

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公表特許公報(A)

(11)公表番号

特表2023-552634

(P2023-552634A)

(43)公表日 令和5年12月18日(2023.12.18)

(51)国際特許分類	F I	テーマコード (参考)
C 0 8 J 11/08 (2006.01)	C 0 8 J 11/08	Z A B 4 D 0 5 6
B 0 1 D 11/04 (2006.01)	B 0 1 D 11/04	C 4 F 4 0 1

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全32頁)

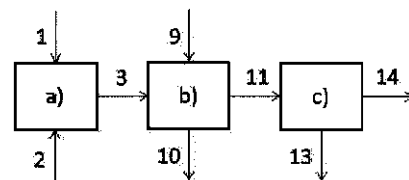
(21)出願番号	特願2023-535661(P2023-535661)	(71)出願人	591007826
(86)(22)出願日	令和3年12月2日(2021.12.2)		イエフペ エネルジ ヌヴェル
(85)翻訳文提出日	令和5年8月14日(2023.8.14)		I F P ENERGIES NOUVEL
(86)国際出願番号	PCT/EP2021/083869		L E S
(87)国際公開番号	WO2022/128487		フランス国 9 2 5 0 0 リュエイユーマ
(87)国際公開日	令和4年6月23日(2022.6.23)		ルメゾン アヴニユド ボワ プレオ 1エ4
(31)優先権主張番号	2013159	(74)代理人	100106091
(32)優先日	令和2年12月14日(2020.12.14)		弁理士 松村 直都
(33)優先権主張国・地域又は機関	フランス(FR)	(74)代理人	渡邊 彰
(81)指定国・地域	AP(BW,GH,GM,KE,LR,LS,MW,MZ,NA ,RW,SD,SL,ST,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,RU,TJ,TM),EP(AL,A T,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR ,GB,GR,HR,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV,MC, 最終頁に続く	(74)代理人	100199369
			弁理士 玉井 尚之
		(74)代理人	100228175
			弁理士 近藤 充紀
		(72)発明者	ラインクーゲル ル コック ダミアン
			最終頁に続く

(54)【発明の名称】 ポリマーの溶解と抽出による精製とによって使用済みプラスチックを処理する方法

(57)【要約】

開示されているのは、プラスチック供給原料を処理するための方法であり、当該方法は以下の工程を含む：(a) プラスチック供給原料をプラスチック原料を溶解溶媒と、溶解温度100℃～300℃および溶解圧力1～20.0MPa(絶対)で接触させることを含んでいる溶解工程；プラスチック供給原料のポリマーの少なくとも一部を溶解させかつ、粗ポリマー溶液を得る；(b) 粗ポリマー溶液を抽出溶媒と、温度100℃～300℃、圧力1～20.0MPa(絶対)および抽出溶媒の質量流量と粗ポリマー溶液の質量流量との質量比0.05～20.0で接触させる抽出工程；抽出済みポリマー溶液と使用済み溶媒とを得る；次いで(c) ポリマーを回収する工程；溶媒フラクションと精製済みポリマーフラクションとを得る。

Figure 1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

プラスチック供給原料を処理するための方法であって、以下の工程を含んでいる方法：

- a) プラスチック供給原料を溶解溶媒と、溶解温度 $100^{\circ}\text{C} \sim 300^{\circ}\text{C}$ および溶解圧力 $1.0 \sim 20.0 \text{ MPa}$ (絶対) で接触配置することを含む溶解工程；少なくとも 1 種の粗ポリマー溶液を得る；
- b) 工程 a) から得られた粗ポリマー溶液を抽出溶媒と、温度 $100^{\circ}\text{C} \sim 300^{\circ}\text{C}$ 、圧力 $1.0 \sim 20.0 \text{ MPa}$ (絶対)、抽出溶媒の質量流量と粗ポリマー溶液の質量流量との間の質量比 $0.05 \sim 20.0$ で接触配置することによる抽出の工程；少なくとも 1 種の抽出済みポリマー溶液と、少なくとも 1 種の使用済み溶媒とを得る；次いで
- c) ポリマーを回収する工程；少なくとも 1 種の溶媒フラクションと、少なくとも 1 種の精製済みポリマーフラクションとを得る。

10

【請求項 2】

溶解溶媒は、有機溶媒から選ばれ、該有機溶媒が有する沸点は、 $-50^{\circ}\text{C} \sim 250^{\circ}\text{C}$ 、好ましくは $-15^{\circ}\text{C} \sim 150^{\circ}\text{C}$ 、好ましくは $20 \sim 110^{\circ}\text{C}$ である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

溶解溶媒が有する臨界温度は、 $90 \sim 400^{\circ}\text{C}$ 、好ましくは $130 \sim 300^{\circ}\text{C}$ 、好ましくは $180 \sim 290^{\circ}\text{C}$ であり、臨界圧力は、 $1.5 \sim 5.0 \text{ MPa}$ 、好ましくは $2.0 \sim 4.3 \text{ MPa}$ 、好ましくは $2.4 \sim 4.2 \text{ MPa}$ である、請求項 1 または 2 に記載の方法。

20

【請求項 4】

工程 a) における溶解温度は、 $150 \sim 250^{\circ}\text{C}$ であり、溶解圧力は、 $1.5 \sim 15.0 \text{ MPa}$ (絶対)、大いに好ましくは $2.0 \sim 10.0 \text{ MPa}$ (絶対) である、請求項 1 ～ 3 のいずれか 1 つに記載の方法。

【請求項 5】

工程 b) において用いられる抽出溶媒は、有機溶媒、好ましくは、炭化水素であり、これが有する臨界温度は、 $90 \sim 400^{\circ}\text{C}$ 、好ましくは $130 \sim 300^{\circ}\text{C}$ 、好ましくは $180 \sim 290^{\circ}\text{C}$ であり、臨界圧力は、 $1.5 \sim 5.0 \text{ MPa}$ (絶対)、好ましくは $2.0 \sim 4.3 \text{ MPa}$ (絶対)、好ましくは $2.4 \sim 4.2 \text{ MPa}$ (絶対) である、請求項 1 ～ 4 のいずれか 1 つに記載の方法。

30

【請求項 6】

抽出溶媒は、溶解溶媒と同一であり、場合によっては異なる物理的状態にある、請求項 1 ～ 5 のいずれか 1 つに記載の方法。

【請求項 7】

工程 b) において、工程 a) から得られた粗ポリマー溶液を、少なくとも部分的に、好ましくは完全に超臨界の形態にある抽出溶媒と接触配置することにより抽出を行う、請求項 1 ～ 6 のいずれか 1 つに記載の方法。

【請求項 8】

抽出溶媒は、ペンタン異性体、ヘキサン異性体またはヘプタン異性体である、請求項 7 に記載の方法。

40

【請求項 9】

抽出工程 b) を行う際の温度は、 $150^{\circ}\text{C} \sim 300^{\circ}\text{C}$ 、好ましくは $180^{\circ}\text{C} \sim 280^{\circ}\text{C}$ であり、その際の圧力は、好ましくは $2.0 \sim 20.0 \text{ MPa}$ (絶対)、好ましくは $2.0 \sim 15.0 \text{ MPa}$ (絶対)、大いに好ましくは $3.0 \sim 10.0 \text{ MPa}$ (絶対) である、請求項 7 または 8 に記載の方法。

【請求項 10】

ポリマー回収工程 c) は、溶媒回収セクションを含み、そこでの温度は、 $0 \sim 350^{\circ}\text{C}$ 、好ましくは $5 \sim 300^{\circ}\text{C}$ 、好ましくは $10 \sim 250^{\circ}\text{C}$ であり、そこでの圧力は、 $0.1 \sim 20.0 \text{ MPa}$ (絶対)、好ましくは $0.1 \sim 15.0 \text{ MPa}$ (絶対)、大いに好まし

50

くは 0.1 ~ 10.0 MPa (絶対) である、請求項 1 ~ 9 のいずれか 1 つに記載の方法。

【請求項 11】

ポリマー回収工程 c) は、溶解溶媒の超臨界条件下になるように調節された温度および圧力の条件下での、少なくとも 1 個の溶媒回収セクションを含む、請求項 1 ~ 10 のいずれか 1 つに記載の方法。

【請求項 12】

固体-液体分離によって不溶性物質を分離除外する工程 E1) を含み、該工程 E1) は、溶解工程 a) と抽出工程 b) との間に位置し、操作する際の温度は、100℃ ~ 300℃であり、圧力は、1.0 ~ 20.0 MPa (絶対) であり、好ましくは、静電分離器および／またはフィルタおよび／またはサンドフィルタを含む、請求項 1 ~ 11 のいずれか 1 つに記載の方法。

【請求項 13】

濃厚溶液により洗浄する工程 E2) を含み、該工程 E2) は、溶解工程 a) と抽出工程 b) との間に位置し、操作する際の温度は、100℃ ~ 300℃であり、圧力は、1.0 ~ 20.0 MPa (絶対) であり、濃厚溶液が有する密度は、0.85 以上、好ましくは 0.9 以上、優先的には 1.0 以上であり、濃厚溶液は、大いに好ましくは、水溶液である、請求項 1 ~ 12 のいずれか 1 つに記載の方法。

【請求項 14】

吸着工程 E3) を含み、該工程 E3) は、溶解工程 a) と、ポリマー回収工程 c) との間に位置し、少なくとも 1 種の吸着剤の存在中で操作する吸着セクションを含み、操作の際の温度は、100 ~ 300℃であり、圧力は、1.0 ~ 20.0 MPa (絶対) である、請求項 1 ~ 13 のいずれか 1 つに記載の方法。

【請求項 15】

請求項 1 ~ 14 のいずれか 1 つに記載の方法であって、以下の工程を含む、方法：

a) プラスチック供給原料を溶解溶媒と、溶解温度 100℃ ~ 300℃および溶解圧力 1.0 ~ 20.0 MPa (絶対) で接触配置する溶解工程；少なくとも 1 種の粗ポリマー溶液を得る；

E1) 工程 a) から得られた粗ポリマー溶液を給送し、固体-液体分離によって、温度 100℃ ~ 300℃および圧力 1.0 ~ 20.0 MPa (絶対) で不溶性物質を分離除外する工程；少なくとも 1 種の清澄化済みポリマー溶液と、少なくとも 1 種の不溶性フラクションとを得る；

b) 工程 E1) から得られた清澄化済みポリマー溶液を抽出溶媒と、温度 100 ~ 300℃、圧力 1.0 ~ 20.0 MPa (絶対) および抽出溶媒の質量流量と清澄化済みポリマー溶液の質量流量との質量比 0.05 ~ 20.0 で接触配置することによる抽出の工程；少なくとも 1 種の抽出済みポリマー溶液と、少なくとも 1 種の使用済み溶媒とを得る、

c) ポリマー回収工程；少なくとも 1 種の溶媒フラクションと、少なくとも 1 種の精製済みポリマーフラクションとを得る；好ましくは、溶解溶媒の超臨界条件下になるように調節された温度および圧力の条件下での、少なくとも 1 個の溶媒回収セクションを含む。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、使用済みプラスチックを処理して、新しいプラスチック物体として例えば利用され得るプラスチックの精製済みの流れを得るための方法に関する。より具体的には、本発明は、プラスチック供給原料、特にプラスチック廃棄物から得られるもの、特に熱可塑性プラスチック、例えばポリオレフィンを含んでいるものを処理するための方法に関し、前記方法は、ポリマー溶液を抽出して、不純物、特に、プラスチックをベースとする材料において従来から用いられている添加物、例えば、染料、顔料、有機および無機の充填剤を少なくとも部分的に除去するようにする工程を含み、前記供給原料が含有するポリマー、特に、熱可塑性プラスチックを分離除外することによって、プラスチック供給原料を

グレードアップすることができるようにし、それらを回収しかつそれらを再使用することができるようにする。

【背景技術】

【0002】

回収・選別チャンネルから得られたプラスチックは、種々のチャンネルによりグレードアップされ得る。

【0003】

「機械的」リサイクルにより、一部の廃棄物を、直接的に新しい物体において、または機械的に選別されたプラスチック廃棄物の流れを未使用ポリマーの流れと混合することによって、部分的に再利用することが可能になる。このタイプのグレードアップが限定されるのは、機械的選別により、所与のタイプのポリマーの流れの純度を改良することが可能になるが、それにより一般的に、ポリーマトリクス中に少なくとも部分的に捕捉されている不純物、例えば、添加物、例えば、充填剤、染料、顔料および金属を十分に除去することが可能にならないからである。

【0004】

「化学的」リサイクルは、一般に複雑な一連の工程を介してモノマーを少なくとも部分的に改質することの方に向けられている。例えば、プラスチック廃棄物は熱分解工程を経る場合があり、一般に精製後に回収された熱分解油は、水蒸気分解によって例えばオレフィンに少なくとも部分的に転化される場合がある。これらのオレフィンは、次に、ポリマー化される場合がある。このタイプの配列は、ほとんど選別を経ていない供給原料または選別センターの廃棄物には適しているかもしれないが、それは、一般に、特に高温処理のために、大きなエネルギー消費を必要とする。

【0005】

プラスチック廃棄物をリサイクルするための別のルートは、プラスチック、特に、熱可塑性プラスチックを少なくとも部分的に溶解させることからなり、これは、ターゲットにされたもの（1種または複数種）以外の供給原料のポリマーおよび／または不純物、例えば、添加物、例えば、充填剤、染料、顔料および金属を除去することによってそれらを精製することを目的とするものである。

【0006】

いくつかの研究は、それ故に、溶解および精製によってプラスチック廃棄物を処理するための種々の方法を提示している。特許文献1には、ポリマー供給原料、特にプラスチック廃棄物から得られるポリマー供給原料を、特定の温度および圧力の条件下に、ポリマーを溶媒に溶解させ、次いで、得られたポリマー溶液を固体と接触配置することにより精製するための特定の方法が記載されている。

【0007】

特許文献2には、その一部について、溶媒の沸点に近い溶解温度でプラスチックを溶媒に溶解させるための方法が提案されている。しかしながら、特許文献2の方法によっては、ポリマー以外の不純物を効率的に処理することは可能ではない。

【0008】

特許文献3には、熱可塑性プラスチックを溶媒中で液化した後、不溶性物質および／またはガスを分離除外することによる処理方法が提案されている。特許文献3の方法によっては、溶媒に可溶な不純物を効率的に処理することは可能とならない。

【0009】

本発明は、これらの欠点を克服し、プラスチック、特に熱可塑性プラスチックのリサイクルに資することの方に向けられている。より詳細には、本発明は、プラスチック供給原料、特にプラスチック廃棄物から得られたものを処理して、不純物、特に、従来からプラスチック材料に添加されていた添加物、より特定的には、有機溶媒に特に可溶な不純物の少なくとも一部を効率的に除去するようにして、プラスチック供給原料、特に、プラスチック廃棄物を、ポリマー、特に熱可塑性プラスチックを分離除外および、回収することによってグレードアップすることができるようにし、それらを、例えば、新しいプラスチッ

10

20

30

40

50

ク物体のためのポリマーベースとして用いることができるようにするための方法を提案することの方に向けられる。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0010】

【特許文献1】米国特許出願公開第2017/002110号明細書

【特許文献2】国際公開第2018/114047号

【特許文献3】米国特許出願公開第2018/0208736号明細書

【発明の概要】

【課題を解決するための手段】

【0011】

(発明の概要)

本発明は、供給原料を処理するための方法であって、以下の工程を含んでいる方法に関する：

a) プラスチック供給原料を溶解溶媒と、溶解温度100℃～300℃および溶解圧力1.0～20.0MPa（絶対）で接触配置することを含む溶解工程；少なくとも1種の粗ポリマー溶液を得る；

b) 工程a) から得られた粗ポリマー溶液を抽出溶媒と、温度100℃～300℃、圧力1.0～20.0MPa（絶対）、抽出溶媒の質量流量と粗ポリマー溶液の質量流量との間の質量比0.05～20.0で接触配置することによる抽出の工程；少なくとも1種の抽出済みポリマー溶液と、少なくとも1種の使用済み溶媒とを得る；次いで

c) ポリマーを回収する工程；少なくとも1種の溶媒フラクションと、少なくとも1種の精製済みポリマーフラクションとを得る工程。

【0012】

本発明の方法の利点は、プラスチック、特に、プラスチック廃棄物、とりわけ、収集・選別チャネルから得られたプラスチック廃棄物を含んでいる供給原料を効率的に処理して、ポリマー、特に、熱可塑性プラスチックを回収するための方法を提案することにより、それらを任意のタイプの適用にリサイクルできるようにすることを含んでいる。本発明による方法により、精製済みポリマー、特に精製済み熱可塑性プラスチック、とりわけ、精製済みポリオレフィン、例えば、ポリエチレンおよびポリプロピレンの流れ、有利には、無視することができるかまたは前記精製済みポリマー、特に、精製済み熱可塑性プラスチックの前記流れが、未使用ポリマー樹脂の代わりに任意のプラスチック配合物に導入され得るのに十分に少なくとも小さい含有率の不純物を含んでいるものを得ることが実際に可能になる。例えば、本発明による方法の終結の際に得られた、精製済みポリマーの流れ、特に、精製済み熱可塑性プラスチックの流れ、とりわけ、精製済みポリオレフィンの流れは、有利には、5重量%未満の不純物、大いに有利には1重量%未満の不純物を含む。

【0013】

本発明による方法により、プラスチック廃棄物から不純物、特に添加物の少なくとも一部を除去し、精製済みポリマーを回収して、前記精製済みポリマーをリサイクルすることによってプラスチック廃棄物をグレードアップすることができるようにする一連の操作がそれ故に提案される。有利には、本方法の工程において用いられる条件に応じて、プラスチック供給原料中に存在する化合物は、本発明による方法の全体を通して用いられる溶媒（1種または複数種）に可溶性であっても不溶性であってもよく、ポリマーの効率的な精製を可能にする。

【0014】

本発明は、プラスチックのリサイクルおよび化石資源の保護に資するというさらなる利点を有するが、これは、プラスチック廃棄物のグレードアップを可能にすることによるものである。具体的には、不純物の含有率が低下し、特に脱色および脱臭された精製済みポリマーフラクションを得るという目的でプラスチック廃棄物の精製が可能になり、再使用されて新しいプラスチック物体を形成することができる。得られた精製済みポリマーフラ

10

20

30

40

50

クションは、それ故に、直接的に配合物において添加物、例えば、染料、顔料または他のポリマーとの混合物として、未使用ポリマー樹脂の代わりにまたはそれとの混合物として用いられる場合がある。それらの再使用およびそれらのグレードアップを容易にする美的、機械的またはレオロジー的な加工特性を有するプラスチック生成物を得るという目的のためである。

【0015】

本発明により、本方法のプラスチック供給原料を処理するために用いられた溶媒（１種または複数種）を回収し、本方法における精製の後にそれらをリサイクルすることも可能となり、溶媒（１種または複数種）の過剰消費を回避する。

【0016】

それ故に、本発明は、プラスチック供給原料、特にプラスチック廃棄物を精製して、ポリマー、特に熱可塑性プラスチック、より具体的にはポリオレフィン、例えば、ポリエチレンおよびポリプロピレンを得ることに向けられ、これらは精製されて、任意の適用、特に未使用ポリマーについての代替においてそれらを用いることができるようにする。本発明によりそれ故に提案される精製方法は、標的ポリマーを溶解させることによる、すなわち、それらを分離除外し、それらを精製することによるものである。より詳細には、本発明は、溶解工程と、その次の、少なくとも１回の特定の精製工程、より詳細には少なくとも１回の抽出工程b)とを、場合によっては、他の中間精製工程との組み合わせで含み、精製済みポリマー溶液を得、そこから精製済みポリマーが回収されてよい方法を提案することに向けられる。

【発明を実施するための形態】

【0017】

（実施形態の説明）

本発明によると、表現「AとBの間に含まれる（comprised between ... and ...）」および「AとBの間、またはA～B（between ... and ...）」は同等であり、間隔の両限界値は記載された値の範囲に含まれることを意味する。そうでなかった場合、および両限界値が記載された範囲に含まれていなかった場合、そのような明確化が本発明によって与えられることになる。

【0018】

本発明の目的のために、所与の工程についての種々の範囲のパラメータ、例えば、圧力範囲および温度範囲が、単独でまたは組み合わせで用いられてよい。例えば、本発明の目的のために、好適な圧力値の範囲が、より好適な温度値の範囲と組み合わせられ得る。

【0019】

以下の本文では、本発明の特定の実施形態が記載されてよい。それらは、別個にまたは一緒に組み合わせで実施されてよく、これが技術的に実現可能である場合に組み合わせに制限はない。

【0020】

本発明によると、圧力は、絶対圧力であり、MPa（絶対）（またはMPa abs）で与えられる。

【0021】

用語「上流」および「下流」は、本方法における考慮下の流体（１種または複数種）または流れ（１種または複数種）の一般的な流れに応じて理解されるべきである。

【0022】

用語「添加物」は、ポリマーの分野、特にポリマー配合物の分野において慣用的に用いられている用語である。ポリマー配合物に導入される添加物は、例えば、可塑剤、充填剤（ポリマー材料の物理的、熱的、機械的および／または電気的特性を改変するため、またはそのコスト価格を低下させるために用いられる有機または無機の固体化合物である）、補強剤、染料、顔料、硬化剤、難燃剤、燃焼抑制剤、安定剤、抗酸化剤、紫外線吸収剤、静電防止剤等であってよい。

【0023】

添加物は、処理されるべきプラスチック供給原料の不純物の一部に相当し、本発明による処理方法が少なくとも部分的に除去することを可能にするものである。他のタイプの不純物は、使用関連不純物またはプラスチック材料、例えば金属不純物、紙／段ボール、バイオマス、他のポリマー、例えば熱硬化性または熱可塑性のタイプのものなどであってよい。

【0024】

それ故に、本発明によると、本発明による方法によって、標的ポリマーの流れから少なくとも部分的に除去することが可能になる不純物は、ポリマー配合物において従来から用いられている添加物と、プラスチックの物体および材料のライフサイクルに由来する一般的使用関連の不純物、並びに／または廃棄物の収集・選別回路に由来する不純物とを含む。前記不純物は、金属、有機または鉱物のタイプの不純物であってよい；それらは、包装残留物、食品残留物または堆肥化可能残留物（バイオマス）であってよい。これらの使用関連の不純物は、ガラス、木材、段ボール、紙、アルミニウム、鉄、金属、タイヤ、ゴム、シリコン、硬質ポリマー、熱硬化性ポリマー、家庭用品、化学製品、化粧品、使用済み油、水を含んでもよい。

【0025】

本発明によると、ポリマー溶液は、溶解溶媒と、前記溶解溶媒に溶解した少なくともポリマー、好ましくは標的ポリマー、特に標的熱可塑性プラスチック、特に標的ポリオレフィンとを含んでいる溶液であり、溶解したポリマーは、供給原料中に最初に存在する。ポリマー溶液は、可溶性および／または不溶性の不純物を含んでもよい。経た本発明による方法の工程に応じて、前記ポリマー溶液は、前記ポリマー溶液中に有利に懸濁状態にある不溶性粒子の形態にある不純物、溶解溶媒中に溶解した可溶性不純物、および／または場合によっては前記ポリマー溶液と非混和性の別の液相を含んでよい。

【0026】

溶媒、特に溶解溶媒および／または抽出溶媒の臨界温度および臨界圧力は、前記溶媒に固有のものであり、それぞれ、溶媒の臨界点の温度および圧力である。当業者に周知であるように、臨界点以上では、溶媒は、超臨界の形態にあるかまたは超臨界の状態にあり、温度および圧力の操作条件は、溶媒の超臨界条件である；それは、超臨界流体と呼ばれることがある。

【0027】

本発明は、プラスチック供給原料、好ましくは、プラスチック廃棄物から構成され、有利には、ポリマー、好ましくは熱可塑性プラスチック、特にポリオレフィンを含んでいるプラスチック供給原料を調製するための方法に関し、前記方法は、以下の工程を含み、好ましくは、それらからなる：

a) 供給原料を溶媒と接触配置することを含む溶解工程；少なくとも1種の粗ポリマー溶液を得る；および次に

E1) 場合によっては、不溶性物質を分離除外する工程；少なくとも1種の清澄化済みポリマー溶液と、少なくとも1種の不溶性フラクションとを得る、

E2) 場合によっては、濃厚溶液との接触による洗浄工程；少なくとも1種の洗浄流出物と、少なくとも1種の洗浄済みポリマー溶液とを得る、

b) 抽出溶媒との接触による抽出工程；少なくとも1種の抽出済みポリマー溶液と、少なくとも1種の使用済み溶媒、特に、不純物を含んでいるものとを得る、

E3) 場合によっては、吸着剤固体との接触による不純物の吸着の工程；少なくとも1種の精製済みポリマー溶液を得る、および最後に

c) ポリマーを回収する工程；少なくとも1種の溶媒フラクションと、少なくとも1種の精製済みポリマーフラクションとを得る。

【0028】

(供給原料)

本発明による方法の供給原料は、プラスチック供給原料として知られているものであり、プラスチックを含み、プラスチック自体が、より詳細にはポリマーを含む。好ましくは

、プラスチック供給原料は、50重量%～100重量%、好ましくは70重量%～100重量%のプラスチックを含む。

【0029】

本発明による方法の供給原料中に含まれるプラスチックは、一般に、製造不合格品および／または廃棄物、特に家庭廃棄物、建築廃棄物または電気・電子機器廃棄物である。好ましくは、プラスチック廃棄物は、収集・選別チャンネルに由来するものである。プラスチックまたはプラスチック材料は、一般に、形状に成形した後、種々の材料および物体（射出成形部品、チューブ、フィルム、繊維、布、マスティック、コーティングなど）を構成する目的のために、通常、添加物と混合されるポリマーである。プラスチックにおいて用いられる添加物は、有機化合物であっても無機化合物であってもよい。それらは、例えば、充填剤、染料、顔料、可塑剤、物性改良剤、燃焼遅延剤などである。

10

【0030】

本発明による方法の供給原料は、それ故に、ポリマー、特に熱可塑性プラスチックを含む。プラスチック供給原料中に含まれるポリマーは、アルケンポリマー、ジエンポリマー、ビニルポリマーおよび／またはスチレンポリマーであってよい。好ましくは、プラスチック供給原料中に含まれるポリマーは、ポリオレフィン、例えばポリエチレン（polyethylene：PE）、ポリプロピレン（polypropylene：PP）および／またはエチレンとプロピレンとのコポリマーである。大いに好ましくは、プラスチック供給原料のポリマーは、供給原料の全重量に相対して最低80重量%、好ましくは最低85重量%、好ましくは最低90重量%、大いに好ましくは最低94重量%のポリオレフィンを含む。本発明による方法は、それ故に、最も具体的には、供給原料中に含有されるポリオレフィンを精製・回収して、種々の用途に再使用することができるようにすることの方に向けられる。

20

【0031】

プラスチック供給原料は、ポリマーの混合物、特に熱可塑性樹脂の混合物および／または熱可塑性樹脂と他のポリマーとの混合物、および不純物、特に、プラスチック材料および材料およびプラスチック物体のライフサイクルを起源としかつ／または廃棄物の収集・選別回路を起源とする一般的使用関連不純物を配合するために有利に用いられる添加物を含む場合がある。本発明による方法の供給原料は、一般に、50重量%未満の不純物、好ましくは20重量%未満の不純物、好ましくは10重量%未満の不純物を含む。

【0032】

プラスチックを含んでいる前記供給原料は、有利には、本方法に先立って前処理されて、「粗い」不純物、すなわち、10mm以上、好ましくは5mm以上、さらには1mm以上のサイズの粒子の形態にある不純物、例えば、木材、紙、バイオマス、鉄、アルミニウム、ガラス等の粒子の全部または一部を少なくとも除去し、かつ、それを、一般的には、分割された固体の形態に成形して、本方法における処理を容易にするようにしてよい。この前処理は、粉碎工程、大気圧で洗浄する工程および／または乾燥工程を含んでよい。この前処理は、別の場所、例えば廃棄物収集・分別センターで行われてよく、あるいは、本発明による処理方法が行われるのと同じ場所で行ってもよい。好ましくは、この前処理により、不純物の含有率を6重量%未満に低下させることが可能である。前処理の終結の際に、供給原料は、一般に、分割された固体の形態で、例えば、粉碎された材料または粉体の形態で貯蔵され、ハンドリングおよび本方法への輸送を容易にする。

30

40

【0033】

（溶解工程a））

本発明によると、本方法は、溶解工程a）を含み、溶解工程a）において、プラスチック供給原料を溶解溶媒と、溶解温度100℃～300℃および溶解圧力1.0～20.0MPa（絶対）で接触配置し、少なくとも1種の、好ましくは1種の粗ポリマー溶液を得る。具体的には、この工程により、ポリマー、好ましくは熱可塑性プラスチック、最も好ましくはポリオレフィン、例えばポリエチレンおよび／またはポリプロピレンの少なくとも一部、好ましくは全部の溶解が有利に可能となる。

【0034】

50

用語「溶解」は、少なくとも1種のポリマー溶液、すなわち、溶媒、より詳細には溶解溶媒中に溶解したポリマーを含んでいる液体の生成につながる任意の現象を意味するとして理解されるべきである。当業者は、ポリマーの溶解に関与し、ポリマー鎖、特に熱可塑性鎖の混合、分散、均質化および解離を少なくとも含む現象を十分に知っている。

【0035】

溶解工程a)の過程および終結の際に、圧力および温度の条件により、溶解溶媒を、溶解溶媒少なくとも一部、好ましくは全部、液体の形態に維持することが可能である一方で、供給原料の可溶性フラクション、特に標的ポリマー、好ましくは標的熱可塑性プラスチック、好ましくは標的ポリオレフィン、および不純物の少なくとも一部は、有利には少なくとも一部、好ましくは全部溶解させられる。

10

【0036】

溶解溶媒とプラスチック原料とを接触配置して、プラスチック供給原料のポリマーを溶解溶媒中に少なくとも部分的に、好ましくは完全に溶解させることは、ラインおよび／または機器中、および／または2つの機器の間で行われてよい。それ故に、工程a)は、有利には、少なくとも1基の溶解機器、および場合によっては、少なくとも1基の供給原料調製デバイス、混合デバイスおよび／または輸送デバイスを含む。これらの機器および／またはデバイスは、例えば、静的ミキサ、押出機、ポンプ、反応器、並流または向流のカラム、あるいはラインおよび機器の組み合わせであってよい。これらの機器および／または装置は、例えば、静的ミキサー、押出機、ポンプ、反応器、並流または向流のカラム、あるいはラインおよび機器の組み合わせであってもよい。輸送、特に流体、例えばガス、液体または固体の輸送のためのデバイスは、当業者に周知である。非限定的な態様において、輸送デバイスは、コンプレッサ、ポンプ、押出機、振動管、エンドレススクリューまたはバルブを含んでよい。機器および／またはデバイスは、溶解に必要とされる条件を達成するために、加熱システム（例えばオープン、交換器、トレースなど）を含んでも、またはそれと組み合わせられてもよい。

20

【0037】

溶解工程a)は、少なくともプラスチック供給原料、特にプラスチック供給原料の1種または複数種の流れの形態にあるプラスチック供給原料、および溶解溶媒、特に、溶解溶媒の1種または複数種の流れの形態にある溶解溶媒を、有利には、1基または複数基の輸送デバイスによって給送される。プラスチック供給原料の流れ（1種または複数種）は、溶解溶媒の流れ（1種または複数種）と異なっていてよい。プラスチック供給原料の一部または全部は、溶解溶媒の一部または全部との混合物として工程a)に給送されてもよく、溶媒および／または供給原料の残部は、適切な場合には、工程a)に別個に給送してよい。

30

【0038】

プラスチック供給原料を溶解溶媒と接触配置している間に、溶解溶媒は、有利には少なくとも部分的に、好ましくは完全に液体の形態にあり、一方、ポリマー、特に熱可塑性プラスチック、特にポリオレフィンを含んでいるプラスチック供給原料は、固体または液体の形態にあってもよく、場合によっては懸濁状の固体粒子を含んでいる。プラスチック供給原料は、場合によっては、溶解溶媒との混合物として、溶解溶媒中に懸濁の形態で溶解設備に注入されてもよく、懸濁液の調製および注入は、連続式であってもバッチ式であってもよい。

40

【0039】

好ましくは、工程a)は、少なくとも1基の押出機および溶解設備を含む。この場合、プラスチック供給原料は、押出機に給送し、その結果、押出機の外側のところで、供給原料中に含まれる標的ポリマー、特に標的熱可塑性プラスチック、特にポリオレフィンの少なくとも一部、好ましくは全部は、溶解形態にある。プラスチック供給原料は、少なくとも部分的に溶融した形態で溶解設備内に注入される。少なくとも部分的に溶融状態にあるプラスチック供給原料は、メルトポンプまたはギアポンプとしてよく知られる粘性流体専用のポンプによって汲み上げられてもよい。少なくとも部分的に溶融した形態にあるプラ

50

スチック供給原料は、場合によっては、メルトポンプに加えて、最も粗い粒子を除去するという目的のために、押出機出口のところで、ろ過デバイスを用いてろ過されてもよい；一般に、このフィルタのメッシュサイズは、10ミクロン～1mm、好ましくは20～200ミクロンである。

【0040】

好ましくは、工程a)は、溶解溶媒が有利にはいくつかの点で注入される押出機を含み、せん断を促進し、それ故に、溶解溶媒とプラスチック供給原料との間の緊密な混合を促進するようにし、このことは、ポリマー、特に、熱可塑性プラスチック、特にポリオレフィン溶解させることに寄与する。

【0041】

溶解工程a)において用いられる溶解溶媒は、有利には、有機溶媒または溶媒（好ましくは有機性である）の混合物である。好ましくは、溶解溶媒は、有機溶媒から選ばれ、好ましくは、1種または複数種の炭化水素を含んでおり、優先的には、それらからなり、その沸点は、 -50°C ～ 250°C 、好ましくは -15°C ～ 150°C 、好ましくは 20 ～ 110°C である。好ましくは、溶解溶媒は、1種または複数種の炭化水素、大いに好ましくは、1種または複数種のアルカンを含み、好ましくは、それらからなり、3～12個の炭素原子、優先的には4～8個の炭素原子、大いに好ましくは5～7個の炭素原子を含有しており、例えば、ペンタン、ヘキサンおよびヘプタンの異性体である。溶解溶媒は、大いに有利には、有機溶媒、好ましくは、炭化水素であるところ、好ましくは、溶解溶媒が有する臨界温度は、 90 ～ 400°C 、好ましくは 130 ～ 300°C 、好ましくは 180 ～ 290°C であり、臨界圧力は、 1.5 ～ 5.0MPa （絶対）、好ましくは 2.0 ～ 4.3MPa （絶対）、好ましくは 2.4 ～ 4.2MPa （絶対）である。特定の実施形態によると、溶解溶媒の沸点は、 70°C 超、好ましくは 80°C ～ 220°C であり、かつ／または、溶媒は、少なくとも7個の炭素原子を含有しているアルカンを含み、好ましくはそれからなる。別の好適な実施形態によると、溶解溶媒の沸点は、 50°C 未満または 150°C 超である。

【0042】

有利には、溶解が行われる際の溶解温度は、 100°C ～ 300°C であり、その際の溶解圧力は、 1.0 ～ 20.0MPa （絶対）である。より詳細には、温度および圧力は、工程a)を通じて、周囲条件、すなわち、プラスチック供給原料の温度 10 ～ 30°C および大気圧1バール（ 0.1MPa ）から、溶解条件、より詳細には、溶解温度および溶解圧力に達するまで進展する。特に、溶解温度は、 100 ～ 300°C 、好ましくは 150 ～ 250°C であり、溶解圧力は、 1.0 ～ 20.0MPa （絶対）、好ましくは 1.5 ～ 15.0MPa （絶対）、大いに好ましくは 2.0 ～ 10.0MPa （絶対）である。大いに有利には、溶解工程a)の終結の際に、溶解したポリマーの流れは、溶解温度および溶解圧力にある。好ましくは、プラスチック供給原料と溶解溶媒との間の重量比は、 0.01 ～ 5.0 、好ましくは 0.05 ～ 3.0 、好ましくは 0.10 ～ 1.0 である。

【0043】

工程a)における温度を、 300°C 以下、好ましくは 250°C 以下の温度に制限することにより、ポリマー、特に熱可塑性プラスチック、より詳細にはポリオレフィンの熱劣化を防止または制限することが可能となる。好ましくは、溶解温度は、ポリマー、特に熱可塑性プラスチック、より詳細にはポリオレフィンの融点以上であり、それらの溶解を促進するようにする。好ましくは、溶解工程a)における温度は、溶解溶媒の臨界温度以下であり、溶解を妨害しやすい溶解工程a)中の超臨界相の形成を避けるようにする。

【0044】

並行して、溶解圧力は、溶解温度において、溶解溶媒の飽和蒸気圧よりも大きく、溶解溶媒が溶解温度において、少なくとも部分的に、好ましくは完全に液体の形態にあるようにする。有利には、溶解圧力は、溶解溶媒の臨界圧力以上であり、溶媒の少なくとも一部が超臨界の形態にある条件下に抽出工程b)および／または回収工程c)を実施することができ、工程a)、特に工程a)の出口と工程b)および／または工程c)との間の圧力

をかなり高めることが必要ではないようにする。工程 a) における溶解圧力が溶解溶媒の臨界圧力以上である場合、溶解温度は、溶解溶媒の臨界温度未満であり、溶解溶媒を少なくとも部分的に液体の形態に保つようにする。

【0045】

大いに有利には、工程 a) において到達した溶解の温度および圧力の条件は、混合物（溶解溶媒＋標的ポリマー）が 1 相の混合物となるように調節される。

【0046】

有利には、前記溶解工程 a) は、1～600 分、好ましくは 2～300 分、好ましくは 2～180 分の滞留時間にわたって実施される。滞留時間は、溶解温度および溶解圧力における滞留時間、すなわち、溶解温度および溶解圧力での溶解溶媒によるプラスチック供給原料の工程 a) における実施の時間であるとして理解される。

10

【0047】

有利には、工程 a) において用いられる溶解溶媒は、フレッシュな溶媒の供給および／または回収工程 c) から得られるリサイクル溶媒の流れを含み、好ましくは、これらからなる。

【0048】

場合によっては、本処理方法は、中間吸着工程 a') を含んでよい。この中間吸着工程 a') は、溶解工程 a) の間または溶解工程 a) の直接下流に位置し、吸着剤固体、好ましくはアルミナ、シリカ、シリカーアルミナ、活性炭または脱色土などを、分割粒子の形態で、工程 a) の終結の際または場合によっては溶解工程 a) の間に得られた粗ポリマー溶液に導入することを含んでいる。その後、吸着剤固体は、任意選択の中間精製工程の 1 つ、例えば、不溶性物質の分離の任意選択の工程 E 1) および／または任意選択の洗浄工程 E 2) の間に除去されてよい。この任意選択の吸着の工程 a') により、分割された形態の吸着剤固体の存在中で、ポリマー溶液の精製を最適にすることが可能となる。

20

【0049】

溶解工程 a) の終結の際に得られた粗ポリマー溶液は、少なくとも溶解溶媒、ポリマー、特に本発明が回収精製しようとする標的ポリマーを溶解溶媒中に溶解して含む。一般に、粗ポリマー溶液は、溶解溶媒に同じく溶解する可溶性不純物および／または懸濁状の不溶性の不純物または化合物も含む。工程 a) の終結の際に得られた粗ポリマー溶液は、場合によっては、標的ポリマー以外のポリマー、例えば熔融形態のポリマーを含んでもよい。

30

【0050】

（不溶性物質を分離除外する任意選択の工程 E 1)）

本処理方法は、場合によっては、固体－液体分離によって不溶性物質を分離除外して、少なくとも 1 種の清澄化済みポリマー溶液と、少なくとも 1 種の不溶性フラクションとを有利に得る任意選択の工程 E 1) を含んでもよい。当該工程 E 1) は、溶解工程 a) と抽出工程 b) との間に位置している。不溶性フラクションは、有利には、不溶性不純物の少なくとも一部、好ましくは全部を、特に工程 a) から得られる粗ポリマー溶液中に懸濁して含んでいる。

【0051】

不溶性物質を分離除外する工程 E 1) により、工程 a) の温度および圧力の条件下に溶解溶媒中の不溶性化合物の粒子の少なくとも一部、好ましくは全部を除去することがこのように可能となり、これらは、工程 a) または任意選択の工程 a') から得られるポリマー溶液、好ましくは粗ポリマー溶液中に懸濁で存在してよい。不溶性物質を分離除外する任意選択の工程 E 1) の間に除去された不溶性不純物は、例えば、顔料、鉱物化合物、包装残留物（ガラス、木材、段ボール、紙、アルミニウム）および不溶性ポリマーである。

40

【0052】

それが実施される場合、この分離工程 E 1) により、有利には、下流の方法工程の操作上の問題、例えば、目詰まりおよび／または腐食を制限することが可能となる一方で同時に、プラスチック供給原料の精製の方に寄与する。

50

【0053】

それが本方法に組み込まれる場合、不溶性物質を分離除外する工程 E 1) は、有利には、100～300℃、好ましくは150～250℃の温度、1.0～20.0MPa（絶対）、好ましくは1.5～15.0MPa（絶対）、大いに好ましくは2.0～10.0MPa（絶対）の圧力で行われる。大いに有利には、不溶性物質を分離除外する任意選択の工程 E 1) は、溶解の温度および圧力の条件下に、すなわち工程 a) の出口における温度および圧力の条件下に行われる。

【0054】

それが本方法に組み込まれる場合、不溶性物質を分離除外する前記工程 E 1) は、好ましくは、工程 a) から得られたかまたは任意選択の中間吸着工程 a') から得られた粗ポリマー溶液を給送される。

10

【0055】

それが本方法に組み込まれる場合、前記工程 E 1) は、有利には、少なくとも1基の固体-液体分離機器、例えば分離フラスコ、デカンタ、遠心デカンタ、遠心分離機、フィルタ、サンドフィルタ、渦電流分離器、静電分離器、摩擦電気分離器、好ましくは、デカンタ、フィルタ、サンドフィルタおよび／または静電分離器を含んでいるセクションを含む。

【0056】

不溶性フラクションの除去は、不溶性フラクション中に存在する可能性のある痕跡量の溶媒を輸送および／または除去するための設備、例えばコンベア、振動管、エンドレススクリー、押出機またはストリップによって促進される場合がある。任意選択の工程 E 1) は、それ故に、不溶性フラクションを除去するために痕跡量の溶媒を輸送および／または除去するための設備を含んでよい。

20

【0057】

任意選択の工程 E 1) の特定の実施形態によると、不溶性物質を分離除外する工程 E 1) は、少なくとも2基、一般に5基未満の固体-液体分離機器を直列および／または並列に含む。少なくとも2基の固体-液体分離機器が直列に存在することにより、不溶性物質の除去を改善することが可能となる一方で、装置が並列に存在することにより、前記装置のメンテナンスおよび／または目詰まり解消作業を管理することが可能となる。

【0058】

設備、特に静電分離器またはフィルタの目詰まり解消は、バックフラッシュ注入溶媒を用いて行われてよい。目詰まり解消溶媒は、水溶液または有機溶液であってよく、好ましくは、溶解工程 a) および／または抽出工程 b) において用いられたものと同じの性質の有機溶媒である。特定の実施形態によると、目詰まり解消溶媒は、任意選択の洗浄工程 E 2) において用いられた濃厚溶液と同じの性質のものである。いくつかの不溶性化合物、特に、ポリマーの配合物中に従来から添加されているいくつかの顔料および鉱物充填材は、1μm未満のサイズの粒子の形態で導入されてよい。これは、例えば、二酸化チタン、炭酸カルシウムおよびカーボンブラックについてのケースである。任意選択の工程 E 1) の特定の実施形態によると、不溶性物質を分離除外する前記工程 E 1) は、有利には、静電分離器を含み、これにより、1μm未満のサイズの不溶性粒子の少なくとも一部、好ましくは全部を効率的に除去することが可能となる。任意選択の工程 E 1) の別の特定の実施形態によると、不溶性物質を分離除外する工程 E 1) は、サンドフィルタを含み、異なるサイズの粒子、特に1μm未満のサイズの粒子を除去する。

30

40

【0059】

供給原料の性質に応じて、工程 E 1) に給送するポリマー溶液、好ましくは粗ポリマー溶液は、場合によっては、第2の液相を含んでいてもよく、これは、例えば熔融ポリマーからなる。任意選択の工程 E 1) の別の特定の実施形態によると、工程 E 1) は、有利には、この第2の液相を分離除外するための設備を含み、好ましくは少なくとも1基の三相分離器によって行われる。

【0060】

50

(任意選択の洗浄工程 E 2))

本処理方法は、場合によっては、濃厚溶液により洗浄する工程 E 2) を含んでもよく、当該工程 E 2) は、溶解工程 a) と抽出工程 b) との間に位置し、少なくとも 1 種の洗浄流出物と少なくとも 1 種の洗浄済みポリマー溶液を有利に得る。任意選択の工程 E 2) の終結の際に得られた洗浄済みポリマー溶液は、有利には、本発明が回収精製しようとする標的ポリマーを溶解溶媒中に溶解されて含む。場合によっては、それは、溶解溶媒に特に可溶な残留不純物および／または場合によっては工程 E 2) が実施されるならば、痕跡量の洗浄溶媒を依然として含んでよい。

【0061】

それが本方法に組み込まれる場合、洗浄工程 E 2) は、濃厚溶液と、ポリマー溶液、好ましくは工程 a) から得られたかまたは任意選択の中間吸着工程 a') から得られた粗ポリマー溶液、あるいは任意選択の工程 E 1) から得られた清澄化済みポリマー溶液とを給送される。工程 E 2) に給送するポリマー溶液は、場合によっては、任意選択の吸着工程 E 3) から得られた、特にポリマー溶液との混合物としての吸着剤の添加によって行われた精製済みポリマー溶液であってよい。任意選択の洗浄工程 E 2) に給送するポリマー溶液、すなわち粗ポリマー溶液、清澄化済みポリマー溶液または他の場合によっては精製済みポリマー溶液は、懸濁状の不溶性化合物および／または溶解した化合物の形態にある不純物を含む場合がある。これらの懸濁状化合物または溶解化合物は、洗浄工程 E 2) の間に、溶解または沈殿により、および／または濃厚溶液中の同伴により、部分的にまたは完全に除去されてよい。それ故に、それが実施される場合、この工程 E 2) は、プラスチック供給原料の処理の方に、より詳細には、ポリマー溶液の精製の方に寄与する。

【0062】

任意選択の洗浄工程 E 2) は、有利には、工程 E 2) に給送するポリマー溶液（粗ポリマー溶液、清澄化ポリマーまたは他の場合による精製済みポリマー溶液）を、濃厚溶液と接触配置することを含む。有利には、濃厚溶液は、ポリマー溶液（すなわち、標的ポリマー、標的ポリマーが溶解している溶解溶媒を少なくとも含んでいる混合物）より高い密度を有し、特に 0.85 以上、好ましくは 0.9 以上、優先的には 1.0 以上である。濃厚溶液は、水溶液であってもよく、これは、好ましくは最低 50 重量%の水、好ましくは最低 75 重量%の水、大いに好ましくは最低 90 重量%の水を含む。水溶液の pH は、酸または塩基を用いて調節されて、いくつかの化合物の溶解を促進するようにしてよい。濃厚溶液は、場合によっては、密度が有利には 0.85 以上、好ましくは 0.9 以上、優先的に 1.0 以上である有機溶媒を含み、好ましくはそれらからなる溶液であってもよく、プラスチック供給原料のポリマーは、任意選択の工程 E 2) の温度および圧力の条件下に不溶性のままであり、例えば、有機溶媒は、場合によっては、水との混合物として、スルホランまたは N-メチルピロリドン (N-methylpyrrolidone: NMP) から選ばれる。大いに好ましくは、濃厚溶液は、水溶液であり、好ましくは最低 50 重量%の水、好ましくは最低 75 重量%の水、大いに好ましくは最低 90 重量%の水を含んでいる。

【0063】

任意選択の洗浄工程 E 2) が有利に行われる際の温度は、100～300℃、好ましくは 150～250℃であり、その際の圧力は、1.0～20.0 MPa（絶対）、好ましくは 1.5～15.0 MPa（絶対）、大いに好ましくは 2.0～10.0 MPa（絶対）である。大いに有利には、任意選択の洗浄工程 E 2) は、溶解温度および溶解圧力で行われる。

【0064】

任意選択の洗浄工程 E 2) において、濃厚溶液の質量流量と工程 E 2) に給送する粗ポリマー溶液または清澄化済みポリマー溶液の質量流量との間の質量比は、有利には 0.05～20.0、好ましくは 0.1～10.0、好ましくは 0.5～3.0 である。粗ポリマー溶液または清澄化済みポリマー溶液と濃厚溶液との接触配置は、用いられた設備中のいくつかの点で、すなわち、設備に沿う異なる点における粗ポリマー溶液または清澄化済みポリマー溶液および／または濃厚溶液のいくつかの注入を介して行われてよい：比の計

算において考慮に入れられるのは、注入された流れの合計である。

【0065】

任意選択の工程 E 2) は、濃厚溶液と接触配置することができる 1 基または複数基の洗浄機器においておよび／または少なくとも 1 種の洗浄流出物および少なくとも 1 種の洗浄済みポリマー溶液を回収することを可能にする分離設備により行われてよい。この設備は、周知であり、例えば、攪拌反応器、静的ミキサ、デカントミキサ、二相または三相の分離フラスコ、並流または向流の洗浄カラム、プレートカラム、攪拌カラム、充填カラム、パルスカラム等が挙げられ、設備の各タイプは、単独でまたは別のタイプの設備との組み合わせで用いられる 1 基または複数基の機器を含む可能性がある。

【0066】

好適な実施形態によると、任意選択の洗浄工程 E 2) は、向流洗浄カラムにおいて行われ、一方で、濃厚溶液が、カラムの頂部に最も近いカラムの好ましくは半分、好ましくは三分の一に注入され、他方で、粗ポリマー溶液または清澄化済みポリマー溶液が、カラムの底部に最も近いカラムの好ましくは半分、好ましくは三分の一に注入される。この実施形態によると、少なくとも 1 種の洗浄済みポリマー溶液と、少なくとも 1 種の洗浄流出物とを回収することが可能である。

【0067】

非常に特定のな実施形態によると、洗浄カラムの入口および／または出口における流れは、分割されて、カラムに沿ったいくつかの注入点で注入され、および／またはカラムに沿ったいくつかの抜き出し点で抜き出されてよい。

【0068】

別の実施形態によると、任意選択の洗浄工程 E 2) は、ミキサーデカンタで行われ、これは、濃厚溶液と粗ポリマー溶液または清澄化済みポリマー溶液を接触配置するための攪拌混合ゾーンと、洗浄済みポリマー溶液と洗浄流出物とを回収することを可能にするデカンテーションゾーンとを含んでいる。

【0069】

洗浄工程 E 2) の終結の際に、得られた洗浄流出物は、有利には、濃厚溶媒に溶解した化合物および／または洗浄流出物に同伴された不溶性化合物を含む。洗浄流出物は、洗浄処理セクションにおいて再処理される場合があり、一方で、溶解した化合物および／または同伴された化合物を少なくとも部分的に分離除外して、場合によっては洗浄流出物を精製して精製済み濃厚溶液を得、他方で、精製済み洗浄液の一部を少なくとも部分的にリサイクルする。この洗浄処理セクションは、固体－液体分離について周知である 1 基または複数基の機器を含んでよく、例えば、分離フラスコ、デカンタ、遠心分離デカンタ、遠心分離機またはフィルタがある。洗浄流出物は、本方法の外部、例えば、濃厚溶液が水溶液である場合には、使用済み水処理ステーションに送られてもよい。

【0070】

(抽出工程 b))

本発明による方法は、抽出の工程 b) を含み、有利には、抽出溶媒および工程 a) から得られた粗ポリマー溶液、または、場合によっては、任意選択の工程 E 1) から得られた清澄化済みポリマー溶液、任意選択の工程 E 2) から得られた洗浄済みポリマー溶液、あるいは、任意選択の吸着工程 E 3) から得られた精製済み溶液を給送され、少なくとも 1 種の抽出済みポリマー溶液と、少なくとも 1 種の使用済み溶媒、特に、不純物を含むものとを得る。工程 b) の終結の際に得られた抽出済みポリマー溶液は、有利には、本発明が回収精製しようとする標的ポリマーを、溶解溶媒に溶解されて含む。場合によっては、それは、溶解溶媒中に特に可溶である残留不純物および／または痕跡量の抽出溶媒、および、工程 E 2) が行われるならば、場合によっては、痕跡量の洗浄溶媒を依然として含む場合がある。

【0071】

工程 b) に給送する溶解したポリマーを含んでいる流れ、すなわち、好ましくは工程 a) から得られた粗ポリマー溶液、任意選択の工程 E 1) から得られた清澄化済みポリマー

10

20

30

40

50

溶液、任意選択の工程 E 2) から得られた洗浄済みポリマー溶液または任意選択の工程 E 3) から得られた精製済みポリマー溶液は、それ故に、場合によっては、溶解した化合物または溶解した不純物を含む場合がある。これらの溶解した化合物は、抽出工程 b) の間に、抽出溶媒と接触配置することにより、部分的または全体的に除去されてよい。

【0072】

抽出工程 b) は、有利には、少なくとも 1 個の抽出セクション、好ましくは 1～5 個の抽出セクション、大いに好ましくは 1 個の抽出セクションを含む。抽出工程 b) が行われる際の温度は、100～300℃、好ましくは 150～250℃である。抽出工程 b) が行われる際の圧力は、1.0～20.0 MPa (絶対)、好ましくは 1.5～15.0 MPa (絶対)、大いに好ましくは 2.0～10.0 MPa (絶対) である。本発明の好適な実施形態によると、本発明による方法は、工程 a) の温度および圧力の条件とは異なる温度および圧力の条件下での抽出工程 b) を含む。

10

【0073】

抽出溶媒の質量流量と工程 b) に給送するポリマー溶液の質量流量との間の質量比は、有利には 0.05～20.0、好ましくは 0.1～10.0、好ましくは 0.2～5.0 である。工程 b) に給送するポリマー溶液、好ましくは粗ポリマー溶液または場合によっては清澄化済み、洗浄済みまたは精製済みのポリマー溶液と抽出溶媒との間の接触配置は、抽出セクション中のいくつかの点で、すなわち、工程 b) に給送するポリマー溶液および／または抽出溶媒のいくつかの注入を介して、抽出溶媒に沿った異なる点において行われてよい：比率の計算において考慮に入れられるのは、注入された流れの合計である。

20

【0074】

抽出工程 b) において用いられる抽出溶媒は、有利には、有機溶媒または溶媒（好ましくは有機性である）の混合物である。好ましくは、抽出溶媒は、有機溶媒から選ばれ、好ましくは、1 種または複数種の炭化水素を含んでおり、優先的には、それらからなり、-50℃～250℃、好ましくは -15℃～150℃、好ましくは 20～110℃の沸点を有している。好ましくは、抽出溶媒は、1 種（または複数種）の炭化水素、大いに好ましくは 1 種（または複数種）のアルカンを含んでおり、好ましくは、それらからなり、3～12 個の炭素原子、優先的には 4～8 個の炭素原子、大いに好ましくは 5～7 個の炭素原子を含有しており、例えば、ペンタン、ヘキサンおよびヘプタンの異性体である。好ましくは、抽出溶媒（大いに有利には、有機溶媒、好ましくは炭化水素である）の臨界温度は、90～400℃、好ましくは 130～300℃、好ましくは 180～290℃であり、抽出溶媒の臨界圧力は、1.5～5.0 MPa (絶対)、好ましくは 2.0～4.3 MPa (絶対)、好ましくは 2.4～4.2 MPa (絶対) である。特定の実施形態によると、抽出溶媒の沸点は、70℃超、好ましくは 80℃～220℃であり、および／または溶媒は、少なくとも 7 個の炭素原子を含有する。別の好適な実施形態によると、抽出溶媒の沸点は、50℃未満または 150℃超である。

30

【0075】

大いに好ましくは、工程 b) において用いられる抽出溶媒は、工程 a) において用いられた溶解溶媒と同一の溶媒であり、場合によっては、異なる物理的状態（例えば、抽出溶媒が超臨界状態にあるのに相対して、溶解溶媒は液体の形態にある）において同一の溶媒であり、溶媒の管理、とりわけ、それらの精製およびそれらのリサイクル、特に、溶解工程 a) および抽出工程 b) へのリサイクルを容易にする。同一の溶解溶媒および抽出溶媒を同一または異なる物理的状態において用いる別の利点は、本発明による方法に關与する溶媒の管理を容易にすることに加えて、特に溶媒の回収、それらの処理および方法の少なくとも 1 つの工程へのそれらのリサイクル、ならびに溶媒の処理および精製によって特に生じるエネルギー消費およびコストを制限するという利点にある。

40

【0076】

工程 b) の抽出セクション（1 個または複数個）は、1 基または複数基の抽出機器を含んでよく、抽出溶媒および／または少なくとも 1 種の使用済み溶媒、特に、不純物を含む溶媒、および抽出済みポリマー溶液を回収するための分離設備との接触配置を可能にする

50

。この設備は、周知であり、例えば、攪拌反応器、静的ミキサ、デカントミキサ、二相または三相の分離フラスコ、並流または向流の洗浄カラム、プレートカラム、攪拌カラム、充填カラム、パルスカラム等があり、各タイプの設備は、単独でまたは別のタイプの設備との組み合わせで用いられる1基または複数基の機器を含む場合がある。

【0077】

本発明の好適な実施形態によると、抽出工程b)は、向流抽出カラムを含み、そこで、一方で抽出溶媒が注入され、他方で工程b)に給送するポリマー溶液が注入される。この実施形態によると、一方で少なくとも1種の抽出済みポリマー溶液を、他方で使用済み溶媒、とりわけ不純物を含む使用済み溶媒を回収することが可能である。好ましくは、工程b)に給送するポリマー溶液、好ましくは粗ポリマー溶液または場合によっては清澄化済み、洗浄済みまたは精製済みのポリマー溶液は、向流抽出カラムの頂部に最も近いカラムの半分、好ましくは三分の一に注入される一方で、抽出溶媒は、向流抽出カラムの底部に最も近いカラムの半分、好ましくは三分の一に注入される。

10

【0078】

向流抽出カラムの入口および／または出口のところにおける流れは、カラムに沿ったいくつかの注入点および／または抜き出し点で分割されてよい。

【0079】

本発明の別の実施形態によると、抽出は、ミキサーデカンタにおいて行われ、これは、有利には、抽出溶媒およびポリマー溶液を接触配置するための攪拌型混合ゾーンと、一方で抽出済みポリマー溶液を、他方で使用済み溶媒を回収することを可能にするデカンテーションゾーンとを含む。

20

【0080】

本発明の好適な実施形態によると、抽出工程b)は、液／液抽出セクションを含む。この実施形態において、抽出溶媒は、好ましくは、ペンタン、ヘキサンおよびヘプタンの異性体から、好ましくは、ペンタンおよびヘキサンの異性体から、大いに好ましくは、ペンタンの異性体から選ばれる。好ましくは、液／液抽出セクションが操作される際の温度は、100℃～300℃、好ましくは150℃～250℃であり、その際の圧力は、1.0～20.0MPa（絶対）、好ましくは1.5～15.0MPa（絶対）、大いに好ましくは2.0～10.0MPa（絶対）である。いずれにしても、この実施形態において、抽出溶媒が液体の形態にあるように温度および圧力の条件が調節され、溶解溶媒自体も、好ましくは、液体の形態にある。大いに有利には、液／液抽出は、特に、抽出溶媒が溶解溶媒と同一である場合に、工程a)において達成された溶解条件とは異なる温度および圧力の条件下に、特に、溶解温度より高い温度および／または溶解圧力より下の圧力で行われ、それ故に、対応するポリマー-溶媒混合図の二相ゾーンになるようにする。

30

【0081】

本発明の別の特に好適な実施形態によると、抽出工程b)は、特定の温度および圧力の条件下での抽出のためのセクションを含み、抽出溶媒は、有利には、少なくとも部分的に超臨界の形態にある。このような抽出は、超臨界抽出と称されてよい。この実施形態において、抽出は、工程b)に給送するポリマー溶液、好ましくは粗ポリマー溶液、清澄化済みポリマー溶液、洗浄済みポリマー溶液または精製済みポリマー溶液を、抽出溶媒と、有利には、抽出溶媒から主として（すなわち、好ましくは最低50重量%、優先的には最低70重量%、好ましくは最低90重量%）構成される超臨界相を得ることを可能にする温度および圧力の条件下に接触配置することによって行われる。言い換えれば、抽出は、工程b)に給送するポリマー溶液、好ましくは粗ポリマー溶液、清澄化済みポリマー溶液、洗浄済みポリマー溶液または精製済みポリマー溶液を、少なくとも部分的に、好ましくは完全に超臨界の形態にある抽出溶媒と接触配置することにより行われる。このような超臨界抽出工程b)により、有利には、ポリマー溶液の効率的な精製が可能となるが、これは、有機不純物、例えば、添加物の一部、とりわけ、染料、可塑剤の一部等の超臨界相に対する非常に高い親和性に特に起因するものである。超臨界形態にある抽出溶媒の使用により、超臨界相と液体の形態にあるポリマー溶液との間に実質的な密度差を作り出すことも

40

50

可能となり、超臨界相と液相との間のデカンテーションによる分離が容易になり、その結果、ポリマー溶液の精製の方に寄与する。

【0082】

この特に好適な実施形態において、抽出工程b)は、臨界温度が好ましくは130～300℃、好ましくは180～290℃であり、臨界圧力が好ましくは2.0～4.3MPa（絶対）、好ましくは2.4～4.2MPa（絶対）である抽出溶媒を用いる。大いに有利には、このような超臨界抽出工程b)において、抽出溶媒は、炭化水素であって、優先的に4～8個の炭素原子、好ましくは5～7個の炭素原子を含有しているものから選ばれる。超臨界抽出のための抽出溶媒は、例えば、ペンタン異性体、特に、n-ペンタン、2-メチルブタン（またはイソペンタン）または2,2-ジメチルプロパン、ヘキサン異性体、特に、n-ヘキサン、2-メチルペンタン（またはイソヘキサン）、2,2-ジメチルブタンまたは2,3-ジメチルブタン、またはヘプタン異性体、特に、n-ヘプタン、2-メチルヘキサン（またはイソヘプタン）、3-メチルヘキサン、2,2-ジメチルペンタン、2,3-ジメチルペンタン、2,4-ジメチルペンタン、3,3-ジメチルペンタン、3-エチルペンタン、2,2,3-トリメチルブタン、またはシクロペンタン、シクロヘキサンまたはメチルシクロペンタンであってよい。

10

【0083】

有利には、超臨界抽出工程b)が行われる際の温度は、好ましくは150℃～300℃、好ましくは180℃～280℃であり、その際の圧力は、好ましくは2.0～20.0MPa（絶対）、好ましくは2.0～15.0MPa（絶対）、大いに好ましくは3.0～10.0MPa（絶対）である。いずれにしても、この実施形態において、温度および圧力の条件は、とりわけ、抽出工程の上流で抽出工程b)に含まれる調節セクションにおいて調節されて、抽出溶媒が抽出セクションにおいて少なくとも部分的に超臨界の形態にあるようにする。

20

【0084】

本発明の大いに好適な実施形態において、抽出工程b)は、超臨界抽出を含み、抽出溶媒は、抽出溶媒が少なくとも部分的に超臨界相にあるという事実を除き、溶解溶媒と同一である。超臨界抽出のこの非常に有利なケースにおいて、溶解溶媒は、少なくとも部分的に超臨界の形態になる可能性があり、抽出工程中のデカンテーションを有利に最適化し、より具体的には各抽出相またはプラトーにおいて、液相と超臨界相の間で、そのために、精製を最大にすることが可能となる。

30

【0085】

有利には、抽出工程b)の終結の際に、得られた使用済み溶媒は、特に不純物を含む。それは、有機処理セクションにおいて再処理されてよく、このセクションにより、一方で、不純物を少なくとも部分的に分離除外し、溶媒を精製して精製済み抽出溶媒を得ることが可能となり、他方で、精製済み抽出溶媒の少なくとも一部を、抽出工程b)の入口に、および／または、場合によっては、溶解溶媒と抽出溶媒が同一であるケースにおいて溶解工程a)の入口にリサイクルすることが可能となる。有機溶媒の混合物が抽出溶媒として用いられる場合、この有機処理セクションにより、有機溶媒を別個に少なくとも部分的に回収することが可能であってよい。使用済み溶媒は、当業者に知られている任意の方法に従って処理されてよく、例えば、蒸留、蒸発、抽出、吸着、結晶化、不溶性物質の沈殿の中からの1個または複数個の方法またはパージによるものがある。

40

【0086】

抽出溶媒が溶解溶媒と同一である特定のケースにおいて、溶解溶媒と同一である抽出溶媒を用いる利点は、有機処理セクションが溶解溶媒と抽出溶媒との間の分離を確保する必要がなく、これら両者が、使用済み溶媒中に同伴され得るという事実であり、これは投資およびエネルギー消費の点で大きな節約となる。さらに、この有機処理セクションは、工程c)の終結の際に回収された溶媒フラクションを処理するためのセクションと相互利用されてよく、それ故に、本方法から生じる有機溶媒の流れの処理に関連する投資コストおよびエネルギー消費を少なくとも低減させる。さらに、本発明による方法において用いら

50

れる異なる溶媒の数を制限し、あるいは1種または2種にさえ減らすことにより、プラスチック供給原料処理方法を簡略化し、ユーティリティの消費を最小限に抑え、溶媒の回収、精製およびリサイクルの工程を最適化すると同時に、ポリマー溶液の効率的な精製を可能にして、精製済みポリマーを得る。

【0087】

(任意選択の吸着工程E3))

本処理方法は、場合によっては、任意選択の吸着工程E3)を含んでもよく、溶解工程a)とポリマー回収工程c)の間に位置している。出発プラスチック供給原料およびそれが含有する不純物の品質に応じて、実際に、少なくとも1種の精製済みポリマー溶液を得ることが可能となる任意選択の吸着工程E3)によりポリマー溶液の精製を完了することが有利である場合がある。

10

【0088】

本発明による方法にそれが組み込まれる場合、吸着工程E3)は、溶解工程a)の下流およびポリマー回収工程c)の上流で行われる。任意選択の吸着工程E3)は、有利には、抽出工程b)の上流または下流で行われてよい。

【0089】

前記任意選択の吸着工程E3)は、有利には、吸着セクションを含み、好ましくは固体である少なくとも1種の吸着剤の存在中で操作され、特に、固定床、同伴床(またはスラリー、すなわち精製されるべき流れに導入され、かつ、この流れと同伴される粒子の形態)の形態または沸騰床の形態、好ましくは、固定床または同伴床の形態にある。吸着セクションは、有利には、少なくとも1種の吸着剤、好ましくはアルミナ、シリカ、シリカーアルミナ、活性炭または脱色土タイプの吸着剤の存在中、好ましくは固定床または同伴床の形態で操作され、流れの循環は場合によっては上昇または下降する。

20

【0090】

前記任意選択の吸着工程E3)が有利に行われる際の温度は、100~300℃、好ましくは150~250℃であり、その際の圧力は、1.0~20.0MPa(絶対)、好ましくは1.5~15.0MPa(絶対)、大いに好ましくは2.0~10.0MPa(絶対)である。大いに有利には、工程E3)は、溶解の温度および圧力の条件下に、すなわち、工程a)において到達した溶解温度および溶解圧力で行われる。好ましくは、任意選択の工程E3)において、毎時空間速度(hourly space velocity:HSV)は、工程E3)に給送するポリマー溶液の容積流量と、吸着剤の容積との間の比に対応するものであり、0.05~10h⁻¹、優先的には0.1~5.0h⁻¹である。

30

【0091】

任意選択の工程E3)の特定の実施形態によると、吸着セクションは、吸着剤の1基または複数基の固定床を含んでよく、例えば、吸着カラム、好ましくは少なくとも2個の吸着カラム、優先的には2~4個の吸着カラムの形態にあり、前記吸着剤を含有している。吸着セクションが2個の吸着カラムを含む場合、1つの操作様式は、専門用語に従って「スイング」操作と呼ばれるものであり、カラムの一方は、オンライン、すなわち、インサービスである一方で、他方のカラムは、インリザーブである。オンラインのカラムの吸着剤が使用済みになると、このカラムは隔離される一方で、インリザーブのカラムがオンライン、すなわちインサービスとされる。使用済みの吸着剤は、次いで、現場内再生され、かつ/または、フレッシュな吸着剤と交換され、それを含有しているカラムは、一旦、他方のカラムが隔離されたところで、再度、オンラインとされ得る。

40

【0092】

吸着剤の1基または複数基の固定床を含んでいる、工程E3)のこの特定の実施形態の機能化の別の様式は、少なくとも2個のカラムを有することである。先頭のところに置かれたカラムの吸着剤が使い古された場合、この第1のカラムは、隔離され、使用済み吸着剤は、現場内再生されるかまたはフレッシュな吸着剤と交換されるかのいずれかである。カラムは、次いで、最後部の位置においてオンラインに戻され、これが繰り返される。この操作様式は、配列可変様式として、または、permutable reactor system(配列可

50

変反応器システム) についての P R S あるいはほかに専門用語に従って「リードアンドラグ (lead and lag)」として知られている。少なくとも 2 個の吸着剤カラムの組み合わせにより、処理されるべき流れ中に存在する場合がある不純物、汚染物質および不溶性物質の結合作用に起因する吸着剤の可能なかつ潜在的な迅速な被毒および／または目詰まりを克服することが可能になる。これについての理由は、少なくとも 2 個の吸着剤カラムの存在により、吸着剤の交換および／または再生が、有利には、方法を停止することなく容易になり、コストをコントロールすることおよび吸着剤の消費を制限することも可能となるからである。

【0093】

吸着剤の固定床における吸着の任意選択の工程 E 3) の特定の実施形態によると、前記任意選択の工程 E 3) は、好ましくは、不溶性物質の分離の任意選択の工程 E 1) および／または任意選択の洗浄工程 E 2) の下流、並びに抽出工程 b) の上流または下流で行われる。有利には、抽出工程 b) と吸着工程 E 3) との組み合わせは、抽出溶媒および吸着剤固体の両方についての残留不純物の親和性を用いることによって、ポリマー溶液の改善された精製が可能となる。

【0094】

任意選択の工程 E 3) の吸着セクションは、別の実施形態によると、ポリマー溶液、特に粗ポリマー溶液に吸着剤粒子を添加することからなっており、前記粒子は、前記吸着セクションの下流に位置する吸着剤粒子を取り除く工程を介してポリマー溶液から分離される可能性がある。この特定の実施形態において、任意選択の吸着工程 E 3) は、有利には、抽出工程 b) の前に、全ての場合において溶解工程 a) の後に行われる。吸着剤粒子の除去は、有利には、不溶性物質を分離除外する工程 E 1) または洗浄工程 E 2) に対応してよい。任意選択の吸着工程 E 3) のこのような実施は、吸着剤粒子の導入に続いて固／液分離を行うことによって、有利には、任意選択の中間吸着工程 a') に対応し、これは、本明細書において前述したものである。

【0095】

(ポリマーの回収の工程 c))

本発明によると、本方法は、ポリマーを回収する工程 c) を含み、少なくとも 1 種の溶媒フラクションと少なくとも 1 種の精製済みポリマーフラクションとを得る。

【0096】

ポリマー回収工程 c) は、有利には、少なくとも 1 個の溶媒回収セクション、好ましくは 1 ～ 5 個の溶媒回収セクションを含む。ポリマー回収工程 c) は、抽出済みポリマー溶液または場合によっては精製済みポリマー溶液を給送される。

【0097】

ポリマー回収工程 c) は、それ故に、第 1 に、工程 c) に給送するポリマー溶液、すなわち、抽出済みポリマー溶液または場合によっては精製済みポリマー溶液中に含有される、溶媒 (1 種または複数種)、特に、溶解溶媒、場合によっては抽出溶媒を少なくとも部分的に、好ましくは圧倒的に分離除外して、少なくとも部分的に、好ましくは圧倒的かつ完全に全体的に、工程 c) に給送するポリマー溶液中に依然として存在する場合がある溶解溶媒および本方法において用いられた他の溶媒 (1 種または複数種) を含まないポリマーを回収することの方に向けられる。用語「圧倒的に (predominantly)」は、工程 c) に給送するポリマー溶液中に含有される溶媒 (1 種または複数種)、特に工程 c) に給送する抽出済みポリマー溶液または場合によっては精製済みポリマー溶液に含有される溶解溶媒および場合によっては抽出溶媒の重量に相対して、最低 50 重量%、優先的に好ましくは最低 70 重量%、好ましくは最低 90 重量%、大いに好ましくは最低 95% であることを意味するとして理解されるべきである。当業者に知られているポリマーから溶媒を分離するための任意の方法が行われてよく、とりわけ、ポリマー (複数種) または溶媒 (1 種または複数種) の相変化を可能にする任意の方法がある。溶媒 (1 種または複数種) は、分離除外されてよく、例えば、蒸発、ストリップング、脱混合、密度における差、特にデカンテーションまたは遠心分離などによって行われる。

【0098】

得られた精製済みポリマーフラクションは、濃縮ポリマー溶液または固体精製済みポリマーに対応してよい。好ましくは、ポリマー回収工程c)は、ポリマーを、固体の形態、より詳細には固体顆粒の形態でコンディショニング調整するためのコンディショニングセクションも含む。

【0099】

ポリマー回収工程c)は、工程c)に給送する抽出済みポリマー溶液または場合によっては精製済みポリマー溶液中に含有される溶媒（1種または複数種）、特に、溶解溶媒および場合によっては抽出溶媒を少なくとも部分的に、好ましくは圧倒的かつ優先的に全体的に回収することの方にも向けられる。ポリマー回収工程c)は、場合によっては、回収された溶媒フラクションを、とりわけ、溶解工程a)の上流および／または抽出工程b)の上流で精製・回収することの方にも向けられる。用語「圧倒的に」は、工程c)に給送する抽出済みポリマー溶液または場合によっては精製済みポリマー溶液中に含有される溶媒（1種または複数種）の重量に相対して、最低50重量%、優先的に好ましくは最低70重量%、好ましくは最低90重量%、大いに好ましくは最低95%であることを意味するとして理解されるべきである。

【0100】

前記ポリマー回収工程c)は、有利には、少なくとも1個の溶媒回収セクションを含み、そこでの温度は、0～350℃、好ましくは5～300℃、好ましくは10～250℃であり、そこでの圧力は、0.1～20.0MPa（絶対）、好ましくは0.1～15.0MPa（絶対）、大いに好ましくは0.1～10.0MPa（絶対）である。

【0101】

有利には、ポリマー回収工程c)は、少なくとも1個の溶媒回収セクションを含み、それぞれ、好ましくは、異なる温度および異なる圧力で操作される設備を含んでいる。これは、少なくとも1種の溶媒フラクションおよび少なくとも1種の精製済みポリマーフラクションを得るという目的のためのものである。いくつかの異なる溶媒が本発明による処理方法において、特に、溶解工程a)および抽出工程b)において用いられたケースにおいて、工程c)は、いくつかの溶媒回収セクション、例えば、2、3または4個の溶媒回収セクションを含んでよく、種々の溶媒、特に、溶解溶媒および抽出溶媒を、別々に、順次におよび／または連続的に回収するようにする。好ましくは、溶解溶媒と抽出溶媒は同一であり、ポリマー回収工程c)は、単一の溶媒回収セクションを含む。

【0102】

本発明の特定の実施形態によると、本発明の方法は、有利には、連続的にまたは同時に、以下のものを含む：

- ー 溶媒回収セクションc1)；ポリマー溶液が、ポリマーの融点超の温度に好ましくは加熱されて、溶媒フラクションおよび精製済みポリマーフラクションを得る、
- ー コンディショニングセクションc2)；精製済みポリマーフラクション（有利には、溶媒（1種または複数種）から分離されたもの）が、有利には、ポリマーの融点未満の温度に冷却され、固体の形態にあるポリマーを含むフラクションを得る。

【0103】

本発明の好適な実施形態によると、工程c)は、超臨界条件下になるように調節された温度および圧力の条件下での、すなわち、臨界点超での工程c)の溶媒、分離除外されるべき溶媒（1種または複数種）、特に、溶解溶媒の回収のためのセクションを含み、溶媒、特に溶解溶媒の少なくとも一部を容易に分離除外および回収することが可能となる。この実施形態において、前記溶媒回収セクションは、溶媒、特に溶解溶媒を圧倒的に含んでいる超臨界相と、ポリマーを含んでいる液相とからなる流体の系を特に含む。用語「圧倒的に」は、ここでは、考慮下の流れ、すなわち超臨界相の重量に相対して、最低50重量%、好ましくは最低70重量%、好ましくは最低90重量%、大いに好ましくは最低95重量%を意味する。分離は、溶媒（1種または複数種）の超臨界分離と呼ばれることがある。溶媒（1種または複数種）の超臨界分離により、一方で、溶媒（1種または複数種）

、特に溶解溶媒、他方で、ポリマーまたは場合によっては濃縮済みポリマー溶液を効率的に分離することが可能となり、超臨界分離は、有利には、2つの相の間の密度における有意な相違によって許容される。さらに、溶媒（1種または複数種）の超臨界分離により、溶媒の単純な気化に相対して著しく低下したエネルギーおよび環境コストが可能となる。超臨界状態への移行の間に、気化の潜熱がないためである。

【0104】

本発明の特定の実施形態によると、工程c)の終結の際に得られた精製済みポリマーフラクションの少なくとも一部は、溶解工程a)にリサイクルされてよく、再度、処理サイクルを経て、ポリマー精製効率を高める。

【0105】

大いに有利には、工程c)の終結の際に回収された溶媒フラクションは、工程c)の終わりに位置する有機処理セクションにおいて処理されてよく、それを精製し、かつ、精製済み溶媒、特に、精製済み溶解溶媒を得て、溶解工程a)および／または場合による抽出工程b)にそれを有利にリサイクルすることができるようにする。工程c)の終わりにおける前記任意選択の有機処理セクションは、当業者に知られている任意の方法を用いてよく、例えば、蒸留、蒸発、液-液抽出、吸着、結晶化および不溶性物質の沈殿の中からの1個または複数個の方法がありまたはパージによるものがある。抽出溶媒が溶解溶媒と同一である特定のケースにおいて、工程c)の終結の際に回収された溶媒フラクションは、抽出工程b)の終結の際に得られた使用済み溶媒のための有機処理セクションと同一の有機処理セクションで処理されてよい。工程b)において得られた使用済み溶媒および工程c)において得られた溶媒フラクションは、同一の有機処理セクションにおいて処理され、これにより、前記プラスチック供給原料の処理方法を単純にすること、ユーティリティの消費を最小にすることおよび溶媒の回収、精製およびリサイクルの工程を最適にすることが可能となる一方で同時に、ポリマー溶液の効率的な精製を可能として、精製済みポリマーを得る。

【0106】

本発明による方法により、それ故に、プラスチック廃棄物からポリマー、特に熱可塑性プラスチック、より詳細にはポリオレフィンの精製済みの流れを得ることが可能となり、これは、任意の用途において用いられてよく、例えば、未使用形態にある同一のポリマーとの代替がある。本発明による方法を介して得られたポリマーの精製済みの流れ、すなわち精製済みのポリマーフラクションが有する不純物含有率は、それ故に、任意の適用において用いられ得るように十分に低い。

【0107】

本発明の好適な実施形態によると、プラスチック供給原料を処理するための方法は、以下の工程：

- － 溶解溶媒中の溶解の工程a)；少なくとも1種の粗ポリマー溶液を得る；
 - － 粗ポリマー溶液を給送し、不溶性物質を分離除外する工程E1)；少なくとも1種の清澄化済みポリマー溶液と、少なくとも1種の不溶性物質フラクションとを得る；
 - － 抽出溶媒による清澄化済みポリマー溶液の抽出の工程b)；好ましくは超臨界抽出を含み、少なくとも1種の抽出済みポリマー溶液と、少なくとも1種の使用済み溶媒を得る；および
 - － 抽出済みポリマー溶液からポリマーを回収する工程c)；好ましくは、溶媒（1種または複数種）の超臨界分離を含み、溶媒フラクションと、精製済みポリマーフラクションとを得る；
- を含み、好ましくは、それらからなり、溶解溶媒と抽出溶媒は、好ましくは同一である。

【0108】

本発明の別の好適な実施形態によると、プラスチック供給原料を処理するための方法は、以下の工程：

- － 溶解溶媒中の溶解の工程a)；少なくとも1種の粗ポリマー溶液を得る；
- － 粗ポリマー溶液を給送し、不溶性物質を分離除外する工程E1)；少なくとも1種の

清澄化済みポリマー溶液と、少なくとも１種の不溶性物質フラクションとを得る；

－ 濃厚溶液との接触によって清澄化済みポリマー溶液を洗浄する工程 E 2)；少なくとも１種の洗浄流出物と、少なくとも１種の洗浄済みポリマー溶液とを得る；

－ 抽出溶媒による洗浄済みポリマー溶液の抽出の工程 b)；好ましくは超臨界抽出を含み、少なくとも１種の抽出済みポリマー溶液と、少なくとも１種の使用済み溶媒を得る；および

－ 工程 b) から得られた抽出済みポリマー溶液からポリマーを回収する工程 c)；好ましくは溶媒（１種または複数種）の超臨界分離を含み、溶媒フラクションと、精製済みポリマーフラクションとを得る；

を含み、好ましくは、それらからなり、溶解溶媒と抽出溶媒は、好ましくは同一である。

10

【0109】

本発明の特定の実施形態によると、プラスチック供給原料を処理するための方法は、以下の工程：

－ 溶解溶媒中の溶解の工程 a)；少なくとも１種の粗ポリマー溶液を得る；

－ 濃厚溶液との接触により粗ポリマー溶液を洗浄する工程 E 2)；少なくとも１種の洗浄流出物と、少なくとも１種の洗浄済みポリマー溶液とを得る；

－ 洗浄済みポリマー溶液を給送し、不溶性物質を分離除外する工程 E 1)；少なくとも１種の清澄化済みポリマー溶液と、少なくとも１種の不溶性フラクションとを得る；

－ 抽出溶媒による清澄化済みポリマー溶液の抽出の工程 b)；好ましくは超臨界抽出を含み、少なくとも１種の抽出済みポリマー溶液と、少なくとも１種の使用済み溶媒を得る；および

20

－ 工程 b) から得られた抽出済みポリマー溶液からポリマーを回収する工程 c)；好ましくは溶媒（１種または複数種）の超臨界分離を含み、溶媒フラクションと、精製済みポリマーフラクションとを得る；

を含み、好ましくは、それらからなり、溶解溶媒と抽出溶媒は、好ましくは同一である。

【0110】

本発明の別の好適な実施形態によると、プラスチック供給原料を処理するための方法は、以下の工程：

－ 溶解溶媒中の溶解の工程 a)；少なくとも１種の粗ポリマー溶液を得る；

－ 粗ポリマー溶液を給送し、不溶性物質を分離除外する工程 E 1)；少なくとも１種の清澄化済みポリマー溶液と、少なくとも１種の不溶性フラクションとを得る；

30

－ 濃厚溶液との接触により清澄化済みポリマー溶液を洗浄する工程 E 2)；少なくとも１種の洗浄流出物と、少なくとも１種の洗浄済みポリマー溶液とを得る；

－ 抽出溶媒による洗浄済みポリマー溶液の抽出の工程 b)；好ましくは超臨界抽出を含み、少なくとも１種の抽出済みポリマー溶液と、少なくとも１種の使用済み溶媒とを得る；

－ 抽出済みポリマー溶液を、好ましくは固定床において吸着剤と接触配置することによる吸着の工程 E 3)；少なくとも１種の精製済みポリマー溶液を得る；および

－ 工程 E 3) から得られた精製済みポリマー溶液からポリマーを回収する工程 c)；好ましくは溶媒（１種または複数種）の超臨界分離を含み、溶媒フラクションと、精製済みポリマーフラクションとを得る；

40

を含み、好ましくは、それらからなり、溶解溶媒と抽出溶媒は、好ましくは同一である。

【0111】

本発明の別の好適な代替の実施形態によると、プラスチック供給原料を処理するための方法は、以下の工程：

－ 溶解溶媒中の溶解の工程 a)；少なくとも１種の粗ポリマー溶液を得る；

－ 粗ポリマー溶液を給送し、不溶性物質を分離除外する工程 E 2)；少なくとも１種の清澄化済みポリマー溶液と、少なくとも１種の不溶性フラクションとを得る；

－ 濃厚溶液との接触により清澄化済みポリマー溶液を洗浄する工程 E 2)；少なくとも１種の洗浄流出物と、少なくとも１種の洗浄済みポリマー溶液とを得る；

50

- ー 抽出済みポリマー溶液を、好ましくは固定床において吸着剤と接触配置することによる吸着の工程 E 3) ; 少なくとも 1 種の精製済みポリマー溶液を得る ;
 - ー 抽出溶媒による精製済みポリマー溶液の抽出の工程 b) ; 好ましくは超臨界抽出を含み、少なくとも 1 種の抽出済みポリマー溶液と、少なくとも 1 種の使用済み溶媒とを得る ; および
 - ー 抽出済みポリマー溶液からポリマーを回収する工程 c) ; 好ましくは溶媒 (1 種または複数種) の超臨界分離を含み、溶媒フラクションと、精製済みポリマーフラクションとを得る ;
- を含み、好ましくは、それらからなり、溶解溶媒と抽出溶媒は、好ましくは同一である。

【 0 1 1 2 】

以下の実施例および図は、本発明、特に本発明の特定の実施形態を例証するものであるが、本発明の範囲を限定するものではない。

【 0 1 1 3 】

(図面のリスト)

図 1 ～ 3 において参照される要素に関する情報は、本発明のより良い理解を可能にするものであり、前記発明を図 1 ～ 3 に示される特定の実施形態に限定するものではない。提示される種々の実施形態は、単独でまたは互いの組み合わせで用いられてよく、その組合せに対していかなる制限もない。

【 0 1 1 4 】

図 1 は、本発明の方法の 1 つの実施形態のスキームを表し、以下の工程を含んでいる :

- ー プラスチック供給原料 (1) の溶解の工程 a) ; プラスチック供給原料 (1) は、溶解溶媒 (2) 中にポリマーを含み、粗ポリマー溶液 (3) を得る ;
- ー 抽出溶媒 (9) による粗ポリマー溶液 (3) の抽出の工程 b) ; 抽出済みポリマー溶液 (1 1) と、使用済み溶媒 (1 0) とを得る ;
- ー 工程 b) から得られた抽出済みポリマー溶液 (1 1) からポリマーを回収する工程 c) 、溶媒フラクション (1 3) と、精製済みポリマーフラクション (1 4) とを得る。

【 0 1 1 5 】

図 2 は、図 1 に表された本発明による方法の実施の変形であり、以下の工程を含んでいる :

- ー プラスチック供給原料 (1) の溶解の工程 a) ; プラスチック供給原料 (1) は、溶解溶媒 (2) 中にポリマーを含み、粗ポリマー溶液 (3) を得る ;
- ー 粗ポリマー溶液 (3) を給送し、不溶性物質を分離除外する工程 E 1) ; 清澄化済みポリマー溶液 (5) と、不溶性フラクション (4) とを得る ;
- ー 清澄化済みポリマー溶液 (5) を、濃厚溶液 (6) との接触により洗浄する工程 E 2) ; 洗浄流出物 (7) と、洗浄済みポリマー溶液 (8) とを得る ;
- ー 抽出溶媒 (9) による洗浄済みポリマー溶液 (8) の抽出の工程 b) ; 抽出済みポリマー溶液 (1 1) と、使用済み溶媒 (1 0) とを得る ;
- ー 抽出済みポリマー溶液 (1 1) を吸着剤と接触配置することによる吸着の工程 E 3) ; 精製済みポリマー溶液 (1 2) を得る ;
- ー 工程 E 3) から得られた精製済みポリマー溶液 (1 2) からポリマーを回収する工程 c) ; 溶媒フラクション (1 3) と、精製済みポリマーフラクション (1 4) とを得る。

【 0 1 1 6 】

図 3 は、図 2 に表された本発明による方法の実施の変形である。図 3 に示される実施形態において、本方法は、工程 a) と工程 E 1) との間に中間工程 a') を含む。粗ポリマー溶液 (3) は、分割された形態にある吸着剤と接触配置される。懸濁状で吸着剤を含むポリマー溶液 (2 1) を得て、分離工程 E 1) に給送するという目的のためである。工程 a') に予め導入された吸着剤は、不溶性フラクション (4) 中に分離除外され、取り除かれる。

【 0 1 1 7 】

本発明をより良く理解することができるように、主要な工程のみを主要な流れとともに

10

20

30

40

50

図 1 ～ 3 に示す。たとえ示されていないとしても、機能化に必要な全ての設備（容器、ポンプ、交換器、炉、カラムなど）が存在することは明確に理解される。

【0118】

（実施例）

（実施例 1（本発明に合致する））

n-ペンタン 125 mL およびプラスチック供給原料 23 g を、攪拌機を備えた 500 mL のオートクレーブに導入する。プラスチック供給原料は、5 mm 径のピンク-紫着色のビーズの形態にあり、ポリプロピレンをベースとする。

【0119】

オートクレーブを、次いで、密閉し、分当たり 2℃ の速度で 180℃ に、500 回転／分（revolutions per minute: rpm）で攪拌しながら加熱する。一旦 180℃ の温度に達したところで、温度および攪拌を 3 時間にわたって、2.6 MPa（絶対）の自発性圧力に維持する。3 時間後に、全てのポリプロピレンを n-ペンタン中に溶解させる。溶解工程の終わりに、高度に着色された液相である粗ポリマー溶液を得る。

【0120】

n-ペンタン 125 mL を、次いで、系に加え、攪拌を 500 rpm に維持しながら、時間当たり 20℃ の速度で 200℃ に昇温する。オートクレーブ内の圧力を、次いで、4.0 MPa（絶対）に高める。200℃ および 4.0 MPa（絶対）で、条件は、超臨界条件、すなわち、n-ペンタンの臨界温度超でかつ臨界圧力にある。これらの温度、圧力および攪拌の条件を、次いで、15 分にわたって維持した後に、攪拌を停止する。系を、次いで、5 秒未満でデカントする。抽出工程の終わりに、2 つの相を得る：下相は、ポリマーを含有し、抽出済みポリマー溶液に対応し、デカンテーションにより抽出工程前の混合物よりわずかに着色が少なくなり、上相は、著しく着色している。

【0121】

抽出済みポリマー溶液 15 mL を取り、結晶皿中に置く。結晶皿を、次いで、オーブン中、180℃ および大気圧で、窒素によりフラッシュしながら、6 時間にわたって置く。

【0122】

わずかにピンクがかった白色の固体を、次いで、結晶皿中に得る。

【0123】

（実施例 2（本発明に合致しない））

n-ペンタン 125 mL およびプラスチック供給原料 23 g を、攪拌機を備えた 500 mL のオートクレーブに導入する。プラスチック供給原料は、5 mm 径のピンク-紫着色のビーズの形態にあり、ポリプロピレンをベースとする。

【0124】

オートクレーブを、次いで、密閉し、分当たり 2℃ の速度で 180℃ に、500 回転／分（rpm）で攪拌しながら加熱する。一旦 180℃ の温度に達したところで、温度および攪拌を 3 時間にわたって、2.6 MPa（絶対）の自発性圧力に維持する。3 時間後に、全てのポリプロピレンを n-ペンタン中に溶解させる。溶解工程の終わりに、高度に着色された液相である粗ポリマー溶液を得る。

【0125】

粗ポリマー溶液 15 mL を取り、結晶皿中に置く。結晶皿を、次いで、オーブン中、180℃ および大気圧で、窒素によりフラッシュしながら、6 時間にわたって置く。

【0126】

ピンク-紫着色の固体を結晶皿中にこのように得る。得られた固体が有する色は、最初の供給原料のビーズの色に近い。

【図面の簡単な説明】

【0127】

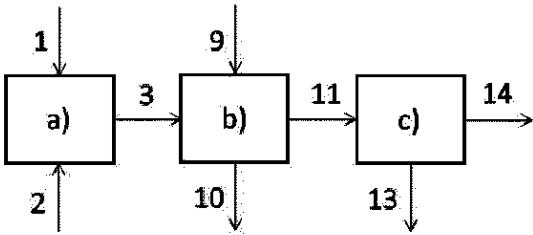
【図 1】 本発明の方法の 1 つの実施形態のスキームを表す。

【図 2】 図 1 に表された本発明による方法の実施の変形である。

【図 3】 図 2 に表された本発明による方法の実施の変形である。

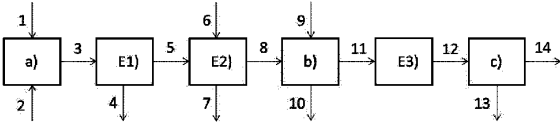
【図面】
【図 1】

Figure 1



【図 2】

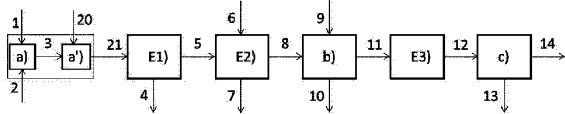
Figure 2



10

【図 3】

Figure 3



20

30

40

50

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/EP2021/083869
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER B29B 17/02(2006.01)i; C08J 11/08(2006.01)i According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) B29B; C09J; C08J Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) EPO-Internal, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP 0945481 A1 (SOLVAY [BE]) 29 September 1999 (1999-09-29) claims 1-10 paragraphs [0021], [0022], [0024], [0028], [0029]	1-15
A	CN 101367957 B (UNIV ZHEJIANG; HANGZHOU SHUANG AN TECHNOLOGY CO LTD) 21 September 2011 (2011-09-21) example 2	1-15
A	CN 107641216 B (NANO & ADVANCED MATERIALS INST LTD) 07 August 2020 (2020-08-07) claims 1-7	1-15
A	US 5994417 A (ROBERTS CHRISTOPHER B [US] ET AL) 30 November 1999 (1999-11-30) claims 1-23	1-15
A	FR 2878250 A1 (SOLVAY SA SA BELGE [BE]) 26 May 2006 (2006-05-26) claims 1-11	1-15
A	US 2019390031 A1 (LAYMAN JOHN MONCRIEF [US] ET AL) 26 December 2019 (2019-12-26) claims 1-20	1-15
☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☒ See patent family annex.		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 14 March 2022		Date of mailing of the international search report 23 March 2022
Name and mailing address of the ISA/EP European Patent Office p.b. 5818, Patentlaan 2, 2280 HV Rijswijk Netherlands Telephone No. (+31-70)340-2040 Facsimile No. (+31-70)340-3016		Authorized officer Dossin, Maxime Telephone No.

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (January 2015)

10

20

30

40

50

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/EP2021/083869

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 9705194 A1 (CF TECH [US]) 13 February 1997 (1997-02-13) see the examples; claims 1-15	1-15

10

20

30

40

50

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/EP2021/083869

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)			Publication date (day/month/year)
EP	0945481	A1	29 September 1999	AR	023016	A1	04 September 2002
				AT	271090	T	15 July 2004
				AU	755978	B2	02 January 2003
				BR	9901033	A	02 May 2000
				CA	2263740	A1	26 September 1999
				CZ	297055	B6	16 August 2006
				DE	69918586	T2	28 July 2005
				DK	0945481	T3	22 November 2004
				EP	0945481	A1	29 September 1999
				ES	2226273	T3	16 March 2005
				FR	2776664	A1	01 October 1999
				HU	9900762	A2	28 July 2003
				JP	4275238	B2	10 June 2009
				JP	H11310660	A	09 November 1999
				NZ	334799	A	28 July 2000
				PL	332153	A1	27 September 1999
				PT	945481	E	30 November 2004
				SI	0945481	T1	31 December 2004
				SK	39899	A3	09 October 2000
				US	6172125	B1	09 January 2001
CN	101367957	B	21 September 2011	NONE			
CN	107641216	B	07 August 2020	NONE			
US	5994417	A	30 November 1999	NONE			
FR	2878250	A1	26 May 2006	AT	391146	T	15 April 2008
				CN	101061165	A	24 October 2007
				DE	602005005852	T2	14 May 2009
				EP	1817366	A1	15 August 2007
				ES	2303281	T3	01 August 2008
				FR	2878250	A1	26 May 2006
				JP	2008520791	A	19 June 2008
				PL	1817366	T3	30 September 2008
				US	2009203868	A1	13 August 2009
				WO	2006053907	A1	26 May 2006
US	2019390031	A1	26 December 2019	BR	112020026141	A2	16 March 2021
				CA	3101602	A1	26 December 2019
				CN	112135870	A	25 December 2020
				EP	3810682	A1	28 April 2021
				JP	2021526575	A	07 October 2021
				US	2019390031	A1	26 December 2019
				WO	2019246015	A1	26 December 2019
WO	9705194	A1	13 February 1997	EP	0850267	A1	01 July 1998
				US	5739270	A	14 April 1998
				WO	9705194	A1	13 February 1997

Form PCT/ISA/210 (patent family annex) (January 2015)

10

20

30

40

50

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/EP2021/083869

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
INV. B29B17/02 C08J11/08
ADD.

Seelon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)
B29B C09J C08J

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés)
EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	EP 0 945 481 A1 (SOLVAY [BE]) 29 septembre 1999 (1999-09-29) revendications 1-10 alinéas [0021], [0022], [0024], [0028], [0029]	1-15
A	----- CN 101 367 957 B (UNIV ZHEJIANG; HANGZHOU SHUANG AN TECHNOLOGY CO LTD) 21 septembre 2011 (2011-09-21) exemple 2	1-15
A	----- CN 107 641 216 B (NANO & ADVANCED MATERIALS INST LTD) 7 août 2020 (2020-08-07) revendications 1-7	1-15
	----- --/--	

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
 "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
 "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
 "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
 "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention
 "X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
 "Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
 "&" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

14 mars 2022

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

23/03/2022

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale
 Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2
 NL - 2280 HV Rijswijk
 Tel. (+31-70) 340-2040,
 Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Dossin, Maxime

1

Formulaire PCT/ISA/210 (deuxième feuille) (avril 2005)

10

20

30

40

50

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande Internationale n°

PCT/EP2021/083869

C(suite). DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	US 5 994 417 A (ROBERTS CHRISTOPHER B [US] ET AL) 30 novembre 1999 (1999-11-30) revendications 1-23 -----	1-15
A	FR 2 878 250 A1 (SOLVAY SA SA BELGE [BE]) 26 mai 2006 (2006-05-26) revendications 1-11 -----	1-15
A	US 2019/390031 A1 (LAYMAN JOHN MONCRIEF [US] ET AL) 26 décembre 2019 (2019-12-26) revendications 1-20 -----	1-15
A	WO 97/05194 A1 (CF TECH [US]) 13 février 1997 (1997-02-13) voir les exemples; revendications 1-15 -----	1-15

1

Formulaire PCT/ISA/210 (suite de la deuxième feuille) (avril 2005)

10

20

30

40

50

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/EP2021/083869

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP 0945481	A1	29-09-1999	AR 023016 A1	04-09-2002
			AT 271090 T	15-07-2004
			AU 755978 B2	02-01-2003
			BR 9901033 A	02-05-2000
			CA 2263740 A1	26-09-1999
			CZ 297055 B6	16-08-2006
			DE 69918586 T2	28-07-2005
			DK 0945481 T3	22-11-2004
			EP 0945481 A1	29-09-1999
			ES 2226273 T3	16-03-2005
			FR 2776664 A1	01-10-1999
			HU 9900762 A2	28-07-2003
			JP 4275238 B2	10-06-2009
			JP H11310660 A	09-11-1999
			NZ 334799 A	28-07-2000
			PL 332153 A1	27-09-1999
			PT 945481 E	30-11-2004
			SI 0945481 T1	31-12-2004
			SK 39899 A3	09-10-2000
			US 6172125 B1	09-01-2001
CN 101367957	B	21-09-2011	AUCUN	
CN 107641216	B	07-08-2020	AUCUN	
US 5994417	A	30-11-1999	AUCUN	
FR 2878250	A1	26-05-2006	AT 391146 T	15-04-2008
			CN 101061165 A	24-10-2007
			DE 602005005852 T2	14-05-2009
			EP 1817366 A1	15-08-2007
			ES 2303281 T3	01-08-2008
			FR 2878250 A1	26-05-2006
			JP 2008520791 A	19-06-2008
			PL 1817366 T3	30-09-2008
			US 2009203868 A1	13-08-2009
			WO 2006053907 A1	26-05-2006
US 2019390031	A1	26-12-2019	BR 112020026141 A2	16-03-2021
			CA 3101602 A1	26-12-2019
			CN 112135870 A	25-12-2020
			EP 3810682 A1	28-04-2021
			JP 2021526575 A	07-10-2021
			US 2019390031 A1	26-12-2019
			WO 2019246015 A1	26-12-2019
WO 9705194	A1	13-02-1997	EP 0850267 A1	01-07-1998
			US 5739270 A	14-04-1998
			WO 9705194 A1	13-02-1997

Formulaire PCT/ISA/210 (annexe familles de brevets) (avril 2005)

10

20

30

40

50

フロントページの続き

MK,MT,NL,NO,PL,PT,RO,RS,SE,SI,SK,SM,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,KM,ML,MR,N
E,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AO,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BH,BN,BR,BW,BY,BZ,CA,CH,CL,CN,CO,CR,CU,
CZ,DE,DJ,DK,DM,DO,DZ,EC,EE,EG,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,GT,HN,HR,HU,ID,IL,IN,IR,IS,IT,JO,JP,K
E,KG,KH,KN,KP,KR,KW,KZ,LA,LC,LK,LR,LS,LU,LY,MA,MD,ME,MG,MK,MN,MW,MX,MY,MZ,NA,N
G,NI,NO,NZ,OM,PA,PE,PG,PH,PL,PT,QA,RO,RS,RU,RW,SA,SC,SD,SE,SG,SK,SL,ST,SV,SY,TH,TJ,TM,
TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VC,VN,WS,ZA,ZM,ZW

(72)発明者 フランス国 9 2 8 5 2 リュエイユーマルメゾン セデックス アヴニュ ドゥ ボワ プレオ 1エ4
ヴェイス ウィルフリード

(72)発明者 シボー マチルド
フランス国 9 2 8 5 2 リュエイユーマルメゾン セデックス アヴニュ ドゥ ボワ プレオ 1エ4

(72)発明者 オージェ フレデリック
フランス国 9 2 8 5 2 リュエイユーマルメゾン セデックス アヴニュ ドゥ ボワ プレオ 1エ4

F ターム (参考) 4D056 AB17 AC02 BA06 CA06 CA18 CA20 CA33 DA01 DA02

4F401 AA08 AA10 AA28 AB05 AB07 BA13 CA07 CA25 CA26 CA30
CA48 CA49 CA51 CA56 CB01 CB14 EA46 EA54 EA80 FA01Z FA02Z
FA07Z