



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
EIDGENÖSSISCHES INSTITUT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

(11) **CH 717 881 A2**

(51) Int. Cl.: **B01J 19/12** (2006.01)
C10B 53/00 (2006.01)
C10G 1/00 (2006.01)

Patentanmeldung für die Schweiz und Liechtenstein

Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

(12) **PATENTANMELDUNG**

(21) Anmeldenummer: 01182/20

(22) Anmeldedatum: 18.09.2020

(43) Anmeldung veröffentlicht: 31.03.2022

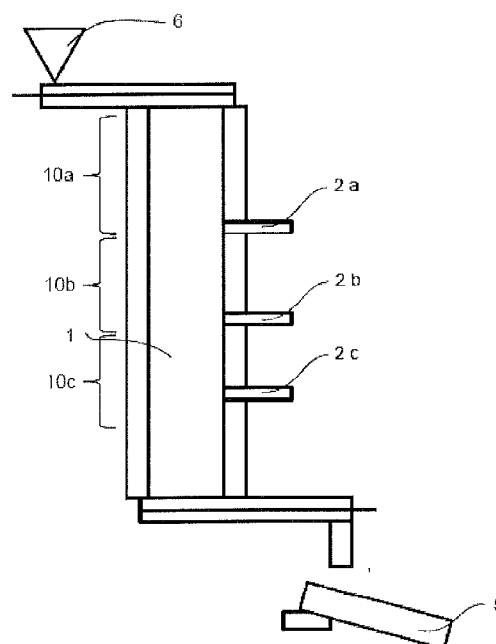
(71) Anmelder:
Microwave Solutions GmbH, Lörracherstrasse 50
4125 Riehen (CH)

(72) Erfinder:
Annelie Stapela, 4125 Riehen (CH)
Mathys Johannes Rossouw, 1001 Rayton Gauteng (ZA)

(74) Vertreter:
Braunpat Braun Eder AG, Holeestrasse 87
4054 Basel (CH)

(54) **Pyrolyse von kohlenstoffbasiertem Material.**

(57) Die Erfindung betrifft ein Pyrolyseverfahren und einen Reaktor zum Rückgewinnen von mindestens einer Komponente aus einem kohlenstoffbasierten Material durch thermische Zersetzung. Das kohlenstoffbasierte Material wird an eine Pyrolysekammer (1) abgegeben, einer kontrollierten Atmosphäre ausgesetzt und durch Mikrowellenstrahlung auf eine Zersetzungstemperatur der mindestens einen Komponente in der Pyrolysekammer (1) erwärmt. Eine Mikrowellenstrahlung mit variabler Leistung bei Frequenzen zwischen 300 MHz und 2200 MHz wird angewandt, um sequenziell eine Temperatur in der Pyrolysekammer (1) über einen Temperaturbereich einschliesslich der Zersetzungstemperatur der mindestens einen Komponente zu erhöhen.



Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Pyrolyseverfahren und einen Pyrolysereaktor zum Extrahieren oder Rückgewinnen von Verbindungen aus kohlenstoffbasierten Materialien. Insbesondere betrifft die Erfindung die Rückgewinnung von pyrolytischen Ölen, Kohlenwasserstoffen, Monomeren und Chemikalien, insbesondere aus Einsatzmaterial- und Abfallströmen wie Reifen, Kunststoffen, Kautschukprodukten und Polymerverbundstoffen.

[0002] Kohlenstoffbasierte Materialien wie Reifen, Kunststoffe, Kautschukprodukte und Polymerverbundstoffe, die in einer breiten Vielzahl von Produkten, Konstruktionen und Herstellungsprozessen verwendet werden, stellen am Ende der Lebensdauer der Produkte und Konstruktionen eine Energie- und Rohstoffquelle dar. Auch Schrottmaterialien, die aus Herstellungs- und Produktionsprozessen unter Verwendung derartiger Materialien anfallen, stellen Energie- und Rohstoffquellen dar. Um eine Kreislaufwirtschaft zu unterstützen, sollten diese Ressourcen zurückgewonnen und in die Produktherstellung und -konstruktion zurückgeführt werden.

[0003] Bemühungen, Reifen unter Verwendung von Mikrowellentechnologie zu recyceln, wurden beispielsweise in US 5,507,927 beschrieben. Reifen werden als Reifenabfallstrom einer Mikrowellenkammer zugeführt und einer Reduktionsatmosphäre und Mikrowellenstrahlung ausgesetzt. Die Temperatur der Reifen wird überwacht und eine Leistungszufuhr zu den Mikrowellengeneratoren wird nach Bedarf angepasst, um eine optimale Temperatur zum Reduzieren des Reifenmaterials zu erhalten. Die Kammer wird auf einem leicht über dem Atmosphärendruck liegenden Druck gehalten, um das Entfernen gasförmiger Produkte zu erleichtern. Ausserdem wird die Reduktionsatmosphäre dadurch angepasst, dass die Konzentration der Reduktionsgase erhöht wird, wenn das Reifenmaterial zerfällt. Zum Reduzieren des Reifenmaterials werden zwölf Magnetronen verwendet, von denen jedes 1,5 kW Leistung bei einer Wellenlänge von 2450 MHz aufweist.

[0004] Bemühungen, Kunststoffe zu zersetzen, die als solche nicht für Mikrowellenerwärmung empfindlich sind, sind in US 5,084,140 beschrieben. Die Kunststoffe werden mit kohlenstoffhaltigem Material, wie beispielsweise Altreifenmaterial, vermischt und Mikrowellenstrahlung ausgesetzt, um die Kunststoffe auf 400 °C bis 800 °C zu erwärmen und eine Pyrolyse der Kunststoffe zu bewirken.

[0005] Zusammenfassend beinhalten die Vorarbeiten die Verwendung von Einzelfrequenz-Mikrowellenstrahlung und Hochfrequenzsystemen zur Rückgewinnung spezifischer Verbindungen aus Abfallmaterialien. Hochfrequenz-Mikrowellensysteme weisen jedoch ein geringes Eindringen von Mikrowellenenergie in ein zu behandelndes Material auf. Ferner wird Mikrowellenenergie mit einer Frequenz von 2,45 GHz aus elektrischer Energie mit einer Umwandlungseffizienz von nur etwa 50 % für 2,45 GHz gewonnen. Die Verwendung mehrerer kleiner Magnetronen in einem Pyrolysereaktor, die zur Temperatursteuerung ein- und ausgeschaltet werden, ist ineffizient und die Temperatursteuerung ist nicht sehr genau. Insbesondere sind pyrolytische Öle, Kohlenwasserstoffe, Monomere und Chemikalien sehr temperaturempfindlich, was dazu führt, dass Ausbeute und Qualität der zurückgewonnenen Verbindungen negativ beeinflusst werden.

[0006] Es ist eine Aufgabe der Erfindung, ein Pyrolyseverfahren und einen Pyrolysereaktor bereitzustellen, die die Ausbeute und Qualität von aus kohlenstoffbasierten Materialien gewonnenen Verbindungen verbessern, die Verarbeitung grosser Mengen von kohlenstoffbasierten Materialien ermöglichen und die wirtschaftliche und kommerzielle Brauchbarkeit von Verbindungen verbessern, die aus kohlenstoffbasierten Materialien gewonnen werden.

[0007] Diese und andere Aufgaben, die aus der nachstehenden Beschreibung hervorgehen, werden durch ein Pyrolyseverfahren und einen Pyrolysereaktor zum Rückgewinnen mindestens einer Komponente aus einem kohlenstoffbasierten Material unter Verwendung von thermischer Zersetzung erreicht, wie in den beigefügten unabhängigen Ansprüchen dargelegt. Bevorzugte Ausführungsformen sind in abhängigen Ansprüchen definiert.

[0008] Gemäss der vorliegenden Erfindung wird das kohlenstoffbasierte Material durch das Pyrolyseverfahren durch Abgabe des Materials an eine Pyrolysekammer behandelt. In der Kammer wird das kohlenstoffbasierte Material einer kontrollierten Atmosphäre ausgesetzt und auf eine Zersetzungstemperatur von mindestens einer Komponente des kohlenstoffbasierten Materials erwärmt. Die Erwärmung erfolgt durch Mikrowellenstrahlung mit variabler Leistung bei Frequenzen zwischen 300 MHz und 2200 MHz, um sequenziell eine Temperatur in der Pyrolysekammer über einen Temperaturbereich einschliesslich der Zersetzungstemperatur der mindestens einen Komponente zu variieren. Insbesondere kann die Temperatur in der Pyrolysekammer in aufeinanderfolgenden Heizschritten erhöht werden, um unterschiedliche Zersetzungstemperaturen auf das kohlenstoffbasierte Material anzuwenden und unterschiedliche Komponenten zurückzugewinnen.

[0009] Der Pyrolysereaktor zur Rückgewinnung von mindestens einer Komponente aus dem kohlenstoffbasierten Material gemäss der vorliegenden Erfindung umfasst eine Pyrolysekammer zur Aufnahme des kohlenstoffbasierten Materials und mindestens eine Mikrowellen-Strahlungsquelle als Wärmequelle zum Erwärmen des kohlenstoffbasierten Materials auf eine Zersetzungstemperatur des kohlenstoffbasierten Materials. Ferner ist eine Steuereinheit vorgesehen, die eine Mikrowellenstrahlungssteuerung zum Anwenden einer Mikrowellenstrahlung mit variabler Leistung bei Frequenzen zwischen 300 MHz und 2200 MHz auf das kohlenstoffbasierte Material umfasst, und eine Temperatursteuerung, die eine sequenziell variierende oder zunehmende Zersetzungstemperatur des kohlenstoffbasierten Materials steuert.

[0010] Vorteilhafterweise liegt die Temperatur in der Pyrolysekammer nicht über 750 °C.

[0011] Die Mikrowellenstrahlung mit variabler Leistung wird durch die mindestens eine Mikrowellenstrahlung erzeugt, die vorzugsweise eine kontinuierlich veränderbare Strahlungsleistung bereitstellt. Somit wird die Mikrowellenstrahlung bzw.

die Temperatur in der Pyrolysekammer nicht einfach in eher diskreten oder inkrementellen Schritten beispielsweise durch Ein- und Ausschalten von Magnetronen abgeändert, wie aus dem Stand der Technik bekannt. Vorteilhafterweise umfasst die Mikrowellenstrahlung eine oder mehrere Strahlungsfrequenzen zwischen 300 MHz und 2,2 GHz. Die angewandte Mikrowellenstrahlung und die Kammertemperatur lassen sich über den Temperaturbereich des Pyrolyseverfahrens genau einstellen.

[0012] Im Allgemeinen liegen in dem elektromagnetischen Spektrum die Mikrowellen zwischen Infrarot- und Funkfrequenzen. Die Wellenlängen von Mikrowellen liegen zwischen 1 mm und 1 m mit entsprechenden Frequenzen zwischen 300 GHz und 300 MHz. Die beiden am häufigsten verwendeten Mikrowellenfrequenzen sind 915 MHz und 2,45 GHz. Mikrowellenenergie wird aus elektrischer Energie mit einer Umwandlungseffizienz von beispielsweise ungefähr 85 % für 915 MHz, aber nur 50 % für 2,45 GHz gewonnen. Die meisten Haushalts-Mikrowellenherde verwenden die Frequenz 2,45 GHz. Im Vergleich zu 2,45 GHz kann die Verwendung von niederfrequenten Mikrowellen von 915 MHz eine wesentlich grössere Eindringtiefe liefern, was ein wichtiger Parameter bei der Auslegung der Mikrowellenkammergrösse, der Prozessskalierung und der Untersuchung des Mikrowellenabsorptionsvermögens von Materialien ist. Daher erhöht die Verwendung niederfrequenter Mikrowellen die Effizienz des Pyrolyseverfahrens.

[0013] Ferner ist die Verwendung mehrerer kleiner Magnetronen zum Erzeugen von Mikrowellenstrahlung, die zur Temperaturregulation ein- und ausgeschaltet werden, wie aus dem Stand der Technik bekannt, weniger effizient als ein Niederfrequenz-Mikrowellensystem mit variabler Leistung, wie es in dem Pyrolyseverfahren der vorliegenden Erfindung verwendet wird. Die Strahlung eines Niederfrequenz-Mikrowellensystems mit variabler Leistung ermöglicht eine sehr gute Temperaturregulation während der Rückgewinnung von Komponenten aus dem kohlenstoffbasierten Material. Die meisten pyrolytischen Öle, Kohlenwasserstoffe, Monomere und Chemikalien, einschliesslich Weichmachern, sind sehr temperaturempfindlich, was dazu führt, dass Ausbeute und Qualität ohne gute Temperaturkontrolle negativ beeinflusst werden.

[0014] Gemäss der vorliegenden Erfindung wird durch das Pyrolyseverfahren ein Öl, ein Kohlenwasserstoff, ein Monomer und/oder ein chemischer Weichmacher aus kohlenstoffbasiertem Material zurückgewonnen. Diese Komponenten werden aus dem Material durch Anwenden variierter Mikrowellenleistung in verschiedenen Zonen des Mikrowellenreaktors extrahiert, und die Zonen arbeiten unabhängig voneinander. Die verwendete Mikrowellenstrahlung liegt im Bereich von 300 MHz bis etwa 2,2 GHz. Die angewandte Strahlungsleistung kann entsprechend der Zersetzungstemperatur einer angestrebten Rückgewinnungskomponente gewählt werden. Die Leistung kann zwischen unterschiedlichen Zersetzungstemperaturen unterschiedlicher angestrebter Rückgewinnungskomponenten variabel geändert werden. Ausserdem kann durch Variation der Mikrowellenleistung die Geschwindigkeit der Temperaturänderung in der Pyrolysekammer eingestellt werden. Somit können die Bedingungen in der Kammer an variierende Zersetzungsreaktionen unterschiedlicher angestrebter Rückgewinnungskomponenten angepasst werden.

[0015] Vorzugsweise ist das kohlenstoffbasierte Material ein Einsatz- oder Abfallmaterialstrom, der Kunststoffe, Kautschukprodukte, Polymerverbundstoffe oder Reifen umfasst. Kunststoffe umfassen Ethylen(co)polymer, Propylen(co)polymer, Styrol(co)polymer, Butadien(co)polymer, Polyvinylchlorid, Polyvinylacetat, Polycarbonat, Polyethylenterephthalat, (Meth)acryl(co)polymer oder eine Mischung daraus. Kautschukprodukte und Reifen umfassen Natur- und Synthetikgummi wie Styrolbutadiengummi und Butylgummi. Diese Bestandteile der Kunststoffe, Kautschukprodukte und Reifen werden durch das Pyrolyseverfahren zurückgewonnen.

[0016] Weiterhin wird die Mikrowellenstrahlung für das Pyrolyseverfahren der vorliegenden Erfindung vorzugsweise ausgewählt aus einem VHF-Band, S-Band, UHF-Band und/oder L-Band des Mikrowellenspektrums. Das Strahlungsband wird entsprechend einem Bereich variabler Leistung ausgewählt, die für das Pyrolyseverfahren erforderlich ist. Beispielsweise kann das Strahlungsband entsprechend einer anzuwendenden Zersetzungstemperatur ausgewählt werden. Im Pyrolysereaktor können auch mehr als eine Mikrowellenstrahlungsquelle verwendet werden, von denen jede in einem anderen Strahlungsband strahlt.

[0017] Vorteilhafterweise wird durch das Pyrolyseverfahren der vorliegenden Erfindung mindestens eine der Komponenten von DL-Limonen, Isopren, Butadien, Benzol, Toluol, o-Xylol, m-Xylol, p-Xylolstyrol und/oder Phthalate zurückgewonnen.

[0018] In einer Variante des Pyrolyseverfahrens gemäss der vorliegenden Erfindung wird das kohlenstoffbasierte Material in der Pyrolysekammer auf etwa -4 °C temperiert, um Butadien zurückzugewinnen; auf etwa 35 °C, um Isopren zurückzugewinnen; auf etwa 80,1 °C, um Benzol zurückzugewinnen; auf 110,6 °C, um Toluol zurückzugewinnen; auf etwa 138,3 °C, um p-Xylol zurückzugewinnen; auf etwa 139,1 °C, um m-Xylol zurückzugewinnen; auf etwa 144,4 °C, um o-Xylol zurückzugewinnen; auf etwa 145,2 °C, um Styrol zurückzugewinnen; auf etwa 178 °C, um DL-Limonen zurückzugewinnen; und/oder auf 300 °C-410 °C, um Phthalate zurückzugewinnen. Die Angabe der Temperaturen um diese Werte herum ist so zu verstehen, dass die Temperatur geringfügig von dem Wert abweichen kann, jedoch nicht signifikant genug, um den Rückgewinnungsprozess der jeweiligen Komponente zu abzuändern.

[0019] Pyrolytische Öle sind komplexe Mischungen verschiedener chemischer Komponenten mit einem breiten Spektrum von Molekulargewichten und Siedepunkten. Es hat sich gezeigt, dass durch fraktionierte Kondensation von pyrolytischen Ölen erhaltene Kondensationsfraktionen, die zwischen -4 °C und 600 °C siedend, kommerziell wertvolle Chemikalien enthalten.

[0020] Gemäss einem Aspekt des Pyrolyseverfahrens der vorliegenden Erfindung wird ein pyrolytisches Öl einer fraktionierten Kondensation bei Temperaturen im Bereich von -4 °C bis 600 °C unterzogen, um zumindest eine Komponente davon zurückzugewinnen. Vorzugsweise wird eine aus dem pyrolytischen Öl gewonnene Komponente aus der Gruppe ausgewählt, die aus Paraffinen, Naphthenen, Olefinen und Aromaten besteht.

[0021] Das fraktionierte Kondensationsverfahren umfasst vorzugsweise die Schritte einer schnellen Extraktion von flüchtigen Stoffen, um die Verweilzeit der flüchtigen Stoffe in der Pyrolysekammer zu verringern. Als nächstes werden die flüchtigen Gase in verschiedene fraktionierte Ölkomponenten kondensiert. Gegebenenfalls werden die fraktionierten Komponenten einer weiteren fraktionierten Kondensation unterzogen, um mindestens eine kommerziell wertvolle Chemikalie, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Paraffinen, Naphthenen, Olefinen und Aromaten, zu isolieren.

[0022] Besonders interessante Komponenten, die in den vorstehenden Kondensationsfraktionen identifiziert wurden, sind, wie vorstehend erwähnt: Butadien, zurückgewonnen bei ca. -4 °C, Isopren, zurückgewonnen bei ca. 35 °C, Benzol, zurückgewonnen bei ca. 80,1 °C, Toluol, zurückgewonnen bei ca. 110,6 °C, p-Xylol, zurückgewonnen bei 138,3 °C, m-Xylol, zurückgewonnen bei ca. 139,1 °C, o-Xylol, zurückgewonnen bei 144,4 °C, Styrol, zurückgewonnen bei 145,2 °C, DL-Limonen, zurückgewonnen bei 178 °C und Phthalate, zurückgewonnen zwischen 300 °C und 410 °C.

[0023] Diese Komponenten können als Lösungsmittel und petrochemisches Einsatzmaterial bei der Synthese verschiedener Polymere verwendet werden, die die Kreislaufbewirtschaftung von Ressourcen ermöglichen. Styrol wird beispielsweise hauptsächlich bei der Produktion von Kunststoffen, Kautschuk und Harzen verwendet. Xylol ist besonders nützlich bei der Produktion von Polyesterfasern; es wird auch als Lösungsmittel und Ausgangsmaterial bei der Produktion von Benzoe- und Isophthalsäure verwendet. Toluol wird auch zur Produktion von Benzoesäure verwendet. DL-Limonen wird hauptsächlich als Aromastoff in der Chemie-, Lebensmittel- und Duftstoffindustrie verwendet.

[0024] Somit ist es durch Verwendung des Niederfrequenz-Mikrowellenprozesses mit variabler Leistung unter kontrollierter Atmosphäre und Durchführung der fraktionierten Kondensation der pyrolytischen Öle zur Gewinnung einer Fraktion mit einem Siedebereich im Bereich von etwa -4 °C bis etwa 600 °C möglich, die vorstehenden kommerziell wertvollen Chemikalien zurückzugewinnen.

[0025] Die kontrollierte Atmosphäre ist vorteilhafterweise eine Unterdruckumgebung, die in der Pyrolysekammer angewandt wird. Vorzugsweise liegt der Druck in der Kammer unter 10 kPa.

[0026] Weiterhin kann die kontrollierte Atmosphäre als reaktive Atmosphäre realisiert werden, um die Komponente oder die Produkte von Komponenten, die während der Zersetzung gebildet werden, zu modifizieren. Die kontrollierte Atmosphäre wird vorteilhafterweise durch mindestens ein reaktives Gas definiert, das Wasserstoff, Wasserdampf, Methan, Benzol oder ein Gemisch reaktiver Gase, wie sie beispielsweise in Synthesegas enthalten sind, umfassen kann. Vorteilhafterweise werden während des Pyrolyseverfahrens gebildete reaktive Gase, insbesondere Syngas, teilweise durch den Reaktor zurückgeführt, um alternative Reaktionen zu fördern oder die Ausbeute an flüssigen oder gasförmigen angestrebten Produkten zu erhöhen.

[0027] Alternativ kann eine inerte Atmosphäre verwendet werden, um Oxidation während des Pyrolyseprozesses zu verhindern.

[0028] Die kontrollierte Atmosphäre in der Pyrolysekammer kann entsprechend einer angestrebten Komponente ausgewählt und angepasst werden, die durch das Pyrolyseverfahren zurückgewonnen werden soll.

[0029] Im Folgenden wird ein Beispiel des Pyrolyseverfahrens zum Rückgewinnen einer Komponente aus einem kohlenstoffbasierten Material gemäss der vorliegenden Erfindung beschrieben. Als Beispiel wird vulkanisierter Naturkautschuk aus kohlenstoffbasiertem Material pyrolysiert. Der vulkanisierte Naturkautschuk wurde durch den Niederfrequenz-Mikrowellenprozess mit variabler Leistung unter den folgenden Bedingungen pyrolysiert: Vakuum bei 10 kPa; bei 915 MHz im L-Band; bei einer Pyrolysetemperatur von 350 °C-370 °C; schnelle Extraktion von flüchtigen Bestandteilen; kurze Verweilzeit im Reaktor, um Sekundärreaktionen zu vermeiden. Flüchtige Stoffe wurden unter Verwendung eines fraktionierten Kondensationsprozesses kondensiert und ergaben neben anderen Chemikalien mehr als 33 % DL-Limonen. DL-Limonen ist notorisch empfindlich gegenüber Temperaturdegradation. Die DL-Limonen-Ausbeute ist im Vergleich zu bestehenden Prozessen hoch, wie offenbart in: Roy C., Darmstadt H., Benallal B., Amen-Chen C. „Characterization of naphtha and carbon black obtained by vacuum pyrolysis of polyisoprene rubber. Fuel process.“ Technol. 1997;50:87-103. doi: 10.1016/S0378-3820(96)01044-2. In dieser Referenz betrug die DL-Limonen-Ausbeute 16,6 %.

[0030] Ausführungsbeispiele der Erfindung werden in den beigefügten Zeichnungen beschrieben, die die Prinzipien der Erfindung erläutern können, aber den Umfang der Erfindung nicht einschränken oder andere Ausführungsbeispiele ausschliessen sollen. Die Zeichnungen veranschaulichen:

Fig. 1: Schematische Darstellung eines ersten beispielhaften Aufbaus eines erfindungsgemässen Pyrolysereaktors, und

Fig. 2: eine schematische Ansicht eines zweiten Beispielsatzes, der eine erfindungsgemässe Pyrolysekammer eines Pyrolysereaktors beschreibt.

[0031] Im Folgenden werden zwei Ausführungsbeispiele eines Pyrolysereaktors gemäss der vorliegenden Erfindung beschrieben, die geeignet sind, ein Pyrolyseverfahren zur Rückgewinnung mindestens einer Komponente aus einem kohlenstoffbasierten Material durch erfindungsgemässe thermische Zersetzung durchzuführen. In den beiden Ausführungsformen umfasst der Pyrolysereaktor zur thermischen Zersetzung von kohlenstoffbasierten Materialien, insbesondere pyrolytischen Ölen, Kohlenwasserstoffen, Monomeren und Chemikalien aus Ausgangsmaterial und Abfallströmen wie Reifen, Kunststoffen, Kautschukprodukten und Polymerverbundstoffen eine Pyrolysekammer 1 zur Aufnahme des kohlenstoffbasierten Materials. Weiterhin umfassen die Ausführungsbeispiele des Pyrolysereaktors mindestens eine Mikrowellenstrahlungsquelle als Wärmequelle zum Erwärmen des kohlenstoffbasierten Materials auf eine Zersetzungstemperatur des kohlenstoffbasierten Materials. Es ist eine Steuereinheit vorgesehen, die eine Mikrowellenstrahlungssteuerung zum Anwenden von Mikrowellenstrahlung variabler Leistung mit Frequenzen zwischen 300 MHz und 2200 MHz auf das kohlenstoffbasierte Material und eine Temperatursteuerung zum Steuern einer sequenziell variierenden oder zunehmenden Zersetzungstemperatur des kohlenstoffbasierten Materials umfasst.

[0032] Die beiden Ausführungsbeispiele unterscheiden sich hauptsächlich in der Gestaltung ihrer Pyrolysekammer, während andere Merkmale des Reaktors und Verfahrensschritte gleich sind. Daher sind konstruktive Merkmale des Reaktors und Erläuterungen von Verfahrensschritten, die für beide Ausführungsbeispiele geeignet sind und zwischen den beiden Ausführungsbeispielen als austauschbar anzusehen sind.

[0033] Für beide Ausführungsbeispiele ist es zum Beispiel vorteilhaft zu definieren, dass sich der Temperaturbereich des Pyrolyseverfahrens zwischen -20 °C und 750 °C, insbesondere zwischen -4 °C und 600 °C, erstreckt und vorzugsweise 750 °C nicht überschreitet. Die Mikrowellenstrahlung wird vorteilhafterweise aus einem VHF-Band, S-Band, UHF-Band und/oder L-Band des Mikrowellenspektrums ausgewählt. Die Ausführungsbeispiele sind geeignet, ein pyrolytisches Öl zu pyrolysieren und es einer fraktionierten Kondensation in einem Temperaturbereich zwischen -4 °C und 600 °C zu unterziehen. Die Pyrolysekammer kann umfassen: eine kontrollierte Atmosphäre in Form einer Unterdruckumgebung, insbesondere einen Druck unter 10 kPa, oder die kontrollierte Atmosphäre ist definiert durch mindestens ein reaktives Gas, insbesondere ein Gas, das ausgewählt ist aus Wasserstoff, Wasserdampf, Methan, Benzol oder einer Mischung davon. Die beispielhafte Ausführungsform ermöglicht die Extraktion von flüchtigen Gasen aus der Pyrolysekammer und Kondensieren der Gase in verschiedene fraktionierte Öle. In gleicher Weise gelten andere Merkmale und Schritte für beide Ausführungsbeispiele.

[0034] Fig. 1 zeigt eine beispielhafte Ausführungsform eines pyrolytischen Reaktors in Form einer Durchlaufretorte mit langgestrecktem Design. Zum Beispiel kann sie einen Förderer umfassen, um kohlenstoffbasiertes Material an die Pyrolysekammer 1 abzugeben und das Material und dessen zersetzte Komponenten durch die Pyrolysekammer 1 zu transportieren.

[0035] Beispielsweise können komplette Reifen, Kunststoffe, Kautschukprodukte und Polymerverbundstoffe von einem ersten Ende der Kammer intermittierend in die Pyrolysekammer 1 eingespeist werden. Am ersten Ende kann ein Luftschleusensystem mit Mitteln zum Abführen von Sauerstoff vorgesehen sein.

[0036] Pyrolysegase werden in Abständen entlang der Länge der Pyrolysekammer 1 abgezogen, wobei an Stellen steigender Produkttemperatur aufeinanderfolgende Austrittsöffnungen 2 vorgesehen sind und unterschiedliche Gase oder Verbindungen gesammelt werden können. In der Variante von Fig. 1 werden Gase aus den Austrittsöffnungen 2a, 2b und 2c in drei Positionen an der Seite der Kammer gesammelt, die drei verschiedenen Rückgewinnungskomponenten entsprechen. Feste Produkte können durch ein Luftschleusensystem an einem Ende der Pyrolysekammer 1 ausgetragen und unter Verwendung eines geeigneten Verfahrens, beispielsweise eines Vibrationssiebs 5 oder dergleichen, abgetrennt werden.

[0037] Zur Steuerung des erfindungsgemässen Pyrolyseprozesses wird eine Prozesssteuereinheit, wie beispielsweise eine speicherprogrammierbare Steuerung (SPS), verwendet. Die Steuereinheit umfasst eine Mikrowellenstrahlungssteuerung zum Anwenden von Mikrowellenstrahlung variabler Leistung mit Frequenzen zwischen 300 MHz und 2200 MHz an das kohlenstoffbasierte Material und eine Temperatursteuerung, die eine sequenziell ansteigende Zersetzungstemperatur des kohlenstoffbasierten Materials steuert. Ausserdem kann die Steuereinheit die Temperatur in verschiedenen aufeinanderfolgenden Heizzonen 10 entlang der Pyrolysekammer 1 steuern.

[0038] In dem in Fig. 1 gezeigten beispielhaften Pyrolysereaktor wird kohlenstoffbasiertes Material durch einen Förderer in ein erstes Ende der Pyrolysekammer 1 eingeführt und entlang der Länge der Pyrolysekammer 1 transportiert. Im Verlauf der sequenziell ansteigenden Zersetzungstemperatur werden die Pyrolysekammer bzw. das kohlenstoffbasierte Material zunächst durch eine niederfrequente Mikrowellenstrahlung mit variabler Leistung auf eine erste Zersetzungstemperatur einer ersten Komponente des kohlenstoffbasierten Materials innerhalb einer ersten Heizzone erwärmt. Erste Produkte können durch eine erste Austrittsöffnung 2a evakuiert werden. In dem in Fig. 1 gezeigten Beispiel mit drei Heizzonen beträgt die Temperatur in der ersten Heizzone 10a beispielsweise etwa 35 °C, um Isopren zurückzugewinnen, die Temperatur in der zweiten Heizzone 10b beträgt beispielsweise etwa 110,6 °C, um Toluol zurückzugewinnen, und die Temperatur in der dritten Heizzone 10c beträgt zum Beispiel etwa 145,2 °C, um Styrol zurückzugewinnen.

[0039] Die Pyrolysekammer 1 kann als Durchlaufreaktor ausgeführt sein und die nachfolgenden Heizzonen können ineinander übergehen.

[0040] An einem zweiten Ende der Pyrolysekammer 1 können weitere Rückgewinnungskomponenten oder Einsatzmaterialreste durch das Schleusensystem ausgetragen werden.

[0041] Fig. 2 zeigt eine schematische Ansicht einer Pyrolysekammer 1 einer zweiten beispielhaften Ausführungsform des Pyrolysereaktors gemäss der vorliegenden Erfindung. Der Reaktor weist die Form eines Chargenreaktors, wie beispielsweise eines Druckgefässes, auf, das sich öffnet, um eine Ladung von kohlenstoffbasiertem Material, wie beispielsweise Reifen, aufzunehmen. Beispielsweise weist die Pyrolysekammer 1 des Reaktors eine kreisförmige Form auf und kann auf der Oberseite der kreisförmigen Kammer geöffnet werden. Im gezeigten Ausführungsbeispiel ist der Reaktor mit einem einzelnen Reifen 7 beladen. Mikrowellenstrahlung wird der Pyrolysekammer 1 durch Einspeiseöffnungen 6 in einem Dach der Kammer zugeführt. Elektrische Elemente oder das Abbrennen einiger der Pyrolyseprodukte können eine Erwärmung der Kammerwände bewirken, um das Erwärmen zu unterstützen und Kondensation im Inneren des Gefässes zu verhindern. Die niederfrequente Mikrowellenleistung mit variabler Leistung wird durch eine Anzahl von Mikrowellen-Einspeiseöffnungen 6 auf dem Dach des Behälters eingeführt, die in Positionen und Ausrichtungen angeordnet sind, die eine gleichmässige Verteilung der Mikrowellenstrahlung in der Kammer 1 gewährleisten. Die Kammer kann auch die Form eines Ringraums aufweisen, wobei der Mittelabschnitt 8 entfernt ist, um das unbesetzte Volumen in der Pyrolysekammer 1 zu reduzieren.

[0042] Im Chargenreaktor kann die Temperatur des kohlenstoffbasierten Materials in Heizschritten auf die Zersetzungstemperatur unterschiedlicher zurückzugewinnender Komponenten erhöht werden. Kondensat kann in einem Speicher gesammelt werden, der dieser Komponente zugeordnet ist, wobei für jeden Schritt des sequenziellen Pyrolyseprozesses zwischen den Kondensatspeichern umgeschaltet wird. Während des Prozesses kann die Reaktorwandtemperatur auch in Heizschritten erhöht werden, um eine erneute Kondensation der flüchtigen Bestandteile im Reaktor zu verhindern. Die Temperatur kann über die Steuereinheit gesteuert werden. In jedem Heizschritt werden Rückgewinnungskomponenten aus der Pyrolysekammer 1 durch die Austrittsöffnung 2 extrahiert und können in ein Kondensatorsystem eintreten.

[0043] Das Pyrolyseverfahren und der Pyrolysereaktor gemäss der vorliegenden Erfindung beruhen auf der Tatsache, dass jede der in einem kohlenstoffbasierten Material vorhandenen Materialkomponenten unterschiedliche Siedepunkte und Mikrowellenabsorptionseigenschaften aufweist. Die Anwendung von Mikrowellenstrahlung mit variabler Leistung bei Frequenzen zwischen 300 MHz und 2200 MHz, d. h. niederfrequenten Mikrowellen, um die Temperatur in der Pyrolysekammer über einen Temperaturbereich einschliesslich der Zersetzungstemperatur der Rückgewinnungskomponente sequenziell zu erhöhen, gewährleistet eine hohe Rückgewinnungsausbeute und eine hohe Qualität der zurückgewonnenen Komponenten.

Liste der Bezugszahlen

[0044]

1	Pyrolysekammer
2a,b,c	Austrittsöffnungen
5	Vibrationssieb
6	Einspeiseöffnung
7	Kautschukreifen
8	Mittelteil
10a,b,c	Heizzonen

Patentansprüche

- Pyrolyseverfahren zur Rückgewinnung von mindestens einer Komponente aus einem kohlenstoffbasierten Material durch thermische Zersetzung, wobei das kohlenstoffbasierte Material
 - an eine Pyrolysekammer (1) abgegeben wird, und
 - einer kontrollierten Atmosphäre ausgesetzt und auf eine Zersetzungstemperatur der mindestens einen Komponente in der Pyrolysekammer (1) durch Mikrowellenstrahlung erwärmt wird, dadurch gekennzeichnet, dass
 - eine Mikrowellenstrahlung mit variabler Leistung bei Frequenzen zwischen 300 MHz und 2200 MHz angewandt wird, um sequenziell eine Temperatur in der Pyrolysekammer (1) über einen Temperaturbereich einschliesslich der Zersetzungstemperatur der mindestens einen Komponente zu variieren.
- Pyrolyseverfahren nach Anspruch 1, wobei der Temperaturbereich 750 °C nicht überschreitet.
- Pyrolyseverfahren nach Anspruch 1 oder 2, wobei sich der Temperaturbereich zwischen -20 °C und 750 °C, insbesondere zwischen -4 °C und 600 °C, erstreckt.
- Pyrolyseverfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, wobei das kohlenstoffbasierte Material ein Einsatz- oder Abfallmaterialstrom ist, der Kunststoffe, Kautschukprodukte, Polymerverbundstoffe und/oder Reifen umfasst.
- Pyrolyseverfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, wobei die Mikrowellenstrahlung aus einem VHF-Band, S-Band, UHF-Band und/oder L-Band des Mikrowellenspektrums ausgewählt ist.

6. Pyrolyseverfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, wobei die mindestens eine zurückgewonnene Komponente ein Öl, ein Kohlenwasserstoff, ein Monomer und/oder ein chemischer Weichmacher ist.
7. Pyrolyseverfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, wobei die mindestens eine gewonnene Komponente DL-Limonen, Isopren, Butadien, Benzol, Toluol, o-Xylol, m-Xylol, p-Xylol-Styrol und/oder Phthalate ist.
8. Pyrolyseverfahren nach dem vorstehenden Anspruch, wobei das kohlenstoffbasierte Material auf etwa -4 °C temperiert wird, um Butadien zurückzugewinnen; auf etwa 35 °C, um Isopren zurückzugewinnen; auf etwa 80,1 °C, um Benzol zurückzugewinnen; auf 110,6 °C, um Toluol zurückzugewinnen; auf etwa 138,3 °C, um p-Xylol zurückzugewinnen; auf etwa 139,1 °C, um m-Xylol zurückzugewinnen; auf etwa 144,4 °C, um o-Xylol zurückzugewinnen; auf etwa 145,2 °C, um Styrol zurückzugewinnen; auf etwa 178 °C, um DL-Limonen zurückzugewinnen; und/oder auf 300 °C-410 °C, um Phthalate zurückzugewinnen.
9. Pyrolyseverfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, wobei die mindestens eine zurückgewonnene Komponente ein pyrolytisches Öl ist, das einer fraktionierten Kondensation in einem Temperaturbereich zwischen -4 °C und 600 °C unterzogen wird.
10. Pyrolyseverfahren nach dem vorstehenden Anspruch, wobei das zurückgewonnene pyrolytische Öl ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Paraffinen, Naphthenen, Olefinen und Aromaten.
11. Pyrolyseverfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, wobei die kontrollierte Atmosphäre eine Unterdruckumgebung ist, die in der Pyrolysekammer (1) angewandt wird, insbesondere ein Druck unter 10 kPa.
12. Pyrolyseverfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, wobei die kontrollierte Atmosphäre durch mindestens ein reaktives Gas, insbesondere ein Gas ausgewählt aus Wasserstoff, Wasserdampf, Methan, Benzol oder einer Mischung davon definiert ist.
13. Pyrolyseverfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, wobei flüchtige Gase aus der Pyrolysekammer (1) extrahiert werden und zu verschiedenen fraktionierten Ölen kondensiert werden.
14. Pyrolyseverfahren nach dem vorstehenden Anspruch, wobei mindestens eines der unterschiedlichen fraktionierten Öle einer weiteren Kondensation unterzogen wird, um mindestens eines aus der Gruppe bestehend aus Paraffinen, Naphthenen, Olefinen und Aromaten zu isolieren.
15. Pyrolysereaktor zur Rückgewinnung von mindestens einer Komponente aus einem kohlenstoffbasierten Material durch thermische Zersetzung, umfassend eine Pyrolysekammer (1) zur Aufnahme des kohlenstoffbasierten Materials (7) und mindestens eine Mikrowellen-Strahlungsquelle als Wärmequelle zum Erwärmen des kohlenstoffbasierten Materials auf eine Zersetzungstemperatur von kohlenstoffbasiertem Material, dadurch gekennzeichnet, dass eine Steuereinheit bereitgestellt ist, die eine Mikrowellenstrahlungssteuerung zum Anwenden von Mikrowellenstrahlung variabler Leistung mit Frequenzen zwischen 300 MHz und 2200 MHz an das kohlenstoffbasierte Material und eine Temperatursteuerung zum Steuern einer sequenziell ansteigenden Zersetzungstemperatur des kohlenstoffbasierten Materials umfasst.

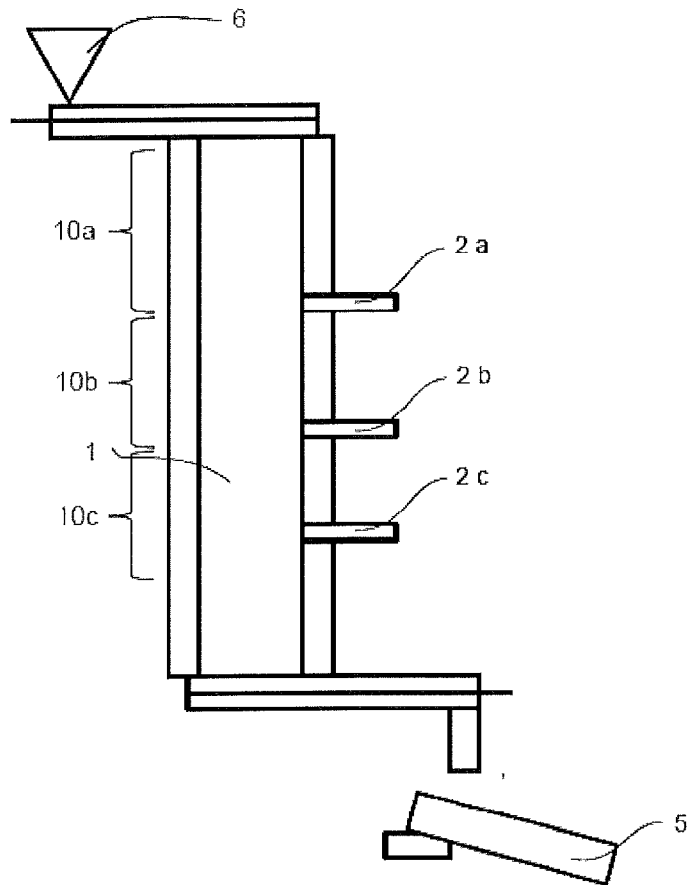


Fig. 1

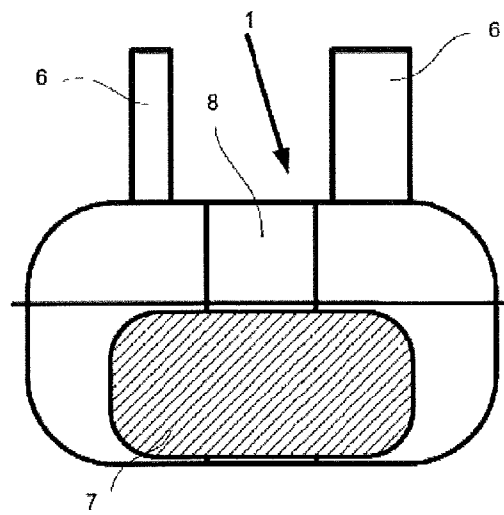


Fig. 2