque d'exercer une action superficielle néfaste sur les déchets de matières plastiques.

Il convient également que la solution aqueuse d'alcali ne soit pas trop agressive vis-à-vis des matières plastiques constituant les déchets et notamment vis-à-vis de la ou des matières plastiques à récupérer. Pour cette raison, on préfère ne pas mettre en œuvre des solutions trop concentrées en alcali et se limiter à des teneurs comprises entre 5 et 50 g d'alcali par litre de solution. Pour néanmoins satisfaire la condition imposée en ce qui concerne la densité requise pour cette solution en vue de l'élutriation subséquente, il convient alors de dissoudre en plus, dans celle-ci, un composé hydrosoluble, de préférence peu coûteux et inerte vis-à-vis de l'alcali et des matières plastiques, en quantité suffisante pour atteindre la densité exigée. A cet effet, on préfère utiliser le chlorure de sodium, mais il n'est nullement exclu d'utiliser d'autres composés.

En conséquence, suivant un mode de réalisation préférentiel, la solution aqueuse d'alcali est une solution contenant de 5 à 50 g d'hydroxyde de sodium par litre d'eau et une quantité de chlorure de sodium suffisante pour présenter la densité requise.

De préférence, la densité de cette solution est réglée de façon telle que les déchets de matières plastiques ayant une densité inférieure à celle de la matière plastique à récupérer la moins dense flottent à la surface de cette solution durant l'opération d'élutriation et puissent ainsi être séparés. Ainsi, par exemple, lorsque la seule matière plastique que l'on désire récupérer est du polychlorure de vinyle rigide, la solution peut être ajustée à une densité de 1,08 à 1,3. Par contre, lorsque les matières plastiques à récupérer sont des copolymères acryliques, tels que ceux qui sont actuellement préconisés pour la production de bouteilles, la solution peut être ajustée à une densité de l'ordre de 1,1 à 1,14, car ces copolymères présentent généralement une densité comprise entre 1,15 et 1,18.

Les opérations ultérieures d'élutriation en milieu liquide peuvent avantageusement être effectuées au moyen de solutions de chlorure de calcium de densités adéquates, comme déjà proposé antérieurement. Il est toutefois bien évident que l'on pourrait envisager le recours à d'autres solutions.

Le procédé conforme à l'invention se révèle particulièrement efficace pour la récupération du polychlorure de vinyle rigide qui actuellement se retrouve en quantités largement prépondérantes dans les déchets provenant de la collecte sélective de flacons usagés réalisés en matières plastiques. Dans ce cas, les déchets de polychlorure de vinyle rigide ainsi récupérés se révèlent d'une grande pureté et peuvent être réutilisés seuls ou en mélange avec des proportions variables de résine vierge pour la production de flacons, de tuyaux, de profilés ou d'articles calandrés tels que des feuilles présentant d'excellentes propriétés mécaniques. Le produit récupéré peut aussi être remis en œuvre sous forme de formules plastifiées dans le domaine de la production de chaussures, de la câblerie, etc.

Le procédé conforme à l'invention reste d'application *mutatis mutandis*, s'il s'avère que ces déchets contiennent des quantités importantes voire prépondérantes de polymères acryliques.

De même, le procédé conforme à l'invention peut être facilement transposé pour la récupération sélective d'une quelconque matière plastique présente dans des déchets autres que des déchets de flacons usagés en matière plastique.

Le procédé conforme à l'invention est en outre explicité plus en détail dans la description qui va suivre d'un exemple pratique de réalisation se rapportant à la récupération exclusive du polychlorure de vinyle rigide contenu en proportions prépondérantes dans des flacons usagés en matières plastiques provenant d'une collecte sélective. Il est toutefois bien entendu que cet exemple est donné à titre purement illustratif et qu'il ne limite en rien la portée de la présente invention.

Dans cet exemple, on se référera au schéma repris à la fig. 1 du dessin annexé montrant le principe d'une installation de récupération de polychlorure de vinyle rigide mettant en œuvre le procédé de l'invention.

Ainsi qu'il apparaît sur ce schéma, les déchets broyés peuvent être introduits *via* la conduite 1 dans deux cuves 2 et 3 de mise en suspension dans une solution d'hydroxyde de sodium et de chlorure de sodium.

Préalablement à leur introduction dans ces cuves, les déchets subissent une opération de broyage de façon telle que leur dimension moyenne soit de l'ordre de 4 mm, une opération de séchage et une opération de séparation par élutriation à l'air du papier non adhérent. Ces déchets peuvent également être traités sur un séparateur magnétique à tambour ou à bande afin d'éliminer les particules métalliques magnétisables. Ces diverses opérations sont bien connues et ne sont dès lors pas représentées sur le schéma annexé.

Les déchets ainsi traités sont constitués principalement de polychlorure de vinyle rigide en mélange avec des particules de polyéthylène, de polypropylène, de polystyrène, de verre, de métal, de résines du type bakélite ou aminoplaste auxquelles adhèrent des particules de papier. On se propose dès lors de récupérer uniquement le polychlorure de vinyle rigide.

Les cuves 2 et 3 sont pourvues d'agitateurs 4 et 5 et sont également alimentées par une solution contenant, par litre d'eau, 10 g d'hydroxyde de sodium et 175 g de chlorure de sodium. Cette solution est préparée dans une cuve 6 pourvue d'un agitateur 7 et de canalisations pour l'amenée de l'eau 8, de l'hydroxyde de sodium 9 et du chlorure de sodium 10. Cette solution, qui a une densité de 1,1 est reçue dans une cuve de stockage 11 pourvue d'un système de chauffage 12 maintenant cette solution à une température de 60-70°C. La solution est alors dirigée vers les cuves 2 et 3 par la canalisation 13 *via* une pompe 14. Les deux cuves 2 et 3 fonctionnent alternativement: pendant qu'une des cuves est remplie de solution et de déchets afin de décoller les particules de papier adhérent aux déchets, l'autre cuve est en vidange afin d'alimenter la suite de l'installation en régime continu. La durée du traitement dans les deux cuves 2 et 3 est de l'ordre de 5 à 15 mn. Il va de soi que l'on peut envisager d'autres systèmes pour rendre le procédé continu, et notamment, par exemple, mettre les cuves en série.

La suspension sortant des cuves est alors dirigée, *via* les canalisations 15 ou 16 et les pompes 17 ou 18, vers une colonne d'élutriation 19 où un débit montant de solution provenant de la cuve de stockage 11 *via* la canalisation 20 entraîne les déchets de papier décollé et les particules de polyéthylène, de polypropylène et de polystyrène qui sont envoyés par débordement vers un séparateur 21 tel que, par exemple, une centrifugeuse-décanteuse qui effectue une séparation entre la pulpe de papier et les particules plastiques, la solution étant renvoyée dans la cuve de stockage 11 *via* la conduite 22 et la pompe 23. Cette solution peut éventuellement être filtrée durant son transfert vers la cuve de stockage en vue de son recyclage.

Les déchets de polychlorure de vinyle rigide et les particules de densités élevées sont recueillis au bas de la colonne d'élutriation 19 et dirigés vers un séparateur 24 tel qu'une essoreuse qui élimine complètement la solution d'alcali qui, *via* la conduite 25 et la pompe 26, est renvoyée vers la cuve de stockage 11. Par ailleurs, les déchets débarrassés de la solution sont dirigés *via* la

conduite 27 vers une cuve 28 de mise en suspension dans une solution dense.

La cuve 28 est pourvue d'un agitateur 29 et est alimentée *via* la canalisation 30 par une solution de chlorure de calcium de densité de l'ordre de 1,4 obtenue en dissolvant de 400 à 420 g de chlorure de calcium par kilo de solution. Cette solution est de préférence maintenue à une température d'au moins 30°C pour éviter tout risque de cristallisation du chlorure de calcium.

La suspension formée dans la cuve 28 est alors dirigée *via* la canalisation 31 et la pompe 32 vers une cuve 33 de décantation des particules denses. Les particules de polychlorure de vinyle rigide ayant une densité inférieure à celle de la solution se rassemblent au sommet de la cuve 33 et sont dirigées *via* la canalisation 34 vers un dispositif d'essorage 35.

Les particules lourdes constituées de verre, de métal et de particules de résines tels que les résines du type bakélite ou aminoplaste sont reprises en bas de la cuve 33 et dirigées vers un

séparateur 36, la solution étant recyclée dans la cuve 28 *via* la canalisation 37 et la pompe 38.

La solution extraite dans le dispositif d'essorage 35 est également recyclée vers la cuve 28 *via* la canalisation 39.

Les déchets de polychlorure de vinyle rigide sortant du dispositif d'essorage 35 sont reçus dans un tube de séchage vertical à air chaud 40 alimenté par une batterie de chauffe 41 et dirigés *via* un séparateur cyclone 42 vers un silo de stockage 43 en attendant leur réutilisation.

10 Il est bien évident que, dans l'installation qui vient d'être décrite, certains appareillages peuvent être remplacés par d'autres accomplissant la même fonction.

Il est notamment évident que l'installation qui vient d'être décrite pourrait *mutatis mutandis* être exploitée pour récupérer d'autres matières plastiques, telles que par exemple des déchets de copolymères à teneur prépondérante en acrylonitrile utilisés en emballage alimentaire.

