

Eine Initiative des Bundesministeriums
für Bildung und Forschung



GEFÖRDERT VOM

Bundesministerium
für Bildung
und Forschung

RESOLVE RECYCLING VON POLYSTYROL MITTELS ROHSTOFFLICHER VERWERTUNG



INEOS Styrolution

N. Niessner, F. Nosić, T. Kolb, P. Schäfer, K. Raulf, J. Nottbohm, T. Bittner

Statuskonferenz "Plastik in der Umwelt – Quellen • Senken • Lösungsansätze"

Bundesministeriums für Bildung und Forschung (BMBF)

20./21. April 2021, Online Meeting

INEOS
STYROLUTION

I.A.R.
Institut
für Aufbereitung
und Recycling

RWTHAACHEN
UNIVERSITY



INSTITUT FÜR
KUNSTSTOFFVERARBEITUNG
IN INDUSTRIE UND HANDWERK AN DER RWTH AACHEN



INEOS
THE WORD FOR CHEMICALS

Agenda

Resolve - Fakten

Projektpartner

Ganzheitliche Betrachtung des
Recyclingprozesses

Kernaussagen

Agenda

Resolve - Fakten

Projektpartner

Ganzheitliche Betrachtung des
Recyclingprozesses

Kernaussagen

Resolve Fakten

- Verbundprojekt: “Resolve – Recycling von Polystyrol mittels rohstofflicher Verwertung”
- Projektziel: „Entwicklung eines Prozess für eine geschlossene Kreislaufwirtschaft zum Recycling von Polystyrol“
- Forschungsprogramm: “Plastik in der Umwelt”
- Förderkennzeichen: 033R194 A – D
- Projektträger: Projektträger Jülich
- Projektlaufzeit 01.08.2017 – 31.07.2020
- Datum der Publikation: 31.01.2021
- Projektleitung INEOS Styrolution

Agenda

Resolve - Fakten

Projektpartner

Ganzheitliche Betrachtung des
Recyclingprozesses

Kernaussagen

Resolve

Projektpartner

INEOS Styrolution Group GmbH (Projekt-Koordinator)

- Weltweit führender Anbieter von Styrolkunststoffen mit Schwerpunkt auf Styrolmonomer, Polystyrol, Standard ABS, und Spezialkunststoffen

INEOS Manufacturing Deutschland GmbH

- Experte im Umgang mit unterschiedlichen Naphtha-Typen und deren Auswirkungen auf die Ausbeuten und den Betrieb der Produktionsanlagen.
- Zwei Steamcracker am Standort Köln sowie einen Labor-Crackofen

Institut für Anthropogene Stoffkreisläufe (ANTS)

- Schwerpunkt: Ressourcenwirtschaft mit Fokus auf Stoffsysteme, Einzelprozesse bis hin zu vollständigen Untersuchung von Prozessketten, Modellierung und Bewertung.

Institut für Kunststoffverarbeitung (IKV)

- Eines der größten Institute auf dem Forschungsgebiet der Kunststoffverarbeitung
- Jahrelange Erfahrung mit der Synthese, der Verarbeitung und dem Recycling von Thermoplasten.

Neue Materialien Bayreuth GmbH (NMB)

- Schwerpunkt: Leichtbau für Kunststoffe, Metalle sowie faserverstärkte Verbundwerkstoffe, neuartigen Materialvarianten sowie Verarbeitungsverfahren.

INEOS
STYROLUTION

INEOS

Institut für
Anthropogene
Stoffkreisläufe | **RWTH AACHEN**
UNIVERSITY

INSTITUT FÜR
KUNSTSTOFFVERARBEITUNG 
IN INDUSTRIE UND HANDWERK AN DER RWTH AACHEN

 **Neue Materialien**
Bayreuth

Agenda

Resolve - Fakten

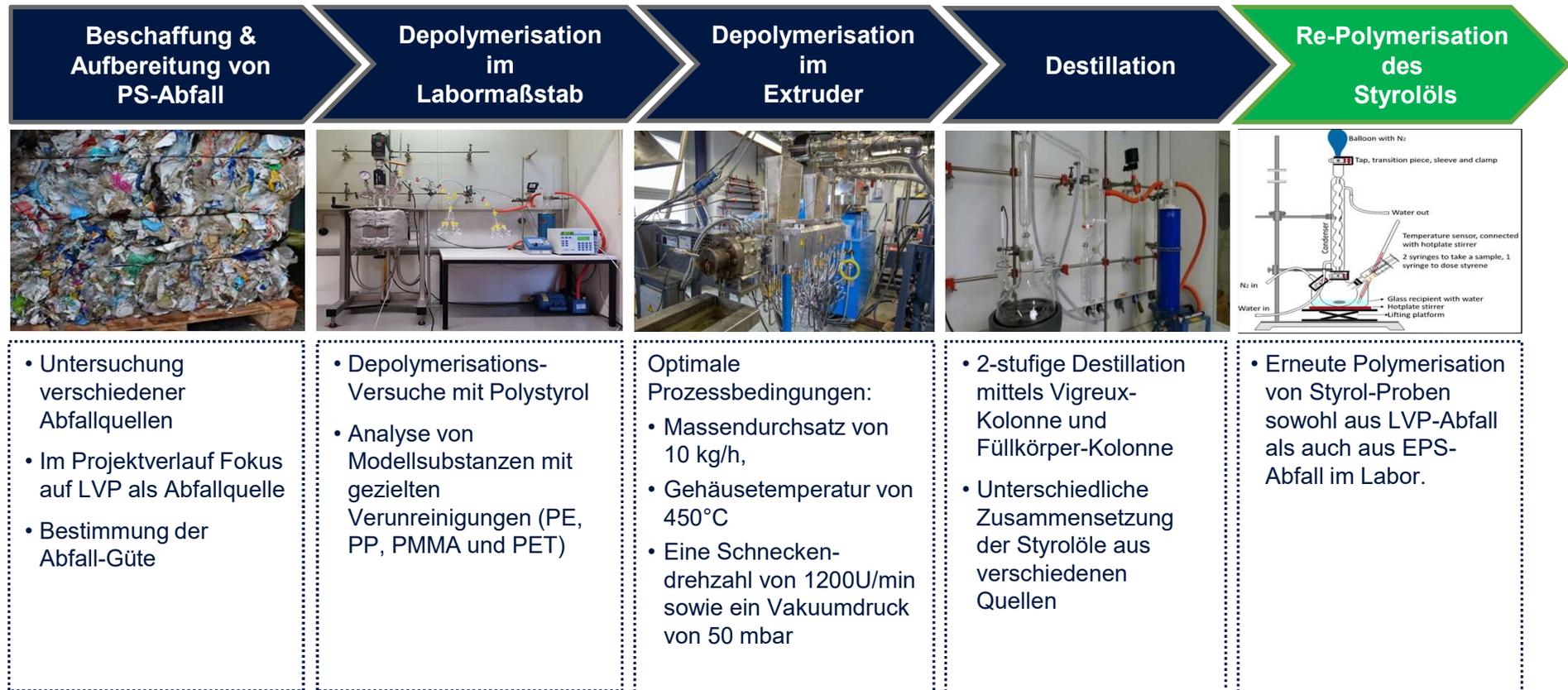
Projektpartner

Ganzheitliche Betrachtung des
Recyclingprozesses

Kernaussagen

Resolve

Ganzheitliche Betrachtung des Recyclingprozesses



Reale Abfallquellen					
Material	LVP-Material	EPS-Gewerbeabfall (Industrie- verpackungen)	WEEE (HIPS/ GPPS)	Bau-Abfall (EPS/ XPS)	PS- und EPS- Abfall aus mariner Umgebung
Material- Probe					
Markt- Potential*	<ul style="list-style-type: none"> • 40-60 kt (Spec. laut Ballen) • 28-42 kt (gereinigt + zerkleinert) 	<ul style="list-style-type: none"> • 35 kt (ggf. kompaktiert) 	<ul style="list-style-type: none"> • 35 kt (zerkleinert + gereinigt) 	<ul style="list-style-type: none"> • 40-45kt 	<ul style="list-style-type: none"> • Limitierte Verfügbarkeit
PS-Gehalt	<ul style="list-style-type: none"> • PS-Gehalt sehr variabel • Reinheit der untersuchten Ballen: 73 -85 Gew.-% 	<ul style="list-style-type: none"> • Sehr hohe Reinheit von > 98% PS-Gehalt • Reinheit der untersuchten Ware: XY* 	<ul style="list-style-type: none"> • Reinheit ~ 85% (Gereinigt + zerkleinert) 	<ul style="list-style-type: none"> • Reinheit ~ 70% • Teilweise HBCD-haltig 	<ul style="list-style-type: none"> • Unterschiedlich stark verschmutzt • EPS-Anteil bei Proben zw. 30% und 57%

* Deutschland

Depolymerisation im Glaskolben unter Vakuum

Step 1



- Versuche im Glaskolben mit Heizpilz unter Vakuum durchgeführt.
- Demonstration der Machbarkeit des Depolymerisationsprozesses
- Spätere Nachstellung des Prozesses im Autoklaven
- Entwicklung einer GC-Analysenmethode Charakterisierung der bei der Depolymerisation entstehenden Kondensate

Depolymerisation im Autoklaven

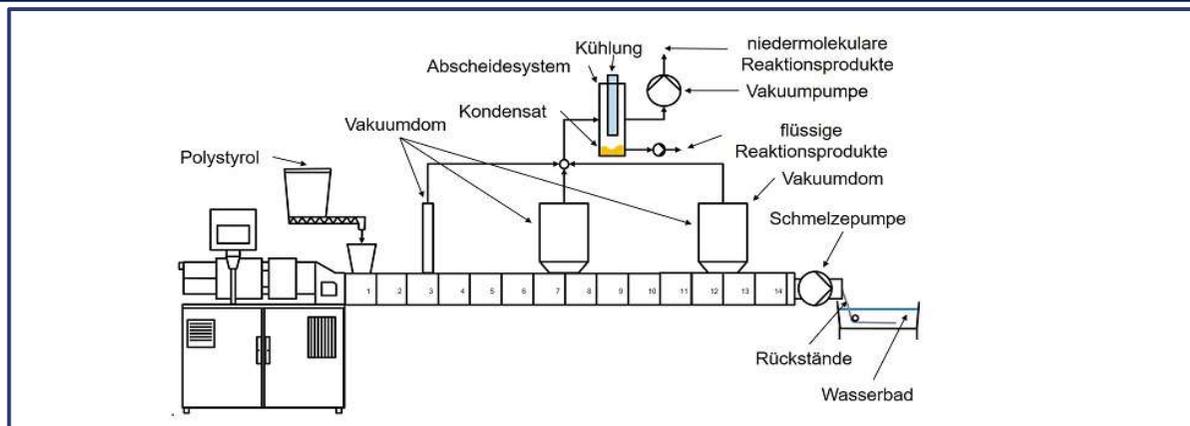
Step 2



- Laborreaktor im 2L-Maßstab:
- Das Setup besteht aus einem Autoklaven (1) mit Rührwerk (2), einem angeschlossenen Kondensationssetup mit Glasbrücken (3) und einer Kühlfalle (4) sowie einer Steuereinheit (5).
- > Untersuchung des Einflusses gezielt veränderter Prozessbedingungen und dem Einfluss von Verunreinigungen

- Vergleichbare Ergebnisse der Versuche im Glaskolben und im Labor-Autoklaven
- Bei der Depolymerisation entstehen neben Styrol Dimere/Trimere sowie weitere Nebenprodukte
- Kein Einfluss des Molekulargewichtes auf das Ergebnis der Depolymerisation
- Erfolgreiche Depolymerisation der Real-Abfallproben EPS, LVP, WEEE-Kühlschrankprobe, und marine EPS-Abfallprobe

Versuchsaufbau zur Depolymerisation im Doppelschneckenextruder



Versuchsaufbau zur Depolymerisation von Polystyrol

- Modularer Aufbau ermöglicht indiv. Temperaturführung für jedes Element
- Maximale Gehäusetemperatur von 450 °C
- Einführung der PS-Abfallprobe in Gehäuse 1
- Anlegen eines Vakuums mittels Vakuumpumpe am 4. Gehäuse (Befreiung von störenden Einflussfaktoren)
- Flüchtige Bestandteile, wie beispielsweise Styrol, Dimer und Trimer, werden über eine mehrstufige Entgasung abgeführt
- Die Kondensation erfolgt im Abscheider
- Die restlichen Rückstände durchlaufen den Extruder und können der thermischen Verwertung zugeführt werden



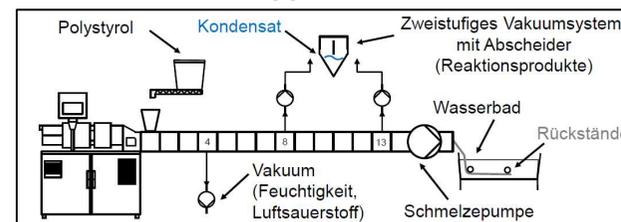
Styrolöl-Kondensat gewonnen mittels Depolymerisation einer EPS-Abfall Probe am IKV



NMB in Bayreuth: Batch-Prozess



IKV in Aachen: Doppelschneckenextruder



Gezielte Verunreinigungen, getestet in Bayreuth

Polymer	zugesetzte Verunreinigung	Bewertung	Anmerkungen zu Rückstand/Nebenprodukten
GPPS	PMMA	✓	Methylmethacrylat als NP im Styrolöl
GPPS	LDPE	✓	geringe Menge an Wachsen als NP im Styrolöl
GPPS	PP	✓	geringe Menge an Wachsen als NP im Styrolöl
GPPS	PET	✓	unlöslicher, sich absetzender Feststoff als NP
GPPS	Algen	✓	olfaktorisch herausfordernd
GPPS	TiO ₂	✓	TiO ₂ als Rückstand im Reaktor
GPPS	Ruß	✓	vergleichsweise hohe Rückstandsmenge
GPPS	HBCD	✓	bromierte Komponenten im Styrolöl
HIPS	-	✓	vergleichsweise hohe Rückstandsmenge

Gezielte Verunreinigungen, getestet am IKV in Aachen

Polymer	Gezielte Verunreinigung	Max. Kondensat -ausbeute (50mbar)	Kommentare
STYROLUTION PS_2	Carbon black	66%	Styrol-Gehalt: 72,5 wt.-%;
STYROLUTION PS_2	TiO ₂	54%	Styrol-Gehalt: 69 Gew.-%; starke Schaumbildung
STYROLUTION PS_2	-	77,64%	
STYROLUTION PS_2	PP	64-65%	Versuche mit 5 und 10 Gew.-%
STYROLUTION PS_2	PE	64-65%	Versuche mit 5 und 10 Gew.-%

▶ **HBCD und PET** werden als kritische Verunreinigungen eingestuft, Effekte müssen berücksichtigt werden

Resolve Destillation



Batch Destillation

Beispiel: Styrolöl aus EPS-Abfall

- EPS-Abfall wurde am IKV in Aachen depolymerisiert: Styrol-Gehalt im Styrolöl ca. 70%
- 1. Destillation: Aufreinigung mittels Vigreux-Kolonne
- 2. Destillation: Aufreinigung mittels Füllkörper-Kolonne

⇒ **Aufgereinigtes Styrol konnte bei INEOS Styrolution erfolgreich erneut polymerisiert werden**



	1. Destillation mit Vigreux-Kolonne		2. Destillation mit Füllkörper-Kolonne	
	Feed I (Styrolöl)	Beste Fraktion	Feed II (aufger. Styrolöl)	Beste Fraktion
Styrol	69.0%	99.2%	98.9%	99.6%
Ethylbenzol	0.8%	0.2%	0.2%	< 0.1%
Sonstige Niedrigsieder	< 0.1%	< 0.1%	< 0.1%	< 0.1%
alpha-Methylstyrol	0.4%	0.5%	0.6%	0.2%
Dimer	11.1%	< 0.1%	-	-
Trimer	13.5%	< 0.1%	< 0.1%	< 0.1%
Sonstige Hochsieder	5.2%	0.1%	0.3%	0.1%



Styrolöl-Kondensat aus EPS-Abfall nach Destillation mittels Vigreux-Kolonne

Die erforderliche Destillationskonstruktion hängt stark von der Zusammensetzung ab. Batch Destillation kann nicht mit kontinuierlicher Destillation verglichen werden.

Resolve

Fraktionierende Destillation



	1. Destillation (Vigreux-Kolonne)		2. Destillation (Füllkörperkolonne)	
	Feed I (Styrolöl)	Beste Fraktion	Feed II (aufger. Styrolöl)	Beste Fraktion
Styrolöl aus EPS				
Ethylbenzol	0,8 %	0,2 %	0,2 %	< 0,1 %
Sonst. Niedrigsieder	< 0,1 %	< 0,1 %	< 0,1 %	< 0,1 %
Styrol	69,0 %	99,2 %	98,9 %	99,6 %
alpha-Methylstyrol	0,4 %	0,5 %	0,6 %	0,2 %
Dimer	11,1 %	< 0,1 %	-	-
Trimer	13,5 %	< 0,1 %	< 0,1 %	< 0,1 %
Sonst. Hochsieder	5,2 %	0,1 %	0,3 %	0,1 %
Styrolöl aus LVP				
Ethylbenzol	2,1 %	1,1 %	0,8 %	0,3 %
Sonst. Niedrigsieder	1,1 %	1,0 %	1,1 %	0,8 %
Styrol	70,6 %	95,6 %	93,2 %	96,7 %
alpha-Methylstyrol	1,4 %	1,7 %	2,2 %	1,4 %
Dimer	8,0 %	< 0,1 %	0,1 %	-
Trimer	10,7 %	-	< 0,1 %	-
Sonst. Hochsieder	6,2 %	0,6 %	2,7 %	0,8 %

- Je nach Abfallquelle. Unterschiedliche Zusammensetzung der Styrolöle -> Direkter Einfluss auf die Reinheit des gewonnenen Styrols nach der zweiten Destillation.
- Styrolöl aus EPS weist einen vergleichsweise geringen Anteil an Styrol ähnlichen Siedern wie Ethylbenzol oder alpha-Methylstyrol auf -> Dies erlaubt eine bessere Abtrennung des Styrols von anderen Komponenten.
- Styrolöl aus LVP enthält einen höheren Anteil an Styrol ähnlichen Siedern, was zu etwas geringeren Reinheiten des gewonnenen Styrols führte.

Vergleich der eingesetzten Styrolöl-Feeds hinsichtlich des Reinheitsgrades von Styrol der jeweils besten Fraktion nach einer Vigreux-Destillation bzw. einer anschließenden Füllkörperdestillation

Agenda

Resolve - Fakten

Projektpartner

Ganzheitliche Betrachtung des
Recyclingprozesses

Kernaussagen

Resolve

Kernaussagen

- ✓ EPS- und LVP-Abfall können als geeignete Abfallquellen für hochwertige neue Kunststoffprodukte eingestuft werden.
- ✓ Die technische Machbarkeit der Depolymerisation von PS-Abfällen mittels Doppelschneckenextruder und anschließender destillativer Aufreinigung des Styrolölkonzentrats konnte bestätigt werden.
- ✓ Auf Basis der zur Verfügung gestellten Proben aus Bayreuth wurden mehrere Repolymerisationsversuche im Labormaßstab durchgeführt. INEOS Styrolution ist es dabei gelungen, die erneute Polymerisation des Styrol Monomers zu Polystyrol aus EPS- und aus LVP-Abfall zu zeigen.
- ✓ Erfolgreiche Durchführung von ersten Crackversuchen der Styrol-Depolymerisat-Proben im Labor mit Bildung der Wertstoffe Ethen, Benzol und Toluol.
- ✓ Die Produktion von r-Styrol mit dem hier vorgestellten neuen Recyclingverfahren der Depolymerisation verursacht derzeit höhere Kosten im Vergleich zur Produktion von Styrol mittels etablierten Produktionsverfahren.
- ✓ Die Durchführung einer LCA hat gezeigt, dass das Einsparungspotential an CO₂-Emissionen beim Depolymerisationsprozess im Vergleich zum Standardprozess für Styrolherstellung bei 37% liegt, und bei Verwendung von 100% Ökostrom sogar bis 80% beträgt.
- ✓ Der neue Extruderprozess zur Verwertung von PS-Abfallströmen und Erzeugung von Styrol Monomeren ist aus ökologischer Sicht sinnvoll, da die CO₂-Emissionen, der Verbrauch an Wasser und fossilen Rohstoffen sehr stark reduziert werden. Darüber hinaus bietet er aus ökonomischer Sicht den Vorteil von geringeren Energiekosten.
- ✓ Die gewonnenen Projektergebnisse zeigen für den Kunststoff Polystyrol eine Möglichkeit des Übergangs von einer linearen Wirtschaft hin zu einer Kreislaufwirtschaft.

INEOS STYROOLUTION

For more information visit
www.ineos-styrolution.com

Driving Success. **Together.**