

Umsetzung von Polyurethan in einem sich verjüngenden Reaktor

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Umsetzung eines Polyurethan enthaltenden Kunststoffmaterials sowie eine entsprechende Vorrichtung.

Aufgrund ihrer vielen einstellbaren Eigenschaften finden Polyurethane weite Verwendung für Produkte, die in der Industrie oder in Haushalten benutzt werden. Beispiele für derartige Produkte sind Schaumstoffe, Lacke, Klebstoffe, Vergussmassen, Schläuche, Dichtungen, Bodenbeläge, Matratzen, Autoteile, Teile von Sportgeräten, Teile von Schuhen, und dergleichen.

Daher fällt ein hoher Anteil an Polyurethan-Abfällen an, wenn die entsprechenden Produkte beschädigt werden oder das Ende ihrer Lebensdauer erreicht haben.

In der Vergangenheit wurden daher Versuche unternommen, Polyurethane einem Recycling zuzuführen. Das europäische Patent 01976719 B1 beschreibt beispielsweise ein Verfahren, bei dem ein Polyurethanharz durch Inkontaktbringen mit nur Wasser bei hohen Temperaturen hydrolysiert wird.

Die Aufgabe der Erfindung besteht darin, ein verbessertes Verfahren bereitzustellen.

Die Erfindung ergibt sich aus den Merkmalen der unabhängigen Ansprüche. Vorteilhafte Weiterbildungen und Ausgestaltungen sind Gegenstand der abhängigen Ansprüche.

Im Rahmen der Erfindung wird unter Kunststoffmaterial ein Kunststoff umfassendes Material verstanden, das von einem reinen Kunststoff bis hin zu kunststoffhaltigen Gemischen reicht. Der Begriff „Kunststoff“ wird im üblichen Sinn verwendet und bezeichnet einen synthetisch hergestellten Stoff, beispielsweise einen im Rahmen einer organischen Synthese hergestellten Stoff, etwa ein durch Polymerisation, Polyaddition und/oder Polykondensation aus einem oder mehreren unterschiedlichen Monomeren hergestelltes Polymer. Kunststoffe werden gemäß einer üblichen Einteilung in Duroplaste,

Thermoplaste, Elastomere und thermoplastische Elastomere eingeteilt. Bekannte Beispiele für Kunststoffe sind Polyethylen, Polycarbonat, Polyacryl, Polymethacryl, Polyacrylamid, Polystyrol, Acrylnitril-Butadien-Kautschuk, Styrol-Butadien-Kautschuk, Chloropren-Kautschuk, Butadien-Kautschuk und Ethylen-Propylen-Dien-Kautschuk, sowie Polyurethan, wobei in besonderen Ausführungsformen vorgesehen ist, dass das Kunststoffmaterial als Kunststoffe nur hydrolysierbare Kunststoffe umfasst, beispielsweise neben Polyurethanen auch Polyester, Polyamide und/oder Polycarbonate. Vorher für eine technische Aufgabe verwendeter, beispielsweise im Rahmen einer Matratzenherstellung angefallener oder chemisch bearbeiteter, etwa vulkanisierter Naturkautschuk, gilt im Rahmen der Erfindung ebenfalls als Kunststoff, Lignin, also Holz, jedoch nicht. Die Kunststoffe können, gegebenenfalls in Abhängigkeit von deren ursprünglichem Verwendungszweck, weitere Substanzen wie beispielsweise Weichmacher, mikrobizide Substanzen, Antioxidantien, Stabilisatoren, beispielsweise gegenüber UV-Licht, Flammenschutzmittel, Farbstoffe oder Reste von Polymerisationsinitiatoren enthalten. Kunststoffe umfassen auch solche, die nicht auf Ausgangsprodukten auf Erdölbasis beruhen, sondern die im Rahmen eines Konzepts der Nachhaltigkeit und der Erneuerbarkeit aus nachwachsenden Rohstoffen entstehen, entweder im Rahmen einer chemischen Synthese oder im Rahmen biotechnologischer oder mikrobiologischer Verfahren durch entsprechend gestaltete Enzyme oder Produktionsorganismen. Die eingangs genannten kunststoffhaltigen Gemische sind entweder Gemische aus reinen Kunststoffen, oder Gemische, die auch ein oder mehrere Nicht-Kunststoffe wie etwa Metall, Keramik oder Glas, umfassen. Vorzugsweise stellen der oder die Kunststoffe in solchen Gemischen, die auch Nicht-Kunststoffe umfassen, den relativ größten Anteil, bezogen auf Masse oder Volumen dar, beispielsweise wenigstens 67%, wenigstens 75 %, wenigstens 80 %, wenigstens 90 %, wenigstens 95 %, wenigstens 98 % oder wenigstens 99%. Vorzugsweise befinden sich in dem Kunststoffmaterial keine Nicht-Kunststoffe, wobei Verfahren zu deren Verringerung dem Fachmann bekannt sind und beispielsweise manuelles Entfernen von Nicht-Kunststoff, magnetisches Entfernen magnetischer Metalle oder Metalllegierungen, oder das Trennen von Kunststoffen und gegebenenfalls anderen Materialien ähnlicher Dichte aufgrund von Dichteunterschieden von Materialien unterschiedlicher Dichten, etwa über Windsichten oder Rüttel- oder Vibrationsvorrichtungen umfassen. Innerhalb des Kunststoffmaterials nimmt Polyurethan den größten Massenanteil ein, vorzugsweise mehr als 60 %, beispielsweise mindestens 65 %, mindestens 70 %, mindestens 75 %, mindestens 80 %, mindestens 85 %, mindestens 90 %, oder mindestens 95 %, stellt also dementsprechend den überwiegenden Hauptbestandteil dar. Beispielsweise weisen ausrangierte Polyurethan-Matratzen häufig entsprechende geringe

Anteile an Polyethylen oder Polypropylen auf, die üblicherweise von den Bezugstoffen herrühren.

Das im Verfahren verwendete Kunststoffmaterial enthält Polyurethan und gegebenenfalls weiterhin einen oder mehrere hydrolysierbare Kunststoffe, ausgewählt unter Polyestern, Polyamiden oder Polycarbonaten, oder besteht aus Polyurethanen und gegebenenfalls weiterhin Polyestern, Polyamiden oder Polycarbonaten und/oder einem Gemisch daraus. Gemäß einer besonderen Ausführungsform besteht das Kunststoffmaterial aus Polyurethan oder einem Polyurethan-Gemisch, oder besteht aus Polyurethan sowie Polyester oder einem Polyester-Gemisch, beispielsweise aus Polyethylenterephthalat oder einem Polyethylenterephthalat-Gemisch, oder besteht aus einem Polyurethan-/Polyolefin-Kompositmaterial, wobei das Polyurethan in dem Komposit vorzugsweise einen Anteil von wenigstens 50 Massenprozent aufweist. Innerhalb der hydrolysierbaren Kunststoffe nimmt Polyurethan den größten Massenanteil ein, vorzugsweise mehr als 60 %, beispielsweise mindestens 65 %, mindestens 70 %, mindestens 75 %, mindestens 80 %, mindestens 85 %, mindestens 90 %, oder mindestens 95 %, stellt also dementsprechend den überwiegenden Hauptbestandteil dar. Beispielsweise handelt es sich bei dem Kunststoffmaterial um Matratzen oder Abfälle aus der Matratzenherstellung, wobei das Rohstoffmaterial als einen hydrolysierbaren Bestandteil Polyurethan enthält. Das Polyurethan kann dabei insbesondere als Schaumstoff vorliegen, wobei im Rahmen des Verfahrens der besondere Vorteil auftritt, dass ein Ausgangsmaterial mit hohem Volumen (nämlich ein Schaumstoff, der sich zwar in bestimmtem Maße komprimieren lässt, jedoch immer bestrebt ist, ein großes Volumen einzunehmen, und daher entsprechend dimensionierte erste Leitungen und Reaktionsgefäße erfordert) in Gegenwart eines vergleichsweise geringen Volumens an Reaktionsmedium umgesetzt wird, wobei nach entsprechender Druck- und Hitzebehandlung ein deutlich geringeres Volumen resultiert. Im Wesentlichen wird also ein sperriger Feststoff, nämlich ein Schaumstoff, in eine leichter handhabbare Form mit deutlich höherem Flüssigkeitsanteil und mit geringerem Volumen überführt und damit ein wesentliches Problem der Polyurethan-Abfall- und Recyclingwirtschaft gelöst.

Ein Aspekt der Erfindung betrifft ein kontinuierliches Verfahren zur Umsetzung eines wenigstens einen hydrolysierbaren Kunststoff enthaltenden Kunststoffmaterials, umfassend folgende Schritte: Bereitstellen eines Reaktionsgemisches, wobei das Reaktionsgemisch ein als Feststoff vorliegendes und ein Polyurethan enthaltendes Kunststoffmaterial und weiterhin ein wässriges Medium umfasst, wobei im Reaktionsgemisch das Massenverhältnis zwischen dem Wasser des wässrigen Mediums

und Polyurethan nicht mehr als 0,6 zu 1 beträgt; weiterhin Transportieren des Reaktionsgemisches mittels einer in einer ersten Leitung angeordneten ersten Förderschnecke zu einer als Druckschleuse ausgebildeten Einfüllöffnung eines sich wenigstens in einem Endbereich, bezogen auf die Transportrichtung, verjüngenden Reaktors; weiterhin Transportieren des Reaktionsgemisches mittels einer in dem Reaktor angeordneten Reaktorfördererschnecke bei einem Druck von > 1 bar bis 60 bar bei einer Temperatur von 180 °C bis 270 °C bis zum Endbereich des Reaktors, weiterhin im Endbereich des Reaktors Überführen des derart druck- und hitzebehandelten Reaktionsgemisches über eine als Druckschleuse ausgebildete Entnahmeöffnung in eine zweite Leitung, weiterhin Transportieren des druck- und hitzebehandelten Reaktionsgemisches mittels einer in der zweiten Leitung angeordneten zweiten Förderschnecke, weiterhin innerhalb der zweiten Leitung Bereitstellen einer Erhitzungszone mit einer Temperatur, die über der im Reaktor vorherrschenden Temperatur liegt, weiterhin in der Verdampfungszone Entnahme gasförmiger Bestandteile über wenigstens eine Entgasungsstelle und in oder nach der Verdampfungszone Gewinnen des druck- und hitzebehandelten sowie von gasförmigen Bestandteilen befreiten Reaktionsgemisches. Das Reaktionsgemisch kann dabei teilweise oder ganz von den gasförmigen Bestandteilen befreit sein.

Das wässrige Medium umfasst oder besteht aus Wasser und kann optional ein Reaktionsadditiv enthalten.

Aus dem gewonnenen druck- und hitzebehandelten Reaktionsgemisch können optional die flüssige Phase und die enthaltenen Feststoffe getrennt werden, beispielsweise Zentrifugation oder Filtration, und optional die erhaltenen Feststoffe getrocknet werden.

Das Massenverhältnis zwischen Wasser des wässrigen Mediums und Polyurethan im Kunststoffmaterial beträgt nicht mehr als 0,6 zu 1, insbesondere nicht mehr als 0,5 zu 1, beispielsweise 0,45 zu 1, so dass Polyurethan, bezogen auf die Massenverhältnisse, in deutlichem Überschuss vorliegt. Größere Mengen an wässrigem Medium sind zwar möglich, jedoch wurde überraschend festgestellt, dass mit den angegebenen Massenverhältnissen gute Umsetzungsraten erzielbar sind. Dementsprechend ist es nicht erforderlich, dass das Kunststoffmaterial in einem zusammenhängenden wässrigen Medium suspendiert ist, sondern es braucht lediglich damit befeuchtet sein. Mit dem Ziel einer ressourcenschonenden Kreislaufwirtschaft stellt die Verringerung von Wasserverbrauch einen wesentlichen Vorteil dar.

Das Reaktionsgemisch wird zu Beginn des Verfahrens mittels der ersten Förderschnecke zu der als Druckschleuse ausgebildeten Einfüllöffnung des Reaktors transportiert. Ein Beispiel für entsprechende Druckschleusen sind an sich fachbekannte Doppelschleusen. Weitere Beispiele sind Förderschnecken, die unter Materialverdichtung fördern, oder Förderschnecken, die sogar Rückfördererelemente aufweisen, welche zu einer lokalen Verdichtung an transportiertem Material führen, die ihrerseits eine Druckbarriere darstellt und somit als Druckschleuse fungiert. Das Volumen des Reaktors kann beispielsweise vom Literbereich über den Kubikmeterbereich bis hin zu großtechnischen Volumina mit Dutzenden von Kubikmetern oder mehr reichen.

Nach Passieren der Druckschleuse wird das im Kunststoffmaterial enthaltene und anfangs als Feststoff vorliegende Polyurethan des Kunststoffmaterials, ebenso wie gegebenenfalls darin vorliegende weitere hydrolysierbare Kunststoffe, angesichts der im Reaktor vorherrschenden Temperatur- und Druckbedingungen in Gegenwart des wässrigen Mediums, welches optional Reaktionsadditiv enthält, mit zunehmender Umsetzung der darin enthaltenen hydrolysierbaren Kunststoffe in eine flüssige Phase überführt. Da aufgrund des geringen Wasseranteils das Volumen des Reaktionsgemisches hauptsächlich auf das Kunststoffmaterial zurückzuführen ist, verringert sich das Volumen des Kunststoffmaterials mit fortschreitendem Transport in Richtung der Entnahmeöffnung zunehmend. Folglich kann ein sich wenigstens in einem Endbereich verjüngender Reaktor verwendet werden, welcher vorteilhaft mit zunehmender Verjüngung und damit einhergehendem geringeren Volumen des Reaktionsgemisches eine geringere Heizleistung und einen geringeren Platzbedarf erfordert.

Das Verfahren wird durchgeführt bei einem Druck im Bereich von >1 Bar bis 60 Bar, also bei einem Überdruck, bezogen auf einen Atmosphärendruck von 1 Bar, wie etwa 5 bis 50 Bar, 10 bis 40 Bar, oder 20 bis 30 Bar, beispielsweise also bei etwa 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 55 oder 60 Bar. Die Temperatur liegt während der Durchführung des Verfahrens in einem Bereich von 180°C bis 270°C, wie etwa 180°C bis 250°C, wie etwa 190°C bis 245°C, 200°C bis 240°C, 210°C bis 235, oder 215°C bis 230°C, wie etwa 185, 190, 200, 210, 215, 220, 225, 230, 235, 240 oder 250°C. Vorzugsweise werden eine Soll-Temperatur und ein Soll-Druck vorgegeben, wobei es für den Fachmann jedoch verständlich ist, dass während der Durchführung eines Verfahrens die Ist-Werte von den Soll-Werten abweichen oder um diese herum schwanken können, und gegebenenfalls entsprechend gesteuert oder nachgeregelt werden können. Die Temperatur und der Druck können aktiv geregelt werden. Gemäß einer besonderen Weiterbildung wird lediglich die Temperatur aktiv geregelt, wobei sich der Druck aufgrund der vorliegenden

Temperatur des wässrigen Reaktionsgemisches in einem vorgegebenen Reaktionsvolumen als Gleichgewichtsdruck passiv einstellt. Die Geschwindigkeit des Transports von der Einfüllöffnung zur Entnahmeöffnung kann in Abhängigkeit von der erreichten Verringerung des Feststoffanteils angepasst werden, beispielsweise verringert werden, wenn eine optional mögliche Probenentnahme einen zu hohen Feststoffanteil im druck- und hitzebehandelten Reaktionsgemisch zeigt. Nicht-beschränkende Beispiele für die Dauern der Druck- und Hitzebehandlung sind Zeiträume von beispielsweise von 1 bis 8 Stunden, beispielsweise 1,5 bis 6 Stunden, wie etwa 2 bis 4 Stunden, beispielsweise also 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, oder 8 Stunden, ± 0 bis 59 Minuten. Beispielsweise beträgt die Dauer der Druck- und Hitzebehandlung dabei 45 bis 250 Minuten, insbesondere 45 bis 240 Minuten. Jedoch ist es für den Fachmann klar, dass in Anpassung besonderer Umsetzungsverläufe die Zeitdauern entsprechend angepasst werden können, beispielsweise weniger als 1 Stunde betragen können, falls eine Umsetzung sehr schnell erfolgt, oder mehr als 8 Stunden betragen können, falls eine Umsetzung sehr langsam erfolgt. Das Verfahren erfolgt kontinuierlich, wobei gegebenenfalls unter Probenahme aus dem Reaktor der Grad der Umsetzung ermittelt wird und die Zeitdauer entsprechend angepasst wird. Die Umsetzung erfolgt unter Luftabschluss. Sie kann insbesondere unter anaeroben Bedingungen erfolgen. Dem Fachmann sind geeignete Maßnahmen zur Erzeugung anaerober Bedingungen bekannt, beispielsweise durch Austreiben von Sauerstoff aus dem wässrigen Reaktionsgemisch durch Erhitzen, durch Dampferzeugung und/oder durch Spülen mit einem inerten Gas wie beispielsweise Stickstoff.

Die Verjüngung des Reaktors in Transportrichtung kann durchgehend sein, so dass der Querschnitt zwischen der Einfüllöffnung und der Entnahmeöffnung sich ständig verringert, beispielsweise sich linear verringert. Als eine weitere Alternative kann vorgesehen sein, dass der Querschnitt des Reaktors nach der Einfüllöffnung zunächst konstant bleibt. Damit wird dem Umstand Rechnung getragen, dass die Umsetzung nach Einbringen des Reaktionsgemisches in den Reaktor erst anlaufen muss und somit in der Einfüllöffnung mit einer geringeren Volumenreduktion des Feststoffs zu rechnen ist. In einer gewissen Entfernung von der Einfüllöffnung kann dann der Querschnitt des Reaktors verringert werden. Tatsächlich wurde überraschenderweise gefunden, dass selbst bei einem geringen Anteil an wässrigem Medium die Umwandlung von Feststoffen in Flüssigkeiten schon nach kurzem Transport im Reaktor einsetzt und damit eine Reduktion des Feststoffvolumens einhergeht. Dementsprechend kann beispielsweise vorgesehen sein, dass die ersten 5 bis 20 % der Länge des Reaktors, wie etwa 10 bis 15 % der Länge, einen konstanten Querschnitt aufweisen und der restliche Anteil eine Verjüngung

aufweist, beispielsweise eine lineare Verjüngung. Die Transportrichtung im Reaktor folgt gemäß einer Ausführungsform der Schwerkraft.

Nach Durchqueren des Reaktors wird das druck- und hitzebehandelte Reaktionsgemisch über die als Druckschleuse ausgebildete Entnahmeöffnung in eine zweite Leitung überführt. Zu diesem Zeitpunkt weist das Reaktionsgemisch im Vergleich zum anfänglich eingesetzten Reaktionsgemisch einen wesentlich geringeren Volumenanteil an Feststoffen auf, gegebenenfalls keine Feststoffe. Stattdessen stellt das druck- und hitzebehandelte Reaktionsgemisch eine Flüssigkeit oder eine Flüssigkeit mit Feststoffanteilen dar. Vorteilhaft wird dadurch als ein Ziel des Verfahrens die Verringerung des Volumens des eingesetzten Feststoffes, bestehend aus dem als Feststoff vorliegenden Kunststoffmaterial und gegebenenfalls weiterer Feststoffanteile, erreicht. Beispielsweise ist eine Verringerung auf bis zu 95 %, bis zu 90 %, oder 4 bis 50 %, wie etwa 5 bis 30 %, beispielsweise 7 bis 25 % oder 10 bis 15 % möglich, bezogen auf das Volumen des eingesetzten Feststoffs. Eine hohe Verringerung ist insbesondere bei Schaumstoffen möglich.

Ein weiteres optionales Ziel des Verfahrens ist die Weiterverwendung der im Rahmen der Umsetzung erhaltenen Produkte. Zur Bereitstellung eines einheitlicheren druck- und hitzebehandelten Reaktionsgemisches ist daher innerhalb der zweiten Leitung eine Verdampfungszone mit einer Temperatur vorgesehen, die über der im Reaktor vorherrschenden Temperatur liegt. Die Verdampfungszone ist folglich geeignet, Bestandteile zu entfernen, deren Siedetemperatur oberhalb der im Reaktor vorherrschenden Temperatur, jedoch unterhalb der Verdampfungszone vorherrschenden Temperatur liegt. Dies erfolgt über eine oder mehrere Entgasungsstellen, wo gasförmige Bestandteile, die eine entsprechende Siedetemperatur aufweisen, entnommen werden. An den Entgasungsstellen können erforderlichenfalls fachbekannte Kühlfallen, Vakuumfallen und /oder Ventile oder Regelvorrichtungen zur Aufrechterhaltung von Druckgefällen zum Einsatz kommen. Die entnommenen gasförmigen Bestandteile können einer getrennten Verwendung zugeführt werden. In oder nach der Verdampfungszone wird das druck- und hitzebehandelte Reaktionsgemisch, das nun von gasförmigen Bestandteilen mit einer Siedetemperatur über der im Reaktor vorherrschenden Temperatur befreit ist, gewonnen.

Für eine verbesserte Umsetzung wird das Kunststoffmaterial vorzugsweise in zerkleinertem Zustand eingesetzt, insbesondere wenn es in Wasser nicht quellbaren Kunststoff umfasst. Dabei können fachübliche Zerkleinerungsverfahren verwendet werden, beispielsweise kann das Kunststoffmaterial zerschnitten, zerrissen, in Flocken

geraspelt, geschreddert, granuliert, zermahlen oder pulverisiert werden, gegebenenfalls nach vorheriger Temperaturabsenkung zur Erhöhung der Sprödigkeit. Nichtlimitierende Beispiele für die Größe der verwendeten Kunststoffpartikel sind etwa $0,5 \text{ cm}^3$ bis 10 cm^3 ($0,5 \text{ ml}$ bis 10 ml), wie etwa 1 cm^3 bis 5 cm^3 , insbesondere für poröses oder eine große Oberfläche aufweisendes Kunststoffmaterial, oder Kunststoffpartikel mit einem Durchmesser, gemessen an der größten Stelle, von maximal etwa 10, 5, 2, 1, 0,5, 0,1, 0,05 oder 0,01 Millimeter.

Gemäß einer Ausführungsform ist vorgesehen, dass die Temperatur in der Verdampfungszone größer oder gleich ist der Siedetemperatur stickstoffhaltiger Bestandteile und geringer ist als die Siedetemperatur hochsiedender Bestandteile. Entsprechende stickstoffhaltige Bestandteile treten insbesondere auf, wenn stickstoffhaltige Kunststoffe im Kunststoffmaterial enthalten sind, also auch im Falle von Polyurethanen. Bei den stickstoffhaltigen Bestandteilen handelt es sich üblicherweise um Diamine oder deren Abbauprodukte oder Reaktionsprodukte. Durch die Entfernung dieser stickstoffhaltigen Bestandteile können einerseits diese einer gesonderten Weiterverwendung zugeführt werden und andererseits ein einheitlicheres druck- und hitzebehandeltes Reaktionsgemisch bereitgestellt werden. Insbesondere ist ein an stickstoffhaltigen Bestandteilen verarmtes oder von diesen befreites Reaktionsgemisch besser geeignet für eventuell nachfolgende Bearbeitungsschritte, beispielsweise eine Pyrolyse.

In einer Ausführungsform ist vorgesehen, dass die Temperatur der Verdampfungszone 265°C bis 300°C , insbesondere 265°C bis 280°C , wie etwa 270°C bis 280°C beträgt. Bei diesen Temperaturbereichen wurde ermittelt, dass vorteilhaft wesentliche Anteile stickstoffhaltiger Bestandteile über die wenigstens eine Entgasungsstelle aus dem druck- und hitzebehandelten Reaktionsgemisch teilweise oder ganz entfernbar sind. Insbesondere wurde festgestellt, dass bei einer Temperatur in der Verdampfungszone von 265°C bis zu 280°C Diaminotoluole über die Entgasungsstelle in gasförmiger Form aus dem Reaktionsgemisch abgezogen werden konnten. Ebenso vorteilhaft enthält das dergestalt von stickstoffhaltigen Bestandteilen teilweise oder vollständig befreite verbleibende druck- und hitzebehandelte Reaktionsgemisch Bestandteile, die bei höherer Temperatur sieden. Ohne auf eine Theorie festgelegt wollen zu sein, wird angenommen, dass es sich angesichts des im anfänglich eingesetzten Reaktionsgemisch vorliegenden Polyurethans um Polyole und deren Abbauprodukte und/oder Umbauprodukte handelt.

In einer Ausführungsform ist vorgesehen, dass in der zweiten Leitung vor der Verdampfungszone eine Entwässerungszone angeordnet ist, in der die Temperatur oberhalb

der Siedetemperatur von Wasser und unterhalb der Siedetemperatur stickstoffhaltiger Bestandteile liegt. Dementsprechend lässt sich über ein oder mehrere Wasserdampf-Entnahmestellen in der Entwässerungszone gasförmiger Wasserdampf entnehmen und somit der Wasseranteil des druck- und hitzebehandelten Reaktionsgemisches senken. Dadurch wird die Bereitstellung eines druck- und hitzebehandelten Reaktionsgemisches ermöglicht, welches zusätzlich teilweise oder ganz entwässert ist und damit vorteilhaft in der leichter handhabbare Form eines Feststoffs vorliegt. An den Wasserdampf-Entnahmestellen können erforderlichenfalls fachbekannte Kühlfallen, Vakuumfallen und /oder Ventile oder Regelvorrichtungen zur Aufrechterhaltung von Druckgefällen zum Einsatz kommen.

Der Druck in der zweiten Leitung kann dem Druck im Reaktor entsprechen oder Atmosphärendruck sein. Im erstgenannten Fall kann am Ende der zweiten Leitung eine weitere Druckschleuse zur Überführung in Atmosphärendruck vorgesehen sein. Im letztgenannten Fall erfolgt durch die als Druckschleuse ausgebildete Entnahmeöffnung des Reaktors eine Reduzierung des Drucks auf Atmosphärendruck. Als weitere Option ist die Verwendung einer oder mehrerer weiterer Druckschleusen zwischen der selbst als Druckschleusen ausgebildeten Entnahmeöffnung und dem Ende der zweiten Leitung zur stufenweisen Reduzierung des Drucks möglich.

Gemäß einer Ausführungsform entspricht bei einer zweiten Leitung, in der Atmosphärendruck herrscht, die in der zweiten Leitung vorherrschende Temperatur mindestens dem Siedepunkt von Wasser bei dem entsprechenden Atmosphärendruck. Vorteilhaft wird dadurch bei Bereitstellung einer Entwässerungszone mit mindestens einer Entgasungsstelle die Verringerung des Wasseranteils ermöglicht. In einer Weiterbildung ist vorgesehen, dass die Temperatur in der Entwässerungszone unterhalb der Siedetemperatur stickstoffhaltiger Bestandteile liegt, wobei sich an die Entwässerungszone eine Verdampfungszone mit einer Temperatur über der Siedetemperatur stickstoffhaltiger Bestandteile anschließt, und wobei über eine oder mehrere entsprechende Entgasungsstellen in der Verdampfungszone stickstoffhaltige Bestandteile aus dem druck- und hitzebehandelten sowie teilweise oder ganz von Wasser befreitem Reaktionsgemisch entnehmbar sind.

Gemäß einer Ausführungsform beträgt in dem Reaktionsgemisch, mit welchem die erste Leitung beschickt wird, das Volumenverhältnis zwischen Feststoff und wässrigem Medium 100:1 bis 5:1, beispielsweise 75:1 bis 10:1, 30:1 bis 20:1, wie etwa 25:1. Insofern ist es ersichtlich, dass nicht überwiegend ein wässriges Medium vorliegt, in welchem das Kunst-

stoffmaterial als Feststoff (und gegebenenfalls noch weitere Feststoffe) suspendiert ist, sondern vielmehr der überwiegende Volumenanteil vom Kunststoffmaterial gestellt wird, welches mit einem deutlich geringeren Volumen an wässrigem Medium lediglich befeuchtet ist. Beispielsweise kann vorgesehen sein, dass pro Volumenanteil Polyurethan-Schaumstoff oder pro Volumenanteil Feststoff 0,05 bis 0,2 Volumenanteile an wässrigem Medium vorgesehen sind. Dementsprechend liegt zu Beginn der Umsetzung lediglich ein mit wässrigem Medium befeuchtetes Kunststoffmaterial im Reaktionsgemisch vor, also im Wesentlichen ein mit dem Reaktionsmedium befeuchteter Feststoff, wobei mit fortschreitendem Transport in Transportrichtung durch die Umsetzung Feststoff mit hohem Volumenbedarf in eine flüssige Phase mit geringerem Volumenbedarf überführt wird.

Das Verhältnis der Querschnittsfläche des Reaktors vor der Verjüngung zu der Querschnittsfläche bei maximaler Verjüngung kann gemäß besonderen Ausführungsformen 10:1, insbesondere 5:1, insbesondere 2:1 betragen. Vorteilhaft wird dadurch erwarteten Verringerungen des Volumens der Feststoffe Rechnung getragen.

Gemäß einer Ausführungsform ist vorgesehen, dass das gewonnene druck- und hitzebehandelte Reaktionsgemisch direkt oder indirekt zur Durchführung einer Pyrolyse in eine Pyrolyseanlage eingeleitet wird. Das Prinzip der Pyrolyse an sich ist bekannt und beruht auf einer thermochemischen Umwandlung von Stoffen unter Ausschluss von externem Sauerstoff, üblicherweise in einen Temperaturbereich von 150°C bis 800 °C. Im Rahmen des hierin beschriebenen Verfahrens wird als Untergrenze des Temperaturbereichs die höchste im Reaktor oder in der nachgeordneten zweiten Leitung vorherrschende Temperatur bevorzugt, wie etwa ein Temperaturbereich von 265 °C bis 800 °Grad. Beispielsweise handelt es sich um einen Temperaturbereich von 265 °C bis 500 °C oder 300 °C bis 500 °C. Ein weiteres Beispiel für einen Temperaturbereich ist der Bereich von 700 °C bis 800 °C, insbesondere von 750 °C bis 800 °C, der vorteilhaft dazu geeignet ist, im Kunststoffmaterial vorhandenes Calciumcarbonat in Calciumoxid und Kohlendioxid zu zersetzen und somit einen Calciumcarbonat-armen oder Calciumcarbonat-freien Pyrolyse Koks als Produkt der Pyrolyse bereitzustellen. Die Pyrolysebehandlung ist gegenüber einer Verwendung des erhaltenen druck- und hitzebehandelten Reaktionsmediums bevorzugt. In der Annahme, dass darin im Wesentlichen Polyole sowie gegebenenfalls Umbauprodukte vorhanden sind, erfordert zur Sicherstellung einer ausreichenden Qualität für deren weitere Verwendung zusätzliche Reinigungsschritte oder Trennungsschritte. Hingegen können bei einer Pyrolyse vorteilhaft Monomere der Polyole erhalten werden, bei denen eine höhere qualitative Reinheit im Vergleich mit Polyolen angenommen wird.

Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform handelt es sich bei dem druck- und hitzebehandelten Reaktionsgemisch, das direkt oder indirekt in eine Pyrolyseanlage eingeleitet wird, um ein Reaktionsgemisch, dem zuvor gasförmige Bestandteilen mit einer Siedetemperatur unterhalb der in einer Verdampfungszone vorherrschenden Temperatur teilweise oder ganz entzogen wurden. Insbesondere ist es gemäß den hierin beschriebenen Ausführungsformen möglich, ein derartiges Reaktionsgemisch einer Pyrolyse zuzuführen, welches einen geringeren Anteil von stickstoffhaltigen Bestandteilen aufweist oder frei ist von solchen Bestandteilen. Dadurch werden Pyrolyseprodukte bereitstellbar, die ihrerseits vorteilhaft weiterverwendet werden können. Insbesondere können bei der Pyrolyse flüssige, gasförmige und feste Pyrolyseprodukte erhalten werden. Hinsichtlich der flüssigen Produkte handelt es sich um Pyrolyseöle, die ihrerseits einem chemischen Cracking zugeführt werden können, bei dem hohe Anteile stickstoffhaltiger Komponenten jedoch störend wären. Erhaltenes Pyrolysegas kann zur Verstromung dienen, wobei geringe Anteile stickstoffhaltiger Komponenten die Problematik entstehender Stickoxide verringert. Feste Pyrolyseprodukte, die eine Art von Pyrolysekoks darstellen, können verschiedenen Verwendungen zugeführt werden, beispielsweise als Ersatz für Carbon Black oder als ebenfalls zu verstromender Petrolkoks, sodass auch hier geringe oder fehlende Anteile stickstoffhaltiger Komponenten vorteilhaft sind.

Gemäß einer besonders bevorzugten Ausführungsform weist das druck- und hitzebehandelte Reaktionsgemisch, das direkt oder indirekt in eine Pyrolyseanlage eingeleitet wird, einen geringen Wasseranteil auf oder ist frei von Wasser, da es vor der Passage durch die Verdampfungszone durch eine Entwässerungszone geleitet wurde, in welcher der Wasseranteil verringert wurde.

Das im wässrigen Medium optional enthaltene Reaktionsadditiv ist gemäß einer Ausführungsform ausgewählt unter Salpetersäure, einer Carbonsäure, Harnstoff und/oder einem biologischen Material. Mit Salpetersäure lässt sich eine gute Umsetzung erreichen. Falls jedoch ein druck- und hitzebehandeltes Reaktionsgemisch mit geringem Anteil an stickstoffhaltigen Bestandteilen gewünscht ist, so wird anderen Reaktionsadditiven der Vorzug gegeben, da mit Salpetersäure ein zusätzlicher Stickstoffeintrag erfolgt. Generell sind Mineralsäuren wie Salzsäure oder Phosphorsäure, oder mineralische Basen wie Natriumhydroxid weniger bevorzugt, da damit Chlor-, Phosphor- und Natriumbestandteile im druck- und hitzebehandelten Reaktionsmedium vorliegen würden und sich im Falle einer nachgeschalteten Pyrolyse oder bei späteren Verwendungen der erhaltenen Pyrolyseprodukte nachteilig auswirken könnten. Alternative Reaktionsadditive, mit denen sich eine gute Umsetzung erreichen lässt, sind hingegen Carbonsäuren, beispielsweise

insbesondere lineare, gesättigte Monocarbonsäuren wie Ameisensäure, Essigsäure, Propionsäure, Buttersäure oder Pentansäure, Hexansäure, Heptansäure; Dicarbonsäuren wie Oxalsäure (Ethandisäure), Malonsäure (Propandisäure), Bernsteinsäure (Butandisäure), Glutarsäure (Pentandisäure), Adipinsäure (Hexandisäure), Äpfelsäure (2-Hydroxybutandisäure), Weinsäure (2,3-Dihydroxybutandisäure); und Tricarbonsäuren wie 3-Carboxy-2-oxo-pentandicarbonsäure (Oxalbernsteinsäure), Propan-1,2,3-tricarbonsäure, Zitronensäure (2-Hydroxypropan-1,2,3-tricarbonsäure) und Isozitronensäure (1-Hydroxypropan-1,2,3-tricarbonsäure). Ein weiteres Reaktionsadditiv stellt Harnstoff dar. Bezogen auf die Gesamtmasse des wässrigen Mediums beträgt der Anteil des Harnstoffs im wässrigen Medium beispielsweise 1 bis 45 Massenprozent, insbesondere 1 bis 20 Massenprozent, beispielsweise 1 bis 10 Massenprozent, wie beispielsweise 1 bis 7 Massenprozent, beispielsweise 1,5 bis 5 Massenprozent, 1,5 bis 4 Massenprozent, 2 bis 4 Massenprozent, 2,5 bis 3,5 Massenprozent, oder 3 Massenprozent. Beispiele für weitere Bereiche oder weitere Konzentrationen sind 5 bis 10 Massenprozent, 1 Massenprozent, 5 Massenprozent, 7,5 Massenprozent und 10 Massenprozent. Bevorzugt unter dem Gesichtspunkt des Verhältnisses zwischen einzusetzender Menge an Harnstoff und erreichtem Abbau-grad von Polyurethan ist ein Bereich zwischen 1 Massenprozent und 10 Massenprozent, beispielsweise 2,5 bis 10 Massenprozent, 2 Massenprozent bis 7,5 Massenprozent, wie etwa 3 Massenprozent bis 5 Massenprozent.

Gemäß einer besonderen Ausführungsform umfasst das wässrige Medium 2,5 bis 10 Massenprozent Harnstoff, vorzugsweise beträgt die Dauer der Druck- und Hitzebehandlung dabei 45 bis 250 Minuten, insbesondere 45 bis 240 Minuten. Das Verhältnis zwischen Harnstoff enthaltendem wässrigem Medium und Polyurethan enthaltendem Kunststoffmaterial kann beispielsweise 0,2 ml/g bis 5 ml/g, insbesondere 0,4 ml/g bis 5 ml/g betragen.

Das Reaktionsadditiv kann weiterhin ein biologisches Material sein. Unter biologischem Material wird im Rahmen der Erfindung Pflanzen-, Tier- oder Mikroorganismenmaterial verstanden, beispielsweise komplette Pflanzen oder Pflanzenteile wie etwa Holz, Blätter, Stängel, Wurzeln oder Samen, wie etwa Gärtnereiabfälle oder Mähgut. Vorzugsweise handelt es sich bei dem biologischen Material um Pflanzenmaterial. Gemäß einer besonderen Ausführungsform handelt es sich bei dem biologischen Material um Holz, insbesondere um zerkleinertes Holz, beispielsweise in Form von Sägespänen, Holzschnitzeln oder geschreddertem Holz. Es wurde festgestellt, dass mit Pflanzenmaterial, beispielsweise mit Holz, nach entsprechender Entwässerung in einer Entwässerungszone ein gut rieselfähiger Feststoff erhältlich ist, der beispielsweise gut geeignet ist, um über

Förderschnecken transportiert zu werden. Eine nachfolgende Verwendung, beispielsweise der Transport zu und die Einbringung in Pyrolyseanlagen wird dadurch wesentlich erleichtert. Das Vorhandensein von Pflanzenmaterial im Reaktionsgemisch führt dementsprechend zu einer wesentlichen Verbesserung. Das Massenverhältnis von Kunststoffmaterial zu biologischem Material, insbesondere Pflanzenmaterial, kann beispielsweise 3:1 bis 1,5:1 betragen, wie etwa 2:1. Insbesondere bei Massenanteilen ab einem Drittel, bezogen auf die Gesamtmasse aus Kunststoffmaterial und biologischen Material, beispielsweise 33 bis 50 Massenprozent, insbesondere 33 bis 45 Massenprozent, wie beispielsweise 34 bis 40 Massenprozent wurden im druck- und hitzebehandelten Reaktionsmedium nach Passage durch die Entwässerungszone sehr gut rieselfähige Feststoffe erhalten.

Die vorgenannten Reaktionsadditive können einzelnen oder in beliebigen Gemischen zweier oder mehrerer der jeweiligen vorgenannten Vertreter verwendet werden.

Beispiele für Mischungsverhältnisse des Kunststoffmaterials mit einem ein Reaktionsadditiv enthaltenden wässrigen Medium sind 2 bis 25 Liter Kunststoffmaterial, das mit 0,08 bis 1 Liter wässrigen Medium wenigstens befeuchtet ist. Das wässrige Medium kann 3 bis 50 Massenprozent, insbesondere 4 bis 40 Massenprozent, beispielsweise 4 bis 20 Massenprozent Salpetersäure, Carbonsäure, einer Dicarbonsäure, einer Tricarbonsäure und/oder Harnstoff aufweisen. Im Falle der Beimischung eines biologischen Materials kann vorgesehen sein, dass das Kunststoffmaterial 55 bis 95 Volumenprozent, insbesondere 67 bis 95 Volumenprozent einnimmt und das biologische Material entsprechend 5 bis 45 Volumenprozent, insbesondere 5 bis 33 Volumenprozent. Das biologische Material kann mit dem Kunststoffmaterial vermischt werden und anschließend das wässrige Medium zugegeben werden, oder zunächst mit dem wässrigen Medium und anschließend mit dem Kunststoffmaterial vermischt werden, oder alle drei Komponenten können gleichzeitig vermischt werden.

Sofern es sich bei dem Kunststoffmaterial und/oder dem darin enthaltenen hydrolysierbaren Kunststoff um einen komprimierbaren Kunststoff, insbesondere einen Schaumstoff handelt, beziehen sich die angegebenen Volumina auf den unkomprimierten Kunststoff.

Gemäß einer Ausführungsform ist vorgesehen, dass in der ersten Leitung und/oder der zweiten Leitung ein oder mehrere Druckbarrieren angeordnet sind. Diese dienen beim Aufbau eines Druckgradienten vorteilhaft der Verhinderung eines Transports des Reaktionsgemisches entgegen der gewünschten Transportrichtung.

Die Reaktorförderschnecke im Reaktor kann sich gemäß einer Ausführungsform und bezogen auf die Transportrichtung nur über einen Teil des Reaktors erstrecken, beispielsweise über denjenigen Teil des Reaktorgefäßes, in dem noch ein hoher Anteil an Feststoffen vorliegt.

Gemäß einer anderen Ausführungsform erstreckt sich die Reaktorförderschnecke mit entsprechender Verjüngung in den sich verjüngenden Endbereich des Reaktors dadurch wird vorteilhaft über die gesamte Transportstrecke ein Transport des Reaktionsmediums hin zur Entnahmeöffnung sichergestellt.

Die Fördergeschwindigkeit der Reaktorförderschnecke kann steuerbar sein. Dadurch wird vorteilhaft die Möglichkeit eröffnet, die Verweildauer des Reaktionsgemisches im Reaktor zu beeinflussen. Für den Fall, dass eine geringere Umsetzung erfolgt als ursprünglich angenommen, kann beispielsweise die Fördergeschwindigkeit verringert werden, um eine längere Verweildauer und damit eine höhere Umsetzung erreichen. Für den Fall, dass die Umsetzung schneller erfolgt als ursprünglich angenommen, kann die Fördergeschwindigkeit erhöht werden und somit der Durchsatz des Reaktors erhöht werden.

Gemäß einer Ausführungsform ist vorgesehen, dass Wasser, gewonnen nach Entfernung von Feststoffen aus gewonnenem druck- und hitzebehandelten sowie von gasförmigen Bestandteilen befreiten Reaktionsgemisch, und/oder Wasser, gewonnen aus über eine Wasserdampf-Entnahmestelle entnommenen gasförmigen Wasser, optional nach Zugabe von Reaktionsadditiv einem bereitzustellenden Reaktionsgemisch zugegeben wird. Vorteilhaft wird somit ein Kreislaufprozess durchgeführt, bei dem Wasser aus einem bereits verwendeten wässrigen Medium in das kontinuierliche Verfahren zumindest teilweise zurückgeführt wird und somit der Ressourcenverbrauch verringert wird.

Ein weiterer Aspekt der Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Durchführung eines Verfahrens wie hierin beschrieben. Die Vorrichtung umfasst eine erste Leitung mit einer darin angeordneten ersten Förderschnecke, wobei die erste Leitung über eine als Druckschleusen ausgebildete Einfüllöffnung in einen Reaktor mündet, wobei in dem Reaktor eine Reaktorförderschnecke angeordnet ist und der Reaktor, der wenigstens in einem Endbereich verjüngt ist, mittels einer Ausdrucksweise ausgebildete Entnahmeöffnung in eine zweite Leitung mündet, in der eine zweite Förderschnecke angeordnet ist, wobei in der zweiten Leitung eine Verdampfungszone vorgesehen ist, in der eine höhere Temperatur als im Reaktor vorgebar ist, und wobei die zweite Leitung in der Verdampfungszone eine Entgasungsstelle aufweist, über die gasförmige Bestandteile aus

der zweiten Leitung entnehmbar sind. Eine derartige Vorrichtung ist dementsprechend geeignet, um ein Reaktionsgemisch wie hierin beschrieben, nämlich ein Reaktionsgemisch umfassend ein Kunststoffmaterial, welches Polyurethan enthält und als Feststoff vorliegt, und weiterhin umfassend ein wässriges Medium, optional enthaltend ein Reaktionsadditiv, mit dem das Kunststoffmaterial befeuchtet ist, über die erste Förderschnecke der ersten Leitung zur als Druckschleusen ausgebildeten Einfüllöffnung des sich wenigstens in einem Endbereich verjüngenden Reaktors zu transportieren. Nach Eintritt über die Einfüllöffnung in den Reaktor für das Reaktionsgemisch den dort herrschenden Druck- und Temperaturbedingungen ausgesetzt und umgesetzt, und kann über die als Druckschleusen ausgebildete Entnahmeöffnung im Endbereich des Reaktors in die zweite Leitung überführt werden. Mittels der in der zweiten Leitung angeordneten zweiten Förderschnecke kann das druck- und hitzebehandelte Reaktionsgemisch in die Verdampfungszone transportiert werden, in der über wenigstens eine Entgasungsstelle eine Entnahme gasförmiger Bestandteile erfolgen kann. Das dergestalt an gasförmigen Bestandteilen verarmte druck- und hitzebehandelte Reaktionsgemisch, kann nach weiterem Transport in der zweiten Leitung entnommen werden, beispielsweise für eine Pyrolysebehandlung, oder kann beispielsweise direkt in eine Pyrolyse-Anlage eingespeist werden, welche optional eine Erweiterung der hierin beschriebenen Vorrichtung darstellt.

In einer weiteren Ausführungsform der Vorrichtung ist in der zweiten Leitung vor der Verdampfungszone eine Entwässerungszone angeordnet, in der die Temperatur oberhalb der Siedetemperatur von Wasser und unterhalb der Siedetemperatur stickstoffhaltiger Bestandteile liegt und in der gasförmiges Wasser über eine Wasserdampf-Entnahmestelle entnehmbar ist. Das nach Entnahme von Wasserdampf in der zweiten Leitung verbleibende druck- und hitzebehandelte sowie an Wasser verarmte oder von Wasser befreite Reaktionsgemisch wird dann in der Verdampfungszone von verbleibenden gasförmigen Bestandteilen teilweise oder ganz befreit werden, vorzugsweise von gasförmigen stickstoffhaltigen Bestandteilen. Das dann verbleibende druck- und hitzebehandelte, an Wasser verarmte oder von Wasser befreite sowie an weiteren gasförmigen Bestandteilen verarmte oder von diesen befreite Reaktionsgemisch kann wiederum entnommen werden und beispielsweise direkt oder indirekt einer Pyrolyse zugeführt werden.

Auf implizite Offenbarungen hinsichtlich der Vorrichtung, die im Zusammenhang mit dem Verfahren gemacht wurden, und umgekehrt wird Bezug genommen.

Weitere Vorteile, Merkmale und Einzelheiten ergeben sich aus der nachfolgenden

Beschreibung, in der – gegebenenfalls unter Bezug auf die Figuren – zumindest ein Ausführungsbeispiel im Einzelnen beschrieben ist. Gleiche, ähnliche und/oder funktionsgleiche Teile sind mit gleichen Bezugszeichen versehen.

Es zeigen:

Fig. 1: eine schematische Schnittdarstellung eines Reaktors mit einer Verdampfungszone,

Fig. 2: eine schematische Darstellung eines Reaktors mit einer Verdampfungszone und einer Entwässerungszone.

Die Darstellungen in den Figuren sind schematisch, nicht notwendigerweise maßstabsgetreu und zeigen lediglich wesentliche Komponenten.

Beispiele

Beispiel 1: Bereitstellung eines Reaktionsgemisches

Als Kunststoffmaterial wurde in einem Pilotversuch eine Polyurethan-Schaumstoffmischung verwendet, die aus Matratzen gewonnen wurde, welche das Ende ihres Lebenszyklus erreicht hatten. Die Matratzen, die ein Raumgewicht von etwa 40 kg pro Kubikmeter aufwiesen, wurden geschreddert und das dabei erhaltenen Material stellte eine Mischung aus Standard-Ether-Schaumstoffen, HR-Schaumstoffen und viskoelastischen Schaumstoffen dar. 400 g des dabei erhaltenen Materials wurden in einen 10 l-Eimer gegeben, der dadurch zu etwa 85 % gefüllt wurde.

Zu dem geschredderten Material wurden als biologisches Material 100 g feines Sägemehl und 100 g geschredderte Holzschnitt-Abfälle gegeben, wobei von einer Dichte von etwa 700 kg pro Kubikmeter ausgegangen wurde. Das Kunststoffmaterial wurde mit dem biologischen Material vermengt, woraufhin der Eimer immer noch zu ca. 85 % gefüllt war.

Als wässriges Medium wurden 150 ml der flüssigen Phase von druck- und hitze-behandelten Reaktionsmedium eines vorangegangenen Versuches verwendet, in dem pflanzliches Material als Reaktionsadditiv zugesetzt worden und welches im Zuge der Umsetzung einen pH-Wert von 4 angenommen hatte. Dieses wässrige Medium wurde mit dem Gemisch aus Kunststoffmaterial und biologischen Material vermengt und befeuchtete

dieses dadurch. Das Volumen des derart erhaltenen Reaktionsgemisches, also eines mit Reaktionsmedium befeuchteten Gemisches aus geschredderten Matratzenmaterials und biologischen Material, betrug ca. 8,6 l.

Beispiel 2: Beschickung eines Reaktors

Als Reaktor wurde ein Büchi-Reaktor-Druckgefäß verwendet, das ein Volumen von 10 l aufwies und für einen Maximaldruck von 60 bar ausgelegt war, wobei das vorbereitete Reaktionsgemisch in einen Edelstahl-Inneneimer (Inliner) eingesetzt wurde, der wiederum in das Büchi-Reaktor-Druckgefäß eingesetzt wurde. Anschließend wurde das Büchi-Reaktor-Druckgefäß mit einem Deckel druckdicht verschlossen.

Beispiel 3: Durchführung der Umsetzung

Das Ziel dieses Versuches bestand darin, die Verringerung des Anteils von Feststoff durch die Umsetzung zu ermitteln. Der Reaktor wurde zunächst auf eine Manteltemperatur von 260 °C erhitzt, die nach ungefähr 6 bis 10 Minuten erreicht wurde, dann 1 Stunde bei 260 °C und anschließend 2 Stunden bei 240 °C gehalten, wobei sich im Reaktor jeweils ein Gleichgewichtsdruck einstellte. Anschließend wurde das Druckgefäß aktiv und schnell auf Umgebungstemperatur abgekühlt.

Beispiel 4: Bestimmung des verbleibenden Feststoff-Volumens

Nach Beendigung der Umsetzung ließ man die flüssige Phase des druck- und hitzebehandelten Reaktionsmediums abtropfen, um das Volumen des verbleibenden Feststoffs zu ermitteln. In dem verbleibenden Feststoff waren die ursprünglichen Bestandteile nicht mehr zu erkennen, vielmehr handelte es sich um eine bräunlich-schwarze Masse, deren Volumen mit 1,2 l bestimmt wurde. Dementsprechend hatte sich durch die Umsetzung das Volumen des Feststoffs auf etwa 14 % des Ausgangsvolumens verringert.

In anderen Versuchen, in denen als Reaktionsadditiv Harnstofflösung eingesetzt worden war, wurden teilweise vollständige Verflüssigung ermittelt. Dementsprechend sind Reduzierungen des Feststoffvolumens von 90-95 % $\pm$ 5 % realistisch erreichbar.

Beispiel 5:

In einem weiteren Versuch wurden 500 g eines geschredderten Matratzenmaterial mit 150 mm Wasser, das 40 g Zitronensäure und 50 g 96-prozentiger Essigsäure enthielt, in das Büchi-Reaktor Druckgefäß gegeben. Das verwendete Matratzenmaterial umfasst im wesentlichen Polyurethan-Schaumstoff sowie Anteile von Polyethylen und Polypropylen.

Dieses Reaktionsgemisch wurde 60 Minuten auf 260° unter Gleichgewichtsdruck erhitzt und anschließend 120 Minuten bei 250° gehalten.

Nach Abkühlung des derart druck- und hitzebehandelten Reaktionsgemisches schwammen auf der flüssigen Phase aufgrund ihrer geringeren Dichte feste Partikel aus Polyethylen/Polypropylen, die mechanisch leicht abgetrennt werden konnten.

Nach Abtrennung der flüssigen Phase des druck- und hitzebehandelten Reaktionsgemisches verblieb ein schwärzliches Material, das getrocknet wurde, wobei sich im Vergleich zum Volumen des ursprünglich eingesetzten Kunststoffmaterials eine Volumenreduktion von etwa 95% ergab.

Figurenbeschreibung

Fig. 1 zeigt eine schematische Darstellung eines Reaktors 16. Über einen nicht weiter bezeichneten Einfülltrichter wird Reaktionsgemisch, welches ein als Feststoff vorliegendes und wenigstens ein Polyurethan enthaltendes Kunststoffmaterial und weiterhin ein wässriges Medium, optional enthaltend ein Reaktionsadditiv, umfasst, in eine erste Leitung 10 eingefüllt. In der Leitung 10 wird das Reaktionsgemisch mittels einer ersten Förderschnecke 12 bis zu einer als Druckschleuse ausgeführten Einfüllöffnung 14 eines Reaktors 16 transportiert und über die Einfüllöffnung in den Reaktor 16 eingebracht. Innerhalb des Reaktors 16 liegt der Druck von > 1 bar bis 60 bar bei einer Temperatur von 180 °C zu 270 °C vor. Mittels einer im Reaktor 16 angeordneten Reaktorförderschnecke 18 wird das Reaktionsgemisch in Richtung eines Endbereichs des Reaktors 16 transportiert. Durch die im Reaktor 16 erfolgende Umsetzung des Polyurethans und gegebenenfalls weiterer im Kunststoffmaterial enthaltener hydrolysierbarer Kunststoffe verringert sich der Volumenanteil der Feststoffe im Reaktionsgemisch, weswegen der Reaktor 16 sich in Richtung des Endbereichs verjüngen kann. Das Reaktionsgemisch wird über eine als Druckschleuse ausgebildete Entnahmeöffnung 20 des Reaktors 16 in eine zweite Leitung 22 eingebracht und mittels einer darin befindlichen zweiten Förderschnecke 24 transportiert. In der zweiten Leitung 22 befindet sich eine Verdampfungs-

zone 26, in der eine gegenüber der im Reaktor 16 vorherrschenden Temperatur erhöhte Temperatur vorliegt. Über eine Entgasungsstelle 28 sind bei dieser Temperatur gasförmige Bestandteile aus der zweiten Leitung 22 entnehmbar, so dass stromabwärts von der Entnahmeöffnung innerhalb der zweiten Leitung 22 ein an gasförmigen Bestandteilen entsprechend verarmtes druck- und hitzebehandeltes Reaktionsgemisch transportiert wird, welches gewonnen werden kann. Details wie beispielsweise Motoren zum Antrieb der ersten Förderschnecke 12 der zweiten Förderschnecke 24, oder der Reaktor-förderschnecke 18, oder Heizvorrichtungen zum Beheizen des Reaktors 16 oder der Verdampfungszone 26 sind nicht dargestellt.

Fig. 2 zeigt eine weitere schematische Darstellung eines Reaktors 16, der dem in Figur 1 gezeigten Reaktor 16 entspricht, zusätzlich jedoch eine Entwässerungszone 30 in der zweiten Leitung 22 aufweist. Die Entwässerungszone 30 befindet sich, bezogen auf die Transportrichtung des zu transportierenden Reaktionsgemisches, vor der Verdampfungszone 26. Die Entwässerungszone 30 ist ausgebildet, eine Temperatur einzunehmen, die oberhalb der im Reaktor 16 vorherrschenden Temperatur liegt, jedoch unterhalb der in der Temperatur, die in der nachfolgenden Verdampfungszone 26 vorherrscht. Die in der Entwässerungszone 30 vorherrschende Temperatur ist so gewählt, dass bei den entsprechenden Druck- und Temperaturbedingungen Wasser verdampft.

Die hierin genannten Ausführungsformen und/oder einzelne Elemente davon sind miteinander frei kombinierbar. Obwohl die Erfindung im Detail durch bevorzugte Ausführungsbeispiele näher illustriert und erläutert wurde, so ist die Erfindung nicht durch die offenbarten Beispiele eingeschränkt und andere Variationen können vom Fachmann hieraus abgeleitet werden, ohne den Schutzbereich der Erfindung zu verlassen. Es ist daher klar, dass eine Vielzahl von Variationsmöglichkeiten existiert. Es ist ebenfalls klar, dass beispielhaft genannte Ausführungsformen wirklich nur Beispiele darstellen, die nicht in irgendeiner Weise als Begrenzung etwa des Schutzbereichs, der Anwendungsmöglichkeiten oder der Konfiguration der Erfindung aufzufassen sind. Vielmehr versetzen die vorhergehende Beschreibung und die Figurenbeschreibung den Fachmann in die Lage, die beispielhaften Ausführungsformen konkret umzusetzen, wobei der Fachmann in Kenntnis des offenbarten Erfindungsgedankens vielfältige Änderungen, beispielsweise hinsichtlich der Funktion oder der Anordnung einzelner, in einer beispielhaften Ausführungsform genannter Elemente, vornehmen kann, ohne den Schutzbereich zu verlassen, der durch die Ansprüche und deren rechtliche Entsprechungen, wie etwa weitergehende Erläuterungen in der Beschreibung, definiert wird.

Bezugszeichenliste

10	erste Leitung
12	erste Förderschnecke
14	Einfüllöffnung
16	Reaktor
18	Reaktorförderschnecke
20	Entnahmeöffnung
22	zweite Leitung
24	zweite Förderschnecke
26	Verdampfungszone
28	Entgasungsstelle
30	Entwässerungszone
32	Wasserdampf-Entnahmestelle

Patentansprüche

1. Kontinuierliches Verfahren zur Umsetzung eines ein Polyurethan enthaltenden Kunststoffmaterials, umfassend folgende Schritte:

Bereitstellen eines Reaktionsgemisches, wobei das Reaktionsgemisch

- ein als Feststoff vorliegendes und ein Polyurethan enthaltendes Kunststoffmaterial, und weiterhin

- ein wässriges Medium

umfasst, wobei im Reaktionsgemisch das Massenverhältnis zwischen dem Wasser des wässrigen Mediums und Polyurethan nicht mehr als 0,6 zu 1 beträgt,

Transportieren des Reaktionsgemisches mittels einer in einer ersten Leitung angeordneten ersten Förderschnecke zu einer als Druckschleuse ausgebildeten Einfüllöffnung eines sich wenigstens in einem Endbereich, bezogen auf die Transportrichtung, verjüngenden Reaktors,

Transportieren des Reaktionsgemisches mittels einer in dem Reaktorgefäß angeordneten Reaktorfördererschnecke bei einem Druck von > 1 bar bis 60 bar bei einer Temperatur von 180 °C bis 270 °C bis zum Endbereich des Reaktors,

im Endbereich des Reaktors Überführen des derart druck- und hitzebehandelten Reaktionsgemisches über eine als Druckschleuse ausgebildete Entnahmeöffnung in eine zweite Leitung,

Transportieren des druck- und hitzebehandelten Reaktionsgemisches mittels einer in der zweiten Leitung angeordneten zweiten Förderschnecke,

innerhalb der zweiten Leitung Bereitstellen einer Verdampfungszone mit einer Temperatur, die über der im Reaktor vorherrschenden Temperatur liegt,

in der Verdampfungszone Entnahme gasförmiger Bestandteile über wenigstens eine Entgasungsstelle und in oder nach der Verdampfungszone Gewinnen des druck-

und hitzebehandelten sowie von gasförmigen Bestandteilen befreiten Reaktionsgemisches.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Temperatur in der Verdampfungszone größer oder gleich ist der Siedetemperatur stickstoffhaltiger Bestandteile und geringer ist als die Siedetemperatur hochsiedender Bestandteile.
3. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Temperatur in der Verdampfungszone 265 °C bis 300 °C beträgt.
4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass in der zweiten Leitung vor der Verdampfungszone eine Entwässerungszone angeordnet ist, in der die Temperatur oberhalb der Siedetemperatur von Wasser und unterhalb der Siedetemperatur stickstoffhaltiger Bestandteile liegt und in der gasförmiges Wasser über eine Wasserdampf-Entnahmestelle entnehmbar ist.
5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass in der zweiten Leitung Atmosphärendruck herrscht und die Temperatur mindestens dem Siedepunkt von Wasser bei Atmosphärendruck entspricht.
6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Volumenverhältnis zwischen Feststoff und wässrigen Medium 100:1 bis 5:1 beträgt.
7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Verhältnis der Querschnittsfläche des Reaktorgefäßes vor der Verjüngung zu der Querschnittsfläche bei maximaler Verjüngung 10:1, insbesondere 5:1, insbesondere 2:1 beträgt.
8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das gewonnene druck- und hitzebehandelte sowie optional an gasförmigen Bestandteilen mit einer Siedetemperatur unterhalb der in der Verdampfungszone vorherrschenden Temperatur verarmte Reaktionsgemisch direkt oder indirekt zur Durchführung einer Pyrolyse in eine Pyrolyseanlage eingeleitet wird.
9. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das wässrige Medium ein Reaktionsadditiv enthält, welches ausgewählt ist

unter Salpetersäure, einer Carbonsäure, einer Dicarbonsäure, insbesondere Adipinsäure, einer Tricarbonsäure, insbesondere Zitronensäure, und/oder Harnstoff und/oder einem biologischen Material.

10. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass das Reaktionsadditiv ein Pflanzenmaterial ist
11. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass in der ersten Leitung und/oder in der zweiten Leitung ein oder mehrere Druckbarrieren angeordnet sind.
12. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Reaktorförderschnecke sich mit entsprechender Verjüngung in den sich verjüngenden Endbereich des Reaktorgefäßes erstreckt.
13. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass Wasser,
 - gewonnen nach Entfernung von Feststoffen aus gewonnenem druck- und hitzebehandelten sowie von gasförmigen Bestandteilen befreitem Reaktionsgemisch, und/oder
 - Wasser, gewonnen aus über eine Wasserdampf-Entnahmestelle entnommenem gasförmigen Wasser,optional nach Zugabe von Reaktionsadditiv einem bereitzustellenden Reaktionsgemisch zugegeben wird.
14. Vorrichtung zur Durchführung eines Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 13, umfassend eine erste Leitung (10) mit einer darin angeordneten ersten Förderschnecke (12), wobei die erste Leitung über eine als Druckschleuse ausgebildete Einfüllöffnung (14) in einen Reaktor (16) mündet, wobei in dem Reaktor (16) eine Reaktorförderschnecke (18) angeordnet ist und der Reaktor (16), der wenigstens in einem Endbereich verjüngt ist, mittels einer als Druckschleuse ausgebildeten Entnahmeöffnung (20) in eine zweite Leitung (22) mündet, in der eine zweite Förderschnecke (24) angeordnet ist, wobei in der zweiten Leitung (22) eine Verdampfungszone (26) vorgesehen ist, in der eine höhere Temperatur als im Reaktor (16) vorgebar ist, und wobei die zweite Leitung (22) in der Verdampfungszone (26) eine Entgasungsstelle (28) aufweist, über die gasförmige Bestandteile aus der zweiten Leitung (22) entnehmbar sind.

15. Vorrichtung nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, dass in der zweiten Leitung (22) vor der Verdampfungszone (26) eine Entwässerungszone (30) angeordnet ist, in der die Temperatur oberhalb der Siedetemperatur von Wasser und unterhalb der Siedetemperatur stickstoffhaltiger Bestandteile liegt und in der gasförmiges Wasser über eine Wasserdampf-Entnahmestelle (32) entnehmbar ist.