



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 299 084**

51 Int. Cl.:  
**C08J 11/08** (2006.01)  
**F04B 1/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **05783051 .5**  
86 Fecha de presentación : **05.08.2005**  
87 Número de publicación de la solicitud: **1778771**  
87 Fecha de publicación de la solicitud: **02.05.2007**

54 Título: **Método para extraer nailon de materiales residuales.**

30 Prioridad: **05.08.2004 US 599624 P**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**16.05.2008**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**16.05.2008**

73 Titular/es: **INTERFACE, Inc.**  
**2859 Paces Ferry Road, Suite 2000**  
**Atlanta, Georgia 30339, US**

72 Inventor/es: **Berard, Raymond, A.;**  
**Sheppard, Joel;**  
**Moore, Gabe y**  
**Lees, Donald**

74 Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

ES 2 299 084 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Método para extraer nailon de materiales residuales.

5 La presente invención se refiere a procesos mejorados para extraer nailon de materiales residuales, incluyendo materiales residuales mixtos tales como revestimientos de suelos, tal que se reduce la degradación del nailon polímero a polímeros, oligómeros y monómeros de menor peso molecular. El proceso implica poner en contacto los materiales residuales con disolventes polares o mezclas de los mismos a altas presiones.

10 El nailon se usa ampliamente como fibra, tanto en la producción de telas textiles como en la producción de materiales para el revestimiento de suelos, como, tales como alfombras de telar ancho y losetas de moqueta. Cuando se usa como materiales para revestimiento de suelos, el nailon está presente principalmente como parte de una o más capas de un producto multiestratificado. Cada año se reemplazan grandes cantidades de materiales de revestimiento de suelos, desechándose normalmente los materiales usados resultantes a vertederos. Debido a problemas medioambientales y económicos referidos a este material residual, había la necesidad de un proceso económico para recuperar y reutilizar materiales de revestimiento de suelos usados o desechados. No obstante, debido a que estos materiales contienen con frecuencia materiales compuestos o estratificados complicados que son difíciles de separar en sus componentes constituyentes, los procesos de reciclado para estos materiales muy frecuentemente dan lugar a productos conglomerados cuyo valor es considerablemente menor que el de los constituyentes individuales. En algunos casos, el valor del producto de reciclado puede ser igual o menor que el valor del material de partida original. El reciclado a materiales de menor calidad de esta naturaleza es un derroche tanto desde el punto de vista medioambiental como económico. Debido a que el producto reciclado de menor calidad no es tan valioso como el material de partida original, o incluso como los artículos originales para la producción del material residual original, se pierde valor económico. Debido a que el producto reciclado de menor calidad no hace el mejor uso de sus constituyentes, se deben producir y usar otros materiales constituyentes, generando una carga medioambiental adicional que es particularmente pesada debido a que estos materiales constituyentes están basados con frecuencia en compuestos derivados del petróleo.

25 Como resultado de estas consideraciones, existe una necesidad en la técnica de procesos que puedan separar y reciclar de forma económica uno o más componentes de los materiales de revestimiento de suelos. En particular, existe una necesidad en la técnica de procesos que permitan la separación y recuperación de nailon usado en materiales de revestimiento de suelos y, en particular, de nailon usado en las capas superior o enfrentada al suelo de estos materiales de revestimiento de suelos, de modo tal que no se degrade el valor y utilidad del nailon.

30 Los procesos para recuperar nailon tienden a encontrarse en dos categorías diferenciadas. En una categoría hay procesos en los que el nailon se despolimeriza a sus monómeros y oligómeros de forma intencionada, los cuales se pueden reutilizar luego por nueva polimerización. En general, el objetivo es reducir al máximo posible el polímero a monómero, con el fin de hacer una reutilización más predecible. No obstante, los procesos de esta categoría no son ventajosos debido a que la despolimerización es costosa, y puede conducir a reacciones secundarias que disminuyen la cantidad de monómero disponible, reduciendo la eficiencia y necesitando una despolimerización y consumo energético adicional para compensar la pérdida. Además, la despolimerización de nailon 6,6 a través de aminólisis da lugar a la producción de hexametildiamina (HDMA), pero requiere una fuente adicional de ácido adípico para obtener nailon 6,6 puesto que la recuperación de ácido adípico no es económicamente viable en el proceso de despolimerización.

35 En la otra categoría están los procesos en los que el nailon se recupera sin despolimerización, de modo que se puede reutilizar sin repolimerización. En general, el objeto de tales procesos es extraer o disolver el nailon y así separarlo de otros componentes del material de revestimiento de suelos con la mínima descomposición del polímero. El nailon se obtiene por lo general en forma sólida de modo que puede ser reutilizado. Los procesos de tipo disolución o extracción convencionales pueden ser difíciles, si no imposibles, de usar sin reducir el valor del nailon reciclado. Al menos parte de la razón de esto es que siempre se produce cierta descomposición del polímero debido a las elevadas temperaturas necesarias para facilitar la disolución o extracción en un margen de tiempo económicamente relevante.

40 Por ejemplo, la fibra de nailon que se somete a un proceso de recuperación de tipo disolución o extracción habrá visto reducido su peso molecular por el proceso de extrusión original para producir la fibra, debido a las altas temperaturas necesarias. El peso molecular se reducirá más durante el proceso de extracción o disolución convencional y como se ha indicado antes, incluso se reducirá todavía más si el nailon se va a volver a extrusionar a una fibra. Esta descomposición acumulada dará lugar a un peso molecular del nailon inapropiado para su reutilización como fibras adecuadas para aplicaciones de revestimiento de suelos.

45 Otra desventaja de ambos tipos de procesos de reciclado de nailon es que éstos usan una alimentación con un mayor contenido de desechos que no contienen nailon que lo deseable para el proceso, o conllevan períodos prolongados para obtener productos de alimentación de nailon relativamente puros o exentos de color. En el caso de productos de materiales compuestos, tales como revestimientos de suelos como alfombras y losetas de moqueta, la presencia de otros materiales, por ejemplo, cargas, materiales de respaldo, pigmentos, adhesivos, puede complicar el esfuerzo de reciclado del nailon, haciendo necesario que estos materiales sean física y/o químicamente separados del nailon antes de cualquier procesado específico de la fibra de nailon.

60 Existe por tanto una necesidad en la técnica de un proceso de reciclado de nailon que no requiera despolimerización, que no degrade de forma significativa el peso molecular del polímero de nailon recuperado y que sea útil

## ES 2 299 084 T3

para preparar nailon adecuado para extrusión a fibras y, en particular, nailon que se ha obtenido a partir de material de revestimiento de suelos, sin la necesidad de una separación física excesiva de otros componentes de la materia alimentación, por ejemplo, usando procedimientos que van más allá de la clasificación neumática.

5 El documento WO02/36668 describe un proceso en el que nailon, que se puede obtener en forma de material residual, tal como material residual o de desecho de revestimiento de suelos (obtenidos, por ejemplo, de alfombras, losetas de moqueta u otros revestimientos de suelos usados, o como orillos producidos en la fabricación de alfombras o losetas de moqueta), se pone en contacto con un alcohol a una temperatura elevada y a una presión elevada. El uso de una presión elevada reduce la temperatura y tiempo de disolución al cual el nailon del material residual se disolverá de forma eficaz en la mezcla disolvente. Al menos en parte, como resultado de esta disminución en la temperatura de disolución, el nailon se puede disolver con una degradación de su peso molecular sustancialmente menor. Esta conservación del peso molecular permite que el proceso use de forma eficaz nailon que se ha extrudido a fibras, tal como el encontrado en revestimientos de suelos y produce nailon que de nuevo se va a extrusionar a fibras, para uso en revestimiento de suelos. En efecto, el proceso del documento WO02/36668 permite reciclar el nailon presente en 15 revestimiento de suelos sin que pierda calidad. Aunque el proceso se puede usar con nailon que se ha separado de otros componentes del material compuesto, esto no se produce necesariamente con materiales de revestimiento de suelos usados corrientemente.

El proceso del documento WO02/36668 se puede considerar como un procedimiento para recuperar nailon que incluye:

- poner en contacto el nailon con un disolvente que contiene alcohol a temperatura elevada y a presión mayor que la presión de equilibrio del disolvente que contiene alcohol a la temperatura elevada;
- eliminar del disolvente que contiene alcohol que contiene nailon disuelto cualquier sólido sin disolver;
- reducir la temperatura del disolvente que contiene alcohol que contiene nailon disuelto para precipitar el nailon disuelto. El nailon recuperado se puede procesar y reutilizar posteriormente.

El aumento en la presión del nailon y la mezcla que contiene alcohol se puede llevar a cabo introduciendo gas inerte en el recipiente o conducto de disolución. De forma alternativa, el aumento en la presión de la mezcla disolvente se puede llevar a cabo aumentando la carga de presión de la mezcla disolvente bombeada al reactor. Por ejemplo, el recipiente a través del cual se introduce al reactor podría tener un área de la sección transversal que supere la del recipiente a través del cual se extrae el disolvente del reactor, creando una carga de presión en el reactor suficiente para reducir la temperatura de disolución del nailon y así la temperatura del reactor.

El procedimiento del documento WO02/36668 es adecuado para recuperar nailon de materiales residuales y es particularmente adecuado para usar con materiales residuales que contienen nailon, tales como alfombras o losetas de moqueta usadas o retales, u orillos obtenidos durante la producción de estos materiales. En particular, se ha encontrado que el uso del procedimiento con losetas de moqueta es muy beneficioso, puesto que estos materiales son de forma típica estructuras de material compuesto que tienen una serie de capas estratificadas. El procedimiento de la invención proporciona el beneficio adicional de hacer más fácil la separación de estas capas estratificadas, y en muchos casos los materiales residuales emergen del proceso de disolución con el nailon ya separado y las demás capas de materiales ya separadas. Esto confiere ventajas evidentes haciendo mucho más eficaz el reciclado de estos componentes adicionales.

Se ha encontrado que el procesado de nailon en contacto con disolventes requiere una cuidadosa manipulación con el fin de hacer el proceso de reciclado económicamente viable, en particular puesto que gran parte del proceso se lleva a cabo a temperatura y presión relativamente elevadas. Este reconocimiento no se ha descrito en la técnica anterior. Por ejemplo, cualquier calentamiento de la mezcla de fibras de nailon y disolvente hasta la temperatura de disolución se deberá llevar a cabo en condiciones y usando equipo de proceso que evite o reduzca la tendencia de las fibras o partículas a agruparse y sedimentar, obstruyendo el equipo y tuberías de proceso. Por consiguiente, la presente invención incluye realizaciones en las que se minimiza o evita esta obstrucción, permitiendo llevar a cabo el proceso de una forma más eficaz.

Una de las características del proceso que ayuda a proporcionar una menor obstrucción es un reciclado parcial de alta velocidad y alta relación de reciclado de disolvente a partículas o fibras de nailon que dejan el mezclador, antes de calentar la mezcla hasta la temperatura de disolución. La alta velocidad se puede mantener, por ejemplo, por una bomba de tornillo sin fin modificada de modo que su entrada no es la garganta de la bomba. La corriente de reciclado mantiene una corriente de alta velocidad que circula de forma constante a través de la salida del mezclador, los conductos hacia la bomba y la propia bomba. Este flujo es deseablemente flujo pistón agitado y mantener este tipo de flujo evita o minimiza la aglomeración y obstrucción del equipo de proceso.

Otra característica del proceso que ayuda a reducir la obstrucción es el uso de un intercambiador de calor de flujo pistón para calentar la mezcla disolvente/nailon hasta la temperatura de disolución. Esto evita el uso de intercambiadores de calor de tipo carcasa y tubo u otros diseños de intercambiador en los que curvaturas cerradas, cabezales o manguitos, estrechamientos y otros elementos proporcionan oportunidades para que las partículas de nailon sedimenten y obstruyan el equipo. Ejemplos de intercambiadores de calor de flujo pistón incluyen intercambiadores de serpentín, intercambiadores de tubos apilados, reactores de flujo pistón con camisa de calentamiento, intercambiadores de placas y carcasa y otros diseños que permiten un flujo turbulento de la mezcla de proceso.

## ES 2 299 084 T3

Otra característica de proceso que aumenta la eficiencia del proceso de recuperación de nailon es el uso de sistemas de filtración de alta eficiencia para concentrar el nailon precipitado en solución. Ejemplos incluyen filtración por membrana, ultrafiltración, ósmosis inversa y técnicas similares de separación de alta eficiencia. Un ejemplo de dicho proceso es la filtración con membrana con procesado mejorado por vibración oscilante de la membrana ("VSEP").  
5 Otro ejemplo es un filtro prensa. Ambas técnicas pueden aumentar sustancialmente el contenido en sólidos de la corriente de proceso, haciendo más eficiente la posterior operación de secado sin sacrificar producto (es decir, sin pérdida significativa de producto).

10 Por consiguiente, la presente invención proporciona un procedimiento para recuperar nailon de un material que contiene nailon:

15 poner en contacto el material que contiene nailon con un disolvente que contiene alcohol en un recipiente de mezcla, en el que se extrae al menos una porción de la mezcla de material que contiene nailon y disolvente que contiene alcohol del recipiente de mezcla y se devuelve al recipiente de mezcla a un caudal elevado;

20 aumentar la temperatura y presión de la mezcla hasta que se alcance una presión que es mayor que la presión de equilibrio del disolvente que contiene alcohol a la temperatura elevada, disolviendo de este modo el nailon en el disolvente que contiene alcohol;

25 eliminar del disolvente que contiene alcohol que contiene nailon disuelto cualquier sólido sin disolver; y  
reducir la temperatura, o presión, o ambas, del disolvente que contiene alcohol que contiene nailon disuelto para precipitar el nailon disuelto.

La invención proporciona además un aparato para recuperar nailon de un material que contiene nailon, que incluye:

30 un recipiente de mezcla adaptado para mezclar materiales que contienen nailon con un disolvente líquido;

un sistema de bomba de separación de caudal elevado en comunicación de fluido con el recipiente de mezcla, adaptado para extraer una porción del contenido del recipiente de mezcla y devolverla al recipiente de mezcla a un caudal elevado;

35 un intercambiador de calor a presión en comunicación de fluido con el recipiente de mezcla, la bomba de separación, o ambos, adaptado para calentar una mezcla de nailon y disolvente del recipiente de mezcla hasta una temperatura elevada a una presión por encima de la presión de vapor de equilibrio del disolvente;

un sistema de filtración en comunicación de fluido con el intercambiador de calor a presión, adaptado para eliminar sólidos no disueltos de una corriente de fluido;

40 un precipitador en comunicación de fluido con el sistema de filtración, el intercambiador de calor a presión, o ambos, adaptado para reducir la presión de una corriente de fluido, disminuir la temperatura de una corriente de fluido, o ambos;

45 un concentrador en comunicación de fluido con el precipitador, adaptado para eliminar disolvente de, y aumentar el contenido en sólidos de, una mezcla de nailon precipitado y disolvente;

un secador en comunicación de fluido con el concentrador, adaptado para secar una mezcla concentrada de nailon y disolvente.

50 El sistema de bombeo comprende de forma típica dos bombas: una bomba de recirculación de caudal elevado y una segunda bomba adaptada para extraer una porción del flujo y alimentarlo a un intercambiador de calor mientras aumenta su presión. La bomba de recirculación de caudal elevado está típicamente en comunicación de fluido con la salida del recipiente de mezcla (en el lado de entrada de la bomba de recirculación) y la segunda bomba (en el lado de salida de la bomba de recirculación). La segunda bomba está típicamente en comunicación de fluido con la bomba de recirculación de caudal elevado (en el lado de entrada de la segunda bomba) y el intercambiador de calor y entrada de recirculación del recipiente de mezcla (en el lado de salida de la segunda bomba).  
55

La invención proporciona todavía un tipo de bomba adecuado para la segunda bomba en el sistema de bomba de separación que dispone de:

60 una cavidad progresiva que incluye:

un extremo distal;

65 un extremo proximal;

un rotor de cavidad progresiva que se extiende a través de al menos una porción de la cavidad progresiva;

## ES 2 299 084 T3

un estátor de cavidad progresiva que rodea al rotor de cavidad progresiva y está dispuesto entre los extremos distal y proximal de la cavidad progresiva;

5 una cámara de entrada en comunicación de fluido con el extremo proximal de la cavidad progresiva;

una abertura de entrada lateral en comunicación de fluido con la cámara de entrada;

una abertura de salida de recirculación lateral en comunicación de fluido con la cámara de entrada;

10 una salida de corriente de proceso en comunicación de fluido con el extremo distal de la cavidad progresiva;  
y

un eje de accionamiento unido al rotor de cavidad progresiva.

15 Otras características de la invención son evidentes a partir de las reivindicaciones.

El proceso de la invención tiene como resultado una ventaja significativa porque el nailon obtenido tiene un mayor peso molecular que el nailon de la corriente de alimentación.

20 Si esto tiene como resultado la retención de fragmentos de nailon de menor peso molecular en solución o el resultado de la formación de cadenas de nailon que se alargan o entrecruzan durante el proceso no queda claro. Lo que está claro es que el nailon de peso molecular más elevado tiene una alta tenacidad cuando se extrusiona a fibras, haciendo al material producido por el proceso bastante adecuado para su reutilización como fibra. Como resultado, el proceso de la invención recicla nailon sin obtener material reciclado de menor valor y proporciona un procedimiento  
25 sostenible para reutilizar el nailon usado en las fibras de alfombras.

La Fig. 1(A) es un diagrama esquemático del proceso para una realización del proceso de la invención.

30 La Fig. 1(B) es una continuación del diagrama esquemático del proceso de la Fig. 1(A) de acuerdo con una realización de la invención.

La Fig. 1(C) es una continuación del diagrama esquemático del proceso de la Fig. 1(A) de acuerdo con otra realización de la invención.

35 La Fig. 1(D) es una continuación del diagrama esquemático del proceso de la Fig. 1(C).

40 La Fig. 2 muestra una realización de una bomba de separación de acuerdo con la invención. La Fig. 2(A) es una vista lateral desde la izquierda de la bomba de acuerdo con la invención; La Fig. 2(B) es una vista en sección transversal desde la izquierda de la bomba mostrada en la Fig. 2(A).

En resumen, el proceso de la invención conlleva el uso de un disolvente o mezcla de disolventes, que contiene un alcohol inferior, para disolver nailon a una presión por encima de la presión de equilibrio del disolvente a la temperatura de disolución. El nailon está de forma deseable en forma de nailon 6,6, pero puede incluir otros náilones o sus combinaciones. El nailon, que puede estar molido, triturado, cortado o modificado su tamaño de cualquier otra  
45 forma, se puede añadir como material residual de revestimiento de suelos o de desecho, tales como alfombras o losetas de moqueta, o como algún otro material compuesto, o básicamente como nailon puro, se pone en contacto con el disolvente o mezcla de disolventes en un recipiente o conducto de disolución. Con el fin de conseguir y mantener la disolución sin obstruir las tuberías de proceso, se usa durante la etapa de mezcla una recirculación con un alto caudal de la suspensión fibra/disolvente. Se puede usar una bomba de alta presión para aumentar la presión de la corriente de  
50 proceso por encima de la presión de vapor de equilibrio del disolvente. Después de calentar/disolver en un recipiente o conducto de disolución, tal como un intercambiador de calor de flujo pistón, la solución de nailon/disolvente se recristaliza o precipita y seca usando un proceso de secado de alta eficacia, que puede estar precedido por un proceso para aumentar el contenido en sólidos de la corriente de proceso, tal como un VSEP, un filtro prensa o una combinación de estos. El proceso de secado puede incluir secadores rotativos de evaporación súbita, secadores de bandejas, secadores horizontales de paletas, secadores Bry-Air y/u otros aparatos de secado, los cuales pueden funcionar todos en un  
55 ambiente de gas inerte o bajo suficiente vacío para mantener un ambiente relativamente exento de oxígeno. El nailon recristalizado resultante tiene un peso molecular muy alto, una tenacidad extremadamente buena y por lo general es bastante adecuado para la hilatura a fibras; el proceso representa así un medio sostenible para reciclar fibra de nailon residual de alfombras sin reducir el valor de la fibra reciclada.

60 En una realización particular la alimentación producto de una alfombra, constituido por el respaldo primario de la alfombra almohadillado con fibra de nailon 6,6, se cortó usando cuchillas cortantes cilíndricas giratorias que cortaron las fibras hasta una longitud consistente. Un sistema de vacío dispuesto por encima de las cuchillas cortantes absorbe las fibras de nailon cortadas del respaldo; las fibras son capturadas por el sistema de vacío y embolsadas, prensadas y  
65 enfardadas.

El recipiente de disolución se mantiene a una presión mayor que la presión de equilibrio del sistema disolvente a la temperatura seleccionada. Por ejemplo, a una temperatura de aproximadamente 150°C, la presión de equilibrio

## ES 2 299 084 T3

de un sistema disolvente etanol/agua será de aproximadamente 689,5 kPa (100 psig). La presión en el recipiente puede aumentarse en una cantidad que varía de aproximadamente 2068 kPa (300 psig) a aproximadamente 4137 kPa (600 psig), más particularmente de aproximadamente 2068 kPa (300 psig) a aproximadamente 3447 kPa (500 psig), incluso más particularmente de aproximadamente 2758 kPa (400 psig) a aproximadamente 3447 kPa (500 psig). Una técnica para aumentar la presión es aumentar la carga de presión del sistema disolvente que entra en el recipiente. Esto se puede hacer, por ejemplo, eliminando líquido del recipiente a través de un conducto que tiene una menor área de la sección transversal que el conducto que alimenta el disolvente al reactor, o usando una bomba de alta presión para impulsar la corriente de proceso a través de una válvula de control de presión o una placa de orificio, añadiendo gas inerte tal como N<sub>2</sub> al recipiente o conducto de disolución antes de o durante la disolución. De forma alternativa, la presión en el recipiente se puede aumentar introduciendo una cantidad suficiente de gas inerte, por ejemplo, nitrógeno o argón, al recipiente de disolución.

El recipiente de disolución se calienta hasta una temperatura de disolución de aproximadamente 130°C a aproximadamente 155°C, más particularmente de aproximadamente 135°C a aproximadamente 145°C, incluso más particularmente de aproximadamente 140°C a aproximadamente 145°C, y se mantiene a esta temperatura durante un período de tiempo suficiente para disolver la cantidad deseada de nailon. De forma sorprendente, el uso de una mayor presión permite el funcionamiento a temperaturas por debajo de 160°C.

Esta mayor presión permite una mayor y más rápida disolución del nailon en el sistema disolvente al compararla con el nivel y velocidad de disolución a la presión de equilibrio para dicha temperatura. Explicado de otro modo, para el mismo nivel de disolución, la invención permite que el proceso se lleve a cabo a una menor temperatura que la del proceso a la presión de equilibrio, o incluso un proceso a una presión ligeramente elevada (por ejemplo, aproximadamente 344,7 kPa (50 psig)). La degradación del nailon disminuye de este modo, dando lugar a un producto de mayor calidad que es adecuado para la extrusión a fibras. Más en particular, el proceso de la invención da como resultado un producto de nailon que está enriquecido en nailon de alto peso molecular al compararlo con procesos convencionales que no se llevan a cabo a presión elevada.

Disolventes y mezclas de disolventes adecuados incluyen alcanoles inferiores, sus mezclas y mezclas de alcanoles inferiores con agua. Más en particular, alcanoles inferiores adecuados incluyen metanol, etanol, propanoles, butanoles y sus mezclas. Se ha encontrado que son particularmente adecuadas las mezclas de metanol y agua. En particular, son deseables mezclas de etanol y agua debido a los menores problemas medioambientales y normativos asociados con el uso de etanol al compararlos con el uso de otros alcanoles. Cuando se mezclan con agua, los alcanoles se usan generalmente en proporciones que varían de aproximadamente 40% a aproximadamente 90% de alcanol:agua. En particular, se ha encontrado que es adecuada para la mayoría de aplicaciones una mezcla de 80% de etanol y agua. Es deseable que el disolvente o mezcla de disolventes esté sustancialmente exenta (es decir, no contiene más de aproximadamente 1%) de glicoles u otros polioles. Se ha encontrado que el agua hace el proceso más económico y se cree que disminuye el tiempo de disolución de algunos disolventes alcanol.

Después de la disolución, por ejemplo, de desecho de alfombras, en el recipiente de disolución o conducto de disolución, tal como un intercambiador de calor flujo pistón, la mezcla se extrae del recipiente de disolución. La solución caliente se filtra para separar los componentes no disueltos, y la solución se enfría a presión atmosférica a aproximadamente 120°C a aproximadamente 130°C para recrystalizar o precipitar el nailon disuelto. El nailon se filtra de la solución resultante, dejando en solución los aceites, lubricantes y plastificantes, materiales de revestimiento y otras impurezas. Cuando la solución de nailon/disolvente se enfría, el nailon de alto peso molecular precipita primero y puede filtrarse por tanto de la solución manteniendo la temperatura de la solución entre aproximadamente 120°C y aproximadamente 130°C. Esto permite que los materiales de bajo peso molecular, originados de la extrusión previa o que sufren poca degradación en el peso molecular, permanezcan en solución y separados del producto de nailon. Aunque la solución también retiene algunos componentes solubles que pueden estar presentes en materiales de revestimiento de suelos, tales como plastificantes, lubricantes y materiales de revestimiento, la mezcla disolvente puede recuperarse por evaporación y/o destilación. El nailon precipitado se puede lavar entonces con una mezcla limpia de alcanol/agua caliente y secarse, por ejemplo, en un horno de vacío.

Se ha encontrado que el uso de mayor presión permite el uso de temperaturas de disolución o extracción inferiores a 160°C, manteniendo la viscosidad relativa (un indicador del peso molecular) del nailon a un nivel aceptable para usar en la extrusión de fibras. Aunque no se pretende estar limitado por ninguna teoría, se cree que este efecto se origina, al menos en parte, por una disolución mejor o más completa de fracciones de nailon de bajo peso molecular, que quedan entonces en solución cuando precipitan las fracciones de nailon de mayor peso molecular.

Además, se ha encontrado que la disolución puede potenciarse separando las etapas de proceso de mezcla y de calentamiento, llevando a cabo estas funciones en equipo de proceso separado y reciclando una corriente de la mezcla disolvente/nailon, que puede incluir disolvente y sólidos no disueltos, tanto de nailon como de otros materiales. Esta corriente de reciclado se bombea a una velocidad relativamente alta desde el recipiente de mezcla, a través de una bomba, y se devuelve al recipiente de mezcla. La velocidad de la mezcla es suficiente para proporcionar un flujo pistón a través del bucle de reciclado, de forma deseable flujo pistón turbulento. Se separa una corriente de proceso del material reciclado para su posterior procesado; reciclar el material en el depósito de mezcla de este modo evita que las partículas y fibras de nailon sedimenten y obstruyan el sistema de bombeo, salidas del depósito y tuberías. La relación de reciclado (la relación del volumen reciclado a volumen total) no es particularmente crítica, pero puede variar de forma típica de aproximadamente 0,971 a 0,981.

## ES 2 299 084 T3

Esta realización del proceso puede comprenderse más claramente con referencia a las Figuras 1(A), 1(B) y 1(C), que proporcionan vistas esquemáticas de dos realizaciones del proceso de la invención. En ambas realizaciones, en el mezclador 1 se mezcla la corriente de alimentación 2 que contiene nailon mezclado, el disolvente 3 y la alimentación 4 de gas inerte. El disolvente 3 y la corriente de alimentación 2 que contienen nailon mezclados a presión y una porción de esta mezcla se extrae como corriente 5 efluente de mezcla por la bomba 5a. La corriente efluente 5b de la bomba 5a se introduce en la bomba de separación 6, que divide la corriente en una corriente 7 de reciclado de caudal elevado, que se devuelve al mezclador 1 y una corriente 9 de proceso de bajo caudal, que es bombeada por la bomba de separación 6 al sistema 10 de intercambiador de calor. La corriente 7 de reciclado se procesa a velocidad lineal relativamente alta; la corriente 9 se separa de la corriente 7, típicamente a un caudal significativamente menor. Ambas son bombeadas a través de tuberías o conductos que tienen superficies internas relativamente lisas, tales como tubería con un revestimiento interno preformado, con el fin de conseguir un flujo pistón agitado y disminuir la oportunidad de que las fibras de nailon o partículas en la corriente sedimenten y obstruyan el equipo de proceso.

La corriente 9 de proceso pasa a través del sistema 10 de intercambiador de calor en el que es calentada por un fluido de trabajo introducido a través de la corriente 11 de entrada (deseablemente vapor) y sale a través de la corriente 12 de salida (deseablemente condensado). La mezcla 13 calentada abandona el sistema 10 de cambiador de calor con al menos parte (deseablemente la mayoría) del nailon de la corriente 9 de proceso disuelto en el disolvente 3. La mezcla 13 calentada también puede contener partículas de materiales no disueltos, por ejemplo respaldos de alfombras, plastificante, fibra reforzante o cargas. Estos materiales en forma de partículas pueden separarse por filtración por el sistema 14 de cesta/filtración, de modo que la corriente 15 filtrada es fundamentalmente nailon disuelto y disolvente. Además, para ayudar a reducir la cantidad de materiales no disueltos que fluyen a través del sistema 15, los desechos de alfombras molidos y/o decantados pueden aclararse a conciencia en agua u otro líquido de aclarado para eliminar la mayor parte posible de material en forma de partículas antes de la introducción en el mezclador.

La corriente 15 filtrada se alimenta entonces a un precipitador, en el que el nailon disuelto precipita de la solución. Debido a que la solución está a una presión relativamente alta, se puede usar ventajosamente si las operaciones de enfriamiento para la precipitación no son deseables un precipitador por evaporación súbita, que separa el nailon de la solución disminuyendo la presión de la solución. La suspensión resultante de nailon precipitado y disolvente se puede extraer del precipitador como corriente 17 efluente y opcionalmente se puede reciclar una porción de esta corriente 18, 20 al precipitador por la bomba 19 para agitar la suspensión y evitar la sedimentación del nailon producto.

La porción no reciclada de la suspensión 21 efluente precipitada se hace pasar a un sistema 22 de filtración en el que se concentra y se elimina la corriente 33 de permeado del disolvente. La corriente 27 de concentrado sin lavar se alimenta a un depósito 24 de lavado en el que se lava con el líquido 25 de lavado, de forma típica una mezcla de agua y disolvente similar a la usada en el mezclador. En la realización de la invención mostrada esquemáticamente en la Fig. 1(B), la corriente 26,28 de efluente del lavador se recicla al sistema 22 de filtración mediante la bomba 29 de reciclado del depósito de lavado. El sistema 22 de filtración reconcentra la corriente lavada y la corriente lavada reconcentrada se alimenta entonces al secador 31, en el que se separan el disolvente residual y el agua. En la realización de la invención ilustrada esquemáticamente en la Fig. 1(C), la corriente 27 de concentrado sin lavar se alimenta a otro sistema 22a de filtración, que puede ser del mismo tipo o de tipo diferente al sistema 22 de filtración, donde se reconcentra y se extrae la corriente 33a de permeado. El producto 32 lavado, concentrado y seco se extrae del secador 31, mostrado en la Fig. 1(D) para esta realización de la invención. Los expertos en la técnica reconocerán que puede ser necesario o deseable incluir otras etapas de lavado y/o reconcentración antes de secar, con el fin de separar la máxima cantidad posible de contaminantes, disolvente y agua.

El nailon sólido resultante del proceso tiene un peso molecular suficientemente alto que es adecuado para usos de alto valor, tales como hilatura de fibras, así como para usos de menor valor, tales como moldeo por inyección. Además, se ha encontrado sorprendentemente, que el nailon producido por este proceso se puede procesar a fibra de nailon que tiene tenacidades que son considerablemente mayores que las que pueden obtenerse usando nailon virgen y que cuando se usan mezclas con material virgen la tenacidad aumenta cuando aumenta la proporción de nailon reciclado en la fibra.

El mezclador 1 puede ser un recipiente a presión que funcione como un depósito agitado, con entradas para el material 2 de desecho que contienen nailon, disolvente 3 y gas inerte 4, tal como nitrógeno, para aportar una atmósfera protectora al depósito. El depósito también puede estar provisto de una abertura u otro acceso para un agitador motorizado, y de una salida y una entrada para la eliminación e introducción de mezcla reciclada. El disolvente 3 es típicamente una mezcla de alcohol y agua, por ejemplo, una mezcla de etanol y agua, por ejemplo, una mezcla 80:20 v/v de etanol y agua. El material de desecho 2 puede ser residuos de alfombras o losetas de moqueta, y puede estar en forma de trozos cortados o molidos o desmenuzados, como orillos, o en trozos más grandes. El uso de material desmenuzado es particularmente adecuado para el proceso de la invención. Además, aunque no es estrictamente necesario, es ventajoso pretratar el material desmenuzado sedimentando el mismo al menos a nailon parcialmente separado de otros materiales de desecho, aclarando el mismo para eliminar los materiales en partículas que no son nailon o alguna combinación de estos. Como ejemplo, el material desmenuzado se puede clasificar primero, por ejemplo, por clasificación neumática, para separar en gran medida el nailon del PVC y otros materiales y el nailon se puede aclarar para eliminar partículas menores como PVC o partículas de carga de carbonato cálcico.

La mezcla de disolvente y material 5 que contiene nailon (que puede incluir fundamentalmente nailon, o puede ser una mezcla de nailon y materiales insolubles, por ejemplo, respaldo de alfombras o plastificantes), se extrae del

mezclador a través de una válvula de salida y pasa a una bomba 5a para reciclar y procesar. Esta bomba puede ser deseablemente una bomba centrífuga o de otro tipo adecuada para obtener altos caudales, y también puede tener capacidades de reducción de tamaño (por ejemplo, la denominada bomba “cortadora” o centrífuga de cizalladura). El efluente de la bomba 5a de caudal elevado se hace pasar a través de una bomba 6 de segunda etapa, que recicla una porción de su entrada de nuevo al aparato de mezcla a un caudal y/o velocidad lineal similar al enviado por la bomba 5a. Otra porción de la entrada es bombeado por la bomba 6 como efluente a un menor caudal y velocidad lineal y es enviado a la etapa siguiente en el proceso.

La bomba de separación 6 es deseablemente una bomba de tornillo o de husillo de rotor sencillo o doble, tal como una bomba de cavidad progresiva MOYNO, en particular una bomba MOYNO serie L que se ha modificado para que tenga una entrada y una salida en la garganta de succión de la bomba. El efluente de caudal elevado de la bomba 5a pasa a esta entrada. Una porción de la corriente de entrada pasa a través de la porción de cavidad progresiva de la bomba 6 y sale de la bomba a través del estátor, desde el que es conducida a las siguientes etapas de proceso. Esta porción es alimentada a un caudal y velocidad lineal considerablemente menores que los de la corriente de entrada. La porción restante de la corriente de entrada pasa a través de la garganta de la bomba 6 sin pasar a través de la porción de cavidad progresiva de la bomba y sale de la bomba a través de una abertura de efluente opuesta a la abertura de entrada en el área de garganta de la bomba. Esta corriente es devuelta a un caudal alto al recipiente de mezcla como corriente de reciclado.

Una realización de una bomba de separación 6 adecuada para usar en el proceso de esta invención se ilustra en la Fig. 2. El uso de una abertura 201 de entrada en el área 205 de garganta de la bomba, una abertura de salida correspondiente, también en el área de garganta de la bomba, y la abertura 203 de salida de corriente de proceso ayuda a minimizar la obstrucción de la bomba originada por aglomeración de fibras o partículas de nailon. Además, la bomba puede funcionar a una presión relativamente alta y producir una velocidad lineal suficientemente alta para crear un flujo pistón agitado de la mezcla o suspensión en la corriente de proceso que sale del estátor 209 a través de la salida 203. Como se indica, una porción significativa del efluente de la bomba es reciclado de nuevo al recipiente de mezcla. El reciclado extensivo de la mezcla ayuda a mantener las fibras o partículas de nailon en suspensión y limitan la aglomeración. Una porción del efluente de la bomba se separa de la corriente de reciclado haciéndola pasar a través del estátor 209 y a la salida 203 y luego haciéndola pasar al sistema 10 de intercambiador de calor del proceso. La abertura 207 se usa para limpiar la bomba y normalmente se mantiene cerrada durante el funcionamiento de la bomba.

La Fig. 2A muestra una vista lateral izquierda de la realización de la bomba de separación 6 descrita antes. Se sobreentiende que la vista lateral derecha es una imagen especular de la vista lateral izquierda. La bomba es accionada por un motor (no mostrado) acoplado a un eje motor 211 que está acoplado a un eje cardán 213 (en la Fig. 2B) que se extiende a través del área 205 de garganta de la bomba. Este eje cardán está acoplado a un rotor 215 (Fig. 2B), que crea cavidades progresivas 217 (Fig. 2B) en combinación con el estátor 209. Una entrada 201 opuesta a la abertura de salida similar permite que una porción del material de entrada sea reciclada fuera de la bomba, mientras que se separa una porción por la combinación de rotor/estátor y abandona la bomba por la salida 203. La bomba de separación de acuerdo con esta invención puede ser realizada por modificación de una bomba de cavidad progresiva MOYNO serie L practicando aberturas en cada lado de la garganta de la bomba, como se indica en la Fig. 2A, soldando las bridas apropiadas alrededor de las aberturas y cerrando la abertura de carga en la parte superior de la bomba.

El sistema 10 de intercambio de calor puede incluir uno o más intercambiadores de calor que permiten un flujo pistón continuo de la mezcla, mientras que elevan su temperatura hasta una temperatura de disolución, que varía típicamente de aproximadamente 130°C a aproximadamente 155°C, más particularmente a una temperatura de aproximadamente 135°C a aproximadamente 145°C, incluso más particularmente a una temperatura de aproximadamente 140°C a aproximadamente 145°C, y a una presión por encima de la presión de vapor de equilibrio del disolvente. Presiones típicas varían de aproximadamente 2068 kPa (300 psig) a aproximadamente 4137kPa (600 psig), más particularmente de aproximadamente 2068 kPa (300 psig) a aproximadamente 2758 kPa (400 psig), incluso más particularmente de aproximadamente 2758 kPa (400 psig) a aproximadamente 3447 kPa (500 psig). Intercambiadores de calor adecuados incluyen intercambiadores de calor apilados o reactores de flujo pistón encamisados, intercambiadores de calor de serpentín y otros diseños de intercambiador que permiten un flujo pistón a alta presión. Por ejemplo, uno o más intercambiadores de calor de serpentín, en los que el fluido de proceso pasa a través de un lado de tubo liso y la corriente pasa a través del lado de la carcasa, se pueden usar para calentar la corriente de proceso hasta la temperatura de disolución, en particular en procesos a menor escala. Un intercambiador de calor apilado o reactor de flujo pistón encamisado, con vapor u otro fluido de transferencia de calor que fluye a través de la camisa, se puede usar en particular en procesos a mayor escala. Una característica importante del intercambiador de calor es que no requiere que la corriente de proceso fluya a través de manguitos, cabezales, estrechamientos, expansiones u otras obstrucciones de flujo que puedan permitir que el material sedimentado se acumule antes de la disolución del nailon. Se ha encontrado que los intercambiadores de calor apilados que usan, por ejemplo conductos centrales sin juntas con una camisa de flujo llena son particularmente adecuados en este sentido, ya que estos no causan ninguna aglomeración significativa de la suspensión que se disuelve.

De forma deseable, el tiempo de residencia en el intercambiador de calor es suficientemente largo para permitir que la mayoría o todo el nailon suspendido se disuelva. El tiempo de residencia puede variar, dependiendo de otros parámetros, por ejemplo, la cantidad de sólidos en la mezcla, el caudal, la temperatura y presión de disolución, pero de forma típica es al menos de aproximadamente 60 segundos, más particularmente al menos aproximadamente 180 s para sólidos de nailon al 2%. El tiempo de residencia mínimo aumentará con el aumento de la carga de sólidos.

## ES 2 299 084 T3

5 Todo material en forma de partículas que quede después de la disolución se puede separar de la corriente de proceso por un sistema 14 de filtración que contiene deseablemente uno o más filtros o cestas. Por ejemplo, se puede usar un filtro preliminar para separar las partículas más grandes, por ejemplo, las que son mayores de 100  $\mu\text{m}$ , seguido por un filtro más fino para separar partículas más pequeñas, por ejemplo, las de aproximadamente 1  $\mu\text{m}$ . Si es necesario para una filtración eficaz, la corriente de proceso se puede dividir y hacerse pasar a través de dos o más bancos de filtros.

10 La corriente 15 de proceso filtrada, a presión y caliente se hace pasar entonces a un precipitador 16 para precipitar el nailon de la solución. El precipitador puede ser un simple depósito agitado en el que la menor presión en el depósito provoca la precipitación del nailon. De forma alternativa, para obtener nailon precipitado se pueden usar precipitadores más complejos, por ejemplo, cristalizadores evaporativos de circulación forzada, cristalizadores de magma, cristalizadores de deflectores de tubos con aspiración y cristalizadores enfriados en la superficie. El precipitador 16 puede estar en comunicación de fluido con las corrientes 18 y 20 de reciclado opcionales y con la bomba 19 de reciclado. Se puede reciclar de vuelta al precipitador una corriente de reciclado de precipitado y aguas madres, en una cantidad suficiente para mantener una porción sustancial de sólidos suspendidos en la mezcla disolvente y evitar la sedimentación. La corriente 17 de proceso que abandona el precipitador contiene generalmente una suspensión de nailon precipitado en disolvente y el nailon y las aguas madres se separan por el sistema de filtración 22. El sistema de filtración 22 puede ser cualquier sistema de filtración adecuado; no obstante, se ha encontrado que un sistema de ósmosis inversa o de filtración por membrana proporciona buenos resultados. En particular, es particularmente adecuado para separar de forma eficaz el material en partículas de nailon de las aguas madres de la precipitación un sistema con procesado mejorado por vibración oscilante de la membrana (VSEP), tal como el producido por New Logic Research, Inc.. Sin embargo, se puede usar un filtro prensa en lugar de, o como sistema auxiliar al sistema VSEP para proporcionar una suspensión de nailon con mayor contenido en sólidos más adecuada para la filtración convencional y/o secado del nailon.

25 En una realización de la invención las partículas de nailon precipitado se lavan con agua u otra solución de lavado acuosa y se secan. En la realización ilustrada, una porción de las partículas 27 se lavan en el lavador 24 con agua 25 y la suspensión resultante 26 se recicla por la bomba 29 al sistema de filtración 22 para reconcentrar, después de lo cual las partículas 30 reconcentradas se secan en el secador 31, produciendo el nailon producto 32 secado.

30 El secador 31 puede ser uno o más de una diversidad de tipos de secadores disponibles, dependiendo del nivel de contenido en sólidos de la suspensión de nailon precipitado obtenida del proceso de filtración. Los secadores funcionan de forma deseable a vacío o en una atmósfera de gas inerte como se ha descrito antes. Un sistema VSEP puede concentrar típicamente la corriente producto hasta un contenido en sólidos de aproximadamente 5 - 6%, que es demasiado bajo para una operación eficaz de muchos secadores disponibles comercialmente. La adición (o sustitución por) un filtro prensa puede aumentar el contenido en sólidos hasta un 25% o superior. A contenidos en sólidos mayores que aproximadamente 10%, se puede usar de forma eficaz un secador rotativo de evaporador súbita o un secador de tipo paletas. Con una corriente de alimentación con un 10% de contenido en sólidos, un secador rotativo de evaporación súbita (APV) puede proporcionar un producto secado con un contenido en volátiles de tan solo aproximadamente 1,5% o inferior. Pueden obtenerse concentraciones de volátiles de tan solo 0,07% usando un secador de palas (Littleford Day) que contiene paletas y cuchillas agitadoras.

45 Como se ha explicado antes, el proceso de la invención usa corrientes de reciclado en la mezcla y cristalización del disolvente, usa equipo de bombeo especializado y evita bordes y giros internos bruscos en el equipo y tuberías de proceso para reducir las incrustaciones en el equipo de proceso. Además, se ha encontrado que, de forma inesperada, algunos disolventes, como los disolventes alcohol, pueden suspender en cantidades significativas las fibras o partículas de nailon en la corriente de alimentación durante o después del proceso de mezcla. Como resultado, es deseable usar una relación de disolvente a corriente de alimentación residual relativamente alta, por lo general en el intervalo de aproximadamente 90% en peso a aproximadamente 99% en peso, en base al peso total de la solución/suspensión de la corriente alimento. El uso de una suspensión relativamente diluida de nailon permite el bombeo más sencillo de la suspensión a través de todo el proceso.

La invención puede comprenderse más claramente por referencia a los siguientes Ejemplos, que no pretenden limitar el alcance de la invención en modo alguno.

### 55 Ejemplo 1

60 Se llevaron a cabo una serie de ensayos en los que se ensayaron hilo de nailon o virutas de nailon para determinar una viscosidad relativa basal. Las virutas de nailon también se disolvieron en una mezcla de metanol/agua, el nailon recuperado y se midió su viscosidad relativa. Se cortaron una serie de losetas de moqueta que contenían nailon (designadas como Muestras números 1-6) y se colocaron en un recipiente a presión al que se añadieron 400 ml de un disolvente alcohol y 100 ml de agua como se indica a continuación, y se calentó la mezcla y presurizó como se indica a continuación. La solución se extrajo del recipiente a presión a otro recipiente en el que se enfrió hasta que precipitó el nailon. Este nailon se ensayó seguidamente para determinar la viscosidad relativa usando el mismo procedimiento que se usó para el hilo o las virutas de nailon. Los resultados se indican a continuación en la Tabla 1.

65

# ES 2 299 084 T3

TABLA 1

Muestras	Temp. de digestión (°C)	Disolvente (concentración 80%)	Presión final, kPa (psig)	Viscosidad relativa
Hilo de Nailon 6,6	No digerido	ND	ND	44
PA 66 estándar	No digerido	ND	ND	45
PA 66 estándar	165	Metanol	~1413 (205)	34
1	165	Isopropanol 99%	~965,3 (140)	40
2	165	Etanol desnaturalizado	~275 8 (400)	37
3	175	Etanol desnaturalizado	~1034 (150)	34
4	165	Etanol puro	~1034 (150)	42
5	155	Etanol desnaturalizado	~2758 (400)	44
6	155	Etanol puro	~3103 (450)	48
7	150	Etanol puro	~2758 (400)	45
8	145	Etanol puro	~2758 (400)	

## Ejemplo 2

Se siguió un procedimiento similar al usado en el Ejemplo 1, usando dos muestras de la misma loseta de moqueta o alfombra de telar ancho y variando la presión de las mismas. Los resultados se presentan a continuación en la Tabla 2. Cuando se indica “Metanol” y “Etanol puro”, se mezclaron 400 ml de estos disolventes con 100 ml de agua (“Etanol puro” indica simplemente que no se había desnaturalizado el etanol). Cuando se indica “Metanol 100%”, no está incluido el agua en la mezcla. Las muestras 1 y 3 se tomaron de losetas de moqueta, la Muestra 2 se tomó de una alfombra de telar ancho y la Muestra 4 se tomó de alfombra precortada con adhesivo aplicado en estado fundido.

TABLA 2

Muestras	Temp. de digestión (°C)	Disolvente	Presión final, kPa (psig)	Valor de viscosidad	Viscosidad relativa
Hilo de nailon 6,6	No digerido	ND	ND	135	44
PA 66 estándar	No digerido	ND	ND	137	45
PA 66 estándar	165	Metanol	~1413 (205)	112	34
1A	155	Metanol 100%	~1448 (210)	141	47
1B	155	Etanol puro	~1034 (150)	141	47
2A	155	Metanol 100%	~1448 (210)	162	60
2B	155	Etanol puro	~1034 (150)	166	62

## ES 2 299 084 T3

### Ejemplo 3

Se precalentó una mezcla al 80% de etanol y agua hasta las temperaturas indicadas a continuación, y se añadió de una vez a un recipiente que contenía fibra de nailon en cantidad suficiente para proporcionar una mezcla al 3,5% en peso de disolvente y nailon. La mezcla se presurizó a la presión indicada en la Tabla 3 y se mantuvo a la presión durante el tiempo indicado a continuación. El líquido se extrajo del recipiente y se enfrió en un recipiente encamisado hasta una temperatura de 120°C. El líquido enfriado resultante se filtró para separar el nailon precipitado. Se midió el nailon sin disolver que queda en el primer recipiente y se calculó un rendimiento de nailon disuelto a nailon total añadido a la mezcla.

TABLA 3

Experimento	Temperatura (°C)	Presión kPa (psig)	Tiempo (min.)	Rendimiento (%)
1	143	~2068 (300)	37	64
2	143	~2758 (400)	23	82
3	147	~3103 (450)	23	100
4	150	~3447 (500)	15	100
5	160	~1034 (150)	45	88

### Ejemplo 4

Se procesó a través del aparato mostrado en la Fig. 1 el material alimento obtenido por cizallamiento, recogida a vacío, embolsado y embalado de residuos de alfombras de telar ancho de nailon 6,6. Se tomaron 10 muestras de cordones de fibra de nailon alimento y se analizaron para confirmar que era nailon 6,6. La fibra de nailon alimento se mezcló con etanol hasta una concentración de 2,75% en peso en base al peso total de la solución alimento, en el mezclador 1, se llevó a una presión de ~2930 a ~3172 kPa (425 a 460 psi). El calentamiento en el intercambiador de calor 10 (un intercambiador de calor de serpentín) elevó la temperatura de la suspensión hasta 138 a 143°C. Se usó un caudal bajo a través del intercambiador de calor de 1,32 a 1,5 gpm. La solución se filtró y precipitó en un depósito de cristalización a una temperatura que variaba de aproximadamente 115 a 125°C. El nailon suspendido en solución se hizo pasar entonces a un primer sistema de filtración/concentración (es decir, un VSEP) para concentrar la solución hasta 5% a 6% en peso de contenido en sólidos. Los sólidos secados obtenidos de los experimentos previos se volvieron a mezclar hasta un contenido en sólidos de 10-15% para permitir un funcionamiento más eficaz del secador (el proceso se modificó luego para añadir un filtro prensa después de la operación del VSEP para eliminar la necesidad de nueva mezcla). Aunque esto significa que algunos de los sólidos pasaban a través del secador varias veces, los resultados fueron bastante buenos. Este material se filtró de nuevo con un filtro de 100  $\mu\text{m}$ .

Se secaron de nuevo y se peletizaron ~ 45,36 kg (100 lbs) del polvo de nailon para obtener material con un contenido en humedad de 500 ppm y un tamaño de partícula relativamente uniforme. Aproximadamente 31,75 kg (70 lbs) de este material peletizado se extrusionó a través de un paquete de filtro (a una presión posterior de aproximadamente 3447 kPa (500 psig)) y una hilera durante el curso de 2-3 horas para obtener fibra de nailon. El denier y la tenacidad del hilo obtenido por este proceso se analizó y se indica a continuación en la Tabla 4:

TABLA 4

DENIER	TENACIDAD
2429	~1,41 kg (3,11 lb)

La fibra se procesó a hilo que se incorporó entonces a una alfombra que tenía un peso expuesto de 0,576 kg/m<sup>2</sup>. No se usó otra fibra en el hilo para preparar el tejido expuesto de la alfombra. Se formaron los penachos de hilo en un respaldo primario Lutradur con un respaldo Glasbac.

## ES 2 299 084 T3

Se llevaron a cabo varios ensayos en la alfombra obtenida por este proceso, cuyos resultados se resumen a continuación en la Tabla 5.

TABLA 5

ENSAYO	RESULTADO
Mantenimiento del Art 5 años (Seco)	8,25
Mantenimiento del Art 5 años (Húmedo)	8
Resistencia de Burrough	9083 meg
Deslaminación - Seco	Sin separación
Flúor	2322
Resistencia IBM	3783 meg
Resistencia a la luz	2-3 (60 AFU)
Dióxido de nitrógeno	4-5 (2 cy.)
Atenuación de ozono	4-5 (2 cy.)
Panel radiante	0,70
Panel radiante - 15 min	0,78
Humo - Llama	166
Humo - Llama - 4 min.	131
Humo - Sin Llama	438
Humo - Sin Llama - 4 min.	66
Manchas (tinte rojo 40) - 24 horas	10
Unión del penacho - Seco	~3,93 kg (8,66 lb)
Tambor de Vetterman	1,5 @ 22.000 cy.

Además, se midieron el peso molecular del material alimento residual cizallado y del nailon seco obtenido del proceso y el nailon peletizado antes de la extrusión a fibras como el peso molecular medio viscoso. El peso molecular de la alimentación se determinó que era aproximadamente 30 kdaltons. 6 muestras de nailon, obtenidas del proceso descrito antes y secadas luego en un secador rotativo de evaporación súbita APV o en un secador a vacío Littleford Day, tuvieron como promedio un peso molecular de aproximadamente 38 kdaltons. El peso molecular del nailon peletizado se determinó que era aproximadamente de 40 kdaltons.

### Ejemplo 5

Se combinó nailon 6,6 obtenido de la disolución a presión de residuos de alfombras cizallados descritos antes con nailon virgen en diferentes relaciones en peso, se extrusionó a fibra estirada y no estirada y se evaluó la tenacidad y alargamiento. Se llevó a cabo la misma evaluación en fibra de nailon totalmente virgen. Los resultados para la tenacidad y alargamiento promedios se proporcionan a continuación en la Tabla 6.

TABLA 6

Muestra nº	Contenido: Reciclado:Virgen	Tenacidad sin estirar	Alargamiento Sin estirar	Tenacidad Estirado	Alargamiento Estirado
1	25:75	1,03	437,90	3,56	19,75
2	50:50	1,01	411,02	3,58	20,33
3	100:0	1,04	370,74	3,89	19,88
Control	0:100	0,937	408,87	2,7-3,2 (espec.)	

## ES 2 299 084 T3

Los datos muestran que, sorprendentemente, la tenacidad para fibras que contienen nailon reciclado obtenido por el proceso de esta invención es mejor que la tenacidad obtenida para fibra de nailon sin estirar virgen, y está bastante por encima de las especificaciones de la industria para fibra de nailon estirada. Por otro lado, a medida que aumenta el contenido de reciclado de la fibra, la tenacidad mejora sorprendentemente más.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para recuperar nailon de un material que contiene nailon, que comprende:

5 poner en contacto el material que contiene nailon con un disolvente que contiene alcohol en un recipiente de mezcla, en el que se extrae al menos una porción de la mezcla de material que contiene nailon y disolvente que contiene alcohol del recipiente de mezcla y se devuelve al recipiente de mezcla a un caudal elevado;

10 aumentar la temperatura y presión de la mezcla hasta que se alcanza una presión que es mayor que la presión de equilibrio del disolvente que contiene alcohol a la temperatura elevada, disolviendo de este modo el nailon en el disolvente que contiene alcohol;

15 eliminar del disolvente que contiene alcohol que contiene nailon disuelto cualquier sólido sin disolver; y

reducir la temperatura, o presión, o ambas, del disolvente que contiene alcohol que contiene nailon disuelto para precipitar el nailon disuelto.

2. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que la temperatura de la mezcla se aumenta en un intercambiador de calor de flujo pistón.

3. Un procedimiento según la reivindicación 2, en el que el intercambiador de calor de flujo pistón comprende un intercambiador de calor de serpentín.

4. Un procedimiento según la reivindicación 2, en el que el intercambiador de calor de flujo pistón comprende un intercambiador de calor con una camisa de único paso apilado.

5. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende además concentrar, deshidratar o aumentar por cualquier otro medio la concentración porcentual de sólidos del nailon precipitado.

6. Un procedimiento según la reivindicación 5, en el que la concentración, deshidratación o aumento por cualquier otro medio de la concentración del nailon precipitado comprende someter la corriente que contiene nailon precipitado a una filtración en membrana con procesado mejorado por vibración oscilante.

7. Un procedimiento según la reivindicación 5 o la reivindicación 6, en el que la concentración, deshidratación o aumento por cualquier otro medio de la concentración de nailon precipitado comprende someter a la corriente que contiene nailon precipitado a un filtro prensa.

8. Un procedimiento según la reivindicación 5, en el que la concentración, deshidratación o aumento por cualquier otro medio de la concentración de nailon precipitado aumenta el contenido en sólidos del nailon precipitado en el líquido hasta al menos 5%.

9. Un procedimiento según la reivindicación 8, en el que el contenido en sólidos se incrementa hasta al menos 10%.

10. Un procedimiento según la reivindicación 8, en el que el contenido en sólidos se incrementa hasta al menos 25%.

11. Un procedimiento según la reivindicación 8, que comprende además secar el nailon precipitado, deshidratado y concentrado en un secador que funciona a vacío o en una atmósfera de gas inerte.

12. Un procedimiento según la reivindicación 11, en el que el secado se produce en un secador rotativo de evaporación súbita.

13. Un procedimiento según la reivindicación 11, en el que el secado se produce en un secador de palas que comprende paletas y cuchillas agitadoras.

14. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la presión durante el contacto varía de ~2068 kPa (300 psig) a ~3447 kPa (500 psig).

15. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la temperatura elevada varía de 135°C a 155°C.

16. Un procedimiento según la reivindicación 15, en el que la temperatura elevada es 140°C.

17. Un procedimiento para recuperar nailon de un material que contiene nailon, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que dicha porción de la mezcla de material que contiene nailon y disolvente que contiene alcohol se extrae del recipiente de mezcla mediante una bomba de separación.

## ES 2 299 084 T3

18. Un procedimiento según la reivindicación 17, en el que se desvía una porción del material extraído a un procesado posterior y se devuelve una porción al recipiente de mezcla.

5 19. Un procedimiento para aumentar la tenacidad de fibra de nailon, que comprende:

usar una fibra de nailon de alimentación como material que contiene nailon en un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores;

10 extrusionar el nailon recuperado a una fibra que tiene una mayor tenacidad que la de la fibra de nailon de alimentación.

20. Un procedimiento para aumentar el peso molecular de nailon de alimentación que comprende:

15 usar un nailon de alimentación como material que contiene nailon en un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores;

secar el nailon recuperado para formar nailon sólido que tiene un peso molecular sustancialmente mayor que el del nailon de alimentación.

20 21. Un procedimiento según la reivindicación 20, en el que el peso molecular del nailon sólido es al menos 8 kdalton mayor que el del nailon de alimentación.

25 22. Un procedimiento según la reivindicación 21, en el que el peso molecular del nailon sólido es al menos 10 kdalton mayor que el del nailon de alimentación.

23. Un aparato para recuperar nailon de un material que contiene nailon, que comprende:

un recipiente de mezcla adaptado para mezclar materiales que contienen nailon con un disolvente líquido;

30 una bomba de separación de caudal elevado en comunicación de fluido con el recipiente de mezcla, adaptada para extraer una porción de los contenidos del recipiente de mezcla y devolverlos al recipiente de mezcla a un alto caudal;

35 un intercambiador de calor a presión en comunicación de fluido con el recipiente de mezcla, la bomba de separación, o ambos, adaptado para calentar una mezcla de nailon y disolvente del recipiente de mezcla hasta una temperatura elevada a una presión por encima de la presión de vapor de equilibrio del disolvente;

40 un sistema de filtración en comunicación de fluido con el intercambiador de calor a presión, adaptado para separar los sólidos sin disolver de una corriente de fluido;

un precipitador en comunicación de fluido con el sistema de filtración, el intercambiador de calor a presión, o ambos, adaptado para reducir la presión de una corriente de fluido, reducir la temperatura de una corriente de fluido, o ambos;

45 un concentrador en comunicación de fluido con el precipitador, adaptado para separar el disolvente de, y aumentar el contenido en sólidos de, una mezcla de nailon precipitado y disolvente;

50 un secador en comunicación de fluido con el concentrador, adaptado para secar una mezcla concentrada de nailon y disolvente.

24. Aparato según la reivindicación 23, en el que la bomba de separación de caudal elevado comprende una bomba de cavidad progresiva que comprende una entrada lateral dispuesta cerca de la garganta de la bomba, y una salida lateral dispuesta sustancialmente opuesta a la entrada lateral.

55 25. Aparato según la reivindicación 23 o la reivindicación 24, en el que el concentrador comprende un filtro de membrana con procesado vibratorio mejorado.

60 26. Aparato según una cualquiera de las reivindicaciones 23 a 25, en el que el concentrador comprende un filtro prensa.

27. Una bomba de separación que comprende:

una cavidad progresiva, que comprende:

65 un extremo distal;

un extremo proximal;

## ES 2 299 084 T3

un rotor de cavidad progresiva que se extiende a través de al menos una porción de la cavidad progresiva;

5 un estátor de cavidad progresiva que rodea al rotor de cavidad progresiva y está dispuesto entre los extremos distal y proximal de la cavidad progresiva;

una cámara de entrada en comunicación de fluido con el extremo proximal de la cavidad progresiva;

10 una abertura de entrada lateral en comunicación de fluido con la cámara de entrada;

una abertura de salida de recirculación lateral en comunicación de fluido con la cámara de entrada;

15 una salida de corriente de proceso en comunicación de fluido con el extremo distal de la cavidad progresiva;  
y

un eje de accionamiento unido al rotor de cavidad progresiva.

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

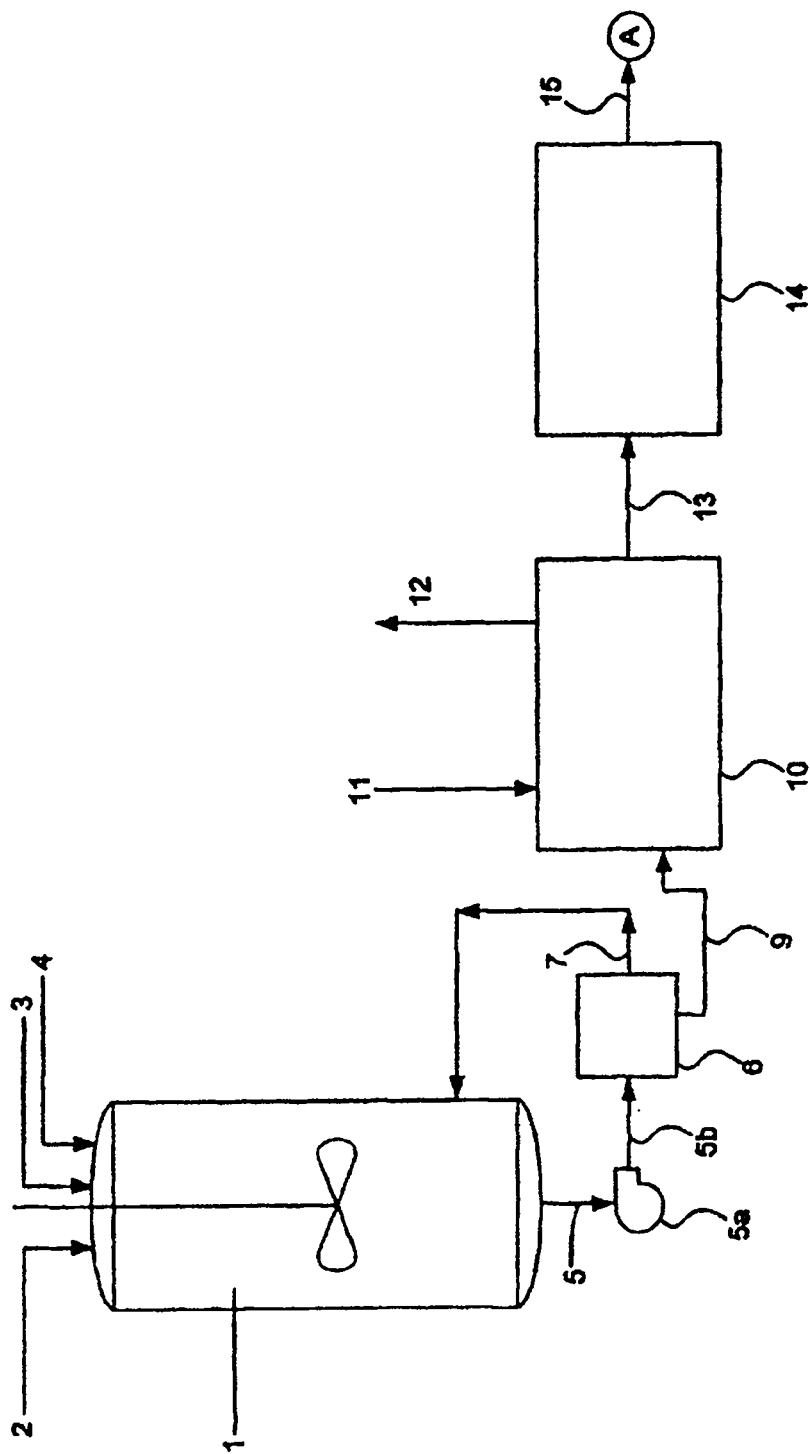


FIG. 1(A)

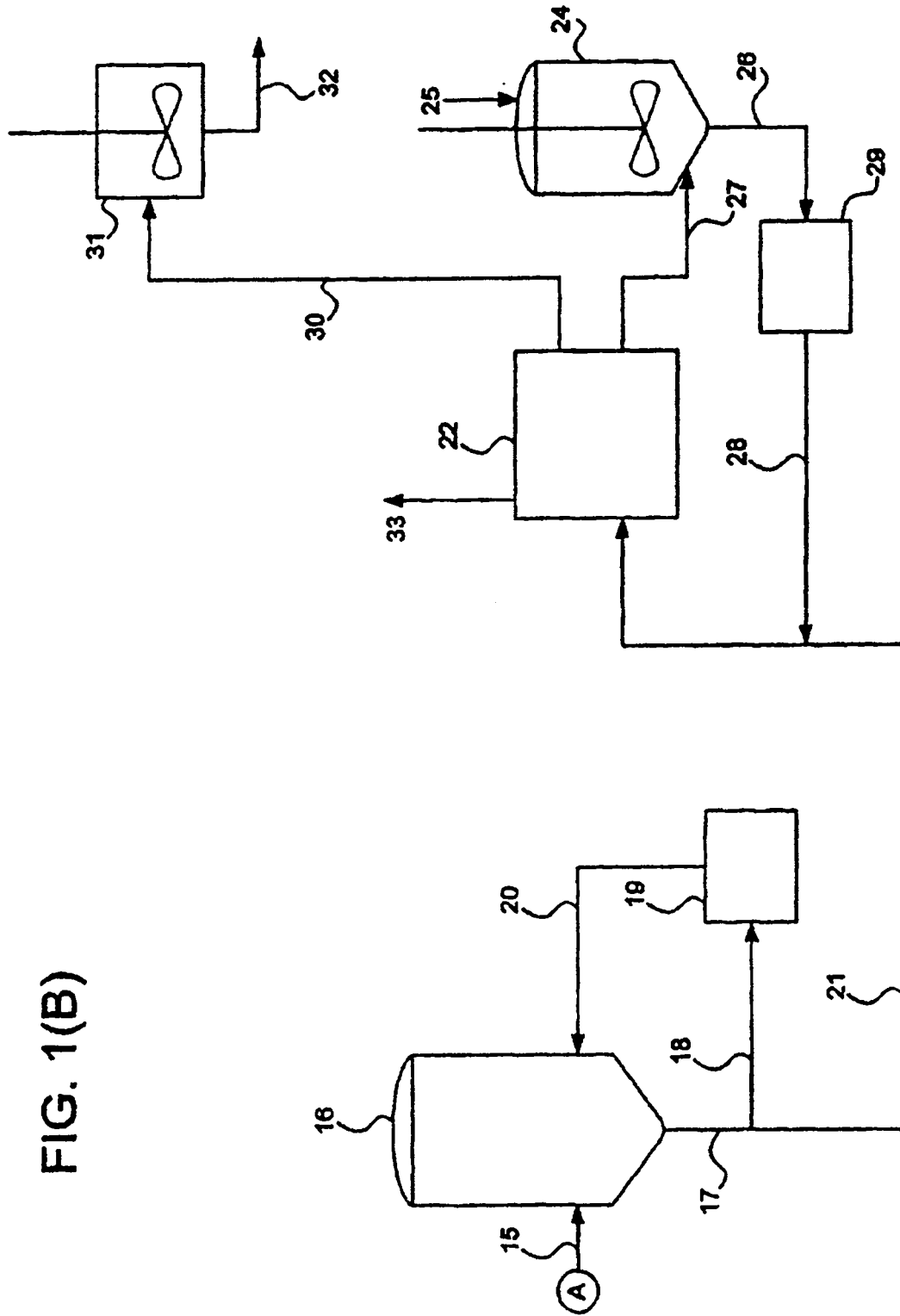


FIG. 1(B)

FIG. 1(C)

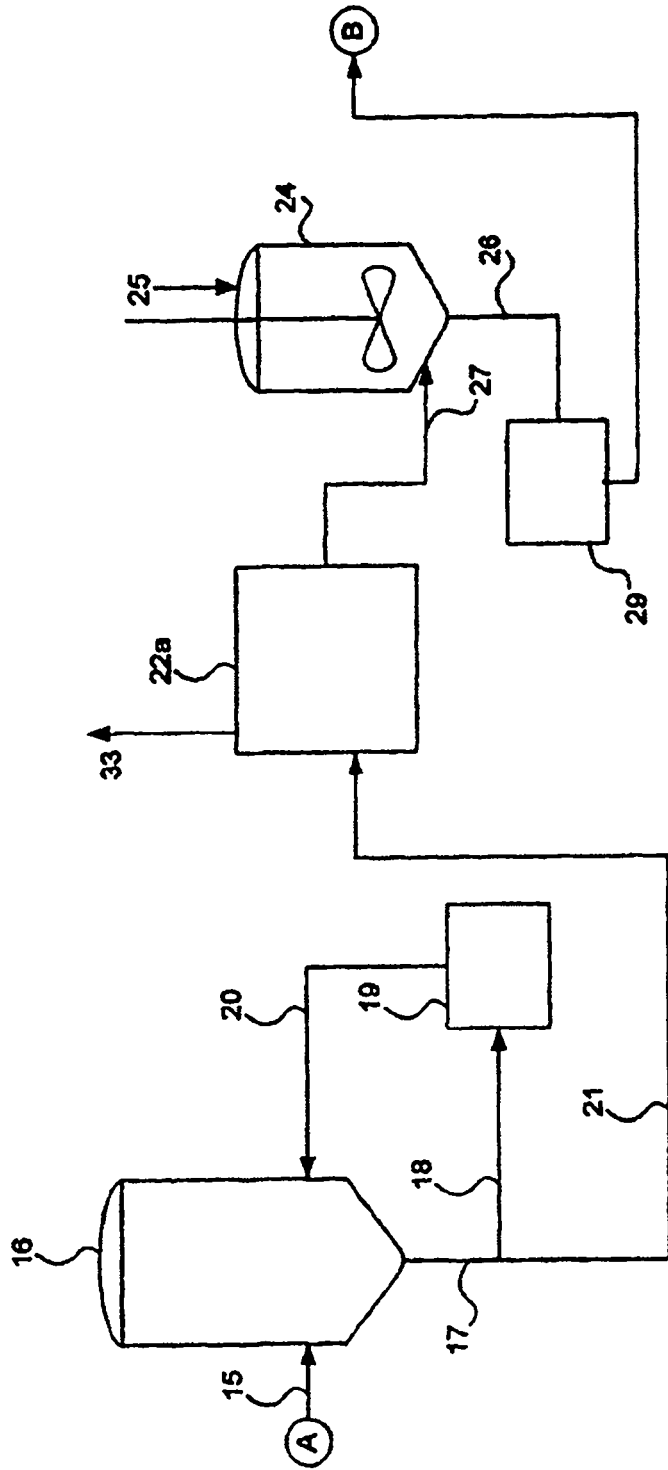
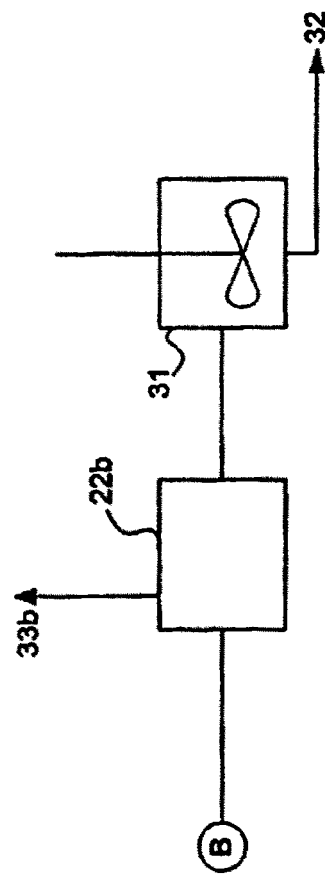


FIG. 1(D)



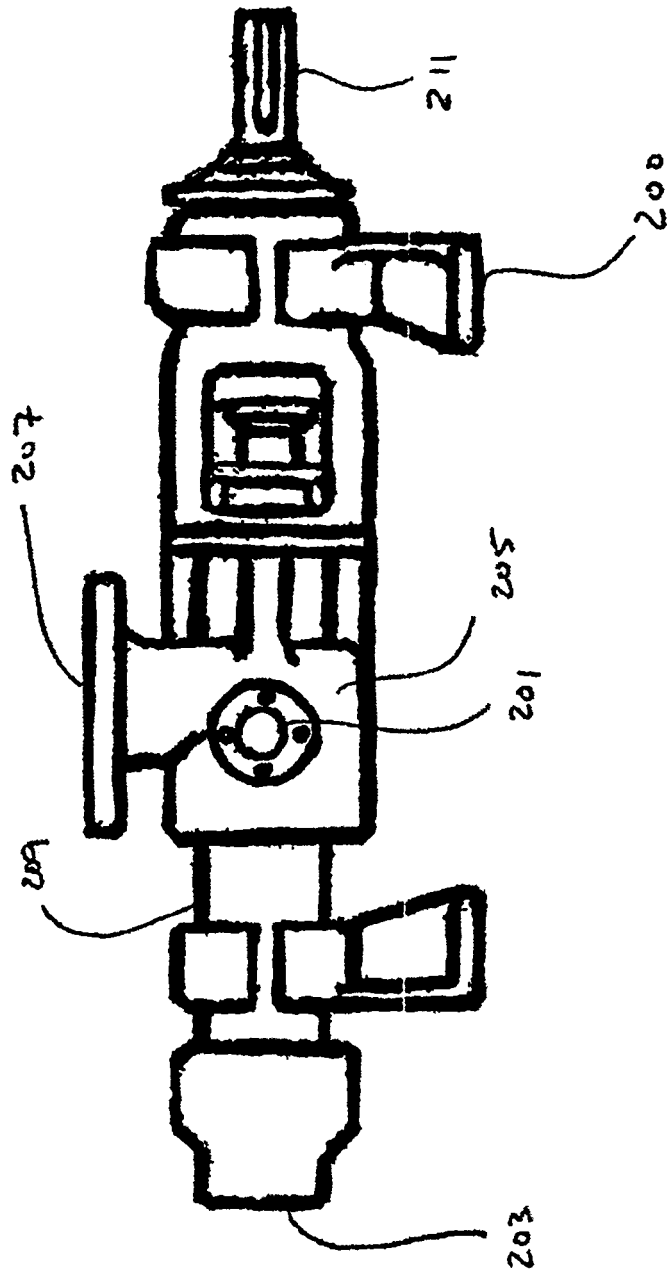


FIG 2A

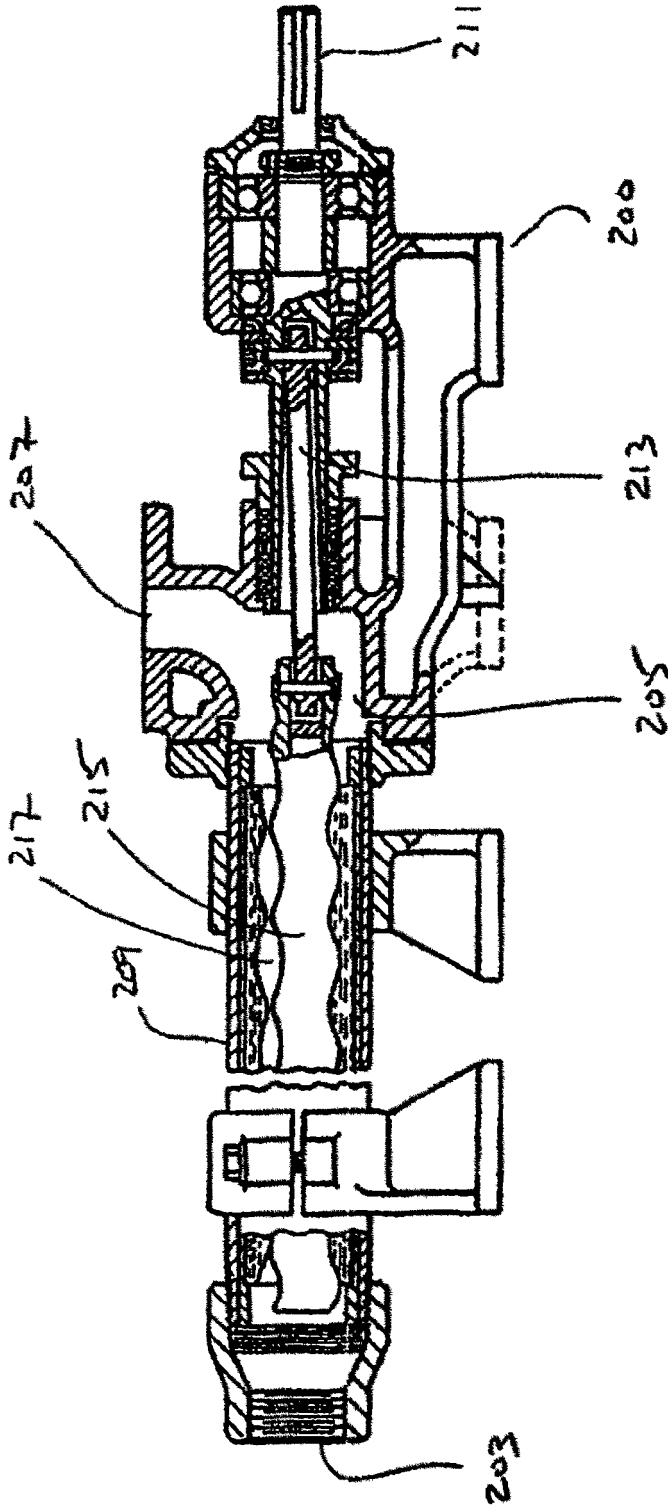


Fig 2B