

PROCEDE DE TRAITEMENT DE PLASTIQUES USAGES PAR DISSOLUTION DES POLYMERES ET PURIFICATION PAR LAVAGE

DOMAINE TECHNIQUE

La présente invention concerne un procédé de traitement de plastiques usagés afin d'obtenir
5 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 polyoléfinés, ledit procédé comportant une étape
10 aqueuse, 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.

15 TECHNIQUE ANTERIEURE

Les plastiques issus des filières de collecte et de tri peuvent être valorisés selon différentes
filières.

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
20 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
25 métaux.

Le recyclage dit chimique vise à reformer au moins en partie des monomères selon un
enchaînement 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
30 peuvent ensuite être polymérisées. Ce type d'enchaînement 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.

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.

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.

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.

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.

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.

RESUME DE L'INVENTION

L'invention concerne un procédé de traitement d'une charge plastique, 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 une pression de dissolution entre 1,0 et 20,0 MPa abs., pour obtenir au moins une solution polymère brute ;

- b) une étape de lavage par mise en contact de la solution polymère brute issue de l'étape a) avec une solution dense, 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 de la solution dense et le débit massique de la solution polymère brute qui alimente l'étape b) compris entre 0,05 et 20,0, pour
5 obtenir au moins une solution polymère lavée et un effluent de lavage ; puis
c) une étape de récupération des polymères, pour obtenir au moins une fraction solvant et une fraction de polymères purifiés.

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
10 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
15 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
20 avantageusement moins de 5% poids d'impuretés, très avantageusement moins de 1% poids d'impuretés.

Le procédé selon l'invention propose ainsi un enchaînement 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
25 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.

L'invention a comme avantage encore de participer au recyclage des plastiques et à la
30 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 nouveaux objets. Les fractions de polymères purifiés obtenues pourront ainsi être utilisées directement dans des formulations en mélange avec des
35 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.

La présente invention permet en outre de récupérer le(les) 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 excessive de solvant(s).

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) de lavage de la solution polymère, 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 REALISATION

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.

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.

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.

Selon la présente invention, les pressions sont des pressions absolues et sont données en MPa absolus (ou MPa abs.).

Les termes « amont » et « aval » sont à comprendre en fonction de l'écoulement général du/des fluides ou flux en question dans le procédé.

Le terme « additifs » est un terme classiquement utilisé dans le domaine 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 antistatiques, etc.

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.

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.

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 polyoléfinés visés, 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.

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.

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 polyoléfinés, ledit procédé comprenant, de préférence, consistant en, :

- 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
- E1) éventuellement une étape de séparation des insolubles pour obtenir au moins une solution polymère clarifiée et une fraction insoluble ;
- b) une étape de lavage, par contact avec une solution dense, pour obtenir au moins un effluent de lavage et une solution polymère lavée ;
- E2) éventuellement une étape d'extraction, par contact avec un solvant d'extraction, pour obtenir au moins une solution polymère extraite et un solvant usagé ;
- E3) éventuellement une étape d'adsorption des impuretés par contact avec un solide adsorbant, pour obtenir au moins une solution polymère raffinée ; et enfin,
- c) une étape de récupération des polymères, pour obtenir au moins une fraction solvant et une fraction de polymères purifiés.

La charge

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.

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 bâtiment 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, 5 modificateurs de propriétés, retardateur de combustion, etc.

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 10 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 15 à purifier et récupérer les polyoléfines contenues dans la charge pour pouvoir les réutiliser dans différentes applications.

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 20 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.

Ladite charge comprenant des plastiques peut avantageusement être prétraîtée en amont du 25 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 30 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 35 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.

Etape a) de dissolution

Selon l'invention, le procédé comprend une étape a) de dissolution dans laquelle la charge
5 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,
10 comme le polyéthylène et/ou le polypropylène.

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
15 un mélange, une dispersion, une homogénéisation, un désenchevêtrement des chaînes
polymères et plus particulièrement des chaînes thermoplastiques.

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
20 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.

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
25 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
30 co- ou contre-courant, ou dans une combinaison 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.

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.

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.

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 fondue. 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.

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.

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
5 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
10 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
15 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 de dissolution est supérieure à 70°C, de préférence entre 80°C et 220°C, et/ou le solvant comprend, de préférence consiste en, un alcane contenant au moins 7 atomes de carbone.
20 Selon un autre mode de réalisation préférée, la température d'ébullition du solvant de dissolution est inférieure à 50°C ou supérieure à 150°C.

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 abs. Plus particulièrement, la température et la pression évoluent tout au long de l'étape a), depuis des conditions
25 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.
30 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.

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 polyoléfinés. De préférence, la température de dissolution est supérieure ou égale à la

5 température de fusion des polymères, en particulier des thermoplastiques et plus particulièrement des polyoléfinés, 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.

10 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 en

15 particulier 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 particulier entre la sortie de l'étape a) et 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

20 du solvant de dissolution, de manière à conserver le solvant de dissolution au moins en partie sous forme liquide.

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.

25 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

30 à la pression de dissolution, dans l'étape a).

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.

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 de l'étape b) de lavage et/ou encore lors d'une des étapes de purification intermédiaires optionnelles, par exemple lors d'une étape E1) optionnelle de séparation des insolubles. Cette éventuelle étape a') d'adsorption en présence de solide adsorbant sous forme divisée permet d'optimiser la purification de la solution polymère.

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.

Etape E1) optionnelle de séparation des insolubles

Le procédé de traitement peut éventuellement comprendre en outre une étape E1) de séparation des insolubles par séparation solide-liquide, qui peut être une étape de purification complémentaire, pour obtenir avantageusement au moins une solution polymère clarifiée et une fraction insoluble. Lorsqu'elle est intégrée au procédé selon l'invention, l'étape E1) de séparation des insolubles est située entre l'étape a) de dissolution et l'étape c) de récupération des polymères, et en amont ou en aval de l'étape b) de lavage, de préférence en amont de l'étape b) de lavage. La fraction insoluble obtenue 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).

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.

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
5 du procédé situées en aval, tout en contribuant à la purification de la charge plastique.

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 abs. Très avantageusement,
10 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).

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
15 éventuelle étape a') d'adsorption intermédiaire. Selon un autre mode de réalisation, l'étape E1) optionnelle peut être alimentée par une solution polymère lavée issue de l'étape b) de lavage.

Lorsqu'elle est intégrée au procédé, l'étape E1) met avantageusement en œuvre une section comprenant au moins un équipement de séparation solide-liquide, par exemple un ballon
20 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.

L'évacuation de la fraction insoluble peut être facilitée par des équipements permettant le
25 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) peut donc mettre en œuvre des équipements de transport et/ou l'élimination des traces de solvant pour évacuer la fraction insoluble.

Selon un mode de réalisation particulier de l'étape E1) optionnelle, l'étape E1) de séparation
30 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 de 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.

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
5 organique, de préférence un solvant organique de nature identique à celui mis en œuvre dans l'étape a) de dissolution et/ou b) de lavage. Selon un mode de réalisation particulier, le solvant de décolmatage est de nature identique à la solution dense utilisée dans l'étape b) de lavage.

Certains composés insolubles, notamment certains pigments et charges minérales, ajoutés
10 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
15 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) de séparation 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 .

En fonction de la nature de la charge, la solution polymère qui alimente l'étape E1), de
20 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.

25 Etape b) de lavage

Selon l'invention, le procédé de traitement comprend une étape b) de lavage par une solution dense, pour obtenir avantageusement au moins un effluent de lavage et une solution polymère lavée. La solution polymère lavée obtenue à l'issue de l'étape b) comprend avantageusement les polymères visés que la présente invention cherche à récupérer purifiés, dissous dans le
30 solvant de dissolution. Eventuellement elle peut comprendre encore des impuretés résiduelles en particulier solubles dans le solvant de dissolution et/ou des traces du solvant de lavage.

Avantageusement, l'étape b) de lavage est alimentée par une solution dense et 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 b) optionnelle peut encore 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. De manière préférée, l'étape b) de lavage est alimentée par une solution dense et 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 b) de lavage, plus particulièrement la solution polymère brute ou la solution polymère clarifiée, 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 b) de lavage par dissolution ou précipitation et/ou par entraînement dans la solution dense. Ainsi l'étape b) contribue au traitement de la charge plastique et plus particulièrement à la purification de la solution polymère.

L'étape b) de lavage comprend avantageusement la mise en contact de la solution polymère brute ou clarifiée qui alimente l'étape b) 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, la densité de la solution dense est 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 en outre être avantageusement polaire ou du moins plus polaire que le solvant de dissolution, de manière à augmenter l'efficacité de la purification de la solution polymère en particulier envers les impuretés polaires.

La solution dense peut être une solution aqueuse, qui comprend de préférence au moins 50% poids d'eau, préférentiellement au moins 75% poids d'eau, de manière préférée au moins 90% poids d'eau, de manière très préférée au moins 95% 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 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 b) optionnelle, par exemple un solvant organique choisi parmi sulfolane ou N-méthylpyrrolidone (NMP), éventuellement en mélange avec de l'eau. De préférence, la solution dense de l'étape b) de lavage est une solution aqueuse, comprenant

de manière préférée au moins 90% poids d'eau, de manière très préférée au moins 95% poids d'eau.

L'étape b) 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
5 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 b) de lavage est mise en œuvre à la température de dissolution et la pression de dissolution.

Avantageusement, le ratio massique entre le débit massique de la solution dense et le débit
massique de la solution polymère brute ou clarifiée qui alimente l'étape b) est de préférence
10 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
15 est prise en compte dans le calcul du ratio.

L'étape b) peut être mise en œuvre 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,
20 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.

Selon un mode de réalisation préféré, l'étape b) de lavage est réalisée dans une colonne de
25 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
30 un effluent de lavage.

Selon un mode très particulier, les flux en entrée et/ou sortie de la colonne de 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.

Selon un autre mode de réalisation, l'étape b) de lavage est mise en œuvre 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.

- 5 A l'issue de l'étape b) de lavage, l'effluent de lavage obtenu comprend avantageusement des composés solubilisés dans le solvant dense et/ou insolubles et entraînés 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 entraînés et éventuellement purifier l'effluent de lavage, pour obtenir une solution dense purifiée, et d'autre
- 10 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 usées lorsque la
- 15 solution dense est une solution aqueuse.

- Selon un mode de réalisation particulier et dans le cas où le procédé selon l'invention comprend l'étape E1) optionnelle, le flux de décolmatage éventuellement généré dans l'étape E1) et qui comprend au moins en partie la fraction insoluble issue de l'étape E1), est au moins en partie mélangé avec l'effluent de lavage, de manière à éliminer les impuretés insolubles
- 20 éliminées dans les étapes E1) et b) dans une section commune.

Etape E2) optionnelle d'extraction

- Le procédé selon l'invention peut éventuellement comprendre en outre une étape E2) d'extraction par mise en contact avec un solvant d'extraction, pour obtenir au moins une solution polymère extraite et un solvant usagé en particulier chargé en impuretés. La solution
- 25 polymère extraite obtenue à l'issue de l'étape E2) optionnelle comprend avantageusement les polymères visés que la présente invention cherche à récupérer purifiés, dissous dans le solvant de dissolution. Eventuellement elle peut comprendre encore des impuretés résiduelles en particulier solubles dans le solvant de dissolution et/ou des traces du solvant de lavage et/ou des traces de solvant d'extraction si l'étape E2) est réalisée.

- 30 Lorsqu'elle est intégrée au procédé selon l'invention, l'étape E2) d'extraction est située avantageusement entre l'étape b) de lavage et l'étape c) de récupération des polymères. L'étape E2) optionnelle d'extraction est avantageusement alimentée par la solution polymère, de préférence la solution polymère lavée issue de l'étape b) ou éventuellement une solution polymère raffinée issue d'une étape E3) optionnelle d'adsorption, et un solvant d'extraction.

La solution polymère qui alimente l'étape E2) optionnelle, de préférence la solution polymère lavée issue de l'étape b) ou une 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 E2) d'extraction par mise en contact avec un solvant d'extraction. Très avantageusement, la combinaison d'une étape b) de lavage avec une étape E2) d'extraction permet une purification améliorée de la solution polymère, en utilisant à la fois l'affinité des impuretés pour le solvant dense et éventuellement polaire et pour le solvant d'extraction.

L'étape E2) optionnelle 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 E2) optionnelle d'extraction est de préférence mise en œuvre à une température entre 100 et 300°C, de préférence entre 150 et 250°C. L'étape E2) d'extraction optionnelle est de préférence 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'étape E2) optionnelle, l'étape E2) d'extraction est mise en œuvre dans des conditions de température et pression différentes des conditions de température et pression de l'étape a).

Le ratio massique entre le débit massique du solvant d'extraction et le débit massique de la solution polymère qui alimente 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 0,2 et 5,0. La mise en contact entre la solution polymère qui alimente l'étape E2) optionnelle 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 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.

Le solvant d'extraction mis en œuvre dans l'étape E2) optionnelle 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(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, 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.

De manière très préférée, le solvant d'extraction mis en œuvre dans l'étape E2) optionnelle 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 l'étape a) de dissolution et éventuellement vers l'étape E2) 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 technique 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.

La(les) section(s) d'extraction de l'étape E2) optionnelle 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.

Selon un mode de réalisation préféré de l'étape E2) optionnelle, l'extraction est réalisée dans 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 E2) 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 E2) 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.

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.

- 5 Selon un autre mode de réalisation, 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, de préférence la solution polymère lavée ou éventuellement la solution polymère raffinée, et une zone de décantation permettant de récupérer une solution polymère extraite d'une part et un solvant usagé d'autre part.
- 10 Selon un mode de réalisation préféré de l'étape E2) optionnelle, l'étape E2) 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
- 15 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
- 20 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-
- 25 solvant correspondant.

- Selon un autre mode de réalisation préféré de l'étape E2) optionnelle, l'étape E2) met en œuvre une section d'extraction dans des conditions de température et 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
- 30 de réalisation, l'extraction est réalisée par mise en contact de la solution polymère, de préférence la solution polymère lavée ou éventuellement la solution polymère 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, dans ce mode de réalisation, l'extraction est réalisée par mise en contact de la solution polymère, de préférence la solution polymère 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 E2) 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.

Dans ce mode de réalisation particulièrement préféré, l'étape E2) optionnelle 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 E2) 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, un isomère de l'hexane, un isomère de l'heptane, ou bien le cyclopentane, le cyclohexane ou le méthylcyclopentane.

Avantageusement, l'étape E2) optionnelle 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 E2) 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.

Dans un mode très préféré de réalisation de l'étape E2) optionnelle, l'étape E2) 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.

Avantageusement à l'issue de l'étape E2) d'extraction, le solvant usagé obtenu est en particulier chargé en impuretés. Il peut être retraité 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 E2) optionnelle d'extraction, et/ou en entrée de l'étape a) de dissolution dans le cas où le solvant de dissolution et le solvant d'extraction sont identiques. 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.

Etape E3) optionnelle d'adsorption

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.

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, et avantageusement en amont ou en aval de l'étape b) de lavage. L'étape E3) optionnelle d'adsorption peut éventuellement être mise en œuvre en amont ou en aval d'une étape E2) optionnelle d'extraction.

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. Lorsque le procédé selon l'invention comprend une étape E3) optionnelle d'adsorption en amont de l'étape b) de lavage, la section d'adsorption est de préférence opérée en présence de l'adsorbant sous forme de lit entraîné (c'est-à-dire sous forme de particules divisées introduites dans la solution polymère). Lorsque le procédé selon l'invention comprend une étape E3) d'adsorption en aval de l'étape b) de lavage, la section

d'adsorption est de manière très préférée opérée en présence de l'adsorbant sous forme de lit fixe.

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), 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.

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.

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.

Très avantageusement, la combinaison d'une étape b) de lavage avec une étape E3) optionnelle d'adsorption permet une purification améliorée de la solution polymère, en utilisant à la fois l'affinité des impuretés résiduelles pour le solvant dense et aussi pour le solide adsorbant.

- 5 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, par exemple lors de l'étape b) de lavage dans le cas où l'étape E3) optionnelle
10 est située en amont de l'étape b). 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.

Etape c) de récupération des polymères

- 15 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.

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
20 lavée, ou éventuellement une solution polymère extraite ou raffinée.

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 de lavage, voire également du solvant d'extraction, contenu(s) dans la solution polymère qui alimente l'étape c), c'est-à-dire la solution polymère lavée ou
25 éventuellement la solution polymère extraite ou 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
30 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 de lavage contenu(s) dans la solution polymère 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.

- 5 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.

- L'étape c) de récupération des polymères vise également à récupérer au moins en partie, de
10 préférence majoritairement et préférentiellement en totalité, le(les) solvant(s) contenu(s) dans la solution polymère lavée ou éventuellement la solution polymère extraite ou raffinée qui alimente l'étape c), et en particulier le solvant de dissolution et éventuellement le solvant de lavage, voire également du solvant d'extraction. L'étape c) de récupération des polymères vise aussi éventuellement à purifier et recycler la fraction solvant récupérée, notamment en amont
15 de l'étape a) de dissolution et/ou en amont des étapes b) de lavage et/ou E2) 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 lavée ou éventuellement la solution polymère extraite ou raffinée qui alimente l'étape
20 c).

- 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
25 MPa abs.

- 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
30 différents ont été mis en œuvre dans le procédé de traitement selon l'invention, en particulier dans les étapes a) de dissolution et b) de lavage, éventuellement une étape E2) 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, le solvant de lavage et éventuellement le solvant d'extraction.

Selon un mode de réalisation particulier de l'invention, le procédé de la présente invention met en œuvre, avantageusement successivement ou simultanément :

- 5 - 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,
- une section c2) de conditionnement pendant laquelle la fraction de polymères purifiés, avantageusement séparée du (des) solvant(s), est refroidie, avantageusement à une
10 température inférieure à la température de fusion des polymères, pour obtenir une fraction comportant des polymères à l'état solide.

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
15 critique du(des) solvant(s) à séparer, en particulier au-delà du point critique 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
20 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)
25 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 ou 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
30 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.

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.

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
5
avantageusement le recycler vers l'étape a) de dissolution et/ou éventuellement vers l'étape b) de lavage et/ou l'étape E2) optionnelle 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,
10
extraction liquide-liquide, adsorption, cristallisation et précipitation des insolubles, ou par purge.

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
15
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.

Selon un mode de réalisation préféré de l'invention, le procédé de traitement de la charge plastique comprend, de préférence consiste en :

20 - une étape a) de dissolution dans un solvant de dissolution, pour obtenir au moins une solution polymère brute ;
- une étape b) 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 ;
- une étape E2) d'extraction de la solution polymère lavée par un solvant d'extraction, mettant
25 de préférence en œuvre une extraction supercritique, pour obtenir au moins une solution polymère extraite et un solvant usagé ; et
- une étape c) de récupération des polymères de la solution polymère extraite, mettant de préférence en œuvre une séparation supercritique du(des) solvant(s), en particulier une séparation supercritique du solvant de dissolution, pour obtenir une fraction solvant et une
30 fraction de polymères purifiés
le solvant de dissolution et le solvant d'extraction étant de préférence identiques.

Selon un autre mode de réalisation préféré de l'invention, le procédé de traitement de la charge plastique comprend, de préférence consiste en :

- une étape a) de dissolution dans un solvant de dissolution, pour obtenir au moins une solution polymère brute ;
 - 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 ;
 - 5 - une étape b) 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 ;
 - une étape E2) d'extraction de la solution polymère lavée 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
 - 10 - 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 ;
- le solvant de dissolution et le solvant d'extraction étant de préférence identiques.

Selon un mode de réalisation préféré alternatif de l'invention, le procédé de traitement de la charge plastique comprend, de préférence consiste en :

- une étape a) de dissolution dans un solvant de dissolution, pour obtenir au moins une solution polymère brute ;
 - une étape b) 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 ;
 - 20 - 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 ;
 - une étape E2) 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
 - 25 - 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 ;
- le solvant de dissolution et le solvant d'extraction étant de préférence identiques.

Selon un autre mode de réalisation particulier de l'invention, le procédé de traitement de la charge plastique comprend, de préférence consiste en :

- une étape a) de dissolution dans un solvant de dissolution, pour obtenir au moins une solution polymère brute ;
- 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 ;

- une étape b) 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 ;
 - une étape E2) 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 ;
 - 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
 - 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 ;
- le solvant de dissolution et le solvant d'extraction étant de préférence identiques.

Selon un autre mode de réalisation particulier de l'invention, le procédé de traitement de la charge plastique comprend, de préférence consiste en :

- une étape a) de dissolution dans un solvant de dissolution, pour obtenir au moins une solution polymère brute ;
 - une étape b) 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 ;
 - 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 ;
 - une étape E2) 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 ;
 - 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
 - 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 ;
- le solvant de dissolution et le solvant d'extraction étant de préférence identiques.

- 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

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
5 peuvent être utilisés seul ou en combinaison les uns avec les autres, sans limitation de combinaison.

La Figure 1 représente le schéma d'un mode de réalisation du procédé de la présente invention, comprenant :

- 10 - 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 ;
- une étape de lavage b) de la solution polymère brute 3 par une solution dense 6, de préférence une solution aqueuse 6, pour obtenir une solution polymère lavée 8 et un effluent de lavage 7 ;
- 15 - une étape c) de récupération des polymères de la solution polymère lavée 8 issue de l'étape b), pour obtenir une fraction solvant 13 et une fraction de polymères purifiés 14.

La Figure 2 représente une variante de la mise en œuvre du procédé selon l'invention représenté à la Figure 1, comprenant :

- 20 - 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 ;
- 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 ;
- une étape b) de lavage de la solution polymère clarifiée 5 par contact avec une solution dense
25 6, pour obtenir un effluent de lavage 7 et une solution polymère lavée 8 ;
- une étape d'extraction E2) de la solution polymère lavée 8 par un solvant d'extraction 9, pour obtenir une solution polymère extraite 11 et un solvant usagé 10 ;
- 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 ;
- 30 - 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.

La Figure 3 représente une variante de la mise en œuvre du procédé selon l'invention représentée à la Figure 2. Dans le mode de réalisation montré sur la Figure 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.

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.

10 EXEMPLES

Exemple 1 (conforme à l'invention)

250 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.

15 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 26 bar (soit 2,6 MPa). Après 3 heures, tout le polypropylène est dissous dans le n-pentane. Une phase liquide très colorée, la solution polymère brute, est obtenue.

20 Puis 125 mL d'eau sont ajoutés au système, en maintenant la température à 180°C, la pression à 2,6 MPa et l'agitation à 500 rpm. Puis, ces conditions de température, de pression et d'agitation sont maintenues pendant 5 minutes, avant arrêt de l'agitation. Après arrêt de l'agitation, le système décante alors. Au bout de 5 minutes au repos, le système de fluides à l'intérieur de l'autoclave décante pour former deux phases en fin d'étape de lavage. La phase supérieure, contenant le polymère et correspondant à une solution polymère lavée, est moins colorée que le mélange avant l'étape de lavage.

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

30 Un solide blanchâtre légèrement rosé est alors obtenu dans le cristalliseur.

Exemple 2 (non conforme à l'invention)

250 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.

- 5 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. Après 3 heures, tout le polypropylène est dissous dans le n-pentane. Une phase liquide très colorée, la solution polymère brute, est obtenue.
- 10 15 mL de la solution polymère brute sont prélevés et versés dans un cristalliseur. Le cristalliseur est ensuite placé dans une étuve à 180°C et pression atmosphérique, sous balayage d'azote pendant 6 h.

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

REVENDEICATIONS

1. Procédé de traitement d'une charge plastique, 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 une pression
5 de dissolution entre 1,0 et 20,0 MPa abs., pour obtenir au moins une solution polymère brute;
 - b) une étape de lavage par mise en contact de la solution polymère brute issue de l'étape a) avec une solution dense, 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 de la solution dense et le débit
10 massique de la solution polymère brute qui alimente l'étape b) compris entre 0,05 et 20,0, pour obtenir au moins une solution polymère lavée et un effluent de lavage ; puis
 - c) une étape de récupération des polymères, pour obtenir au moins une fraction solvant et une fraction de polymères purifiés.
2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel le solvant de dissolution est choisi parmi des
15 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.
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
20 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.
4. Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel la température de
25 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.
5. Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel la solution dense mis en œuvre à l'étape b) a une densité supérieure ou égale à 0,85, de préférence supérieure ou
30 égale à 0,9, préférentiellement supérieure ou égale à 1,0.
6. Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel la solution dense mis en œuvre à l'étape b) 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 préférée au moins 90%
35 poids d'eau, de manière très préférée au moins 95% poids d'eau.

7. Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel l'étape b) de lavage est mise en œuvre à la température de dissolution et la pression de dissolution.
8. Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel l'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.
9. Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel l'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 supercritiques du solvant de dissolution.
10. Procédé selon l'une des revendications précédentes, comprenant une étape E2) d'extraction par mise en contact de la solution polymère lavée 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 lavée est compris entre 0,05 et 20,0, dans lequel le solvant d'extraction est de préférence un solvant organique 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., pour obtenir au moins une solution polymère extraite et un solvant usagé.
11. Procédé selon la revendication 10, dans lequel le solvant d'extraction est le même que le solvant de dissolution et est au moins en partie, de préférence en totalité, à l'état supercritique.
12. Procédé selon l'une des revendications précédentes, comprenant une étape E1) de séparation des insolubles par séparation solide-liquide, à une température entre 100°C et 300°C, une pression entre 1,0 et 20,0 MPa abs., ladite étape E1) étant située entre l'étape a) de dissolution et l'étape c) de récupération des polymères, et en amont ou en aval de l'étape b) de lavage, de préférence en amont de l'étape b) de lavage, et dans lequel l'étape E1) de séparation des insolubles met de préférence en œuvre un séparateur électrostatique et/ou un filtre et/ou un filtre à sable.
13. 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.

14. Procédé selon l'une des revendications précédentes, comprenant :

- 5 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 ;
- 10 b) une étape de lavage par mise en contact de la solution polymère brute issue de l'étape a) avec une solution dense, 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 de la solution dense et le débit massique de la solution polymère brute compris entre 0,05 et 20,0, ladite solution dense étant de préférence une solution aqueuse, pour obtenir au moins une solution polymère lavée et un effluent de lavage ;
- 15 E2) une étape d'extraction par mise en contact de la solution polymère lavée issue de l'étape b) 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 lavée compris entre 0,05 et 20,0, pour obtenir au moins une solution polymère extraite et un solvant usagé ; puis
- 20 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 supercritiques du solvant de dissolution.

25

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 ;
- 30 b) une étape de lavage par mise en contact de la solution polymère brute issue de l'étape a) avec une solution dense, 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 de la solution dense et le débit massique de la solution polymère brute compris entre 0,05 et 20,0, ladite solution dense
- 35 étant de préférence une solution aqueuse, pour obtenir au moins une solution polymère lavée et un effluent de lavage ;

- E3) une étape d'adsorption alimentée par la solution polymère lavée issue de l'étape b) et mettant en œuvre une section d'adsorption opérée en présence d'au moins un adsorbant, à une température entre 100°C et 300°C et une pression entre 1,0 et 20,0 MPa abs., pour obtenir au moins une solution polymère raffinée ; puis
- 5 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 supercritiques du solvant de dissolution.