

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
COURBEVOIE

(11) Nº de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

3 117 397

(21) Nº d'enregistrement national :

20 13159

(51) Int Cl⁸ : B 29 B 17/02 (2020.12), C 08 J 11/08

(12)

BREVET D'INVENTION

B1

(54) PROCÉDÉ DE TRAITEMENT DE PLASTIQUES USAGES PAR DISSOLUTION DES POLYMERES ET PURIFICATION PAR EXTRACTION.

(22) Date de dépôt : 14.12.20.

(30) Priorité :

(43) Date de mise à la disposition du public
de la demande : 17.06.22 Bulletin 22/24.

(45) Date de la mise à disposition du public du
brevet d'invention : 25.08.23 Bulletin 23/34.

(56) Liste des documents cités dans le rapport de
recherche :

Se reporter à la fin du présent fascicule

(60) Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

Demande(s) d'extension :

(71) Demandeur(s) : IFP Energies nouvelles EPIC — FR.

(72) Inventeur(s) : Damien LEINEKUGEL LE COCQ,
WEISS WILFRIED, SIBEAUD MATHILDE et AUGIER
FREDERIC.

(73) Titulaire(s) : IFP Energies nouvelles EPIC.

(74) Mandataire(s) :



Description

Titre de l'invention : PROCEDE DE TRAITEMENT DE PLASTIQUES USAGES PAR DISSOLUTION DES POLYMERES ET PURIFICATION PAR EXTRACTION

Domaine technique

[0001] La présente invention concerne un procédé de traitement de plastiques usagés afin d'obtenir un flux de plastiques purifié qui peut être valorisé par exemple en nouveaux objets plastiques. Plus particulièrement, la présente invention concerne un procédé de traitement d'une charge plastique, notamment issue des déchets plastiques, comprenant en particulier des thermoplastiques comme par exemple des polyoléfines, ledit procédé comportant une étape d'extraction d'une solution de polymères afin d'éliminer au moins en partie les impuretés, notamment les additifs classiquement utilisés dans les matériaux à base de matière plastique, par exemple les colorants, les pigments, les charges organiques et inorganiques, de manière à pouvoir valoriser la charge plastique, en séparant les polymères, en particulier les thermoplastiques, que ladite charge contient, pour pouvoir les récupérer et réutiliser.

Technique antérieure

- [0002] Les plastiques issus des filières de collecte et de tri peuvent être valorisés selon différentes filières.
- [0003] Le recyclage dit mécanique permet de réutiliser en partie certains déchets soit directement dans de nouveaux objets soit en mélangeant les flux de déchets plastiques triés mécaniquement à des flux de polymères vierges. Ce type de valorisation est limitée puisque le tri mécanique permet d'améliorer la pureté d'un flux en un type de polymère donné mais généralement il ne permet pas d'éliminer suffisamment les impuretés qui sont au moins en partie emprisonnées dans la matrice polymère, comme par exemple les additifs, tels que les charges (ou « fillers » selon la terminologie Anglo-Saxonne), les colorants, les pigments, et les métaux.
- [0004] Le recyclage dit chimique vise à reformer au moins en partie des monomères selon un enchainement d'étapes généralement complexe. Par exemple, les déchets plastiques peuvent subir une étape de pyrolyse et l'huile de pyrolyse récupérée, généralement après purification, peut être convertie au moins en partie par exemple en oléfines par vapocraquage. Ces oléfines peuvent ensuite être polymérisées. Ce type d'enchainement peut être adapté pour des charges peu triées ou des refus de centre de tri mais il nécessite généralement une consommation d'énergie importante du fait notamment des traitements à haute température.
- [0005] Une autre voie de recyclage des déchets plastiques consiste à mettre en solution, au

moins en partie, les plastiques, en particulier les thermoplastiques, en vue de les purifier en éliminant les polymères de la charge autres que celui/ceux visés et/ou les impuretés, par exemple les additifs tels que les charges ou fillers selon la terminologie anglo-saxonne, les colorants, les pigments, et les métaux.

- [0006] Plusieurs études présentent ainsi différentes méthodes de traitement de déchets plastiques par dissolution et purification. Le document US 2017/002110 décrit une méthode particulière de purification d'une charge polymère notamment issue de déchets plastiques par dissolution du polymère dans un solvant, dans des conditions particulières de température et de pression, puis contact de la solution polymère obtenue avec un solide.
- [0007] Le document WO 2018/114047 propose quant à lui une méthode de dissolution d'un plastique dans un solvant à une température de dissolution proche de la température d'ébullition du solvant. Cependant, le procédé du document WO 2018/114047 ne permet de traiter efficacement les impuretés autres que les polymères.
- [0008] Le document US 2018/0208736 propose un procédé de traitement par liquéfaction de thermoplastiques dans un solvant puis séparation des insolubles et/ou des gaz. Le procédé du document US 2018/0208736 ne permet pas de traiter efficacement les impuretés solubles dans le solvant.
- [0009] La présente invention vise à pallier ces inconvénients et participer au recyclage des plastiques, en particulier des thermoplastiques. Plus particulièrement, elle vise à proposer un procédé de traitement d'une charge plastique notamment issue des déchets plastiques, afin d'éliminer efficacement au moins en partie des impuretés, notamment les additifs classiquement ajoutés dans les matières plastiques, et plus particulièrement les impuretés solubles notamment dans les solvants organiques, de manière à pouvoir valoriser la charge plastique et plus particulièrement les déchets plastiques, en séparant et récupérant les polymères, en particulier les thermoplastiques, pour pouvoir les utiliser par exemple comme base polymère de nouveau objets plastiques.

Résumé de l'invention

- [0010] L'invention concerne un procédé de traitement d'une charge, comprenant :
- [0011] a) une étape de dissolution comprenant la mise en contact de la charge plastique avec un solvant de dissolution, à une température de dissolution entre 100°C et 300°C et une pression de dissolution entre 1,0 et 20,0 MPa abs., pour obtenir au moins une solution polymère brute ;
- [0012] b) une étape d'extraction par mise en contact de la solution polymère brute issue de l'étape a) avec un solvant d'extraction, à une température entre 100°C et 300°C, une pression entre 1,0 et 20,0 MPa abs. et à un ratio massique entre le débit massique du solvant d'extraction et le débit massique de la solution polymère brute compris entre

0,05 et 20,0, pour obtenir au moins une solution polymère extraite et un solvant usagé ; puis

- [0013] c) une étape de récupération des polymères, pour obtenir au moins une fraction solvant et une fraction de polymères purifiés.
- [0014] L'avantage du procédé de l'invention est de proposer un procédé de traitement efficace d'une charge comprenant des plastiques et en particulier des déchets plastiques notamment issus des filières de collecte et de tri, de manière à récupérer les polymères, plus particulièrement les thermoplastiques, qu'elle contient pour pouvoir les recycler vers tout type d'applications. Le procédé selon l'invention permet en effet d'obtenir un flux de polymères purifiés, plus particulièrement de thermoplastiques purifiés, et notamment de polyoléfines purifiées telles que le polyéthylène et le polypropylène, comprenant avantageusement une teneur en impuretés négligeable ou au moins suffisamment faible pour que ledit flux de polymères purifiés, plus particulièrement de thermoplastiques purifiés, puisse être introduit dans toute formulation de plastiques à la place de résine polymère vierge. Par exemple, le flux de polymères purifiés, plus particulièrement le flux de thermoplastiques purifiés et notamment le flux de polyoléfines purifiées, obtenu à l'issue du procédé selon l'invention comprend avantageusement moins de 5% poids d'impuretés, très avantageusement moins de 1% poids d'impuretés.
- [0015] Le procédé selon l'invention propose ainsi un enchainement d'opérations qui permet de débarrasser les déchets plastiques d'au moins une partie de leurs impuretés, notamment les additifs, et de récupérer des polymères purifiés, de manière à pouvoir valoriser les déchets plastiques par recyclage desdits polymères purifiés. Avantageusement, selon les conditions mises en œuvre dans les étapes du procédé, les composés présents dans la charge plastique peuvent être solubles ou insolubles dans le(s) solvant(s) utilisés tout au long du procédé selon l'invention, permettant une purification efficace des polymères.
- [0016] L'invention a comme avantage encore de participer au recyclage des plastiques et à la préservation des ressources fossiles, en permettant la valorisation des déchets plastiques. Elle permet, en effet, la purification des déchets plastiques en vue d'obtenir des fractions de polymères purifiés, à teneur réduite en impuretés, notamment décolorées et désodorisées, pouvant être réutilisées pour former des nouveau objets plastiques. Les fractions de polymères purifiés obtenues pourront ainsi être utilisées directement dans des formulations en mélange avec des additifs, par exemple des colorants, des pigments, d'autres polymères, à la place ou en mélange avec des résines polymères vierges, en vue d'obtenir des produits plastiques avec des propriétés d'usage, esthétiques, mécaniques ou rhéologiques facilitant leur réemploi et leur valorisation.

- [0017] La présente invention permet en outre de récupérer le(s) solvant(s) utilisé(s) pour traiter la charge plastique du procédé et de le(s) recycler après purification dans le procédé, ce qui évite la consommation excessives de solvant(s).
- [0018] Ainsi, la présente invention vise à purifier une charge plastique, en particulier des déchets plastiques, pour obtenir des polymères, en particulier les thermoplastiques et plus particulièrement les polyoléfines comme les polyéthylène et polypropylène, purifiés de manière à pouvoir les utiliser dans toute application notamment en remplacement des polymères vierges. La présente invention propose donc un procédé de purification par dissolution des polymères visés, c'est-à-dire à séparer et purifier. Plus particulièrement, la présente invention vise à proposer un procédé comprenant une étape de dissolution suivie d'au moins une étape de purification spécifique, plus particulièrement au moins une étape b) d'extraction éventuellement complétée par d'autres étapes de purification intermédiaires, pour obtenir une solution polymère purifiée à partir de laquelle les polymères purifiés pourront être récupérés.

Description des modes de réalisation

- [0019] Selon la présente invention, les expressions « compris entre ... et ... » et « entre et ... » sont équivalentes et signifient que les valeurs limites de l'intervalle sont incluses dans la gamme de valeurs décrite. Si tel n'était pas le cas et que les valeurs limites n'étaient pas incluses dans la gamme décrite, une telle précision sera apportée par la présente invention.
- [0020] Dans le sens de la présente invention, les différentes plages de paramètres pour une étape donnée tels que les plages de pression et les plages température peuvent être utilisées seule ou en combinaison. Par exemple, dans le sens de la présente invention, une plage de valeurs préférées de pression peut être combinée avec une plage de valeurs de température plus préférées.
- [0021] Dans la suite, des modes de réalisation particuliers de l'invention peuvent être décrits. Ils pourront être mis en œuvre séparément ou combinés entre eux, sans limitation de combinaisons lorsque c'est techniquement réalisable.
- [0022] Selon la présente invention, les pressions sont des pressions absolues et sont données en MPa absolu (ou MPa abs.).
- [0023] Les termes « amont » et « aval » sont à comprendre en fonction de l'écoulement général du/des fluides ou flux en question dans le procédé.
- [0024] Le terme « additifs » est un terme classiquement utilisé dans le domaines des polymères et en particulier dans le domaine des formulations des polymères. Les additifs introduits dans les formulations polymères peuvent être, par exemple, des plastifiants, des charges ou « fillers » selon la terminologie anglosaxonne consacrée (qui sont des composés solides organiques ou minéraux, permettant de modifier les

propriétés physiques, thermiques, mécaniques et/ou électriques des matériaux polymères ou d'en abaisser le prix de revient), des agents de renfort, des colorants, des pigments, des durcisseurs, des agents ignifugeants, des agents retardateurs de combustion, des agents stabilisants, antioxydants, des absorbeurs UV, des agents anti-statiques, etc.

- [0025] Les additifs correspondent à une partie des impuretés de la charge plastique à traiter et que le procédé de traitement selon l'invention permet d'éliminer au moins en partie. D'autres types d'impuretés peuvent être des impuretés d'usage ou des matériaux plastiques, comme par exemples des impuretés métalliques, des papiers/cartons, de la biomasse, d'autres polymères par exemple de type thermodurcissables ou thermoplastiques, etc.
- [0026] Ainsi selon l'invention, les impuretés, que le procédé selon l'invention permet d'éliminer au moins en partie du flux de polymères visés, comprennent les additifs classiquement utilisés dans les formulations polymères et généralement des impuretés d'usage issues du cycle de vie des matériaux et objets plastiques, et/ou issues du circuit de collecte et de tri des déchets. Ces dernières peuvent être des impuretés de type métalliques, organiques ou minérales ; il peut s'agir de résidus d'emballages, de résidus alimentaires ou de résidus compostables (biomasse). Ces impuretés d'usage peuvent également comprendre du verre, du bois, du carton, du papier, de l'aluminium, du fer, des métaux, des pneus, du caoutchouc, des silicones, des polymères rigides, des polymères thermodurcissables, des produits ménagers, chimiques ou cosmétiques, des huiles usagées, de l'eau.
- [0027] Selon l'invention, une solution polymère est une solution comprenant le solvant de dissolution et au moins des polymères, de préférence les polymères visés, plus particulièrement les thermoplastiques visés, notamment les polyoléfines visées, dissous dans ledit solvant de dissolution, les polymères dissous étant initialement présents dans la charge. La solution polymère peut en outre comprendre des impuretés solubles et/ou insolubles. En fonction des étapes du procédé selon l'invention subies, ladite solution polymère peut comprendre des impuretés sous forme de particules insolubles qui sont avantageusement en suspension dans ladite solution polymère, des impuretés solubles et dissoutes dans le solvant de dissolution, et/ou éventuellement une autre phase liquide non miscible avec ladite solution polymère.
- [0028] La température critique et la pression critique d'un solvant, en particulier solvant de dissolution et/ou solvant d'extraction, sont propres audit solvant et sont respectivement la température et la pression du point critique du solvant. Comme bien connu par l'homme du métier, au point critique et au-delà, le solvant est sous forme supercritique ou à l'état supercritique, les conditions opératoires de température et pression étant des conditions supercritiques du solvant ; il peut alors être appelé fluide supercritique.

- [0029] L'invention concerne un procédé de purification d'une charge plastique, composée de préférence de déchets plastiques et comprenant avantageusement des polymères, de préférence des thermoplastiques et plus particulièrement des polyoléfines, ledit procédé comprenant, de préférence, consistant en, :
- [0030] a) une étape de dissolution comprenant la mise en contact de la charge avec un solvant pour obtenir au moins une solution polymère brute ; puis
- [0031] E1) éventuellement une étape de séparation des insolubles pour obtenir au moins une solution polymère clarifiée et une fraction insolubles ;
- [0032] E2) éventuellement une étape de lavage, par contact avec une solution dense, pour obtenir au moins un effluent de lavage et une solution polymère lavée ;
- [0033] b) une étape d'extraction, par contact avec un solvant d'extraction, pour obtenir au moins une solution polymère extraite et un solvant usagé, en particulier chargé en impuretés ;
- [0034] E3) éventuellement une étape d'adsorption des impuretés par contact avec un solide adsorbant, pour obtenir au moins une solution polymère raffinée ; et enfin,
- [0035] c) une étape de récupération des polymères, pour obtenir au moins une fraction solvant et une fraction de polymères purifiés.
- [0036] La charge
- [0037] La charge du procédé selon l'invention, dite charge plastique, comprend des plastiques qui eux-mêmes comprennent plus particulièrement des polymères. De préférence, la charge plastique comprend entre 50 et 100% poids, de manière préférée entre 70% et 100% poids de plastiques.
- [0038] Les plastiques compris dans la charge du procédé selon l'invention sont généralement des rebus de production et/ou des déchets, notamment des déchets ménagers, des déchets du bâtiments ou encore des déchets d'équipements électriques et électroniques. De préférence, les déchets plastiques sont issus des filières de collecte et de tri. Les plastiques ou matières plastiques sont généralement des polymères qui sont le plus souvent mélangés à des additifs, en vue de constituer après mise en forme des matériaux et objets diverses (pièces moulées par injections, tubes, films, fibres, tissus, mastics, revêtements, etc.). Les additifs utilisés dans les plastiques peuvent être des composés organiques ou des composés inorganiques. Ce sont par exemple par exemple des charges ou « fillers », colorants, pigments, plastifiants, modificateurs de propriétés, retardateur de combustion, etc.
- [0039] La charge du procédé selon l'invention comprend donc des polymères et en particulier des thermoplastiques. Les polymères compris dans la charge plastique peuvent être des polymères d'alcènes, des polymères de diènes, des polymères vinyliques et/ou des polymères styréniques. De manière préférée, les polymères compris dans la charge plastique sont des polyoléfines, telles que du polyéthylène (PE), du polypropylène (PP)

et/ou des copolymères de l'éthylène et du propylène. De manière très préférée, les polymères de la charge plastique comprennent au moins 80% poids, de préférence au moins 85% poids, de manière préférée au moins 90% poids et de manière très préférée au moins 94% poids, de polyoléfines par rapport au poids total de la charge. Le procédé selon l'invention vise ainsi tout particulièrement à purifier et récupérer les polyoléfines contenues dans la charge pour pouvoir les réutiliser dans différentes applications.

- [0040] La charge plastique peut comprendre des mélanges de polymères, en particulier des mélanges de thermoplastiques et/ou des mélanges de thermoplastiques et autres polymères, et des impuretés, notamment les additifs avantageusement utilisés pour formuler la matière plastique et généralement des impuretés d'usage issues du cycle de vie des matériaux et objets plastiques, et/ou issues du circuit de collecte et de tri des déchets. La charge du procédé selon l'invention comprend généralement moins de 50% poids d'impuretés, de préférence moins de 20% poids d'impuretés, de manière préférée moins de 10% poids d'impuretés.
- [0041] Ladite charge comprenant des plastiques peut avantageusement être prétraitée en amont du procédé de manière à au moins éliminer tout ou partie des impuretés dites grossières, c'est-à-dire des impuretés sous forme de particules de taille supérieure ou égale 10 mm, de préférence supérieure ou égale à 5 mm, voire supérieure ou égale à 1 mm, par exemple des impuretés de type bois, papier, biomasse, fer, aluminium, verre..., et de la mettre en forme généralement sous forme de solides divisés de manière à faciliter le traitement dans le procédé. Ce prétraitement peut comprendre une étape de broyage, une étape de lavage à pression atmosphérique et/ou une étape de séchage. Ce prétraitement peut être réalisé sur un site différent, par exemple dans un centre de collecte et de tri des déchets, ou sur le même site où est mis en œuvre le procédé de traitement selon l'invention. De manière préférée, ce prétraitement permet de réduire la teneur en impuretés à moins de 6% en poids. A l'issue du prétraitement, la charge est généralement stockée sous forme de solides divisés, par exemple sous forme de broyats ou de poudre, de manière à faciliter la manipulation et le transport jusqu'au procédé.
- [0042] Etape a) de dissolution
- [0043] Selon l'invention, le procédé comprend une étape a) de dissolution dans laquelle la charge plastique est mise en contact avec un solvant de dissolution à une température de dissolution entre 100°C et 300°C et une pression de dissolution entre 1,0 et 20,0 MPa absolu, pour obtenir au moins une, de préférence une, solution polymère brute. Cette étape permet en effet avantageusement la dissolution d'au moins une partie, de préférence de la totalité, des polymères, de préférence des thermoplastiques, tout particulièrement des polyoléfines, comme le polyéthylène et/ou le polypropylène.

- [0044] Par dissolution, il faut comprendre tout phénomène conduisant à l'obtention d'au moins d'une solution de polymères, c'est-à-dire un liquide comprenant des polymères dissous dans un solvant, plus particulièrement dans le solvant de dissolution. L'homme du métier connaît bien le/les phénomènes(s) mis en jeu dans la dissolution des polymères et qui comprend au moins un mélange, une dispersion, une homogénéisation, un désenchevêtrement des chaînes polymères et plus particulièrement des chaînes thermoplastiques.
- [0045] Au cours et à l'issue de l'étape a) de dissolution, les conditions de pression et de température permettent de maintenir le solvant de dissolution, au moins en partie et de préférence la totalité du solvant de dissolution, à l'état liquide, tandis que la fraction soluble de la charge, en particulier les polymères visés, de préférence les thermoplastiques visés et de manière préférée les polyoléfines visées, et au moins une partie des impuretés, est avantageusement dissoute au moins en partie et de préférence en totalité.
- [0046] La mise en contact entre le solvant de dissolution et la charge plastique pour dissoudre au moins en partie, de préférence en totalité, les polymères de la charge plastique dans le solvant de dissolution peut être réalisée dans une ligne et/ou un équipement et/ou entre deux équipements. Ainsi, l'étape a) met en œuvre avantageusement au moins un équipement de dissolution, et éventuellement au moins un dispositif de préparation de la charge, un dispositif de mélange et/ou un dispositif de transport. Ces équipements et/ou dispositifs peuvent être par exemple un mélangeur statique, une extrudeuse, une pompe, un réacteur, une colonne à co ou contre-courant, ou dans une combinaisons de lignes et d'équipements. Les dispositifs de transport en particulier des fluides, comme les gaz, liquides ou solides, sont bien connus de l'Homme du métier. De manière non limitative, les dispositifs de transport peuvent comprendre un compresseur, une pompe, une extrudeuse, un tube vibrant, une vis sans fin, une vanne. Les équipements et/ou dispositifs peuvent aussi comprendre ou être associés à des systèmes de chauffe (par exemple four, échangeur, traçage...) pour atteindre les conditions nécessaires à la dissolution.
- [0047] L'étape a) de dissolution est au moins alimentée par la charge plastique, en particulier sous forme d'un ou plusieurs flux de charge plastique, et par le solvant de dissolution, en particulier sous forme d'un ou plusieurs flux de solvant de dissolution, avantageusement au moyen d'un ou plusieurs dispositifs de transport. Le (les) flux de charge plastique peut (peuvent) être distinct(s) du (des) flux de solvant de dissolution. Une partie ou la totalité de la charge plastique peut également alimenter l'étape a) en mélange avec une partie ou la totalité du solvant de dissolution, le reste du solvant et/ou de la charge, le cas échéant, pouvant alimenter l'étape a) séparément.
- [0048] Lors de la mise en contact de la charge plastique avec le solvant de dissolution, le

solvant de dissolution est avantageusement au moins en partie, et de préférence en totalité, sous forme liquide, tandis que la charge plastique, qui comprend des polymères, en particulier des thermoplastiques et notamment des polyoléfines, peut être sous forme solide ou liquide comprenant éventuellement des particules solides en suspension. La charge plastique peut également éventuellement être injectée dans l'équipement de dissolution, en mélange avec le solvant de dissolution, sous forme de suspension dans le solvant de dissolution, la préparation et l'injection de la suspension pouvant être continue ou discontinue.

- [0049] De manière préférée, l'étape a) met en œuvre au moins une extrudeuse et un équipement de dissolution. Dans ce cas, la charge plastique alimente l'extrudeuse de sorte que en sortie de l'extrudeuse, au moins une partie et de préférence la totalité des polymères visés, en particulier les thermoplastiques visés, plus particulièrement les polyoléfines, compris dans la charge se trouvent à l'état fondu. La charge plastique est alors injectée dans l'équipement de dissolution au moins en partie sous forme fondu. La charge plastique, au moins en partie à l'état fondu, peut également être pompée à l'aide d'une pompe dédiée aux fluides visqueux souvent appelée pompe de melt ou pompe à engrenage. La charge plastique, au moins en partie à l'état fondu peut également être, en sortie d'extrudeuse, filtrée à l'aide d'un dispositif de filtration, éventuellement en complément de la pompe de melt, en vue d'éliminer les particules les plus grosses, généralement la taille de la maille de ce filtre est comprise entre 10 microns et 1 mm, de préférence entre 20 et 200 microns.
- [0050] De manière préférée, l'étape a) met en œuvre une extrudeuse dans laquelle le solvant de dissolution est injecté, avantageusement en plusieurs points, de manière à favoriser le cisaillement et donc le mélange intime entre le solvant de dissolution et la charge plastique, ce qui contribue à la dissolution des polymères, en particulier des thermoplastiques et plus particulièrement des polyoléfines.
- [0051] Le solvant de dissolution utilisé dans l'étape a) de dissolution est avantageusement un solvant organique ou un mélange de solvants de préférence organiques. De préférence, le solvant de dissolution est choisi parmi des solvants organiques, de préférence comprenant, et préférentiellement consistant en, un(ou des) hydrocarbure(s), ayant un point d'ébullition compris entre -50°C et 250°C, de préférence entre -15°C et 150°C, de manière préférée entre 20°C et 110°C. De manière préférée, le solvant de dissolution comprend, de préférence consiste en, un(des) hydrocarbure(s), de manière très préférée un(des) alcane(s), ayant entre 3 et 12 atomes de carbone, préférentiellement entre 4 et 8 atomes de carbone, et de manière très préférée entre 5 et 7 atomes de carbone, par exemple les isomères du pentane, de l'hexane et de l'heptane. De préférence, le solvant de dissolution, qui est très avantageusement un solvant organique, de préférence un hydrocarbure, présente une température critique comprise

entre 90 et 400°C, de préférence entre 130 et 300°C et de manière préférée entre 180 et 290°C, et une pression critique comprise entre 1,5 et 5,0 MPa abs., de préférence entre 2,0 et 4,3 MPa abs. et de manière préférée entre 2,4 et 4,2 MPa abs. Selon un mode de réalisation particulier, la température d'ébullition du solvant est supérieure à 70°C, de préférence entre 80°C et 220°C, et/ou le solvant contient au moins 7 atomes de carbone. Selon un autre mode de réalisation préférée, la température d'ébullition du solvant est inférieure à 50°C ou supérieure à 150°C.

- [0052] Avantageusement, la dissolution est opérée à une température de dissolution entre 100°C et 300°C et une pression de dissolution entre 1,0 et 20,0 MPa absolu. Plus particulièrement, la température et la pression évoluent tout au long de la étape a), depuis des conditions ambiantes, c'est-à-dire une température de la charge plastique entre 10 et 30°C et la pression atmosphérique de 1 bar (0,1 MPa), jusqu'à atteindre les conditions de dissolution, plus particulièrement la température de dissolution et la pression de dissolution. En particulier, la température de dissolution, est entre 100 et 300°C, de préférence entre 150 et 250°C, et la pression de dissolution, entre 1,0 et 20,0 MPa abs., de préférence entre 1,5 et 15,0 MPa abs. et de manière très préférée entre 2,0 et 10,0 MPa abs. Très avantageusement, à l'issue de l'étape a) de dissolution, le flux de polymère dissous est à la température de dissolution et à la pression de dissolution. De préférence, le ratio pondéral entre la charge plastique et le solvant de dissolution est entre 0,01 et 5,0, de préférence entre 0,05 et 3,0, de manière préférée entre 0,10 et 1,0.
- [0053] Le fait de limiter la température dans l'étape a), à une température inférieure ou égale à 300°C, de préférence inférieure ou égale à 250°C, permet d'éviter ou de limiter la dégradation thermique des polymères, en particulier des thermoplastiques et plus particulièrement des polyoléfines. De préférence, la température de dissolution est supérieure ou égale à la température de fusion des polymères, en particulier des thermoplastiques et plus particulièrement des polyoléfines, de manière à favoriser leur dissolution. De préférence, la température dans l'étape a) de dissolution est inférieure ou égale à la température critique du solvant de dissolution de manière éviter la formation d'une phase supercritique lors de l'étape a) de dissolution susceptible de perturber la dissolution.
- [0054] Parallèlement, la pression de dissolution est supérieure à la tension de vapeur saturante du solvant de dissolution, à la température de dissolution, de manière à ce que le solvant de dissolution soit au moins en partie, et de préférence en totalité, sous forme liquide, à la température de dissolution. Avantageusement, la pression de dissolution est égale à ou supérieure à la pression critique du solvant de dissolution, de manière à pouvoir réaliser l'étape b) d'extraction et/ou l'étape c) de récupération dans des conditions où au moins une partie du solvant est sous forme supercritique sans qu'il soit nécessaire d'augmenter considérablement la pression entre l'étape a), en par-

ticulier entre la sortie de l'étape a), et l'étape b) et/ou l'étape c). Dans le cas où la pression de dissolution dans l'étape a) est égale à ou supérieure à la pression critique du solvant de dissolution, la température de dissolution est inférieure à la température critique du solvant de dissolution, de manière à conserver le solvant de dissolution au moins en partie sous forme liquide.

- [0055] Très avantageusement, les conditions de température et pression de dissolution atteintes à l'étape a) sont ajustées de sorte que le mélange (solvant de dissolution + polymères visés) est monophasique.
- [0056] Avantageusement, ladite étape a) de dissolution est mise en œuvre pendant un temps de séjour compris entre 1 et 600 minutes, de préférence entre 2 et 300 minutes, de manière préférée entre 2 et 180 minutes. Le temps de séjour est entendu comme le temps de séjour à la température de dissolution et à la pression de dissolution, c'est-à-dire le temps de mise en œuvre de la charge plastique avec le solvant de dissolution à la température de dissolution et à la pression de dissolution, dans l'étape a).
- [0057] Avantageusement, le solvant de dissolution utilisé dans l'étape a) comprend, de préférence est constitué de, un appoint de solvant frais et/ou un flux de solvant recyclé issu de l'étape c) de récupération.
- [0058] Eventuellement, le procédé de traitement peut comprendre une étape a') d'adsorption intermédiaire, située pendant l'étape a) de dissolution ou directement en aval de l'étape a) de dissolution, et qui comprend l'introduction de solide adsorbant, de préférence de type alumine, silice, silice-alumine, charbon actif ou terre décolorante, sous forme de particules divisées, dans la solution polymère brute obtenue à l'issue de l'étape a) ou éventuellement pendant l'étape a) de dissolution. Le solide adsorbant pourra alors être éliminé lors d'une des étapes de purification intermédiaires optionnelles, par exemple lors d'une étape E1) optionnelle de séparation des insolubles et/ou une éventuelle étape E2) de lavage. Cette éventuelle étape a') d'adsorption en présence de solide adsorbant sous forme divisée permet d'optimiser la purification de la solution polymère.
- [0059] La solution polymère brute obtenue à l'issue de l'étape a) de dissolution comprend au moins le solvant de dissolution, des polymères, en particulier les polymères visés que la présente invention cherche à récupérer purifiés, dissous dans le solvant de dissolution. En général, , la solution polymère brute comprend également des impuretés solubles également dissoutes dans le solvant de dissolution et/ou des impuretés ou composés insolubles en suspension. La solution polymère brute obtenue à l'issue de l'étape a) peut éventuellement comprendre également des polymères, autres que les polymères visés, par exemple à l'état fondu.
- [0060] Etape E1) optionnelle de séparation des insolubles
- [0061] Le procédé de traitement peut éventuellement comprendre en outre une étape E1) optionnelle de séparation des insolubles par séparation solide-liquide, située entre l'étape

a) de dissolution et l'étape b) d'extraction, pour obtenir avantageusement au moins une solution polymère clarifiée et une fraction insoluble. La fraction insoluble comprend avantageusement au moins en partie, de préférence la totalité, des impuretés insolubles, notamment en suspension dans la solution polymère brute issue de l'étape a).

- [0062] L'étape E1) de séparation des insolubles permet ainsi d'éliminer au moins une partie, de préférence la totalité, des particules de composés insolubles dans le solvant de dissolution dans les conditions de température et pression de l'étape a), éventuellement présentes en suspension dans la solution polymère, de préférence la solution polymère brute issue de l'étape a) ou d'une éventuelle étape a'). Les impuretés insolubles éliminées lors de l'étape E1) optionnelle de séparation des insolubles sont par exemple des pigments, des composés minéraux, des résidus d'emballages (verre, bois, carton, papier, aluminium) et des polymères insolubles.
- [0063] Lorsqu'elle est mise en œuvre, cette étape E1) de séparation permet avantageusement de limiter les problèmes opératoires, en particulier de type bouchage et/ou érosion, des étapes du procédé situées en aval, tout en contribuant à la purification de la charge plastique.
- [0064] Lorsqu'elle est intégrée au procédé, l'étape E1) de séparation des insolubles est avantageusement mise en œuvre à une température entre 100 et 300°C, de préférence entre 150 et 250°C, et à une pression entre 1,0 et 20,0 MPa abs., de préférence entre 1,5 et 15,0 MPa abs. et de manière très préférée entre 2,0 et 10,0 MPa absolu. Très avantageusement, l'étape E1) optionnelle de séparation des insolubles est mise en œuvre aux conditions de température et de pression de dissolution, c'est-à-dire aux conditions de température et pression en sortie de l'étape a).
- [0065] Lorsqu'elle est intégrée au procédé, ladite étape E1) de séparation des insolubles est alimentée de préférence par la solution polymère brute issue de l'étape a) ou issue d'une éventuelle étape a') d'adsorption intermédiaire.
- [0066] Lorsqu'elle est intégrée au procédé, ladite étape E1) met avantageusement en œuvre une section comprenant au moins un équipement de séparation solide-liquide, par exemple un ballon séparateur, un décanteur, un décanteur centrifuge, une centrifugeuse, un filtre, un filtre à sable, un séparateur à courant de Foucault, un séparateur électrostatique, un séparateur triboélectrique, de préférence un décanteur, un filtre, un filtre à sable et/ou un séparateur électrostatique.
- [0067] L'évacuation de la fraction insoluble peut être facilitée par des équipements permettant le transport et/ou l'élimination des traces de solvant éventuellement présentes dans la fraction insoluble, par exemple un convoyeur, un tube vibrant, une vis sans fin, une extrudeuse, un stripage. L'étape E1) optionnelle peut donc mettre en œuvre des équipements de transport et/ou l'élimination des traces de solvant pour évacuer la fraction insoluble.

- [0068] Selon un mode de réalisation particulier de l'étape E1) optionnelle, l'étape E1) de séparation des insolubles met en œuvre au moins deux, et généralement moins de cinq, équipements de séparation solide-liquide en série et/ou en parallèle. La présence d'au moins deux équipements de séparation solide-liquide en série permet d'améliorer l'élimination des insolubles tandis que la présence d'équipements en parallèle permet de gérer la maintenance desdits équipements et/ou des opérations de décolmatage.
- [0069] Le décolmatage des équipements, notamment des filtres ou des séparateurs électrostatiques, peut être réalisé au moyen d'un solvant injecté à contre-courant (backflush selon la terminologie anglo-saxonne). Le solvant de décolmatage peut être une solution aqueuse ou organique, de préférence un solvant organique de nature identique à celui mis en œuvre dans l'étape a) de dissolution et/ou b) d'extraction. Selon un mode de réalisation particulier, le solvant de décolmatage est de nature identique à la solution dense utilisée dans l'étape E2) optionnelle de lavage.
- [0070] Certains composés insolubles, notamment certains pigments et charges minérales, ajoutés classiquement lors de la formulation des polymères, peuvent être introduits sous forme de particules de taille inférieure à 1 µm. C'est par exemple le cas du dioxyde de titane, du carbonate de calcium et du noir de carbone. Selon un mode de réalisation particulier de l'étape E1) optionnelle, ladite étape E1) de séparation des insolubles met avantageusement en œuvre un séparateur électrostatique, ce qui permet d'éliminer efficacement au moins en partie, de préférence en totalité, les particules insolubles de taille inférieure à 1 µm. Selon un autre mode de réalisation particulier de l'étape E1) optionnelle, l'étape E1) des insolubles met en œuvre un filtre à sable, pour éliminer les particules de différentes tailles et notamment des particules de taille inférieure à 1 µm.
- [0071] En fonction de la nature de la charge, la solution polymère qui alimente l'étape E1), de préférence la solution polymère brute, peut éventuellement également comprendre une deuxième phase liquide, par exemple constituée de polymères fondus. Selon un autre mode de réalisation particulier de l'étape E1) optionnelle, l'étape E1) met avantageusement en œuvre des équipements permettant la séparation de cette seconde phase liquide, de préférence au moyen d'au moins un séparateur triphasique.
- [0072] Etape E2) optionnelle de lavage
- [0073] Le procédé de traitement peut éventuellement comprendre en outre une étape E2) de lavage par une solution dense, située entre l'étape a) de dissolution et l'étape b) d'extraction, pour obtenir avantageusement au moins un effluent de lavage et une solution polymère lavée.
- [0074] Lorsqu'elle est intégrée au procédé, l'étape E2) de lavage est alimentée par une solution dense et par la solution polymère, de préférence la solution polymère brute issue de l'étape a) ou issue d'une éventuelle étape a') d'adsorption intermédiaire, ou

encore par la solution polymère clarifiée issue de l'étape E1) optionnelle. La solution polymère qui alimente l'étape E2) peut éventuellement être une solution polymère raffinée issue d'une étape E3) optionnelle d'adsorption en particulier mise en œuvre par ajout de l'adsorbant en mélange avec la solution polymère. La solution polymère qui alimente l'étape E2) optionnelle de lavage, c'est-à-dire la solution polymère brute, la solution polymère clarifiée ou encore éventuellement raffinée, peut comprendre des impuretés sous forme de composés insolubles en suspension et/ou des composés solubilisés. Ces composés en suspension ou solubilisés peuvent, en partie ou en totalité, être éliminés lors de l'étape E2) de lavage par dissolution ou précipitation et/ou par entraînement dans la solution dense. Ainsi lorsqu'elle est mise en œuvre, cette étape E2) contribue au traitement de la charge plastique et plus particulièrement à la purification de la solution polymère.

- [0075] L'étape E2) optionnelle de lavage comprend avantageusement la mise en contact de la solution polymère qui alimente l'étape E2) (la solution polymère brute, la solution polymère clarifiée ou encore éventuellement raffinée) avec une solution dense. Avantageusement, la solution dense a une densité plus élevée que la solution polymère (c'est-à-dire le mélange comprenant au moins les polymères visés et le solvant de dissolution dans lequel sont dissous les polymères visés), en particulier supérieure ou égale à 0,85, de préférence supérieure ou égale à 0,9, préférentiellement supérieure ou égale à 1,0. La solution dense peut être une solution aqueuse, qui comprend de préférence au moins 50% poids d'eau, de manière préférée au moins 75% poids d'eau, de manière très préférée au moins 90% poids d'eau. Le pH de la solution aqueuse peut être ajusté à l'aide d'un acide ou d'une base de manière à favoriser la dissolution de certains composés. La solution dense peut aussi être éventuellement une solution comprenant, de préférence consistant en, un solvant organique de densité avantageusement supérieure ou égale à 0,85, de préférence supérieure ou égale à 0,9, préférentiellement supérieure ou égale à 1,0, et dans lequel les polymères de la charge plastique restent insolubles dans les conditions de température et pression de l'étape E2) optionnelle, par exemple un solvant organique choisi parmi sulfolane ou N-méthylpyrrolidone (NMP), éventuellement en mélange avec de l'eau. De manière très préférée, la solution dense est une solution aqueuse qui comprend de préférence au moins 50% poids d'eau, de manière préférée au moins 75% poids d'eau, de manière très préférée au moins 90% poids d'eau.
- [0076] L'étape E2) optionnelle de lavage est avantageusement mise en œuvre à une température entre 100 et 300°C, de préférence entre 150 et 250°C, et à une pression entre 1,0 et 20,0 MPa abs., de préférence entre 1,5 et 15,0 MPa abs. et de manière très préférée entre 2,0 et 10,0 MPa abs. Très avantageusement, l'étape E2) optionnelle de lavage est mise en œuvre à la température de dissolution et la pression de dissolution.

- [0077] Dans l'étape E2) optionnelle de lavage, le ratio massique entre le débit massique de la solution dense et le débit massique de la solution polymère brute ou clarifiée alimentant l'étape E2) est avantageusement compris entre 0,05 et 20,0, de préférence entre 0,1 et 10,0 et de manière préférée entre 0,5 et 3,0. La mise en contact entre la solution polymère brute ou clarifiée et la solution dense peut être réalisée en plusieurs points du(des) équipement(s) utilisé(s), c'est-à-dire par plusieurs injections de la solution polymère brute ou clarifiée et/ou de la solution dense en différents points le long de l'équipement (des équipements), c'est alors la somme des flux injectés qui est prise en compte dans le calcul du ratio.
- [0078] L'éventuelle étape E2) peut être réalisée dans un ou plusieurs équipements de lavage permettant la mise en contact avec la solution dense et/ou avec des équipements de séparation permettant de récupérer au moins un effluent de lavage et une solution polymère lavée. Ces équipements sont bien connus, par exemple réacteurs agités, mélangeurs statiques, mélangeurs décanteurs, ballons séparateurs diphasique ou triphasique, colonnes de lavage à co ou contre-courant, colonne à plateaux, colonne agitée, colonne garnie, colonne pulsée etc, chaque type d'équipement pouvant comprendre un ou plusieurs équipements utilisés seul(s) ou en combinaison avec des équipements d'un autre type.
- [0079] Selon un mode de réalisation préféré, l'étape E2) optionnelle de lavage est réalisée dans une colonne de lavage à contre-courant dans laquelle la solution dense est injectée, de préférence dans la moitié, de manière préférée le tiers, de la colonne le plus proche de la tête de colonne, d'une part et la solution polymère brute ou clarifiée est injectée, de préférence dans la moitié, de manière préférée le tiers, de la colonne le plus proche du fond de colonne, d'autre part. Selon ce mode de réalisation, il est possible de récupérer au moins une solution polymère lavée et un effluent de lavage.
- [0080] Selon un mode très particulier, les flux en entrée et/ou sortie de la colonne de la lavage peuvent être divisés et injectés en plusieurs points d'injection le long de la colonne et/ou soutirés en plusieurs points de soutirage le long de la colonne.
- [0081] Selon un autre mode de réalisation, l'étape E2) optionnelle de lavage est réalisée dans un mélangeur-décanteur comprenant une zone de mélange agitée, pour mettre en contact la solution dense et la solution polymère brute ou clarifiée, et une zone de décantation, permettant de récupérer une solution polymère lavée et un effluent de lavage.
- [0082] A l'issue de l'étape E2) de lavage, l'effluent de lavage obtenu comprend avantageusement des composés solubilisés dans le solvant dense et/ou insolubles et entrainés dans l'effluent de lavage. L'effluent de lavage peut être retraité dans une section de traitement de lavage, d'une part pour séparer au moins en partie les composés solubilisés et/ou entrainés et éventuellement purifier l'effluent de lavage, pour obtenir

une solution dense purifiée, et d'autre part pour recycler au moins une partie de la solution de lavage purifiée. Cette section de traitement de lavage peut mettre en œuvre un ou des équipement(s) bien connu(s) de séparation solide-liquide, par exemple un ballon séparateur, un décanteur, un décanteur centrifuge, une centrifugeuse, un filtre. L'effluent de lavage peut également être envoyé en dehors du procédé, par exemple dans une station de traitement des eaux usés lorsque la solution dense est une solution aqueuse.

- [0083] Etape b) d'extraction
- [0084] Le procédé selon l'invention comprend une étape b) d'extraction, alimentée avantageusement par un solvant d'extraction et la solution polymère brute issue de l'étape a) ou éventuellement par la solution polymère clarifiée issue de l'étape E1) optionnelle, par la solution polymère lavée issue de l'étape E2) optionnelle ou encore une solution raffinée issue d'une étape E3) optionnelle d'absorption, pour obtenir au moins une solution polymère extraite et un solvant usagé en particulier chargé en impuretés.
- [0085] Le flux comprenant les polymères dissous qui alimente l'étape b), c'est-à-dire de préférence la solution polymère brute issue de l'étape a), la solution polymère clarifiée issue de l'étape E1) optionnelle, la solution polymère lavée issue de l'étape E2) optionnelle ou la solution polymère raffinée issue d'une étape E3) optionnelle, peut donc éventuellement comprendre des composés solubilisés ou impuretés solubilisées. Ces composés solubilisés peuvent en partie ou en totalité être éliminés lors de l'étape b) d'extraction par mise en contact avec un solvant d'extraction.
- [0086] L'étape b) d'extraction met avantageusement en œuvre au moins une section d'extraction, de préférence entre une et cinq section(s) d'extraction, de manière très préférée une section d'extraction. L'étape b) d'extraction est mise en œuvre à une température entre 100 et 300°C, de préférence entre 150 et 250°C. L'étape b) d'extraction est mise en œuvre à une pression entre 1,0 et 20,0 MPa abs., de préférence entre 1,5 et 15,0 MPa abs. et de manière très préférée entre 2,0 et 10,0 MPa abs. Selon un mode de réalisation préféré de l'invention, le procédé selon l'invention met en œuvre une étape b) d'extraction dans des conditions de température et pression différentes des conditions de température et pression de l'étape a).
- [0087] Le ratio massique entre le débit massique du solvant d'extraction et le débit massique de la solution polymère qui alimente l'étape b) est avantageusement compris entre 0,05 et 20,0, de préférence entre 0,1 et 10,0 et de manière préférée entre 0,2 et 5,0. La mise en contact entre la solution polymère qui alimente b), de préférence la solution polymère brute ou éventuellement clarifiée, lavée ou raffinée, et le solvant d'extraction peut être réalisée en plusieurs points de la section d'extraction, c'est-à-dire par plusieurs injections de la solution polymère qui alimente l'étape b) et/ou du solvant d'extraction en différents points le long de la section d'extraction, c'est alors la somme

des flux injectés qui est prise en compte dans le calcul du ratio.

- [0088] Le solvant d'extraction mis en œuvre dans l'étape b) d'extraction est avantageusement un solvant organique ou un mélange de solvants de préférence organiques. De préférence, le solvant d'extraction est choisi parmi des solvants organiques, de préférence comprenant, et préférentiellement consistant en, un (ou des) hydrocarbure(s), ayant un point d'ébullition compris entre -50°C et 250°C, de préférence entre -15°C et 150°C, de manière préférée entre 20°C et 110°C. De manière préférée, le solvant d'extraction comprend, de préférence consiste en, un (ou des) hydrocarbure(s), de manière très préférée un (ou des) alcane(s), ayant entre 3 et 12 atomes de carbone, préférentiellement entre 4 et 8 atomes de carbone et de manière très préférée entre 5 et 7 atomes de carbone, par exemple les isomères du pentane, de l'hexane et de l'heptane. De préférence, la température critique du solvant d'extraction, qui est très avantageusement un solvant organique, de préférence un hydrocarbure, est comprise entre 90 et 400°C, de préférence entre 130 et 300°C et de manière préférée entre 180 et 290°C, et la pression critique du solvant d'extraction est comprise entre 1,5 et 5,0 MPa abs., de préférence entre 2,0 et 4,3 MPa abs. et de manière préférée entre 2,4 et 4,2 MPa abs. Selon un mode de réalisation particulier, la température d'ébullition du solvant d'extraction est supérieure à 70°C, de préférence entre 80°C et 220°C, et/ou le solvant contient au moins 7 atomes de carbone. Selon un autre mode de réalisation préférée, la température d'ébullition du solvant d'extraction est inférieure à 50°C ou supérieure à 150°C.
- [0089] De manière très préférée, le solvant d'extraction mis en œuvre dans l'étape b) est le même solvant que le solvant de dissolution mis en œuvre dans l'étape a), éventuellement dans un état physique différent (par exemple le solvant d'extraction à l'état supercritique par rapport au solvant de dissolution à l'état liquide), de manière à faciliter la gestion des solvants et notamment leur purification et leur recyclage en particulier vers les étapes a) de dissolution et b) d'extraction. Un autre intérêt d'utiliser des solvants de dissolution et d'extraction identiques, dans des états physiques identiques ou différents, est, en plus de faciliter la gestion des solvants mis en jeu dans le procédé selon l'invention, en particulier la récupération des solvants, leur traitement et leur recyclage vers au moins une des étapes du procédé, et de limiter les consommations énergétiques et les coûts en particulier générés par le traitement et la purification des solvants.
- [0090] La(les) section(s) d'extraction de l'étape b) peu(ven)t comprendre un ou des équipement(s) d'extraction, permettant la mise en contact avec le solvant d'extraction et/ou avec des équipements de séparation permettant de récupérer au moins un solvant usagé, en particulier chargé en impuretés, et une solution polymère extraite. Ces équipements sont bien connus, comme par exemple des réacteurs agités, mélangeurs

statiques, mélangeurs décanteurs, ballons séparateurs diphasique ou triphasique, colonnes de lavage à co ou contre-courant, colonne à plateaux, colonne agitée, colonne garnie, colonne pulsée etc., chaque type d'équipement pouvant comprendre un ou plusieurs équipements utilisés seul(s) ou en combinaison avec des équipements d'un autre type.

- [0091] Selon un mode de réalisation préféré de l'invention, l'étape b) d'extraction met en œuvre une colonne d'extraction à contre-courant où le solvant d'extraction est injecté d'une part et la solution polymère qui alimente l'étape b) est injectée d'autre part. Selon ce mode de réalisation, il est possible de récupérer au moins une solution polymères extraite, d'une part, et un solvant usagé notamment chargé en impuretés, d'autre part. De préférence, la solution polymère qui alimente l'étape b), de préférence la solution polymère brute ou éventuellement clarifiée, lavée ou raffinée, est injectée dans la moitié, de manière préférée le tiers, de la colonne le plus proche de la tête de la colonne d'extraction à contre-courant tandis que le solvant d'extraction est injecté dans la moitié, de manière préférée le tiers, de la colonne le plus proche du fond de colonne d'extraction à contre-courant.
- [0092] Les flux en entrée et/ou sortie de la colonne d'extraction à contre-courant peuvent être divisés en plusieurs points d'injection et/ou de soutirage le long de la colonne.
- [0093] Selon un autre mode de réalisation de l'invention, l'extraction est réalisée dans un mélangeur-décanteur qui comprend avantageusement une zone de mélange agitée pour mettre en contact le solvant d'extraction et la solution polymère, et une zone de décantation permettant de récupérer une solution polymère extraite d'une part et un solvant usagé d'autre part.
- [0094] Selon un mode de réalisation préféré de l'invention, l'étape b) d'extraction met en œuvre une section d'extraction liquide/liquide. Dans ce mode de réalisation, le solvant d'extraction est de préférence choisi parmi les isomères du pentane, de l'hexane et de l'heptane, de manière préférée parmi les isomères du pentane et de l'hexane et de manière très préférée parmi les isomères du pentane. De manière préférée, la section d'extraction liquide/liquide est opérée entre 100°C et 300°C, de préférence entre 150°C et 250°C, et à une pression entre 1,0 et 20,0 MPa abs., de préférence entre 1,5 et 15,0 MPa abs. et de manière très préférée entre 2,0 et 10,0 MPa abs. Dans tous les cas, dans ce mode de réalisation, les conditions de température et pression sont ajustées de sorte que le solvant d'extraction soit à l'état liquide, le solvant de dissolution étant de préférence lui-aussi à l'état liquide. Très avantageusement, l'extraction liquide/liquide en particulier lorsque le solvant d'extraction est le même que le solvant de dissolution, est mise en œuvre dans des conditions de température et de pression différentes des conditions de dissolution atteintes à l'étape a), en particulier à une température supérieure à la température de dissolution et/ou à une pression inférieure à la pression de

dissolution, de manière à se placer ainsi dans une zone diphasique du diagramme de mélange polymère-solvant correspondant.

[0095] Selon un autre mode de réalisation particulièrement préféré de l'invention, l'étape b) d'extraction met en œuvre une section d'extraction dans des conditions de température et de pression particulières dans lesquelles le solvant d'extraction est avantageusement au moins en partie sous forme supercritique. Une telle extraction peut être appelée extraction supercritique. Dans ce mode de réalisation, l'extraction est réalisée par mise en contact de la solution polymère qui alimente l'étape b), de préférence la solution polymère brute, clarifiée, lavée ou raffinée, avec un solvant d'extraction, avantageusement dans des conditions de température et de pression qui permettent l'obtention d'une phase supercritique composée majoritairement (c'est-à-dire de préférence au moins 50% poids, préférentiellement au moins 70% poids, de manière préférée au moins 90% poids) du solvant d'extraction. En d'autres termes, l'extraction est réalisée par mise en contact de la solution polymère qui alimente l'étape b), de préférence la solution polymère brute, clarifiée, lavée ou raffinée, avec un solvant d'extraction qui est au moins en partie, de préférence en totalité, à l'état supercritique. Une telle étape b) d'extraction supercritique permet avantageusement une purification efficace de la solution polymère, notamment du fait de la très forte affinité des impuretés organiques, comme par exemple certains des additifs, notamment certains colorants, des plastifiants, etc., pour la phase supercritique. L'utilisation d'un solvant d'extraction à l'état supercritique permet également de créer un écart de densité conséquent entre la phase supercritique et la solution polymère sous forme liquide, ce qui facilite une séparation par décantation entre la phase supercritique et la phase liquide, et par conséquent ce qui contribue à la purification de la solution polymère.

[0096] Dans ce mode de réalisation particulièrement préféré, l'étape b) d'extraction met en œuvre un solvant d'extraction présentant une température critique de préférence comprise entre 130 et 300°C et de manière préférée entre 180 et 290°C, et une pression critique comprise de préférence entre 2,0 et 4,3 MPa abs. et de manière préférée entre 2,4 et 4,2 MPa abs. Très avantageusement, dans une telle étape b) d'extraction supercritique, le solvant d'extraction est choisi parmi des hydrocarbures ayant préférentiellement entre 4 et 8 atomes de carbone, de manière préférée entre 5 et 7 atomes de carbone. Le solvant d'extraction de l'extraction supercritique peut par exemple être un isomère du pentane, en particulier le n-pentane, 2-méthylbutane (ou iso-pentane) ou 2,2-diméthylpropane, un isomère de l'hexane, en particulier le n-hexane, 2-méthylpentane (ou iso-hexane), 2,2-diméthylbutane ou le 2,3-diméthylbutane, ou encore un isomère de l'heptane, en particulier le n-heptane, 2-méthylhexane (ou iso-heptane), 3-méthylhexane, 2,2-diméthylpentane, 2,3-diméthylpentane, 2,4-diméthylpentane, 3,3-diméthylpentane, 3-éthylpentane, 2,2,3-triméthylbutane, ou

bien le cyclopentane, le cyclohexane ou le méthyl-cyclopentane.

- [0097] Avantageusement, l'étape b) d'extraction supercritique est mise en œuvre à une température de préférence entre 150°C et 300°C, de manière préférée entre 180°C et 280°C, et à une pression de préférence entre 2,0 et 20,0 MPa abs., de manière préférée entre 2,0 et 15,0 MPa abs. et de manière très préférée entre 3,0 et 10,0 MPa abs. Dans tous les cas, dans ce mode de réalisation, les conditions de température et pression sont ajustées, notamment dans une section d'ajustement mise en œuvre à l'étape b) d'extraction en amont de la section d'extraction, de sorte que le solvant d'extraction soit au moins en partie à l'état supercritique dans la section d'extraction.
- [0098] Dans un mode très préféré de réalisation de l'invention, l'étape b) d'extraction met en œuvre une extraction supercritique et le solvant d'extraction est le même que le solvant de dissolution, hormis le fait que le solvant d'extraction est au moins en partie sous en phase supercritique. Dans ce cas très avantageux d'extraction supercritique, le solvant de dissolution peut devenir au moins en partie sous forme supercritique, optimisant avantageusement la décantation lors de l'étape d'extraction, plus particulièrement à chaque phase ou plateau d'extraction, entre la phase liquide et la phase supercritique, ce qui permet ainsi de maximiser la purification.
- [0099] Avantageusement à l'issue de l'étape b) d'extraction, le solvant usagé obtenu est en particulier chargé en impuretés. Il peut être traité dans une section de traitement organique permettant d'une part de séparer au moins une partie des impuretés et purifier le solvant pour obtenir un solvant d'extraction purifié, et d'autre part de recycler au moins une partie du solvant d'extraction purifié en entrée de l'étape b) d'extraction, et/ou éventuellement en entrée de l'étape a) de dissolution dans le cas où le solvant de dissolution et le solvant d'extraction sont identiques. Lorsqu'un mélange de solvants organiques est utilisé comme solvant d'extraction, cette section de traitement organique peut permettre de récupérer au moins en partie les solvants organiques séparément. Le solvant usagé peut être traité selon toute méthode connue de l'homme du métier, comme par exemple une ou plusieurs méthodes parmi distillation, évaporation, extraction, adsorption, cristallisation et précipitation des insolubles, ou par purge.
- [0100] Dans le cas particulier où le solvant d'extraction est le même que le solvant de dissolution, l'intérêt d'utiliser un solvant d'extraction identique au solvant de dissolution réside dans le fait que la section de traitement organique n'aura pas à assurer la séparation entre le solvant de dissolution et le solvant d'extraction, qui peuvent être tous les deux entraînés dans le solvant usagé, ce qui représente un gain significatif en terme d'investissement et de consommation énergétique. De plus cette section de traitement organique peut être mutualisée avec une section de traitement de la fraction solvant récupérée à l'issue de l'étape c) et ainsi réduire au moins les coûts d'investissement et

les consommations énergétiques liées aux traitements des flux de solvants organiques issus du procédé. De plus, limiter, voire réduire à un ou deux, le nombre de solvants différents, utilisés dans le procédé selon l'invention, permet de simplifier le procédé de traitement de charge plastique, de minimiser la consommation des utilités et d'optimiser les étapes de récupération, purification et recyclage des solvants, tout en permettant une purification efficace de la solution polymère, pour obtenir des polymères purifiés.

- [0101] Etape E3) optionnelle d'adsorption
- [0102] Le procédé de traitement peut éventuellement comprendre en outre une étape E3) optionnelle d'adsorption, située entre l'étape a) de dissolution et l'étape c) de récupération des polymères. En fonction de la qualité de la charge plastique de départ et des impuretés qu'elle contient, il peut en effet être avantageux de compléter la purification de la solution polymère une étape E3) optionnelle d'adsorption permettant d'obtenir au moins une solution polymère raffinée.
- [0103] Lorsqu'elle est intégrée au procédé selon l'invention, l'étape E3) d'adsorption est mise en œuvre en aval de l'étape a) de dissolution et en amont de l'étape c) de récupération des polymères. L'étape E3) optionnelle d'adsorption peut avantageusement être mise en œuvre en amont ou en aval de l'étape b) d'extraction.
- [0104] Ladite étape E3) optionnelle d'adsorption met avantageusement en œuvre une section d'adsorption opérée en présence d'au moins un adsorbant, de préférence solide, et en particulier sous forme de lit fixe, de lit entraîné (ou slurry, c'est-à-dire sous forme de particules introduites dans le flux à purifier et entraînées avec ce flux) ou sous forme de lit bouillonnant. La section d'adsorption est opérée avantageusement en présence d'au moins un adsorbant, de préférence de type alumine, silice, silice-alumine, charbon actif ou terre décolorante, de préférence sous forme de lit fixe ou de lit entraîné, la circulation des flux pouvant être ascendante ou descendante.
- [0105] Ladite étape E3) optionnelle d'adsorption est avantageusement mise en œuvre à une température entre 100 et 300°C, de préférence entre 150 et 250°C, et à une pression entre 1,0 et 20,0 MPa abs., de préférence entre 1,5 et 15,0 MPa abs. et de manière très préférée entre 2,0 et 10,0 MPa abs. Très avantageusement, l'étape E3) est mise en œuvre aux conditions de température et de pression de dissolution, c'est-à-dire à la température de dissolution et la pression de dissolution atteintes à l'étape a). De préférence, dans l'étape E3) optionnelle, la vitesse volumique horaire (ou VVH), qui correspond au ratio entre le débit volumique de la solution polymère qui alimente l'étape E3) et le volume d'adsorbant est comprise entre 0,05 et 10 h⁻¹, préférentiellement entre 0,1 et 5,0 h⁻¹.
- [0106] Selon un mode de réalisation particulier de l'étape E3) optionnelle, la section d'adsorption peut comprendre un ou plusieurs lit(s) fixe(s) d'adsorbant, par exemple

sous forme de colonne(s) d'adsorption, de préférence au moins deux colonnes d'adsorption, préférentiellement entre deux et quatre colonnes d'adsorption, contenant ledit adsorbant. Lorsque la section d'adsorption comprend deux colonnes d'adsorption, un mode de fonctionnement peut être un fonctionnement appelé «swing», selon le terme anglo-saxon consacré, dans lequel l'une des colonnes est en ligne, c'est-à-dire en fonctionnement, tandis que l'autre colonne est en réserve. Lorsque l'adsorbant de la colonne en ligne est usé, cette colonne est isolée tandis que la colonne en réserve est mise en ligne, c'est-à-dire en fonctionnement. L'adsorbant usé peut être ensuite régénéré *in situ* et/ou remplacé par de l'adsorbant frais pour que la colonne le contenant puisse à nouveau être remise en ligne une fois que l'autre colonne aura été isolée.

- [0107] Un autre mode de fonctionnement de ce mode de réalisation particulier de l'étape E3), comprenant un ou plusieurs lit(s) fixe(s) d'adsorbant, est d'avoir au moins deux colonnes fonctionnant en série. Lorsque l'adsorbant de la colonne placée en tête est usé, cette première colonne est isolée et l'adsorbant usé est soit régénéré *in situ* ou remplacé par de l'adsorbant frais. La colonne est ensuite remise en ligne en dernière position et ainsi de suite. Ce fonctionnement est appelé mode permutable, ou selon le terme anglais « PRS » pour Permutable Reactor System ou encore « lead and lag » selon le terme anglo-saxon consacré. L'association d'au moins deux colonnes d'adsorption permet de palier à l'empoisonnement et/ou au colmatage possible et éventuellement rapide de l'adsorbant sous l'action conjointe des impuretés, des contaminants et des insolubles éventuellement présents dans le flux à traiter. La présence d'au moins deux colonnes d'adsorption facilite en effet le remplacement et/ou la régénération de l'adsorbant, avantageusement sans arrêt du procédé, et permet aussi de maîtriser les coûts et de limiter la consommation d'adsorbant.
- [0108] Selon le mode de réalisation particulier de l'étape E3) optionnelle d'adsorption en lit fixe d'adsorbant, ladite étape E3) optionnelle est mise en œuvre de préférence en aval d'une étape E1) optionnelle de séparation des insolubles et/ou d'une étape E2) optionnelle de lavage, et en amont ou en aval de l'étape b) d'extraction. Avantageusement, la combinaison d'une étape b) d'extraction avec une étape E3) d'adsorption permet une purification améliorée de la solution polymère, en utilisant à la fois l'affinité des impuretés résiduelles pour le solvant d'extraction et aussi pour le solide adsorbant.
- [0109] La section d'adsorption de l'étape E3) optionnelle peut, selon un autre mode de réalisation, consister à un ajout de particules d'adsorbant dans la solution polymère, en particulier la solution polymère brute, lesdites particules pouvant être séparées de la solution polymère via une étape d'élimination des particules d'adsorbant située en aval de ladite section d'adsorption. Dans ce mode de réalisation particulier, l'étape E3) op-

tionnelle d'adsorption est avantageusement réalisée avant l'étape b) d'extraction, et dans tous les cas après l'étape a) de dissolution. L'élimination des particules d'adsorbant peut alors avantageusement correspondre à une étape E1) de séparation des insolubles ou à l'étape E2) de lavage. Une telle mise en œuvre de l'étape E3) optionnelle d'adsorption, par introduction des particules d'adsorbant puis séparation solide/liquide, correspond avantageusement à l'éventuelle étape a') d'adsorption intermédiaire, décrite plus avant dans cette description.

- [0110] Etape c) de récupération des polymères
- [0111] Selon l'invention, le procédé comprend une étape c) de récupération des polymères, pour obtenir au moins une fraction solvant et une fraction de polymères purifiés.
- [0112] L'étape c) de récupération des polymères met avantageusement en œuvre au moins une section de récupération de solvant, de préférence entre une et cinq section(s) de récupération de solvant. L'étape c) de récupération des polymères est alimentée par la solution polymère extraite ou éventuellement la solution polymère raffinée.
- [0113] L'étape c) de récupération des polymères vise ainsi d'abord à séparer au moins en partie, de préférence majoritairement, le(les) solvant(s), et en particulier le solvant de dissolution et éventuellement du solvant d'extraction, contenu(s) dans la solution polymère qui alimente l'étape c), c'est-à-dire la solution polymère extraite ou éventuellement la solution polymère raffinée, de manière à récupérer les polymères, débarrassés au moins en partie, de préférence majoritairement et préférentiellement en totalité, du solvant de dissolution et du(des) solvants autres mis en œuvre dans le procédé éventuellement encore présent dans la solution polymère qui alimente l'étape c). Par majoritairement, il faut comprendre au moins 50% poids, préférentiellement au moins de préférence au moins 70% poids, de manière préférée au moins 90% poids, de manière très préférée au moins 95%, par rapport au poids du(ou des) solvant(s) contenu(s) dans la solution polymère qui alimente l'étape c), en particulier du solvant de dissolution et éventuellement du solvant d'extraction contenu(s) dans la solution polymère extraite ou éventuellement la solution polymère raffinée qui alimente l'étape c). Toute méthode de séparation du solvant des polymères connue de l'homme du métier peut être mise en œuvre, notamment toutes les méthodes permettant un changement de phase des polymères ou des solvant(s). Le(les) solvant(s) peu(ven)t être séparé(s), par exemple, par évaporation, stripage, démixtion, différence de densité et notamment décantation ou centrifugation, etc.
- [0114] La fraction de polymères purifiés obtenue peut correspondre à une solution polymère concentrée ou à des polymères purifiés solides. De préférence l'étape c) de récupération des polymères comprend en outre une section de conditionnement pour conditionner les polymères, sous forme solide et plus particulièrement sous forme de granulés solides.

- [0115] L'étape c) de récupération des polymères vise également à récupérer au moins en partie, de préférence majoritairement et préférentiellement en totalité, le(s) solvant(s) contenu(s) dans la solution polymère extraite ou éventuellement la solution polymère raffinée qui alimente l'étape c), et en particulier le solvant de dissolution et éventuellement le solvant d'extraction. L'étape c) de récupération des polymères vise aussi éventuellement à purifier et recycler la fraction solvant récupérée, notamment en amont de l'étape a) de dissolution et/ou en amont de l'étape b) d'extraction. Par majoritairement, il faut comprendre au moins 50% poids, préférentiellement au moins de préférence au moins 70% poids, de manière préférée au moins 90% poids, de manière très préférée au moins 95%, par rapport au poids du(ou des) solvant(s) contenu(s) dans la solution polymère extraite ou éventuellement la solution polymère raffinée qui alimente l'étape c).
- [0116] Ladite étape c) de récupération des polymères met avantageusement en œuvre au moins une section de récupération de solvant à une température entre 0 et 350°C, de préférence entre 5 et 300°C et de manière préférée entre 10 et 250°C, et à une pression entre 0,1 et 20,0 MPa abs., de préférence entre 0,1 et 15,0 MPa abs. et de manière très préférée entre 0,1 et 10,0 MPa abs.
- [0117] Avantageusement, l'étape c) de récupération des polymères met en œuvre au moins une section de récupération de solvant, chacune comprenant de préférence des équipements opérés à différentes températures et différentes pressions, en vue d'obtenir au moins une fraction solvant et une fraction de polymères purifiés. Dans le cas où plusieurs solvants différents ont été mis en œuvre dans le procédé de traitement selon l'invention, en particulier dans les étapes a) de dissolution et b) d'extraction, l'étape c) peut mettre en œuvre plusieurs sections de récupération de solvant, par exemple deux, trois ou quatre sections de récupération du solvant, de manière à récupérer séparément, séquentiellement et/ou successivement les différents solvants, en particulier le solvant de dissolution et le solvant d'extraction. De manière préférée, le solvant de dissolution et le solvant d'extraction sont identiques et l'étape c) de récupération des polymères met en œuvre une unique section de récupération de solvant.
- [0118] Selon un mode de réalisation particulier de l'invention, le procédé de la présente invention met en œuvre, avantageusement successivement ou simultanément :
- [0119] - une section c1) de récupération de solvant pendant laquelle la solution polymère est chauffée de préférence à une température supérieure à la température de fusion des polymères, pour obtenir une fraction solvant et une fraction de polymères purifiés,
- [0120] - une section c2) de conditionnement pendant laquelle la fraction de polymères purifiés, avantageusement séparée du (des) solvant(s), est refroidie, avantageusement à une température inférieure à la température de fusion des polymères, pour obtenir une fraction comportant des polymères à l'état solide.

- [0121] Selon un mode de réalisation préféré de l'invention, l'étape c) met en œuvre une section de récupération de solvant de l'étape c) dans des conditions de température et de pression ajustées de sorte à se placer dans des conditions supercritiques, c'est-à-dire au-delà du point critique, du(des) solvant(s) à séparer, en particulier du solvant de dissolution, permettant avantageusement de séparer facilement et récupérer au moins une partie du solvant, en particulier du solvant de dissolution. Dans ce mode de réalisation, ladite section de récupération de solvant met en particulier en œuvre un système de fluides qui se compose d'une phase supercritique comprenant majoritairement du solvant en particulier de dissolution et d'une phase liquide comprenant les polymères. Le terme « majoritairement » signifie ici, au moins 50% poids, de préférence au moins 70% poids, de manière préférée au moins 90% poids, de manière très préférée au moins 95% poids, par rapport au poids du flux considéré, c'est-à-dire de la phase supercritique. La séparation peut alors être appelée séparation supercritique du(des) solvant(s). La séparation supercritique du(des) solvant(s) permet de séparer efficacement d'une part le(s) solvant(s) et en particulier le solvant de dissolution et d'autre part les polymères ou éventuellement une solution polymère concentrée, la séparation supercritique étant avantageusement permise par la différence significative de densité entre les deux phases. De plus, la séparation supercritique du(des) solvant(s) permet avantageusement de présenter un coût énergétique et environnemental significativement réduit par rapport à une simple vaporisation du solvant, puisque lors du passage à l'état supercritique, il n'y a pas de chaleur latente de vaporisation.
- [0122] Selon un mode de réalisation particulier de l'invention, au moins une partie de la fraction de polymères purifiés obtenue à l'issue de l'étape c) peut être recyclée vers l'étape a) de dissolution, pour subir à nouveau un cycle de traitement de manière à augmenter l'efficacité de purification des polymères.
- [0123] Très avantageusement, la fraction solvant récupérée à l'issue de l'étape c) peut être traitée dans une section de traitement organique située à l'issue de l'étape c), de manière à la purifier et obtenir un solvant purifié, en particulier un solvant de dissolution purifié, pour pouvoir avantageusement le recycler vers l'étape a) de dissolution et/ou éventuellement vers l'étape b) d'extraction. Ladite éventuelle section de traitement organique à l'issue de l'étape c) peut mettre en œuvre toute méthode connue de l'homme du métier, comme par exemple une ou plusieurs méthodes parmi distillation, évaporation, extraction liquide-liquide, adsorption, cristallisation et précipitation des insolubles, ou par purge. Dans le cas particulier où le solvant d'extraction est le même que le solvant de dissolution, la fraction solvant récupérée à l'issue de l'étape c) peut être traitée dans la même section de traitement organique que la section de traitement organique du solvant usagé obtenu à l'issue de l'étape b) d'extraction. Le solvant usagé obtenu à l'étape b) et la fraction solvant obtenue à l'étape c) sont alors

traitée dans une même section de traitement organique, ce qui permet de simplifier ledit procédé de traitement de charge plastique, de minimiser la consommation des utilités et d'optimiser les étapes de récupération, purification et recyclage des solvants, tout en permettant une purification efficace de la solution polymère, pour obtenir des polymères purifiés.

- [0124] Le procédé selon l'invention permet ainsi d'obtenir un flux purifié de polymères, en particulier de thermoplastiques et plus particulièrement de polyoléfines, à partir de déchets plastiques, qui peut être utilisé dans toute application par exemple en remplacement des mêmes polymères à l'état vierge. Le flux purifié de polymères, c'est-à-dire la fraction de polymères purifiés, obtenu par le procédé selon l'invention présente ainsi une teneur en impuretés suffisamment faible pour pouvoir être utilisé dans toute application.
- [0125] Selon un mode de réalisation préféré de l'invention, le procédé de traitement de la charge plastique comprend, de préférence consiste en :
- [0126] - une étape a) de dissolution dans un solvant de dissolution, pour obtenir au moins une solution polymère brute ;
- [0127] - une étape E1) de séparation des insolubles, alimentée par la solution polymère brute, pour obtenir au moins une solution polymère clarifiée et une fraction insoluble ;
- [0128] - une étape b) d'extraction de la solution polymère clarifiée par un solvant d'extraction, mettant de préférence en œuvre une extraction supercritique, pour obtenir au moins une solution polymère extraite et un solvant usagé ; et
- [0129] - une étape c) de récupération des polymères de la solution polymère extraite, mettant de préférence en œuvre une séparation supercritique du(des) solvant(s), pour obtenir une fraction solvant et une fraction de polymères purifiés ;
- [0130] le solvant de dissolution et le solvant d'extraction étant de préférence identiques.
- [0131] Selon un autre mode de réalisation préféré de l'invention, le procédé de traitement de la charge plastique comprend, de préférence consiste en :
- [0132] - une étape a) de dissolution dans un solvant de dissolution, pour obtenir au moins une solution polymère brute ;
- [0133] - une étape E1) de séparation des insolubles, alimentée par la solution polymère brute, pour obtenir au moins une solution polymère clarifiée et une fraction insoluble ;
- [0134] - une étape E2) de lavage de la solution polymère clarifiée par contact avec une solution dense, pour obtenir au moins un effluent de lavage et une solution polymère lavée ;
- [0135] - une étape b) d'extraction de la solution polymère lavée par un solvant d'extraction, mettant en œuvre de préférence une extraction supercritique, pour obtenir au moins une solution polymère extraite et un solvant usagé ; et
- [0136] - une étape c) de récupération des polymères de la solution polymère extraite issue de

- b), mettant de préférence en œuvre une séparation supercritique du(des) solvant(s), pour obtenir une fraction solvant et une fraction de polymères purifiés ;
- [0137] le solvant de dissolution et le solvant d'extraction étant de préférence identiques.
- [0138] Selon un mode de réalisation particulier de l'invention, le procédé de traitement de la charge plastique comprend, de préférence consiste en :
- [0139] - une étape a) de dissolution dans un solvant de dissolution, pour obtenir au moins une solution polymère brute ;
- [0140] - une étape E2) de lavage de la solution polymère brute par contact avec une solution dense, pour obtenir au moins un effluent de lavage et une solution polymère lavée ;
- [0141] - une étape E1) de séparation des insolubles, alimentée par la solution polymère lavée, pour obtenir au moins une solution polymère clarifiée et une fraction insoluble ;
- [0142] - une étape b) d'extraction de la solution polymère clarifiée par un solvant d'extraction, mettant en œuvre de préférence une extraction supercritique, pour obtenir au moins une solution polymère extraite et un solvant usagé ; et
- [0143] - une étape c) de récupération des polymères de la solution polymère extraite issue de b), mettant de préférence en œuvre une séparation supercritique du(des) solvant(s), pour obtenir une fraction solvant et une fraction de polymères purifiés ;
- [0144] le solvant de dissolution et le solvant d'extraction étant de préférence identiques.
- [0145] Selon un autre mode de réalisation préféré de l'invention, le procédé de traitement de la charge plastique comprend, de préférence consiste en :
- [0146] - une étape a) de dissolution dans un solvant de dissolution, pour obtenir au moins une solution polymère brute ;
- [0147] - une étape E1) de séparation des insolubles, alimentée par la solution polymère brute, pour obtenir au moins une solution polymère clarifiée et une fraction insoluble ;
- [0148] - une étape E2) de lavage de la solution polymère clarifiée par contact avec une solution dense, pour obtenir au moins un effluent de lavage et une solution polymère lavée ;
- [0149] - une étape b) d'extraction de la solution polymère lavée par un solvant d'extraction, mettant en œuvre de préférence une extraction supercritique, pour obtenir au moins une solution polymère extraite et un solvant usagé ;
- [0150] - une étape E3) d'adsorption par mise en contact de la solution polymère extraite avec un adsorbant, de préférence en lit fixe, pour obtenir au moins une solution polymère raffinée ; et
- [0151] - une étape c) de récupération des polymères de la solution polymère raffinée issue de E3), mettant de préférence en œuvre une séparation supercritique du(des) solvant(s), pour obtenir une fraction solvant et une fraction de polymères purifiés ;
- [0152] le solvant de dissolution et le solvant d'extraction étant de préférence identiques.
- [0153] Selon un autre mode de réalisation préféré alternatif de l'invention, le procédé de

traitement de la charge plastique comprend, de préférence consiste en :

- [0154] - une étape a) de dissolution dans un solvant de dissolution, pour obtenir au moins une solution polymère brute ;
- [0155] - une étape E1) de séparation des insolubles, alimentée par la solution polymère brute, pour obtenir au moins une solution polymère clarifiée et une fraction insoluble ;
- [0156] - une étape E2) de lavage de la solution polymère clarifiée par contact avec une solution dense, pour obtenir au moins un effluent de lavage et une solution polymère lavée ;
- [0157] - une étape E3) d'adsorption par mise en contact de la solution polymère lavée avec un adsorbant, de préférence en lit fixe, pour obtenir au moins une solution polymère raffinée ;
- [0158] - une étape b) d'extraction de la solution polymère raffinée par un solvant d'extraction, mettant en œuvre de préférence une extraction supercritique, pour obtenir au moins une solution polymère extraite et un solvant usagé ; et
- [0159] - une étape c) de récupération des polymères de la solution polymère extraite, mettant de préférence en œuvre une séparation supercritique du(des) solvant(s), pour obtenir une fraction solvant et une fraction de polymères purifiés ;
- [0160] le solvant de dissolution et le solvant d'extraction étant de préférence identiques.
- [0161] Les exemples et figures qui suivent illustrent l'invention, en particulier des modes de réalisation particuliers de l'invention, sans en limiter la portée.

LISTE DES FIGURES

- [0162] La mention des éléments référencés dans les Figures 1 à 3 permet une meilleure compréhension de l'invention, sans que celle-ci ne se limite aux modes de réalisation particuliers illustrés dans les Figures 1 à 3. Les différents modes de réalisation présentés peuvent être utilisés seul ou en combinaison les uns avec les autres, sans limitation de combinaison.

[Fig 1]

- [0163] La [Fig.1] représente le schéma d'un mode de réalisation du procédé de la présente invention, comprenant :
- [0164] - une étape a) de dissolution de la charge 1 plastique comprenant des polymères dans un solvant de dissolution 2, pour obtenir une solution polymère brute 3 ;
- [0165] - une étape d'extraction b) de la solution polymère brute 3 par un solvant d'extraction 9, pour obtenir une solution polymère extraite 11 et un solvant usagé 10 ;
- [0166] - une étape c) de récupération des polymères de la solution polymère extraite 11 issue de l'étape b), pour obtenir une fraction solvant 13 et une fraction de polymères purifiés 14.

[Fig 2]

- [0167] La [Fig.2] représente une variante de la mise en œuvre du procédé selon l'invention représenté à la [Fig.1], comprenant :
 - [0168] - une étape a) de dissolution de la charge 1 plastique comprenant des polymères dans un solvant de dissolution 2, pour obtenir une solution polymère brute 3 ;
 - [0169] - une étape E1) de séparation des insolubles, alimentée par la solution polymère brute 3, pour obtenir une solution polymère clarifiée 5 et une fraction insoluble 4 ;
 - [0170] - une étape E2) de lavage de la solution polymère clarifiée 5 par contact avec une solution dense 6, pour obtenir un effluent de lavage 7 et une solution polymère lavée 8 ;
 - [0171] - une étape d'extraction b) de la solution polymère lavée 8 par un solvant d'extraction 9, pour obtenir une solution polymère extraite 11 et un solvant usagé 10 ;
 - [0172] - une étape E3) d'adsorption par mise en contact de la solution polymère extraite 11 avec un adsorbant, pour obtenir une solution polymère raffinée 12 ;
 - [0173] - une étape c) de récupération des polymères de la solution polymère raffinée 12 issue de l'étape E3), pour obtenir une fraction solvant 13 et une fraction de polymères purifiés 14.

[Fig 3]

- [0174] La [Fig.3] représente une variante de la mise en œuvre du procédé selon l'invention représentée à la [Fig.2]. Dans le mode de réalisation montré sur la [Fig.3], le procédé comprend une étape a') intermédiaire entre l'étape a) et l'étape E1). La solution polymère brute 3 est mise en contact avec un adsorbant sous forme de solides divisés en vue d'obtenir une solution polymère 21 comportant l'adsorbant en suspension et alimentant l'étape E1) de séparation. L'adsorbant, introduit préalablement dans l'étape a'), est alors séparé et éliminé dans la fraction insolubles 4.
- [0175] Seules les principales étapes, avec les flux principaux, sont représentées sur les Figures 1 à 3, afin de permettre une meilleure compréhension de l'invention. Il est bien entendu que tous les équipements nécessaires au fonctionnement sont présents (ballons, pompes, échangeurs, fours, colonnes, etc.), même si non représentés.

EXEMPLES

Exemple 1 (conforme à l'invention)

- [0176] 125 ml de n-pentane, ainsi que 23 g d'une charge plastique sous forme de billes de diamètre 5 mm de couleur rose-violet et à base de polypropylène, sont introduits dans un autoclave de 500 ml munie d'un agitateur.
- [0177] L'autoclave est ensuite hermétiquement fermé et chauffé jusqu'à 180°C à raison de 2°C par minute, en agitant à 500 rotations par minutes (rpm). Une fois la température de 180°C atteinte, la température et l'agitation sont maintenues pendant 3 heures, à la pression autogène de 2,6 MPa absolu. Après 3 heures, tout le polyprolylène est dissous

dans le n-pentane. En fin d'étape de dissolution, une phase liquide, une solution polymère brute, très colorée est obtenue.

[0178] Puis 125 mL de n-pentane est ajouté au système, et la température est augmentée jusqu'à 200°C, à raison de 20°C par heure, en maintenant l'agitation à 500 rpm. Puis, la pression est augmentée dans l'autoclave jusqu'à 4,0 MPa absolu. A 200°C et 4,0 MPa absolu, les conditions sont en condition supercritique c'est-à-dire au-delà de la température critique et à la pression critique du n-pentane. Puis, ces conditions de température, de pression et d'agitation sont maintenues pendant 15 minutes, avant arrêt de l'agitation. Le système décante alors en moins de 5 secondes. En fin d'étape d'extraction, deux phases sont obtenues : la phase inférieure, contenant le polymère et correspondant à une solution polymère extraite, est alors légèrement moins colorée que le mélange avant l'étape d'extraction par décantation, et la phase supérieure présente une coloration significative.

[0179] 15 mL de la solution polymère extraite sont prélevés et versés dans un cristallisoir. Le cristallisoir est ensuite placé dans une étuve à 180°C et pression atmosphérique, sous balayage d'azote pendant 6 h.

[0180] Un solide blanchâtre légèrement rosé est alors obtenu dans le cristallisoir.

Exemple 2 (non conforme)

[0181] 125 mL de n-pentane et 23 g d'une charge plastique sous forme de billes de diamètre 5 mm de couleur rose-violet et à base de polypropylène sont introduits dans un autoclave de 500 ml muni d'un agitateur.

[0182] L'autoclave est ensuite hermétiquement fermé et chauffé jusqu'à 180°C à raison de 2°C par minute, en agitant à 500 rotations par minutes (rpm). Une fois la température de 180°C atteinte, la température et l'agitation sont maintenues pendant 3 heures, à la pression autogène de 2,6 MPa abs.. Après 3 heures, tout le polypropylène est dissous dans le pentane. En fin d'étape de dissolution, une phase liquide, une solution polymère brute, très colorée est obtenue.

[0183] 15 mL de la solution polymère brute sont prélevés et versés dans un cristallisoir. Le cristallisoir est ensuite placé dans une étuve à 180°C et pression atmosphérique, sous balayage d'azote pendant 6 h.

[0184] Un solide de couleur rose-violet est alors obtenu dans le cristallisoir. Le solide obtenu a une couleur proche de celle des billes de la charge initiale.

Revendications

[Revendication 1]

Procédé de traitement d'une charge plastique comprenant des polyoléfines, le procédé comprenant :

- a) une étape de dissolution comprenant la mise en contact de la charge plastique avec un solvant de dissolution comprenant un hydrocarbure ayant entre 3 et 12 atomes de carbone, à une température de dissolution entre 100°C et 300°C et une pression de dissolution entre 1,0 et 20,0 MPa abs. pour obtenir au moins une solution polymère brute ;
- b) une étape d'extraction par mise en contact de la solution polymère brute issue de l'étape a) avec un solvant d'extraction comprenant un hydrocarbure ayant entre 3 et 12 atomes de carbone, à une température entre 100°C et 300°C, une pression entre 1,0 et 20,0 MPa abs. à un ratio massique entre le débit massique du solvant d'extraction et le débit massique de la solution polymère brute compris entre 0,05 et 20,0, pour obtenir au moins une solution polymère extraite et un solvant usagé ; puis
- c) une étape de récupération des polymères, pour obtenir au moins une fraction solvant et une fraction de polyoléfines purifiées.

[Revendication 2]

Procédé selon la revendication 1, dans lequel le solvant de dissolution est choisi parmi des solvants organiques ayant un point d'ébullition compris entre -50°C et 250°C, de préférence entre -15°C et 150°C, de manière préférée entre 20°C et 110°C.

[Revendication 3]

Procédé selon la revendication 1 ou 2, dans lequel le solvant de dissolution présente une température critique comprise entre 90 et 400°C, de préférence entre 130 et 300°C et de manière préférée entre 180 et 290°C, et une pression critique comprise entre 1,5 et 5,0 MPa, de préférence entre 2,0 et 4,3 MPa et de manière préférée entre 2,4 et 4,2 MPa.

[Revendication 4]

Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel la température de dissolution à l'étape a) est entre 150 et 250°C et la pression de dissolution est entre 1,5 et 15,0 MPa abs. et de manière très préférée entre 2,0 et 10,0 MPa abs.

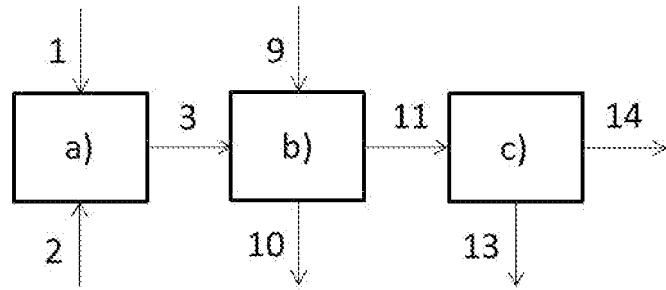
[Revendication 5]

Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel le solvant d'extraction mis en œuvre à l'étape b) est un hydrocarbure, qui présente une température critique comprise entre 90 et 400°C, de préférence entre 130 et 300°C et de manière préférée entre 180 et 290°C, et une pression critique comprise entre 1,5 et 5,0 MPa abs., de

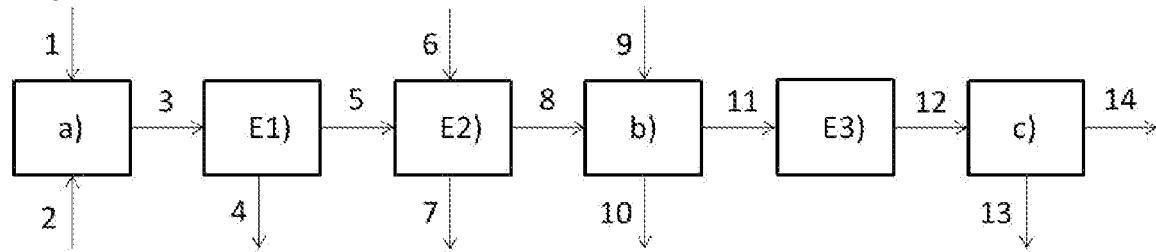
- préférence entre 2,0 et 4,3 MPa abs. et de manière préférée entre 2,4 et 4,2 MPa abs.
- [Revendication 6] Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel le solvant d'extraction est le même que le solvant de dissolution, éventuellement dans un état physique différent.
- [Revendication 7] Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel dans l'étape b), l'extraction est réalisée par mise en contact de la solution polymère brute issue de l'étape a) avec un solvant d'extraction qui est au moins en partie, de préférence en totalité, à l'état supercritique.
- [Revendication 8] Procédé selon la revendication 7, dans lequel le solvant d'extraction est un isomère du pentane, un isomère de l'hexane ou un isomère de l'heptane.
- [Revendication 9] Procédé selon la revendication 7 ou 8, dans lequel l'étape b) d'extraction est mise en œuvre à une température entre 150°C et 300°C, de manière préférée entre 180°C et 280°C, et à une pression de préférence entre 2,0 et 20,0 MPa abs., de manière préférée entre 2,0 et 15,0 MPa abs. et de manière très préférée entre 3,0 et 10,0 MPa abs.
- [Revendication 10] Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel l'étape étape c) de récupération des polymères met en œuvre une section de récupération de solvant à une température entre 0 et 350°C, de préférence entre 5 et 300°C et de manière préférée entre 10 et 250°C, et à une pression entre 0,1 et 20,0 MPa abs., de préférence entre 0,1 et 15,0 MPa abs. et de manière très préférée entre 0,1 et 10,0 MPa abs.
- [Revendication 11] Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel l'étape étape c) de récupération des polymères met en œuvre au moins une section de récupération de solvant dans des conditions de température et de pression ajustées de sorte à se placer dans des conditions super-critiques du solvant de dissolution.
- [Revendication 12] Procédé selon l'une des revendications précédentes, comprenant une étape E1) de séparation des insolubles par séparation solide-liquide, située entre l'étape a) de dissolution et l'étape b) d'extraction, et opérée à une température entre 100°C et 300°C, une pression entre 1,0 et 20,0 MPa abs., de préférence mettant en œuvre un séparateur électrostatique et/ou un filtre et/ou un filtre à sable.
- [Revendication 13] Procédé selon l'une des revendications précédentes, comprenant une étape E2) de lavage par une solution dense, située entre l'étape a) de dissolution et l'étape b) d'extraction, et opérée à une température entre 100°C et 300°C, une pression entre 1,0 et 20,0 MPa abs., la solution

- dense ayant une densité supérieure ou égale à 0,85, de préférence supérieure ou égale à 0,9, préférentiellement supérieure ou égale à 1,0, de manière très préférée la solution dense étant une solution aqueuse.
- [Revendication 14] Procédé selon l'une des revendications précédentes, comprenant une étape E3) d'adsorption située entre l'étape a) de dissolution et l'étape c) de récupération des polymères et mettant en œuvre une section d'adsorption opérée en présence d'au moins un adsorbant, à une température entre 100 et 300°C et une pression entre 1,0 et 20,0 MPa abs.
- [Revendication 15] Procédé selon l'une des revendications précédentes, comprenant :
- a) une étape de dissolution comprenant la mise en contact de la charge plastique avec un solvant de dissolution, à une température de dissolution entre 100°C et 300°C et à une pression de dissolution entre 1,0 et 20,0 MPa abs., pour obtenir au moins une solution polymère brute ;
 - E1) une étape de séparation des insolubles par séparation solide-liquide, à une température entre 100°C et 300°C et à une pression entre 1,0 et 20,0 MPa abs., ladite étape E1) étant alimentée par solution polymère brute issue de l'étape a), pour obtenir au moins une solution polymère clarifiée et une fraction insoluble ;
 - b) une étape d'extraction par mise en contact de la solution polymère clarifiée issue de l'étape E1) avec un solvant d'extraction, à une température entre 100°C et 300°C, à une pression entre 1,0 et 20,0 MPa abs. et à un ratio massique entre le débit massique du solvant d'extraction et le débit massique de la solution polymère clarifiée compris entre 0,05 et 20,0, pour obtenir au moins une solution polymère extraite et un solvant usagé ; puis
 - c) une étape de récupération des polymères, pour obtenir au moins une fraction solvant et une fraction de polymères purifiés, ladite étape de récupération des polymères mettant de préférence en œuvre au moins une section de récupération de solvant dans des conditions de température et de pression ajustées de sorte à se placer dans des conditions super-critiques du solvant de dissolution.

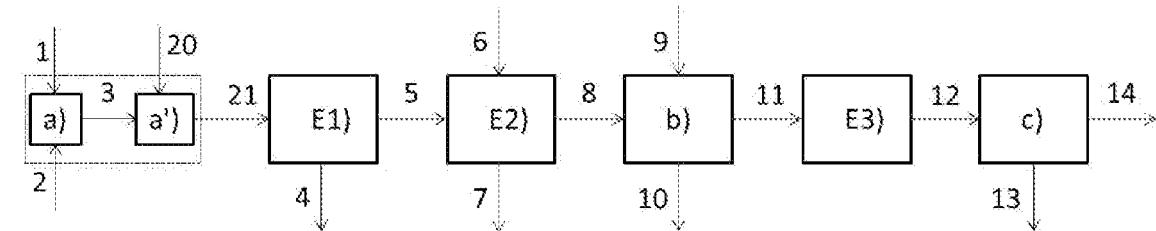
[Fig. 1]



[Fig. 2]



[Fig. 3]



RAPPORT DE RECHERCHE

articles L.612-14, L.612-53 à 69 du code de la propriété intellectuelle

OBJET DU RAPPORT DE RECHERCHE

L'I.N.P.I. annexe à chaque brevet un "RAPPORT DE RECHERCHE" citant les éléments de l'état de la technique qui peuvent être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention, au sens des articles L. 611-11 (nouveauté) et L. 611-14 (activité inventive) du code de la propriété intellectuelle. Ce rapport porte sur les revendications du brevet qui définissent l'objet de l'invention et délimitent l'étendue de la protection.

Après délivrance, l'I.N.P.I. peut, à la requête de toute personne intéressée, formuler un "AVIS DOCUMENTAIRE" sur la base des documents cités dans ce rapport de recherche et de tout autre document que le requérant souhaite voir prendre en considération.

CONDITIONS D'ETABLISSEMENT DU PRESENT RAPPORT DE RECHERCHE

Le demandeur a présenté des observations en réponse au rapport de recherche préliminaire.

Le demandeur a maintenu les revendications.

Le demandeur a modifié les revendications.

Le demandeur a modifié la description pour en éliminer les éléments qui n'étaient plus en concordance avec les nouvelles revendications.

Les tiers ont présenté des observations après publication du rapport de recherche préliminaire.

Un rapport de recherche préliminaire complémentaire a été établi.

DOCUMENTS CITES DANS LE PRESENT RAPPORT DE RECHERCHE

La répartition des documents entre les rubriques 1, 2 et 3 tient compte, le cas échéant, des revendications déposées en dernier lieu et/ou des observations présentées.

Les documents énumérés à la rubrique 1 ci-après sont susceptibles d'être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention.

Les documents énumérés à la rubrique 2 ci-après illustrent l'arrière-plan technologique général.

Les documents énumérés à la rubrique 3 ci-après ont été cités en cours de procédure, mais leur pertinence dépend de la validité des priorités revendiquées.

Aucun document n'a été cité en cours de procédure.

**1. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE SUSCEPTIBLES D'ETRE PRIS EN
CONSIDERATION POUR APPRECIER LA BREVETABILITE DE L'INVENTION**

EP 0 945 481 A1 (SOLVAY [BE])
29 septembre 1999 (1999-09-29)

CN 101 367 957 B (UNIV ZHEJIANG; HANGZHOU
SHUANG AN TECHNOLOGY CO LTD)
21 septembre 2011 (2011-09-21)

CN 107 641 216 B (NANO & ADVANCED
MATERIALS INST LTD)
7 août 2020 (2020-08-07)

US 5 994 417 A (ROBERTS CHRISTOPHER B [US]
ET AL) 30 novembre 1999 (1999-11-30)

FR 2 878 250 A1 (SOLVAY SA SA BELGE [BE])
26 mai 2006 (2006-05-26)

US 2019/390031 A1 (LAYMAN JOHN MONCRIEF
[US] ET AL) 26 décembre 2019 (2019-12-26)

WO 97/05194 A1 (CF TECH [US])
13 février 1997 (1997-02-13)

**2. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE ILLUSTRANT L'ARRIERE-PLAN
TECHNOLOGIQUE GENERAL**

NEANT

**3. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE DONT LA PERTINENCE DEPEND
DE LA VALIDITE DES PRIORITES**

NEANT