



CONFÉDÉRATION SUISSE

OFFICE FÉDÉRAL DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE

⑤① Int. Cl.: 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

641 997

⑮① Numéro de la demande: 9340/79

⑦③ Titulaire(s):
Rhône-Poulenc-Textile, Paris (FR)

⑮② Date de dépôt: 17.10.1979

⑮③ Priorité(s): 18.10.1978 FR 78 30260

⑦② Inventeur(s):
Bernard Regnault, Roussillon (FR)
Pierre Revol, Villeurbanne (FR)

⑮④ Brevet délivré le: 30.03.1984

⑮⑤ Fascicule du brevet
publié le: 30.03.1984⑦④ Mandataire:
Kirker & Cie SA, Genève⑤④ **Procédé de régénération de polymère à partir de déchets.**

⑤⑦ On comprime des déchets de polymères synthétiques fusibles finement coupés au moyen d'une vis jusqu'à une masse volumique apparente d'au moins 500 kg/m^3 , on les introduit dans une boudineuse dégazeuse à double vis et on soumet le polymère fondu à une opération de postcondensation.

Le polymère obtenu peut être utilisé en pur dans certains emplois textiles et en matières plastiques.

REVENDECATIONS

1. Procédé d'obtention, à partir de déchets d'un polymère synthétique fusible, d'un polymère de bonne filabilité, caractérisé par le fait que l'on coupe finement les déchets, qu'on les comprime au moyen d'une vis jusqu'à une masse volumique apparente d'au moins 500 kg/m³, qu'on les introduit sous cette forme dans une boudineuse dégazeuse à double vis où ils sont fondus, tandis que les traces d'eau et d'impuretés volatiles sont éliminées, et que l'on soumet le polymère fondu à une opération de postcondensation sous pression réduite pour relever sa viscosité intrinsèque à la valeur désirée et décomposer les impuretés lourdes en produits volatils qui sont éliminés sous l'action de la pression réduite.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que l'on comprime les déchets jusqu'à une masse volumique apparente d'au moins 600 kg/m³.

3. Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé par le fait que l'on soumet le polymère fondu à au moins une filtration entre sa sortie de la boudineuse et l'opération de postcondensation.

4. Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé par le fait que l'on traite des déchets en polytéréphtalate de polyméthylène.

5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé par le fait que la boudineuse comprend une zone d'alimentation et de dégazage, une zone de fusion, une zone de pétrissage et, enfin, une zone de dégazage et de compression de la matière.

6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé par le fait que les diverses zones de la boudineuse sont à une température d'environ 300°C.

L'invention concerne un nouveau procédé permettant l'obtention de polymère de bonne filabilité à partir de déchets de fils, de feuilles, de textiles ou de matières plastiques en polymères synthétiques fusibles.

Depuis quelques années, l'augmentation du prix des matières premières a contraint de nombreux utilisateurs de polymères synthétiques à étudier de près la récupération de déchets.

C'est ainsi que divers articles décrivant des processus de récupération de déchets sont parus, parmi lesquels ceux de J.K.L. Bajaj dans «Fiber Producer», avril 1977, p. 30 et ss., et de R.H. Wagner dans «Chemiefasern Textilindustrie», juin 1977, p. 543 et ss. Mais ces auteurs décrivent des procédés comprenant essentiellement la coupe et la fusion des déchets, mais conduisant à une certaine dégradation des polymères. C'est pourquoi les polymères récupérés sont utilisés en mélange avec du polymère neuf et dans des proportions ne dépassant pas 10% du poids total de polymère lorsqu'ils doivent être filés. Il en est de même de la demande française N° 2378622 publiée le 25 août 1978.

L'invention concerne un procédé d'obtention, à partir de déchets d'un polymère synthétique fusible, d'un polymère de bonne filabilité, caractérisé par le fait que l'on coupe finement les déchets, qu'on les comprime au moyen d'une vis jusqu'à une masse volumique apparente d'au moins 500 kg/m³, qu'on les introduit sous cette forme dans une boudineuse dégazeuse à double vis où ils sont fondus, tandis que les traces d'eau et d'impuretés volatiles diverses sont éliminées, et que l'on soumet le polymère fondu à une opération de postcondensation sous pression réduite pour relever sa viscosité intrinsèque à la valeur désirée et décomposer les impuretés lourdes en produits volatils qui sont éliminés sous l'action de la pression réduite.

Le procédé selon la présente invention est particulièrement approprié pour traiter les déchets en polytéréphtalate de polyméthylène et ses copolymères et, notamment, les polymères et copolymères de téréphtalate d'éthylène ou de butylène.

Le procédé selon l'invention est notamment applicable aux déchets de très faible masse volumique apparente, par quoi on

entend des matières de masse volumique apparente inférieure à 100 kg/m³, par exemple, de l'ordre de 50 à 100 kg/m³. De telles matières sont sous forme de déchets de films, de feuilles, de textiles ou de matières plastiques en polymères synthétiques fusibles, plus particulièrement en polytéréphtalate de polyméthylène ou ses copolymères.

Pour la réalisation du procédé selon la présente invention, on comprime les déchets finement coupés jusqu'à une masse volumique apparente d'au moins 500 kg/m³ et, de préférence, 600 kg/m³ au moyen d'une vis et, en particulier, au moins du dispositif décrit dans la demande de brevet français déposée le 18 octobre 1978 par la titulaire pour un «Dispositif d'alimentation d'une boudineuse par une matière de très faible masse volumique apparente». Ce dernier dispositif comprend, outre des moyens d'entrée et de sortie de la matière, une zone d'alimentation et de compression constituée d'une partie cylindrique suivie d'une partie tronconique de diamètre décroissant, dans laquelle tourne une vis sans fin dont l'enveloppe épouse la forme de ladite zone d'alimentation et de compression et dont l'axe repose à l'amont contre un ressort.

Sous l'action de la vis sans fin, on introduit les déchets comprimés dans une boudineuse dégazeuse à double vis où ils sont fondus, tandis que les traces d'eau et d'impuretés volatiles diverses sont éliminées. De préférence, on utilise une boudineuse à double vis comportant une première zone d'alimentation dans laquelle se trouve un premier dispositif de dégazage permettant d'éliminer une forte proportion des vapeurs et des gaz à éliminer, par exemple, environ 90%. La boudineuse comprend également une zone de fusion, une zone de pétrissage de la matière fondue et, enfin, une zone de dégazage et de compression. La température de ces différentes zones est, de préférence, d'environ 300°C. Dans la zone de pétrissage, les hélices peuvent être avantageusement remplacées par une série de plaques de forme pseudotriangulaire, montées sur l'axe de manière décalée les unes par rapport aux autres.

A sa sortie de la boudineuse, le polymère fondu est soumis à un ou à plusieurs stades de filtration selon la pureté finale désirée, puis il est envoyé dans un autoclave où on le soumet à une postcondensation en milieu liquide sous pression réduite par des moyens connus. Cette opération est réalisée dans un autoclave à une température de 280-285°C sous une pression réduite à 2 à 5 Torr. La matière fondue contenant encore des traces du catalyseur ayant servi à sa polycondensation lors de la fabrication du polymère d'origine, il est inutile d'en ajouter à ce stade.

Au cours de cette polycondensation, la viscosité intrinsèque du polymère est augmentée jusqu'à atteindre une valeur suffisante pour l'emploi auquel le polymère récupéré est destiné. C'est ainsi que, selon l'origine des déchets utilisés, on peut partir, par exemple, d'un polytéréphtalate d'éthylène de viscosité intrinsèque 0,60, ou moins, et obtenir un produit de viscosité intrinsèque 0,67 et plus. En outre, dans les conditions de cette polycondensation, les impuretés lourdes qui n'ont donc pas été éliminées dans les phases précédentes sont décomposées en produits volatils qui sont éliminés sous l'action de la pression réduite.

On obtient ainsi un polymère presque entièrement débarrassé de ses impuretés diverses: eau, ensimages, encollage, qu'elles soient volatiles ou lourdes. Contrairement aux polymères obtenus par les procédés de récupération de déchets connus jusqu'ici, il présente à la fois un degré de polymérisation et une pureté suffisants pour être utilisé dans des emplois de valeur tels que des produits textiles ou des matières plastiques. Il convient particulièrement bien pour le filage de nappes non tissées ou de fibres pour le garnissage d'édredons, d'oreillers, de traversins, etc. Contrairement aux polymères obtenus par les procédés de régénération directe connus jusqu'ici, le polymère issu du procédé de régénération selon l'invention peut être utilisé dans ces emplois sans aucune adjonction de polymère neuf, ce qui diminue considérablement le coût de ces produits.

L'exemple suivant est donné à titre indicatif pour illustrer l'invention.

Exemple:

On utilise une vis de gavage de 800 mm de long comprenant une partie cylindrique de 500 mm et une partie tronconique de 300 mm dont le diamètre passe de 160 à 100 mm. La vis présente un pas régulier de 100 mm tout au long de son axe et peut se déplacer le long de son axe contre un ressort de rappel.

On introduit, par une cheminée, des déchets de fibres en polyté-
réphtalate d'éthylène ensimés, finement découpés, de masse volumi-
que 100 kg/m³ et de viscosité intrinsèque 0,60 à raison de 100 kg/h. Les déchets passent dans la vis de gavage où ils sont comprimés à environ 600 kg/m³, puis dans une boudineuse à double vis (entraxe 83 mm) comprenant une zone d'alimentation de 480 mm à 300°C présentant une cheminée de dégazage, une zone de fusion de 790 mm à 300°C, une zone de pétrissage de 125 mm à 300°C et, enfin, une

zone de compression de 350 mm à 285°C présentant une cheminée de dégazage.

La matière fondue sortant de la boudineuse passe dans un premier filtre présentant un seuil de filtration de 500 µ, puis dans une pompe, dans un second filtre de seuil de filtration de 100 µ avant d'être envoyée dans un autoclave où elle est traitée à 285°C sous une pression de 3,5 Torr.

On obtient alors, avec un débit de 100 kg/h, un polyester de viscosité intrinsèque 0,67. Il est ensuite extrudé en joncs qui sont refroidis dans l'eau et concassés sous forme de granulés prêts pour l'emploi.

On file ce polymère seul, sans lui adjoindre de polymère neuf par des moyens connus pour l'obtention de nappes non tissées. On obtient des nappes de très bonne qualité, tout à fait comparables aux nappes obtenues avec du polymère neuf.