

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 956 480**

21 Número de solicitud: 202330497

51 Int. Cl.:

B03C 1/01 (2006.01)

C02F 1/48 (2013.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A2

22 Fecha de presentación:

31.05.2019

43 Fecha de publicación de la solicitud:

21.12.2023

62 Número y fecha presentación solicitud inicial:

P 201930485 31.05.2019

71 Solicitantes:

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE MADRID (100.0%)

Einstein 3

**28049 Ciudad Universitaria de Cantoblanco
(Madrid) ES**

72 Inventor/es:

**MUÑOZ GARCÍA, Macarena;
NIETO-SANDOVAL RODRÍGUEZ, Julia;
MARTÍNEZ DE PEDRO, Zahara y
CASAS DE PEDRO, José Antonio**

74 Agente/Representante:

ARIAS SANZ, Juan

54 Título: **Procedimiento para la separación de microplásticos de matrices acuosas**

57 Resumen:

Procedimiento para la separación de microplásticos de matrices acuosas.

La presente invención se refiere a un procedimiento para la separación de microplásticos de matrices acuosas basado en la interacción de dichos microplásticos con minerales magnéticos que contienen hierro, como la magnetita, lo que da lugar a la formación de un agregado de los microplásticos con el mineral magnético de hierro fácilmente separables del agua mediante aplicación de un campo magnético.

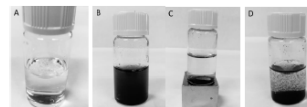


FIG. 1

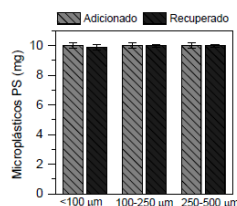


FIG. 2

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la separación de microplásticos de matrices acuosas

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a un procedimiento para la separación de microplásticos de matrices acuosas por su interacción con minerales magnéticos de hierro, como la magnetita.

10 Antecedentes de la invención

La extendida presencia de microplásticos en el medio ambiente se ha convertido en una preocupación ambiental global y en un problema creciente como resultado del aumento exponencial en la producción de plásticos. Ésta no ha parado de crecer a nivel global desde el desarrollo de los primeros polímeros sintéticos a mediados del siglo XX. Así, en el año 2017 se produjeron más de 348 millones de toneladas de plásticos en el mundo (PlasticsEurope, 2018). Entre ellos, destacan principalmente el polipropileno (19,3%), el polietileno de alta densidad (17,5%), el polietileno de baja densidad (12,3%), el policloruro de vinilo (10,2%), el poliuretano (7,7%), el polietileno tereftalato (7,5%) y el poliestireno (6,6%). En Europa hay unas 60.000 compañías trabajando en el sector del plástico, lo que generó en el año 2017 unos 350.000 millones de euros (PlasticsEurope, 2018). Evidentemente, la elevada actividad de esta industria es producto de la gran demanda de plástico de diferentes sectores como el de empaquetado (39,9%), el de construcción (19,7%), el automovilístico (10%), el eléctrico y electrónico (6,2%) y el de la agricultura (3,3%).

25

La principal consecuencia de la alta producción de plásticos es la generación de grandes cantidades de estos residuos que, en buena medida, acaban en el medio ambiente, especialmente en el medio marino (GESAMP Report and Studies, 90 (2015), ISSN: 1020-4873). Se estima que cada año se introducen en los océanos entre 4,8 y 12,7 millones de toneladas de residuos plásticos, convirtiéndose en un problema ambiental de máxima importancia (Jambeck, J.R. et al., Science, 347 (2015) 768-771). Ello es debido fundamentalmente a su elevada persistencia, ya que se estima que tardan en degradarse entre cientos y miles de años (Barnes, D.K.A. et al., Philosophical Transactions of the Royal Society of London B: Biological Sciences 364 (2009) 1985-1998). Por otra parte, se añade el hecho de que estos materiales pueden actuar como vectores de otros contaminantes persistentes como bifenilos clorados, hidrocarburos aromáticos policíclicos e incluso metales

35

pesados, o permitir el crecimiento sobre su superficie de microorganismos patógenos o especies invasoras (GESAMP Report and Studies, 90 (2015), ISSN: 1020-4873). Entre las diferentes categorías de contaminación por plásticos, destacan los microplásticos, los cuales han sido encontrados en prácticamente todos los ecosistemas, incluyendo aguas continentales y oceánicas, sedimentos, aire y suelos (Grbic, J. et al., Environmental Science and Technology Letters, 6 (2019) 68-72). Consecuentemente, los microplásticos están también presentes en los organismos, fundamentalmente en los acuáticos (Cole, M. et al., Nature Scientific Reports, 4: 4528 (2014) 1-8), por lo que existe una importante preocupación por los daños potenciales que su presencia puede ejercer tanto en el ser humano como en la fauna.

La primera referencia relacionada con la contaminación producida por microplásticos data del año 1972 (Carpenter, E.J. et al., Science, 175 (1972) 1240-1241), aunque la investigación en este campo ha tenido lugar fundamentalmente en la última década. De hecho, la definición de microplásticos se estableció en el año 2008 en el primer congreso internacional de investigación sobre la presencia, efectos y destino de los desechos microplásticos en el medio marino, organizado por la Administración Nacional Oceánica y Atmosférica (NOAA). En él, se estableció que los microplásticos son todos aquellos plásticos de tamaño inferior a 5 mm.

La separación de los microplásticos de las diferentes matrices ambientales, fundamentalmente de las acuosas, constituye un importante desafío para la comunidad científica. De hecho, actualmente no existe ningún método estandarizado que permita separar los microplásticos de matrices acuosas. En el estado de la técnica existen varios métodos utilizados en el laboratorio para la separación de microplásticos, pudiendo distinguirse la clasificación y separación visual, la filtración y la flotación o separación por densidad (Crawford, C.B. et al., Microplastic Pollutants, (2017) 203-218; Miller, M.E. et al., Marine Pollution Bulletin, 123 (2017) 6-18). La clasificación y separación visual se basa en el examen de la matriz acuosa por el ojo humano, bien de forma directa para los microplásticos de mayor tamaño (de entre 1 y 5 mm) o mediante un microscopio óptico o de fluorescencia para los más pequeños (<1 mm). Los posibles microplásticos se detectan y clasifican atendiendo a sus características físicas, como su forma, tamaño, color y falta de estructura biológica, y posteriormente, se confirma mediante técnicas espectroscópicas. La filtración es el método más frecuentemente utilizado para la retirada de los microplásticos de las matrices acuosas. Es efectivo, aunque requiere un alto consumo de energía y la continua limpieza del sistema de filtración elegido. En el caso de la flotación, la separación de los microplásticos se lleva a cabo por diferencia de densidades empleando disoluciones de diferentes tipos de sal, y por

tanto, con diferentes densidades. Una de las sales más utilizadas es NaCl ($1,2 \text{ g mL}^{-1}$), dada su alta disponibilidad, bajo coste y carácter ambiental, aunque otras como ZnCl_2 ($1,5\text{-}1,7 \text{ g mL}^{-1}$) y NaI ($1,6\text{-}1,8 \text{ g mL}^{-1}$) son también ampliamente empleadas (Van Cauwenberghe, L. et al., *Marine Environmental Research*, 111 (2015) 5-17). En todos los anteriores casos, los métodos de separación de microplásticos están orientados al análisis de los mismos y, con la salvedad de la filtración, no podrían utilizarse como método de tratamiento para su separación del medio, como podría ser en una estación depuradora de aguas residuales, en una estación potabilizadora o en una planta de producción de sal a partir de agua de mar. Además, presentan ciertas desventajas. Por ejemplo, la clasificación y separación visual consume mucho tiempo, por lo que conlleva además un alto coste, y no es completamente fiable, ya que depende del observador. Por su parte, la filtración está muy limitada por la saturación de los filtros, no sólo por los propios microplásticos sino por la presencia de otras partículas en el medio. En la separación por densidad no todos los tipos de microplásticos pueden ser separados, y además, algunos de los agentes químicos utilizados presentan un alto coste o son peligrosos para el medio ambiente.

El método más novedoso desarrollado recientemente para la separación de microplásticos es el basado en la separación electrostática. Esta técnica aprovecha las propiedades de acumulación de carga eléctrica de los plásticos para facilitar su separación y ha permitido obtener resultados muy prometedores con rendimientos de separación de hasta el 99% (Felsing, S. et al., *Environmental Pollution*, 234 (2018) 20-28). De hecho, la mayoría de las patentes desarrolladas para la separación de microplásticos, hasta el momento, están basadas en este principio (Ying, Z. et al., solicitud de patente china CN108593401 A; Baoyuan, G. et al., solicitud de patente china CN108407145 A; Cheng, Z. et al., solicitud de patente china CN107553776 A; Ward, M., patente estadounidense US 8.944.253). No obstante, presenta algunos inconvenientes como el alto coste del equipamiento requerido, el elevado tiempo necesario para llevar a cabo la separación de los microplásticos y la dificultad en el escalado del sistema para el tratamiento de grandes volúmenes de agua.

En un trabajo recientemente publicado se apunta a la vía magnética como mecanismo adecuado para la separación de microplásticos en matrices acuosas (Grbic, J. et al., *Environmental Science and Technology Letters*, 6 (2019) 68-72). En dicho estudio, claramente orientado a la separación de microplásticos como método de muestreo de los mismos, se llevó a cabo la extracción empleando nanopartículas sintéticas de hierro. Se emplearon nanopartículas de hierro comerciales de 25 nm que fueron modificadas con hexadeciltrimetoxisilano con el objetivo de hacerlas hidrofóbicas y lograr así la interacción con

los microplásticos. El método mostró ser bastante eficaz, con una recuperación del 92% de microplásticos de diferente naturaleza en tamaños comprendidos de 10 a 20 μm . Sin embargo, dado el alto coste de las nanopartículas empleadas, su compleja síntesis y la reducida posibilidad de regeneración y reutilización, su potencial aplicación para el tratamiento de
 5 aguas es limitada.

A la vista de estos antecedentes, el desarrollo de un procedimiento que permita separar de forma rápida y eficaz los microplásticos, con independencia de su naturaleza y tamaño, de diferentes matrices acuosas empleando materiales de bajo coste y respetuosos con el medio
 10 ambiente representaría un hallazgo crucial en este campo, donde actualmente no existe una técnica específica y viable para su separación del medio acuoso.

Sumario de la invención

De forma inesperada, los inventores han descubierto un procedimiento de separación de microplásticos con altas tasas de separación, empleando materiales de bajo coste y respetuosos con el medio ambiente utilizando partículas de minerales magnéticos de hierro. El procedimiento es de carácter universal respecto a la naturaleza química del microplástico, es decir, funciona con todos los tipos de microplásticos independientemente de su
 20 composición química y dicho procedimiento también logra altas tasas de separación de microplásticos independientemente de su tamaño. Tal como se muestra en los ejemplos, las tasas de separación son superiores al 95%. El procedimiento de la invención también logra la separación de los microplásticos de matrices acuosas de diferentes características (por ejemplo de pH y salinidad). El procedimiento de la presente invención es particularmente
 25 ventajoso ya que conlleva una reducción significativa del tiempo necesario para lograr la separación, respecto a otros métodos recogidos en el estado de la técnica. El procedimiento de la presente invención presenta como ventaja adicional la simplicidad del equipamiento requerido y la viabilidad de su escalado para el tratamiento de grandes volúmenes de agua.

Por ello, la presente invención se relaciona con un procedimiento para la separación de microplásticos de una matriz acuosa que comprende microplásticos, comprendiendo el procedimiento:

- a) proveer una matriz acuosa que comprende microplásticos,
- b) añadir partículas de un mineral magnético de hierro a la matriz acuosa provista en la etapa
 35 a) para formar agregados de los microplásticos con las partículas del mineral magnético de hierro, y

- c) separar los agregados de los microplásticos con las partículas del mineral magnético de hierro de la mezcla obtenida en la etapa b) mediante aplicación de un campo magnético.

Descripción de las figuras

5

Figura 1: Fotografía de la suspensión de microplásticos de poliestireno en agua salina (1.A), fotografía de la suspensión de microplásticos de poliestireno y las partículas de magnetita en agua salina (1.B), fotografía de la suspensión de microplásticos de poliestireno y las partículas de magnetita en agua salina bajo la influencia de un imán (1.C) y fotografía de la misma suspensión en agua salina una vez retirado el imán (1.D).

10

Figura 2: Resultados obtenidos en los experimentos de adición y separación de microplásticos de poliestireno de diferentes tamaños en agua salina. Las barras de error muestran las desviaciones estándar.

15

Figura 3: Fotografía de la suspensión de microplásticos de polietileno de alta densidad en agua salina (1.A), fotografía de la suspensión de microplásticos de polietileno de alta densidad y las partículas de magnetita en agua salina (1.B), fotografía de la suspensión de microplásticos de polietileno de alta densidad y las partículas de magnetita en agua salina bajo la influencia de un imán (1.C) y fotografía de la misma suspensión en agua salina una vez retirado el imán (1.D).

20

Figura 4: Resultados obtenidos en los experimentos de adición y separación de microplásticos de polietileno de alta densidad de diferentes tamaños en agua salina. Las barras de error muestran las desviaciones estándar.

25

Figura 5: Fotografía de la suspensión de microplásticos de polietileno tereftalato en agua salina (5.A), fotografía de la suspensión de microplásticos de polietileno tereftalato y las partículas de magnetita en agua salina (5.B), fotografía de la suspensión de microplásticos de polietileno tereftalato en agua salina y las partículas de magnetita en agua salina bajo la influencia de un imán (5.C) y resultados obtenidos en el experimento de adición y separación de microplásticos de polietileno tereftalato en agua salina (5.D). Las barras de error muestran las desviaciones estándar.

30

Figura 6: Fotografía de la suspensión de microplásticos de policloruro de vinilo en agua salina (6.A), fotografía de la suspensión de microplásticos de policloruro de vinilo y las partículas de

35

magnetita en agua salina (6.B), fotografía de la suspensión de microplásticos de policloruro de vinilo en agua salina y las partículas de magnetita en agua salina bajo la influencia de un imán (6.C) y resultados obtenidos en el experimento de adición y separación de microplásticos de policloruro de vinilo en agua salina (6.D). Las barras de error muestran las desviaciones estándar.

Figura 7: Fotografía de la suspensión de microplásticos de polietileno de baja densidad en agua salina (7.A), fotografía de la suspensión de microplásticos de polietileno de baja densidad y las partículas de magnetita en agua salina (7.B), fotografía de la suspensión de microplásticos de polietileno de baja densidad en agua salina y las partículas de magnetita en agua salina bajo la influencia de un imán (7.C) y resultados obtenidos en el experimento de adición y separación de microplásticos de polietileno de baja densidad en agua salina (7.D). Las barras de error muestran las desviaciones estándar.

Figura 8: Fotografía de la suspensión de microplásticos de polipropileno en agua salina (8.A), fotografía de la suspensión de microplásticos de polipropileno y las partículas de magnetita en agua salina (8.B), fotografía de la suspensión de microplásticos de polipropileno en agua salina y las partículas de magnetita en agua salina bajo la influencia de un imán (8.C) y resultados obtenidos en el experimento de adición y separación de microplásticos de polipropileno en agua salina (8.D). Las barras de error muestran las desviaciones estándar.

Figura 9: Fotografía de la suspensión de la suspensión de microplásticos de polietileno tereftalato, polietileno de alta densidad, policloruro de vinilo, polietileno de baja densidad, polipropileno y poliestireno en agua salina (9.A), fotografía de la misma suspensión de microplásticos y las partículas de magnetita en agua salina (9.B), fotografía de la misma suspensión de microplásticos en agua salina y las partículas de magnetita en agua salina bajo la influencia de un imán (9.C) y resultados obtenidos en el experimento de adición y separación de la misma suspensión microplásticos en agua salina (9.D). Las barras de error muestran las desviaciones estándar.

Figura 10: Fotografía de la suspensión de microplásticos de policarbonato en agua salina (10.A), fotografía de la suspensión de microplásticos de policarbonato y las partículas de magnetita en agua salina (10.B), fotografía de la suspensión de microplásticos de policarbonato en agua salina y las partículas de magnetita en agua salina bajo la influencia de un imán (10.C) y resultados obtenidos en el experimento de adición y separación de

microplásticos de policarbonato en agua salina (10.D). Las barras de error muestran las desviaciones estándar.

Figura 11: Fotografía de la suspensión de microplásticos de poliuretano en agua salina (10.A),
 5 fotografía de la suspensión de microplásticos de poliuretano y las partículas de magnetita en agua salina (10.B), fotografía de la suspensión de microplásticos de poliuretano en agua salina y las partículas de magnetita en agua salina bajo la influencia de un imán (10.C) y resultados obtenidos en el experimento de adición y separación de microplásticos de poliuretano en agua salina (10.D). Las barras de error muestran las desviaciones estándar.

Descripción detallada de la invención

La presente invención se relaciona con un procedimiento para la separación de microplásticos de una matriz acuosa que comprende microplásticos, comprendiendo el procedimiento:

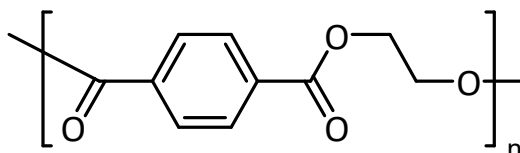
- 15 a) proveer una matriz acuosa que comprende microplásticos,
- b) añadir partículas de mineral magnético de hierro a la matriz acuosa provista en la etapa a) para formar agregados de los microplásticos con las partículas del mineral magnético de hierro, y
- 20 c) separar los agregados de los microplásticos con las partículas del mineral magnético de hierro de la mezcla obtenida en la etapa b) mediante aplicación de un campo magnético.

En el contexto de la presente invención, el término “microplástico” o “microplásticos” se refiere a un material plástico de diámetro promedio inferior a 5 mm, preferiblemente con un diámetro promedio comprendido en el rango de 0,1 μm a 5 mm, más preferiblemente en el rango de
 25 0,1 μm a 1 mm, aún más preferiblemente en el rango de 0,1 μm a 500 μm , aún más preferiblemente de 100 μm a 250 μm . La medida del tamaño de los microplásticos implica su separación previa de la matriz acuosa mediante filtración a vacío empleando un filtro de membrana microporosa con un tamaño de poro no superior a 0,1 μm , y su posterior secado bien sea a temperatura ambiente o en estufa a temperatura no superior a 100 °C. A
 30 continuación, el filtro conteniendo los microplásticos se analiza mediante microscopía óptica, por ejemplo utilizando las condiciones descritas en los ejemplos. Se mide la longitud y el ancho de los microplásticos y se le asigna el tamaño de la mayor dimensión (longitud).

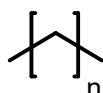
Los microplásticos pueden estar formados por cualquier material plástico, preferiblemente
 35 polímeros orgánicos sintéticos, tales como polietileno tereftalatos (PET), polietilenos (PE)

incluyendo polietilenos de alta densidad (HDPE) y de baja densidad (LDPE), policloruros de vinilo (PVC), polipropilenos (PP), poliestirenos (PS), policarbonatos (PC) y poliuretanos (PU).

El “polietileno tereftalato”, “tereftalato de polietileno” o “PET” es un polímero que se puede obtener mediante una reacción de policondensación entre el ácido tereftálico y el etilenglicol. El polietileno tereftalato presenta la siguiente estructura.

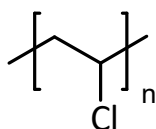


El “polietileno” o “PE” hace referencia a un polímero que se puede obtener por polimerización del etileno. El polietileno presenta la siguiente estructura.

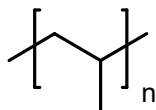


El “polietileno de alta densidad” o “HDPE” se refiere a un polietileno cuya densidad está comprendida en el rango de 0,930 a 0,970 g mL⁻¹. El “polietileno de baja densidad” o “LDPE” se refiere a un polietileno cuya densidad está comprendida en el rango de 0,917 a 0,930 g mL⁻¹.

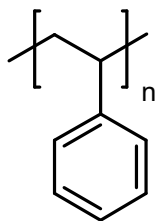
El “policloruro de vinilo” o “PVC” hace referencia a un polímero que se puede obtener por polimerización de cloruro de vinilo. El policloruro de vinilo presenta la siguiente estructura.



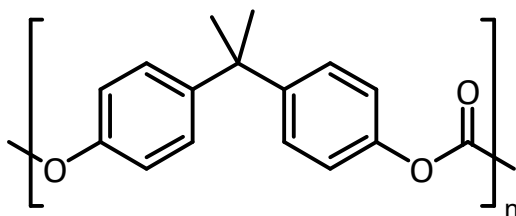
El “polipropileno” o “PP” hace referencia a un polímero que se puede obtener por polimerización del propileno. El polipropileno presenta la siguiente estructura.



El “poliestireno” o “PS” hace referencia a un polímero que se puede obtener por polimerización del estireno. El poliestireno presenta la siguiente estructura.



El “policarbonato” o “PC” hace referencia a un polímero que comprende grupos funcionales unidos por grupos carbonato ($-O-C=O-O-$), como por ejemplo policarbonato de dialildietilenglicol, o el más conocido, policarbonato de bisfenol A, cuya estructura se muestra a continuación.



El “poliuretano” o “PU” hace referencia a un polímero que se puede obtener por condensación de polioles, entre los que destacan el etilenglicol y el propilenglicol, y poliisocianatos, entre los que destaca el diisocianato de metilendifenilo (MDI) y el diisocianato de tolueno (TDI), que dan lugar a grupos uretano ($-NH-(C=O)-O-$) en la estructura del polímero. Hay una gran variedad de poliuretanos debido a la variedad en los poliisocianatos y polioles que se pueden utilizar para formarlos.

En una realización preferida, el microplástico se selecciona del grupo que consiste en polietileno tereftalato, polietileno de alta densidad, policloruro de vinilo, polietileno de baja densidad, polipropileno, poliestireno, policarbonato, poliuretano y mezclas de los mismos. Una ventaja del procedimiento de la invención es su carácter universal ya que la separación magnética es efectiva con independencia de la naturaleza química del microplástico.

La expresión “matriz acuosa” hace referencia a una composición que contiene agua como componente mayoritario, preferiblemente contiene al menos el 80% en peso de agua respecto al peso total de la composición, más preferiblemente al menos el 85%, aún más preferiblemente al menos el 90%, aún más preferiblemente al menos el 95%. La matriz acuosa puede contener además otros ingredientes ya sean disueltos (por ejemplo sales como el NaCl) o en suspensión. En particular, la matriz acuosa se selecciona del grupo que consiste en agua residual (incluyendo aguas residuales domésticas, urbanas, industriales, de agricultura y de

ganadería), agua de mar, agua de río, agua de lago, agua subterránea, agua de grifo o mezcla de los mismos. Por ello, las depuradoras de aguas residuales, las estaciones potabilizadoras de agua, la industria agroalimentaria (por ejemplo piscifactorías), fuentes de agua para consumo humano, instalaciones de agua con fines recreativos (por ejemplo piscinas), entre
5 otros, son instalaciones de interés para la aplicación del procedimiento de la presente invención.

El procedimiento de la presente invención permite la separación de los microplásticos independientemente de la salinidad del agua. Es efectivo tanto en agua dulce, bajas
10 concentraciones de sales, inferiores a 0,2 g/L, como a aguas saladas, con una salinidad de 35 g/L. Preferiblemente, la matriz acuosa presenta una salinidad en el rango de 0,05 a 50 g L⁻¹, más preferiblemente de 0,1 a 35 g L⁻¹.

El término “salinidad” hace referencia a la concentración de sales inorgánicas en la matriz acuosa. Las sales más frecuentes en matrices acuosas son sales de cationes seleccionados del grupo que consiste en litio, sodio, potasio, calcio, magnesio, estroncio y bario, con aniones seleccionados del grupo que consiste en fluoruro, cloruro, bromuro, yoduro, sulfato, nitrato, fosfato, carbonato y borato, como por ejemplo NaCl, MgCl₂, Na₂CO₃ y Na₃PO₄, entre otros. La salinidad se puede determinar mediante un conductivímetro, realizando la medida de
15 20 conductividad eléctrica a 25 °C.

La etapa a) del procedimiento de la invención es proveer una matriz acuosa que comprende microplásticos. La matriz acuosa se puede proveer de forma continua si se realiza el procedimiento en continuo o se puede proveer por lotes si se realiza en procedimiento por
25 lotes (o de forma discontinua). El volumen de la matriz acuosa provista en la etapa a) preferiblemente es de 0,01 a 10000 L.

En una realización preferida, se acondiciona el pH y/o la temperatura de la matriz acuosa provista en la etapa a) antes de realizar la etapa b) de modo que:

- el pH se encuentre en el rango de 1 a 13, y/o
- la temperatura se encuentre en el rango de 5 a 95 °C.

Preferiblemente, el pH de la matriz acuosa debe estar entre 1 y 13, más preferiblemente entre 2 y 12, más preferiblemente entre 3 y 10, más preferiblemente entre 5 y 9, aún más
35 preferiblemente entre 6 y 8, lo más preferido aproximadamente 7. El pH de la matriz acuosa se puede acondicionar añadiendo una base, como por ejemplo hidróxido sódico, hidróxido

potásico o carbonato sódico, entre otras, o un ácido, como por ejemplo ácido nítrico, ácido clorhídrico o ácido sulfúrico, entre otros, hasta alcanzar un valor de pH dentro del rango definido anteriormente. El pH se puede determinar mediante un pH-metro.

- 5 Preferiblemente, la temperatura de la matriz acuosa debe estar entre 5 y 95 °C, más preferiblemente entre 15 y 35 °C, aún más preferiblemente entre 20 y 30 °C, lo más preferido aproximadamente 25 °C. Si la temperatura de la matriz acuosa es inferior, en la etapa de acondicionamiento se puede aumentar la temperatura calentando la matriz acuosa hasta alcanzar una temperatura dentro del rango definido. Si la temperatura de la matriz acuosa es superior, en la etapa de acondicionamiento de la matriz acuosa se puede reducir la temperatura enfriando la matriz acuosa hasta alcanzar una temperatura dentro del rango definido. La temperatura se puede medir mediante un termómetro.

En una realización preferida se acondiciona la matriz acuosa de modo que:

- 15 - el pH se encuentre en el rango de 3 a 10, y/o
- la temperatura se encuentre en el rango de 15 a 35 °C.

En una realización particular se acondiciona la matriz acuosa de modo que:

- 20 - el pH se encuentre en el rango de 5 a 9, y/o
- la temperatura se encuentre en el rango de 20 a 30 °C.

La siguiente etapa, etapa b), es la adición de partículas de mineral magnético de hierro a la matriz acuosa provista en la etapa a) para formar agregados de los microplásticos con las partículas del mineral magnético de hierro.

25

El término “mineral magnético de hierro” hace referencia a cualquier sustancia sólida, inorgánica, de composición química definida, con disposición espacial atómica ordenada, que comprende al menos una especie de hierro y con propiedades ferromagnéticas, es decir, que es atraída por un imán. Preferiblemente, el mineral magnético de hierro presenta una saturación magnética de entre 5 y 100 emu g⁻¹ (entre 5·10³ y 10⁵ A m⁻¹), más preferiblemente de entre 30 y 90 emu g⁻¹ (entre 30·10³ y 90·10³ A m⁻¹), aún más preferiblemente entre 65 y 90 emu g⁻¹ (entre 65·10³ y 90·10³ A m⁻¹), lo más preferido entre 70 y 90 emu g⁻¹ (entre 70·10³ y 90·10³ A m⁻¹). Las propiedades magnéticas del mineral magnético de hierro se pueden determinar empleando un magnetómetro con sensor SQUID (*superconducting quantum interference device*, dispositivo superconductor de interferencia cuántica). La imanación (M) del mineral magnético de hierro se mide en función del campo magnético externo aplicado (H)

35

en el rango de -10000 a 10000 Oe (lo que equivale a -797700 a 797700 A m⁻¹) a temperatura ambiente. El valor de saturación magnética del mineral es aquel valor de M alcanzado cuando cualquier incremento posterior en H no provoca un aumento en la magnetización del mineral. Preferiblemente, el mineral de hierro presenta un contenido en hierro de al menos el 50% en peso respecto al peso total del mineral, preferiblemente de al menos 55% en peso, más preferiblemente de al menos 60% en peso, aún más preferiblemente de al menos 65% en peso. El porcentaje de hierro se puede determinar empleando un espectrómetro de fluorescencia de rayos X por reflexión total (TXRF), utilizando el procedimiento descrito en los ejemplos.

Preferiblemente el mineral magnético de hierro comprende una especie de hierro seleccionada del grupo que consiste en Fe(II), Fe(III), Fe metálico y mezcla de los mismos. Ejemplos de minerales magnéticos de hierro son magnetita (formado por óxido ferroso-diférrico $\text{FeO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$, a veces se formula como Fe_3O_4), la maghemita ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$), la ilmenita (FeTiO_3) y la pirrotita ($\text{Fe}_{0,8-1}\text{S}$), entre otros. En una realización preferida, el mineral magnético de hierro es magnetita.

El uso de minerales magnéticos de hierro, en particular de la magnetita, es ventajoso desde el punto de vista económico y ambiental ya que son materiales abundantes, respetuosos con el medio ambiente y de fácil separación de las matrices acuosas.

El mineral magnético de hierro está en forma de partículas. El término “partícula” hace referencia a que el mineral magnético de hierro está en forma de polvo o gránulos con un diámetro promedio inferior a 5 mm, preferiblemente cuyo diámetro promedio está comprendido entre 0,1 μm y 5 mm, más preferiblemente entre 0,1 μm y 1 mm, aún más preferiblemente entre 0,1 μm y 500 μm , aún más preferiblemente entre 0,1 μm y 100 μm , lo más preferido entre 50 μm y 100 μm . Las partículas de mineral magnético de hierro pueden obtenerse mediante molturado del mineral y posterior tamizado en los rangos de tamaños anteriormente descritos. El tamaño de las partículas de mineral magnético de hierro hace referencia al diámetro promedio de dichas partículas. Para un conocimiento más preciso del tamaño de partícula se pueden emplear técnicas de microscopía óptica.

Los términos “agregados de los microplásticos con las partículas del mineral magnético de hierro”, “agregados microplástico/mineral magnético de hierro” o “agregados” hacen referencia a una agrupación de partículas formadas por los microplásticos y las partículas del mineral magnético de hierro debido a la interacción que se produce entre ambos.

La adición de las partículas de mineral magnético de hierro a la matriz acuosa se puede realizar de forma continua si se realiza el procedimiento en continuo o se puede realizar de forma discontinua si se realiza en procedimiento de forma discontinua (o por lotes).

5

En una realización particular, el procedimiento de la invención se realiza de forma discontinua, es decir, por lotes.

En otra realización particular, el procedimiento de la invención se realiza de forma continua.

10

En una realización preferida, la cantidad de partículas de mineral magnético de hierro (en peso) añadidos a la matriz acuosa en la etapa b) es de 0,1 a 20 la cantidad de microplásticos (en peso) presente en la matriz acuosa provista en la etapa a), más preferiblemente de 0,5 a 10, aún más preferiblemente de 1 a 10, lo más preferido de 2 a 7. Para determinar la cantidad de mineral magnético de hierro a añadir se puede tomar una alícuota de la matriz acuosa y determinar la cantidad de microplásticos contenida en ella. Esto implica la separación previa de los microplásticos de la matriz acuosa mediante filtración a vacío empleando un filtro de membrana microporosa con un tamaño de poro no superior a 0,1 μm , y su posterior secado bien sea a temperatura ambiente o en estufa a temperatura no superior a 100 °C. A continuación, el filtro conteniendo los microplásticos es pesado en balanza de precisión y su masa es determinada por diferencia de pesada con el mismo filtro antes de realizar el proceso de separación de los microplásticos.

15

20

En una realización preferida, la mezcla obtenida en la etapa b) se somete a agitación antes de realizar la etapa c). La agitación favorece la interacción de los microplásticos y las partículas de mineral magnético de hierro para formar los agregados. La agitación se puede realizar mediante cualquier método convencional conocido por el experto en la materia, como por ejemplo, agitación mecánica, magnética o electrostática, y más preferiblemente, mecánica.

30

El procedimiento de la presente invención es particularmente ventajoso respecto a otros procedimientos del estado de la técnica debido a la reducción significativa del tiempo necesario para lograr la separación. Tal como se muestra en los ejemplos, la separación es prácticamente inmediata, siendo necesario un tiempo de contacto entre el microplástico y las partículas de mineral magnético de hierro inferiores a 1 min. Por ello, en una realización particular, la mezcla obtenida en la etapa b) se mantiene en contacto, preferiblemente con

35

agitación, durante un tiempo desde 15 segundos a 2 min, más preferiblemente desde 15 segundos a 1 minuto, lo más preferido aproximadamente 30 segundos.

Una vez formados los agregados, éstos se separan de la matriz acuosa en la etapa c)
5 mediante la aplicación de un campo magnético.

Dicho campo magnético se puede generar con un imán o electroimán, preferiblemente mediante un imán.

10 El procedimiento de la presente invención presenta como ventaja adicional la simplicidad del equipamiento requerido y la viabilidad de su escalado para el tratamiento de grandes volúmenes de agua.

Una vez separados los agregados de la matriz acuosa, las partículas de mineral magnético
15 de hierro se pueden recuperar de dichos agregados y volver a utilizar en el procedimiento según la invención. Por ello, en una realización preferida, las partículas de mineral magnético de hierro que forman los agregados con los microplásticos separados en la etapa c) se recuperan para su reutilización. En una realización más preferida, las partículas magnéticas se recuperan mediante un tratamiento térmico de los agregados. Dicho tratamiento térmico se
20 puede llevar a cabo mediante cualquier procedimiento conocido por un experto en la materia, aunque de manera preferida, la recuperación se consigue mediante combustión en atmósfera de aire calentando los microplásticos contenidos en los agregados. Para ello, se calienta el agregado microplástico/mineral magnético de hierro hasta una temperatura comprendida entre 250 y 600 °C, preferiblemente hasta una temperatura comprendida entre 300 y 500 °C.
25 En particular, el calentamiento se realiza a una velocidad comprendida entre 0,5 y 20 °C min⁻¹, más preferiblemente a una velocidad de aproximadamente 5 °C min⁻¹. En una realización particular, se calienta hasta una temperatura comprendida entre 250 y 600 °C a una velocidad comprendida entre 0,5 y 20 °C min⁻¹, preferiblemente a aproximadamente 5 °C min⁻¹. En otra realización particular se calienta hasta una temperatura comprendida entre 300 y 500 °C a
30 una velocidad comprendida entre 0,5 y 20 °C min⁻¹, preferiblemente a aproximadamente 5 °C min⁻¹. Generalmente, la temperatura de inicio del calentamiento es temperatura ambiente (20-25 °C). Preferiblemente el calentamiento se efectúa mediante un ciclo térmico.

El término “aproximadamente” debe interpretarse como el valor al que hace referencia ±10%
35 de dicho valor, preferiblemente ±5% de dicho valor.

Por otra parte, los minerales magnéticos de hierro son susceptibles de utilizarse como catalizadores en procesos de oxidación avanzada para degradar una amplia variedad de compuestos orgánicos (Munoz, M. et al., Applied Catalysis B: Environmental, 203 (2017) 106-173; Munoz, M. et al., Catalysis Today, 313 (2018) 142-147). Por lo tanto, los minerales magnéticos de hierro pueden catalizar la degradación de los microplásticos contenidos en los agregados microplástico/mineral magnético de hierro en un proceso de oxidación avanzada. En concreto, el proceso de oxidación avanzada podría ser de tipo Fenton y sus derivados como sono-Fenton, foto-Fenton o electro-Fenton.

A continuación se describen ejemplos ilustrativos que revelan las características y ventajas de la invención, sin embargo, no deben interpretarse como limitativos del objeto de la invención tal como se define en las reivindicaciones.

Ejemplos

Materiales y métodos

Determinación del tamaño de partícula

En la presente invención, los microplásticos fueron añadidos a las matrices acuosas para posteriormente llevar a cabo su separación vía magnética mediante el procedimiento descrito en la memoria. El rango de tamaño de partícula de los microplásticos se determinó previamente mediante su tamizado empleando tamices de diferentes tamaños (5 mm, 1 mm, 500 μm , 250 μm , 100 μm , 50 μm y 20 μm).

La medida del tamaño de los microplásticos en matrices acuosas reales implica su separación previa de la matriz acuosa mediante filtración a vacío empleando un filtro de membrana microporosa con un tamaño de poro no superior a 0,1 μm , y su posterior secado bien sea a temperatura ambiente o en estufa a temperatura no superior a 100 °C. A continuación, el filtro conteniendo los microplásticos se analiza mediante microscopia óptica. En este caso, se empleó un microscopio óptico vertical Nikon Eclipse Ci-S/Ci-L equipado con una cámara digital DS-Fi2 y una unidad de control DS-U3, con software para la medida y procesamiento de imágenes (NIS-Elements L imaging). Se mide la longitud y el ancho de los microplásticos y se le asigna el tamaño de la mayor dimensión (longitud).

Determinación del porcentaje de hierro

El contenido en hierro del mineral magnético de hierro se determinó empleando un espectrómetro de fluorescencia de rayos X por reflexión total (TXRF), concretamente el modelo S2 Picofox (Bruker), con una fuente de molibdeno. El procedimiento de preparación de la muestra consistió en su digestión en vaso abierto utilizando una disolución de ácido clorhídrico, ácido nítrico y ácido fluorhídrico en una proporción en volumen de 6:2:0,5, a 105 °C durante 1,5 h. La concentración de mineral en el vaso fue de 1000 mg L⁻¹ y se empleó un volumen total de 10 mL. En caso de ser necesario, el mineral magnético de hierro fue previamente molturado hasta un tamaño inferior a 100 µm. Una vez digerida la muestra de mineral, se añadió en la disolución un patrón interno de galio para la posterior cuantificación. Una alícuota de 3 µL de la disolución resultante se introdujo en el espectrómetro para su análisis, que se llevó a cabo a 50 kV y 600 µA con un tiempo de adquisición de 500 s. La integración del pico correspondiente al hierro en el espectrograma obtenido permitió determinar el porcentaje de hierro en peso contenido en el mineral.

Difracción de rayos X

La difracción de rayos X de polvo (DRXP) se utilizó para llevar a cabo la identificación y caracterización de las fases cristalinas presentes en el mineral magnético de hierro. Las muestras fueron analizadas en un difractómetro X'Pert PRO theta/theta de Panalytical con tubo de Cu (radiación K α , 8,04 keV). El difractómetro dispone de un monocromador secundario de grafito y un detector de gas Xe. Se llevó a cabo un barrido theta/2theta con un intervalo en 2 θ de 10 a 80°, un incremento angular de 0,04° y un tiempo de acumulación de 4s. Previo a su análisis, las partículas de mineral magnético de hierro fueron molturadas, en caso de ser necesario, hasta un tamaño inferior a 100 µm. Para la identificación de las fases cristalinas presentes en los difractogramas recogidos, se hizo uso del software High Score Plus y la base de datos cristalográfica PDF-4 Full File de la ICDD (International Centre for Diffraction Data).

Determinación de la saturación magnética

Las propiedades magnéticas del mineral magnético de hierro se midieron empleando un magnetómetro Quantum Design MPMS XL-5 con sensor SQUID (*superconducting quantum interference devices*, dispositivos superconductores de interferencia cuántica). En caso de ser necesario, el mineral magnético de hierro fue previamente molturado hasta un tamaño inferior

a 100 μm . El momento magnético (M) del mineral magnético de hierro fue medido en función del campo de magnetización externo aplicado (H) en el rango de -10000 a 10000 Oe (lo que equivale a -797700 a 797700 A m^{-1} en el SI) a temperatura ambiente. El valor de saturación magnética es aquel valor de M alcanzado cuando cualquier incremento posterior en H no provoca un aumento en la magnetización del material.

Ejemplo 1. Separación de microplásticos de poliestireno (Tipo 6, PS) de un amplio rango de tamaños de partícula de diferentes matrices acuosas bajo diferentes condiciones de operación.

Se realizaron experimentos de separación de microplásticos de poliestireno de diferente tamaño de partícula empleando matrices acuosas en las que se varió la salinidad y la temperatura. El procedimiento de separación utilizado se llevó a cabo empleando un mineral magnético de hierro, magnetita molturada (en el rango de 50 a 100 μm). El porcentaje de hierro de la magnetita utilizada se encuentra en el rango de 68 – 78% en peso. El análisis de difracción de rayos X de la magnetita confirmó su carácter cristalino, mostrando como única fase la correspondiente a magnetita (Fe_3O_4). El análisis de magnetismo de este material dio un valor de saturación magnética de 70 a 90 emu g^{-1} (de $70 \cdot 10^3$ a $90 \cdot 10^3 \text{ A m}^{-1}$).

Los experimentos de separación se llevaron a cabo en viales de vidrio en los que se introdujeron la matriz acuosa, los microplásticos de poliestireno, y las partículas de mineral magnético de hierro. Tanto los microplásticos de poliestireno como las partículas de mineral magnético de hierro permanecieron en suspensión en las matrices acuosas. El tamaño de microplásticos de poliestireno utilizado se varió en el rango de 1 μm a 500 μm en los diferentes experimentos. La temperatura, el valor de pH y la salinidad se midieron empleando un termómetro, un pH-metro y un conductivímetro, respectivamente. El acondicionamiento de la matriz acuosa en lo que respecta a temperatura, valor de pH y salinidad se realizó como paso previo a los experimentos de separación. En los experimentos que así lo requirieran, la temperatura de la matriz acuosa se aumentó empleando un baño termostatzado. El valor de pH se ajustó a 7 empleando disoluciones acuosas de ácido nítrico (1 M) e hidróxido de sodio (1 M). La salinidad se varió empleando diferentes concentraciones de cloruro de sodio en el rango de 0,1 a 35 g L^{-1} . Todos los experimentos se realizaron por triplicado.

Se empleó un volumen de matriz acuosa de 10 mL y una cantidad de microplásticos de poliestireno de 10 mg. A dicha suspensión se adicionó 20 mg de partículas de magnetita. A continuación, se llevó a cabo una agitación mecánica de la suspensión empleando un agitador

de paletas durante 30 s. Finalmente, se llevó a cabo la separación de los agregados microplástico/mineral magnético de hierro mediante la aplicación de un campo magnético generado con un imán. La Tabla 1 recoge los rangos de tamaño de magnetita y de microplásticos estudiados, las cantidades de magnetita y microplásticos adicionadas, las condiciones de operación ensayadas y los resultados obtenidos en la separación.

Tabla 1

Microplásticos PS		Magnetita		Salinidad (g L ⁻¹ NaCl)	Temp. (°C)	Rendimiento de la separación (%)
Tamaño (µm)	Cantidad (mg)	Tamaño (µm)	Cantidad (mg)			
<100	10	50 – 100	20	0,1	25	≥99,0
100 – 250						≥99,9
250-500						≥99,9
<100				35		≥99,0
100 – 250						≥99,0
250-500						≥99,0
100 – 250						0,1

La Figura 1 muestra una fotografía de la suspensión de microplásticos de poliestireno en agua salina (1.A), una fotografía de la suspensión de microplásticos de poliestireno y las partículas de magnetita en agua salina (1.B), una fotografía de la suspensión de microplásticos de poliestireno y las partículas de magnetita en agua salina bajo la influencia de un imán (1.C) y una fotografía de la misma suspensión en agua salina una vez retirado el imán (1.D). Asimismo, la Figura 2 recoge los resultados obtenidos en lo que respecta a la cantidad de microplásticos de poliestireno adicionada a la matriz acuosa y la cantidad de los mismos separada gracias a la interacción con las partículas de magnetita.

Como se puede observar, la separación de los microplásticos de poliestireno fue altamente eficaz con independencia de su tamaño, alcanzándose valores de recuperación en masa superior al 99,0%. Cabe destacar que no se observaron diferencias en los valores de recuperación de los microplásticos cuando se varió la temperatura o la concentración de sal de la matriz acuosa.

Con independencia de la temperatura, el valor de pH o la concentración de sal en la matriz acuosa, la lixiviación de hierro durante el ensayo fue despreciable (<0,1 mg L⁻¹).

Ejemplo 2. Separación de microplásticos de polietileno de alta densidad (Tipo 2, HDPE) de un amplio rango de tamaños de partícula de diferentes matrices acuosas bajo diferentes condiciones de operación.

5

Se realizaron experimentos de separación de microplásticos de polietileno de alta densidad de diferente tamaño de partícula empleando matrices acuosas en las que se varió la salinidad. El procedimiento de separación utilizado se llevó a cabo empleando un mineral magnético de hierro, magnetita molidura (en el rango de 50 y 100 μm), tal como se detalla en la descripción de la invención. El porcentaje de hierro de la magnetita utilizada se encuentra en el rango de 68 – 78% en peso. El análisis de difracción de rayos X de la magnetita confirmó su carácter cristalino, mostrando como única fase la correspondiente a magnetita (Fe_3O_4). El análisis de magnetismo de este material dio un valor de saturación magnética de 70 a 90 emu g^{-1} (de 70 $\cdot 10^3$ a 90 $\cdot 10^3$ A m^{-1}).

15

Los experimentos de separación se llevaron a cabo en viales de vidrio en los que se introdujeron la matriz acuosa, los microplásticos de polietileno de alta densidad, y las partículas de mineral magnético de hierro. Tanto los microplásticos de polietileno de alta densidad como las partículas de mineral magnético de hierro permanecieron en suspensión en las matrices acuosas. El tamaño de microplásticos de polietileno de alta densidad utilizado se varió en el rango de 1 μm a 500 μm en los diferentes experimentos, tal como se indica en la Tabla 2. La temperatura, el valor de pH y la salinidad se midieron empleando un termómetro, un pH-metro y un conductímetro, respectivamente. El acondicionamiento de la matriz acuosa en lo que respecta a temperatura, valor de pH y salinidad se realizó como paso previo a los experimentos de separación. En los experimentos que así lo requirieran, la temperatura de la matriz acuosa se aumentó empleando un baño termostatzado. El valor de pH se ajustó a 7 empleando disoluciones acuosas de ácido nítrico (1 M) e hidróxido de sodio (1 M). La salinidad se varió empleando diferentes concentraciones de cloruro de sodio en el rango de 0,1 a 35 g L^{-1} . Todos los experimentos se realizaron por triplicado.

30

Se empleó un volumen de matriz acuosa de 10 mL y una cantidad de microplásticos de polietileno de alta densidad de 10 mg. A dicha suspensión se adicionó 70 mg de partículas de magnetita. A continuación, se llevó a cabo una agitación mecánica de la suspensión empleando un agitador de paletas durante 30 s. Finalmente, se llevó a cabo la separación de los agregados microplástico/mineral magnético de hierro mediante la aplicación de un campo magnético generado con un imán. La Tabla 2 recoge los rangos de tamaño de magnetita y de

35

microplásticos estudiados, las cantidades de magnetita y microplásticos adicionadas, las condiciones de operación ensayadas y los resultados obtenidos en la separación.

Tabla 2

Microplásticos HDPE		Magnetita		Salinidad (g L ⁻¹ NaCl)	Temp. (°C)	Rendimiento de la separación (%)	
Tamaño (μm)	Cantidad (mg)	Tamaño (μm)	Cantidad (mg)				
<100	10	50 – 100	70	0,1	25	≥95,0	
100 – 250						≥99,0	
250-500						≥99,9	
<100				35		≥95,0	
100 – 250						≥99,0	
250-500						≥99,0	

5

La Figura 3 muestra una fotografía de la suspensión de microplásticos de polietileno de alta densidad en agua salina (3.A), una fotografía de la suspensión de microplásticos de polietileno de alta densidad y las partículas de magnetita en agua salina (3.B), una fotografía de la suspensión de microplásticos de polietileno de alta densidad y las partículas de magnetita en agua salina bajo la influencia de un imán (3.C) y una fotografía de la misma suspensión en agua salina una vez retirado el imán (3.D). Asimismo, la Figura 4 recoge los resultados obtenidos en lo que respecta a la cantidad de microplásticos de polietileno de alta densidad adicionada a la matriz acuosa y la cantidad de los mismos separada gracias a la interacción con las partículas de magnetita.

15

Como se puede observar, la separación de los microplásticos de polietileno de alta densidad fue altamente eficaz con independencia de su tamaño, alcanzándose valores de recuperación en masa superiores al 95%. Cabe destacar que no se observaron diferencias en los valores de recuperación de los microplásticos cuando se varió la concentración de sal de la matriz acuosa.

20

Con independencia de la temperatura, el valor de pH o la concentración de sal en la matriz acuosa, la lixiviación de hierro durante el ensayo fue despreciable (<0,1 mg L⁻¹).

Ejemplo 3. Separación de microplásticos de polietileno tereftalato (Tipo 1, PET) de diferentes matrices acuosas.

Se realizaron experimentos de separación de microplásticos de polietileno tereftalato empleando matrices acuosas en las que se varió la salinidad. El procedimiento de separación utilizado se llevó a cabo empleando un mineral magnético de hierro, magnetita molturada (en el rango de 50 y 100 μm), tal como se detalla en la descripción de la invención. El porcentaje de hierro de la magnetita utilizada se encuentra en el rango de 68 – 78% en peso. El análisis de difracción de rayos X de la magnetita confirmó su carácter cristalino, mostrando como única fase la correspondiente a magnetita (Fe_3O_4). El análisis de magnetismo de este material dio un valor de saturación magnética de 70 a 90 emu g^{-1} (de $70 \cdot 10^3$ a $90 \cdot 10^3 \text{ A m}^{-1}$).

Los experimentos de separación se llevaron a cabo en viales de vidrio en los que se introdujeron la matriz acuosa, los microplásticos de polietileno tereftalato, y las partículas de mineral magnético de hierro. Tanto los microplásticos de polietileno tereftalato como las partículas de mineral magnético de hierro permanecieron en suspensión en las matrices acuosas. El tamaño de microplásticos de polietileno tereftalato utilizado estuvo en el rango de 100 a 250 μm en los diferentes experimentos. La temperatura, el valor de pH y la salinidad se midieron empleando un termómetro, un pH-metro y un conductivímetro, respectivamente. El acondicionamiento de la matriz acuosa en lo que respecta a temperatura, valor de pH y salinidad se realizó como paso previo a los experimentos de separación. En los experimentos que así lo requirieran, la temperatura de la matriz acuosa se aumentó empleando un baño termostatzado. El valor de pH se ajustó a 7 empleando disoluciones acuosas de ácido nítrico (1 M) e hidróxido de sodio (1 M). La salinidad se varió empleando diferentes concentraciones de cloruro de sodio en el rango de 0,1 a 35 g L^{-1} . Todos los experimentos se realizaron por triplicado.

Se empleó un volumen de matriz acuosa de 10 mL y una cantidad de microplásticos de polietileno tereftalato de 10 mg. A dicha suspensión se adicionó 20 mg de partículas de mineral magnético de hierro. A continuación, se llevó a cabo una agitación mecánica de la suspensión empleando un agitador de paletas durante 30 s. Finalmente, se llevó a cabo la separación de los agregados microplástico/mineral magnético de hierro mediante la aplicación de un campo magnético generado con un imán. La Tabla 3 recoge los rangos de tamaño de magnetita y de microplásticos estudiados, las cantidades de magnetita y microplásticos adicionadas, las condiciones de operación ensayadas y los resultados obtenidos en la separación.

Tabla 3

Microplásticos PET		Magnetita		Salinidad (g L ⁻¹ NaCl)	Temp. (°C)	Rendimiento de la separación (%)
Tamaño (µm)	Cantidad (mg)	Tamaño (µm)	Cantidad (mg)			
100 – 250	10	50 – 100	20	0,1	25	≥99,0
				35		≥99,0

La Figura 5 muestra una fotografía de la suspensión de microplásticos de polietileno tereftalato en agua salina (5.A), una fotografía de la suspensión de microplásticos de polietileno tereftalato y las partículas de magnetita en agua salina (5.B), una fotografía de la suspensión de microplásticos de polietileno tereftalato y las partículas de magnetita en agua salina bajo la influencia de un imán (5.C), y los resultados obtenidos en lo que respecta a la cantidad de microplásticos de polietileno tereftalato adicionada a la matriz acuosa y la cantidad de los mismos separada gracias a la interacción con las partículas de magnetita (5.D).

Como se puede observar, la separación de los microplásticos de polietileno tereftalato fue altamente eficaz, alcanzándose valores de recuperación en masa del 99,0%. Cabe destacar que no se observaron diferencias en los valores de recuperación de los microplásticos cuando se varió la concentración de sal de la matriz acuosa.

Con independencia de la temperatura, el valor de pH o la concentración de sal en la matriz acuosa, la lixiviación de hierro durante el ensayo fue despreciable (<0,1 mg L⁻¹).

Ejemplo 4. Separación de microplásticos de policloruro de vinilo (Tipo 3, PVC) de diferentes matrices acuosas.

Se realizaron experimentos de separación de microplásticos de policloruro de vinilo empleando matrices acuosas en las que se varió la salinidad. El procedimiento de separación utilizado se llevó a cabo empleando un mineral magnético de hierro, magnetita molturada (en el rango de 50 y 100 µm), tal como se detalla en la descripción de la invención. El porcentaje de hierro de la magnetita utilizada se encuentra en el rango de 68 – 78% en peso. El análisis de difracción de rayos X de la magnetita confirmó su carácter cristalino, mostrando como única fase la correspondiente a magnetita (Fe₃O₄). El análisis de magnetismo de este material dio un valor de saturación magnética de 70 a 90 emu g⁻¹ (de 70·10³ a 90·10³ A m⁻¹).

Los experimentos de separación se llevaron a cabo en viales de vidrio en los que se introdujeron la matriz acuosa, los microplásticos de policloruro de vinilo, y las partículas de mineral magnético de hierro. Tanto los microplásticos de policloruro de vinilo como las partículas de mineral magnético de hierro permanecieron en suspensión en las matrices acuosas. El tamaño de microplásticos de policloruro de vinilo utilizado se varió en el rango de 100 a 250 μm en los diferentes experimentos. La temperatura, el valor de pH y la salinidad se midieron empleando un termómetro, un pH-metro y un conductímetro, respectivamente. El acondicionamiento de la matriz acuosa en lo que respecta a temperatura, valor de pH y salinidad se realizó como paso previo a los experimentos de separación. En los experimentos que así lo requirieran, la temperatura de la matriz acuosa se aumentó empleando un baño termostatzado. El valor de pH se ajustó a 7 empleando disoluciones acuosas de ácido nítrico (1 M) e hidróxido de sodio (1 M). La salinidad se varió empleando diferentes concentraciones de cloruro de sodio en el rango de 0,1 a 35 g L^{-1} . Todos los experimentos se realizaron por triplicado.

Se empleó un volumen de matriz acuosa de 10 mL y una cantidad de microplásticos de policloruro de vinilo de 10 mg. A dicha suspensión se adicionó 20 mg de partículas de mineral magnético de hierro. A continuación, se llevó a cabo una agitación mecánica de la suspensión empleando un agitador de paletas durante 30 s. Finalmente, se llevó a cabo la separación de los agregados microplástico/mineral magnético de hierro mediante la aplicación de un campo magnético generado con un imán. La Tabla 4 recoge los rangos de tamaño de magnetita y de microplásticos estudiados, las cantidades de magnetita y microplásticos adicionadas, las condiciones de operación ensayadas y los resultados obtenidos en la separación.

Tabla 4

Microplásticos PVC		Magnetita		Salinidad (g L^{-1} NaCl)	Temp. ($^{\circ}\text{C}$)	Rendimiento de la separación (%)
Tamaño (μm)	Cantidad (mg)	Tamaño (μm)	Cantidad (mg)			
100 – 250	10	50 – 100	20	0,1	25	$\geq 99,0$
				35		$\geq 99,0$

La Figura 6 muestra una fotografía de la suspensión de microplásticos de policloruro de vinilo en agua salina (6.A), una fotografía de la suspensión de microplásticos de policloruro de vinilo y la magnetita en agua salina (6.B), una fotografía de la suspensión de microplásticos de policloruro de vinilo y la magnetita en agua salina bajo la influencia de un imán (6.C), y los resultados obtenidos en lo que respecta a la cantidad de microplásticos de policloruro de vinilo

adicionada a la matriz acuosa y la cantidad de los mismos separada gracias a la interacción con las partículas de magnetita (6.D).

Como se puede observar, la separación de los microplásticos de policloruro de vinilo fue altamente eficaz, alcanzándose valores de recuperación en masa del 99,0%. Cabe destacar que no se observaron diferencias en los valores de recuperación de los microplásticos cuando se varió la concentración de sal de la matriz acuosa.

Con independencia de la temperatura, el valor de pH o la concentración de sal en la matriz acuosa, la lixiviación de hierro durante el ensayo fue despreciable ($<0,1 \text{ mg L}^{-1}$).

Ejemplo 5. Separación de microplásticos de polietileno de baja densidad (Tipo 4, LDPE) de diferentes matrices acuosas.

Se realizaron experimentos de separación de microplásticos de polietileno de baja densidad empleando matrices acuosas en las que se varió la salinidad. El procedimiento de separación utilizado se llevó a cabo empleando un mineral magnético de hierro, magnetita molturada (en el rango de 50 y 100 μm), tal como se detalla en la descripción de la invención. El porcentaje de hierro de la magnetita utilizada se encuentra en el rango de 68 – 78% en peso. El análisis de difracción de rayos X de la magnetita confirmó su carácter cristalino, mostrando como única fase la correspondiente a magnetita (Fe_3O_4). El análisis de magnetismo de este material dio un valor de saturación magnética de 70 a 90 emu g^{-1} (de $70 \cdot 10^3$ a $90 \cdot 10^3 \text{ A m}^{-1}$).

Los experimentos de separación se llevaron a cabo en viales de vidrio en los que se introdujeron la matriz acuosa, los microplásticos de polietileno de baja densidad, y las partículas de mineral magnético de hierro. Tanto los microplásticos de polietileno de baja densidad como las partículas de mineral magnético de hierro permanecieron en suspensión en las matrices acuosas. El tamaño de microplásticos de polietileno de baja densidad utilizado se varió en el rango de 100 a 250 μm en los diferentes experimentos. La temperatura, el valor de pH y la salinidad se midieron empleando un termómetro, un pH-metro y un conductivímetro, respectivamente. El acondicionamiento de la matriz acuosa en lo que respecta a temperatura, valor de pH y salinidad se realizó como paso previo a los experimentos de separación. En los experimentos que así lo requirieran, la temperatura de la matriz acuosa fue de 25 °C. El valor de pH se ajustó a 7 empleando disoluciones acuosas de ácido nítrico (1 M) e hidróxido de sodio (1 M). La salinidad se varió empleando diferentes concentraciones de cloruro de sodio en el rango de 0,1 a 35 g L^{-1} . Todos los experimentos se realizaron por triplicado.

Se empleó un volumen de matriz acuosa de 10 mL y una cantidad de microplásticos de polietileno de baja densidad de 10 mg. A dicha suspensión se adicionó 20 mg de partículas de mineral magnético de hierro. A continuación, se llevó a cabo una agitación mecánica de la suspensión empleando un agitador de paletas durante 30 s. Finalmente, se llevó a cabo la separación de los agregados microplástico/mineral magnético de hierro mediante la aplicación de un campo magnético generado con un imán. La Tabla 5 recoge los rangos de tamaño de magnetita y de microplásticos estudiados, las cantidades de magnetita y microplásticos adicionadas, las condiciones de operación ensayadas y los resultados obtenidos en la separación.

Tabla 5

Microplásticos LDPE		Magnetita		Salinidad (g L ⁻¹ NaCl)	Temp. (°C)	Rendimiento de la separación (%)
Tamaño (µm)	Cantidad (mg)	Tamaño (µm)	Cantidad (mg)			
100 – 250	10	50 – 100	20	0,1	25	≥99,0
				35		≥99,0

La Figura 7 muestra una fotografía de la suspensión de microplásticos de polietileno de baja densidad en agua salina (7.A), una fotografía de la suspensión de microplásticos de polietileno de baja densidad y las partículas de magnetita en agua salina (7.B), una fotografía de la suspensión de microplásticos de polietileno de baja densidad y las partículas de magnetita en agua salina bajo la influencia de un imán (7.C), y los resultados obtenidos en lo que respecta a la cantidad de microplásticos de polietileno de baja densidad adicionada a la matriz acuosa y la cantidad de los mismos separada gracias a la interacción con las partículas de magnetita (7.D).

Como se puede observar, la separación de los microplásticos de polietileno de baja densidad fue altamente eficaz, alcanzándose valores de recuperación en masa del 99,0%. Cabe destacar que no se observaron diferencias en los valores de recuperación de los microplásticos cuando se varió la concentración de sal de la matriz acuosa.

Con independencia de la temperatura, el valor de pH o la concentración de sal en la matriz acuosa, la lixiviación de hierro durante el ensayo fue despreciable (<0,1 mg L⁻¹).

Ejemplo 6. Separación de microplásticos de polipropileno (Tipo 5, PP) de diferentes matrices acuosas.

Se realizaron experimentos de separación de microplásticos de polipropileno empleando matrices acuosas en las que se varió la salinidad. El procedimiento de separación utilizado se llevó a cabo empleando un mineral magnético de hierro, magnetita molturada (en el rango de 50 y 100 μm), tal como se detalla en la descripción de la invención. El porcentaje de hierro de la magnetita utilizada se encuentra en el rango de 68 – 78% en peso. El análisis de difracción de rayos X de la magnetita confirmó su carácter cristalino, mostrando como única fase la correspondiente a magnetita (Fe_3O_4). El análisis de magnetismo de este material dio un valor de saturación magnética de 70 a 90 emu g^{-1} (de $70 \cdot 10^3$ a $90 \cdot 10^3 \text{ A m}^{-1}$).

Los experimentos de separación se llevaron a cabo en viales de vidrio en los que se introdujeron la matriz acuosa, los microplásticos de polipropileno, y las partículas de mineral magnético de hierro. Tanto los microplásticos de polipropileno como las partículas de mineral magnético de hierro permanecieron en suspensión en las matrices acuosas. El tamaño de microplásticos de polipropileno utilizado se varió en el rango de 100 a 250 μm en los diferentes experimentos. La temperatura, el valor de pH y la salinidad se midieron empleando un termómetro, un pH-metro y un conductivímetro, respectivamente. El acondicionamiento de la matriz acuosa en lo que respecta a temperatura, valor de pH y salinidad se realizó como paso previo a los experimentos de separación. En los experimentos que así lo requirieran, la temperatura de la matriz acuosa se aumentó empleando un baño termostatzado. El valor de pH se ajustó a 7 empleando disoluciones acuosas de ácido nítrico (1 M) e hidróxido de sodio (1 M). La salinidad se varió empleando diferentes concentraciones de cloruro de sodio en el rango de 0,1 a 35 g L^{-1} . Todos los experimentos se realizaron por triplicado.

Se empleó un volumen de matriz acuosa de 10 mL y una cantidad de microplásticos de polipropileno de 10 mg. A dicha suspensión se adicionó 30 mg de partículas de mineral magnético de hierro. A continuación, se llevó a cabo una agitación mecánica de la suspensión empleando un agitador de paletas durante 30 s. Finalmente, se llevó a cabo la separación de agregados microplástico/mineral magnético de hierro mediante la aplicación de un campo magnético generado con un imán. La Tabla 6 recoge los rangos de tamaño de magnetita y de microplásticos estudiados, las cantidades de magnetita y microplásticos adicionadas, las condiciones de operación ensayadas y los resultados obtenidos en la separación.

Tabla 6

Microplásticos PP		Magnetita		Salinidad (g L ⁻¹ NaCl)	Temp. (°C)	Rendimiento de la separación (%)
Tamaño (µm)	Cantidad (mg)	Tamaño (µm)	Cantidad (mg)			
100 – 250	10	50 – 100	30	0,1	25	≥99,9
				35		≥99,9

La Figura 8 muestra una fotografía de la suspensión de microplásticos de polipropileno en agua salina (8.A), una fotografía de la suspensión de microplásticos de polipropileno y las partículas de magnetita en agua salina (8.B), una fotografía de la suspensión de microplásticos de polipropileno y las partículas de magnetita en agua salina bajo la influencia de un imán (8.C), y los resultados obtenidos en lo que respecta a la cantidad de microplásticos de polipropileno adicionada a la matriz acuosa y la cantidad de los mismos separada gracias a la interacción con las partículas de magnetita (8.D).

- 10 Como se puede observar, la separación de los microplásticos de polipropileno fue altamente eficaz, alcanzándose valores de recuperación en masa superior al 99,9%. Cabe destacar que no se observaron diferencias en los valores de recuperación de los microplásticos cuando se varió la concentración de sal de la matriz acuosa.
- 15 Con independencia de la temperatura, el valor de pH o la concentración de sal en la matriz acuosa, la lixiviación de hierro durante el ensayo fue despreciable (<0,1 mg L⁻¹).

Ejemplo 7. Separación de una mezcla de microplásticos conteniendo poliestireno (Tipo 6), polietileno de alta densidad (Tipo 2), polietileno tereftalato (Tipo 1), policloruro de vinilo (Tipo 3), polietileno de baja densidad (Tipo 4) y polipropileno (Tipo 5) de diferentes matrices acuosas.

Se realizaron experimentos de separación de una mezcla de microplásticos conteniendo poliestireno, polietileno de alta densidad, polietileno tereftalato, policloruro de vinilo, polietileno de baja densidad y polipropileno, empleando matrices acuosas en las que se varió la salinidad. El procedimiento de separación utilizado se llevó a cabo empleando un mineral magnético de hierro, magnetita molturada (en el rango de 50 y 100 µm), tal como se detalla en la descripción de la invención. El porcentaje de hierro de la magnetita utilizada se encuentra en el rango de 68 – 78% en peso. El análisis de difracción de rayos X de la magnetita confirmó su carácter cristalino, mostrando como única fase la correspondiente a magnetita (Fe₃O₄). El análisis de

magnetismo de este material dio un valor de saturación magnética de 70 a 90 emu g⁻¹ (de 70·10³ a 90·10³ A m⁻¹).

Los experimentos de separación se llevaron a cabo en viales de vidrio en los que se introdujeron la matriz acuosa, la mezcla de los microplásticos anteriormente mencionados, y las partículas de mineral magnético de hierro. Tanto los microplásticos como las partículas de mineral magnético de hierro permanecieron en suspensión en las matrices acuosas. El tamaño de microplásticos utilizado se varió en el rango de 100 a 250 µm en los diferentes experimentos. La temperatura, el valor de pH y la salinidad se midieron empleando un termómetro, un pH-metro y un conductivímetro, respectivamente. El acondicionamiento de la matriz acuosa en lo que respecta a temperatura, valor de pH y salinidad se realizó como paso previo a los experimentos de separación. En los experimentos que así lo requirieran, la temperatura de la matriz acuosa se aumentó empleando un baño termostatzado. El valor de pH se ajustó a 7 empleando disoluciones acuosas de ácido nítrico (1 M) e hidróxido de sodio (1 M). La salinidad se varió empleando diferentes concentraciones de cloruro de sodio en el rango de 0,1 a 35 g L⁻¹. Todos los experimentos se realizaron por triplicado.

Se empleó un volumen de matriz acuosa de 10 mL y una cantidad total de microplásticos de 10 mg, utilizándose la misma cantidad en masa de cada uno de los seis microplásticos anteriormente mencionados. A dicha suspensión se adicionó 30 mg de partículas de mineral magnético de hierro. A continuación, se llevó a cabo una agitación mecánica de la suspensión empleando un agitador de paletas durante 30 s. Finalmente, se llevó a cabo la separación de los agregados microplástico/mineral magnético de hierro mediante la aplicación de un campo magnético generado con un imán. La Tabla 7 recoge los rangos de tamaño de magnetita y de microplásticos estudiados, las cantidades de magnetita y microplásticos adicionadas, las condiciones de operación ensayadas y los resultados obtenidos en la separación.

Tabla 7

Microplásticos mezcla		Magnetita		Salinidad (g L ⁻¹ NaCl)	Temp. (°C)	Rendimiento de la separación (%)
Tamaño (µm)	Cantidad (mg)	Tamaño (µm)	Cantidad (mg)			
100 – 250	10	50 – 100	30	0,1	25	≥99,0
	(1,7 mg de cada MP)			35		≥99,0

La Figura 9 muestra una fotografía de la suspensión de la mezcla de microplásticos de polietileno tereftalato, polietileno de alta densidad, policloruro de vinilo, polietileno de baja densidad, polipropileno y poliestireno en agua salina (9.A), una fotografía de la suspensión de la misma mezcla de microplásticos y las partículas de magnetita en agua salina (9.B), una
 5 fotografía de la suspensión de la misma mezcla de microplásticos en agua salina y las partículas de magnetita en agua salina bajo la influencia de un imán (9.C), y los resultados obtenidos en lo que respecta a la cantidad de microplásticos adicionados a la matriz acuosa y la cantidad de los mismos separada gracias a la interacción con las partículas de magnetita (9.D).

10 Como se puede observar, la separación de la mezcla de microplásticos fue altamente eficaz, alcanzándose valores de recuperación en masa del 99,0%. Cabe destacar que no se observaron diferencias en los valores de recuperación de los microplásticos cuando se varió la concentración de sal de la matriz acuosa.

15 Con independencia de la temperatura, el valor de pH o la concentración de sal en la matriz acuosa, la lixiviación de hierro durante el ensayo fue despreciable ($<0,1 \text{ mg L}^{-1}$).

Ejemplo 8. Separación de microplásticos de diferente naturaleza a los anteriores (Tipo 7, policarbonato (PC) y poliuretano (PU)).

Se realizaron experimentos de separación de microplásticos de diferente naturaleza a las anteriores mostradas en los ejemplos de 1 a 7, concretamente microplásticos de policarbonato y de poliuretano empleando matrices acuosas en las que se varió la salinidad. El
 25 procedimiento de separación utilizado se llevó a cabo empleando un mineral magnético de hierro, magnetita molturada (en el rango de 50 y 100 μm), tal como se detalla en la descripción de la invención. El porcentaje de hierro de la magnetita utilizada se encuentra en el rango de 68 – 78% en peso. El análisis de difracción de rayos X de la magnetita confirmó su carácter cristalino, mostrando como única fase la correspondiente a magnetita (Fe_3O_4). El análisis de
 30 magnetismo de este material dio un valor de saturación magnética de 70 a 90 emu g^{-1} (de $70 \cdot 10^3$ a $90 \cdot 10^3 \text{ A m}^{-1}$).

Los experimentos de separación se llevaron a cabo en viales de vidrio en los que se introdujeron la matriz acuosa, los microplásticos de policarbonato o de poliuretano, y las
 35 partículas de mineral magnético de hierro. Tanto los microplásticos como las partículas de mineral magnético de hierro permanecieron en suspensión en las matrices acuosas. El

tamaño de microplásticos utilizado se varió en el rango de 100 a 250 μm en los diferentes experimentos. La temperatura, el valor de pH y la salinidad se midieron empleando un termómetro, un pH-metro y un conductivímetro, respectivamente. El acondicionamiento de la matriz acuosa en lo que respecta a temperatura, valor de pH y salinidad se realizó como paso previo a los experimentos de separación. En los experimentos que así lo requirieran, la temperatura de la matriz acuosa se aumentó empleando un baño termostatzado. El valor de pH se ajustó a 7 empleando disoluciones acuosas de ácido nítrico (1 M) e hidróxido de sodio (1 M). La salinidad se varió empleando diferentes concentraciones de cloruro de sodio en el rango de 0,1 a 35 g L^{-1} . Todos los experimentos se realizaron por triplicado.

Se empleó un volumen de matriz acuosa de 10 mL y una cantidad de microplásticos de policarbonato o de poliuretano de 10 mg. A dicha suspensión se adicionó 20 mg de partículas de mineral magnético de hierro. A continuación, se llevó a cabo una agitación mecánica de la suspensión empleando un agitador de paletas durante 30 s. Finalmente, se llevó a cabo la separación de los agregados microplástico/mineral magnético de hierro mediante la aplicación de un campo magnético generado con un imán.

La Tabla 8 recoge los rangos de tamaño de magnetita y de microplásticos de policarbonato, las cantidades de magnetita y microplásticos de policarbonato adicionadas, las condiciones de operación ensayadas y los resultados obtenidos en la separación.

Tabla 8

Microplásticos PC		Magnetita		Salinidad (g L^{-1} NaCl)	Temp. ($^{\circ}\text{C}$)	Rendimiento de la separación (%)
Tamaño (μm)	Cantidad (mg)	Tamaño (μm)	Cantidad (mg)			
100 – 250	10	50 – 100	20	0,1	25	$\geq 99,0$
				35		$\geq 99,0$

La Figura 10 muestra una fotografía de la suspensión de microplásticos de policarbonato en agua salina (10.A), una fotografía de la suspensión de microplásticos de policarbonato y las partículas de magnetita en agua salina (10.B), una fotografía de la suspensión de microplásticos de policarbonato y las partículas de magnetita en agua salina bajo la influencia de un imán (10.C), y los resultados obtenidos en lo que respecta a la cantidad de microplásticos de policarbonato adicionada a la matriz acuosa y la cantidad de los mismos separada gracias a la interacción con las partículas de magnetita (10.D).

La Tabla 9 recoge los rangos de tamaño de magnetita y de microplásticos de poliuretano, las cantidades de magnetita y microplásticos de poliuretano adicionadas, las condiciones de operación ensayadas y los resultados obtenidos en la separación.

5 Tabla 9

Microplásticos PU		Magnetita		Salinidad (g L ⁻¹ NaCl)	Temp. (°C)	Rendimiento de la separación (%)
Tamaño (µm)	Cantidad (mg)	Tamaño (µm)	Cantidad (mg)			
100 – 250	10	50 – 100	20	0,1	25	≥99,0
				35		≥99,0

La Figura 11 muestra una fotografía de la suspensión de microplásticos de poliuretano en agua salina (11.A), una fotografía de la suspensión de microplásticos de poliuretano y la magnetita en agua salina (11.B), una fotografía de la suspensión de microplásticos de poliuretano y las partículas de magnetita salina bajo la influencia de un imán (11.C), y los resultados obtenidos en lo que respecta a la cantidad de microplásticos de poliuretano adicionada a la matriz acuosa y la cantidad de los mismos separada gracias a la interacción con las partículas de magnetita (11.D).

15 Como se puede observar, la separación de los microplásticos, tanto de policarbonato como de poliuretano, fue altamente eficaz, alcanzándose valores de recuperación en masa superiores al 99,0%. Cabe destacar que no se observaron diferencias en los valores de recuperación de los microplásticos cuando se varió la concentración de sal de la matriz acuosa.

20

Con independencia de la temperatura, el valor de pH o la concentración de sal en la matriz acuosa, la lixiviación de hierro durante el ensayo fue despreciable (<0,1 mg L⁻¹).

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la separación de microplásticos de una matriz acuosa que comprende microplásticos, comprendiendo el procedimiento:
 - 5 a) proveer una matriz acuosa que comprende microplásticos, donde la matriz acuosa contiene al menos el 80% en peso de agua,
 - b) añadir partículas de mineral magnético de hierro a la matriz acuosa provista en la etapa a) para formar agregados de los microplásticos con las partículas del mineral magnético de hierro, y
 - 10 c) separar los agregados de los microplásticos con las partículas del mineral magnético de hierro de la mezcla obtenida en la etapa b) mediante aplicación de un campo magnético,
2. Procedimiento según la reivindicación 1, en donde el mineral magnético de hierro
15 comprende una especie de hierro seleccionada del grupo que consiste en Fe(II), Fe(III), Fe metálico y mezcla de los mismos.
3. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 ó 2, en donde el mineral magnético de hierro es magnetita.
20
4. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde el diámetro promedio de las partículas de mineral magnético de hierro está comprendido entre 0,1 y 500 μm .
- 25 5. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde el peso de partículas de mineral magnético de hierro que se añade a la matriz acuosa en la etapa b) es de 0,1 a 20 el peso de microplásticos presente en la matriz acuosa provista en la etapa a).
6. Procedimiento según la reivindicación 5, en donde el peso de partículas de mineral
30 magnético de hierro que se añade a la matriz acuosa en la etapa b) es de 0,5 a 10 el peso de microplásticos presente en la matriz acuosa provista en la etapa a).
7. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en donde el diámetro promedio de los microplásticos se encuentra en el rango de 0,1 μm a 5 mm.

35

8. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en donde los microplásticos se seleccionan del grupo que consiste en polietileno tereftalato, polietileno de alta densidad, policloruro de vinilo, polietileno de baja densidad, polipropileno, poliestireno, policarbonato, poliuretano y mezclas de los mismos.

5

9. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en donde la adición de las partículas de mineral magnético de hierro a la matriz acuosa que comprende microplásticos de la etapa b) se realiza de manera discontinua o de manera continua.

10 10. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en donde la mezcla obtenida en la etapa b) se somete a agitación antes de realizar la etapa c).

11. Procedimiento según la reivindicación 10, en donde la agitación es de tipo mecánico, magnético o electrostático.

15

12. Procedimiento según la reivindicación 11, en donde la agitación es de tipo mecánico.

13. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, en donde se acondiciona el pH y/o la temperatura de la matriz acuosa que comprende microplásticos de la etapa a) antes de realizar la etapa b) de modo que:

20

- el pH se encuentre en el rango de 1 a 13, y/o
- la temperatura se encuentre en el rango de 5 a 95 °C.

14. Procedimiento según la reivindicación 13, en donde se acondiciona el pH y/o la temperatura de la matriz acuosa que comprende microplásticos de la etapa a) antes de realizar la etapa b) de modo que:

25

- el pH se encuentre en el rango de 3 a 10, y/o
- la temperatura se encuentre en el rango de 15 a 35 °C.

15. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14, en donde la separación de los agregados de los microplásticos con las partículas del mineral magnético de hierro de la matriz acuosa de la etapa c) se realiza utilizando imanes o electroimanes.

30

16. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 15, en donde las partículas de mineral magnético de hierro de los agregados de los microplásticos con las partículas del mineral magnético de hierro separados en la etapa c) se recuperan para su reutilización.

35

17. Procedimiento según la reivindicación 16, en donde la recuperación se realiza mediante un tratamiento térmico.

- 5 18. Procedimiento según la reivindicación 17, en donde el tratamiento térmico comprende calentar los agregados de los microplásticos con las partículas del mineral magnético de hierro separados en la etapa c) en atmósfera de aire hasta una temperatura comprendida entre 250 °C y 600 °C a una velocidad comprendida entre 0,5 y 20 °C min⁻¹.

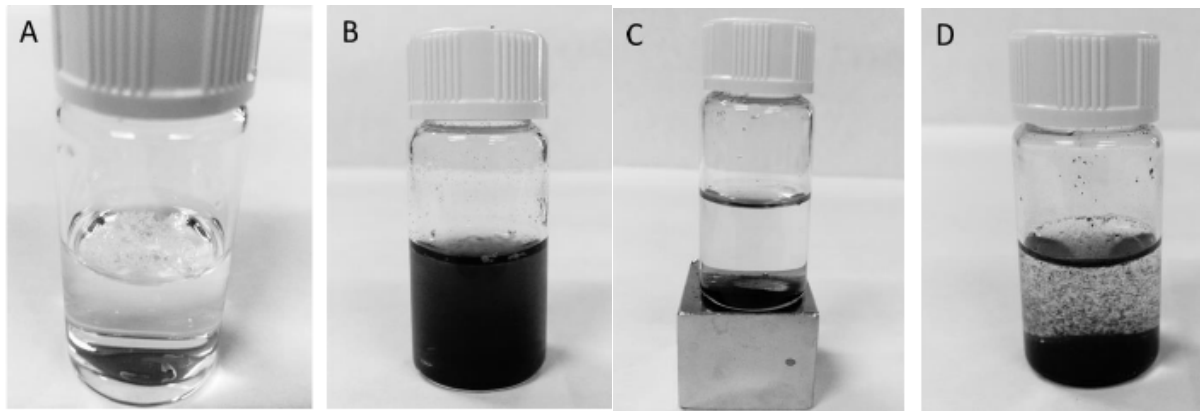


FIG. 1

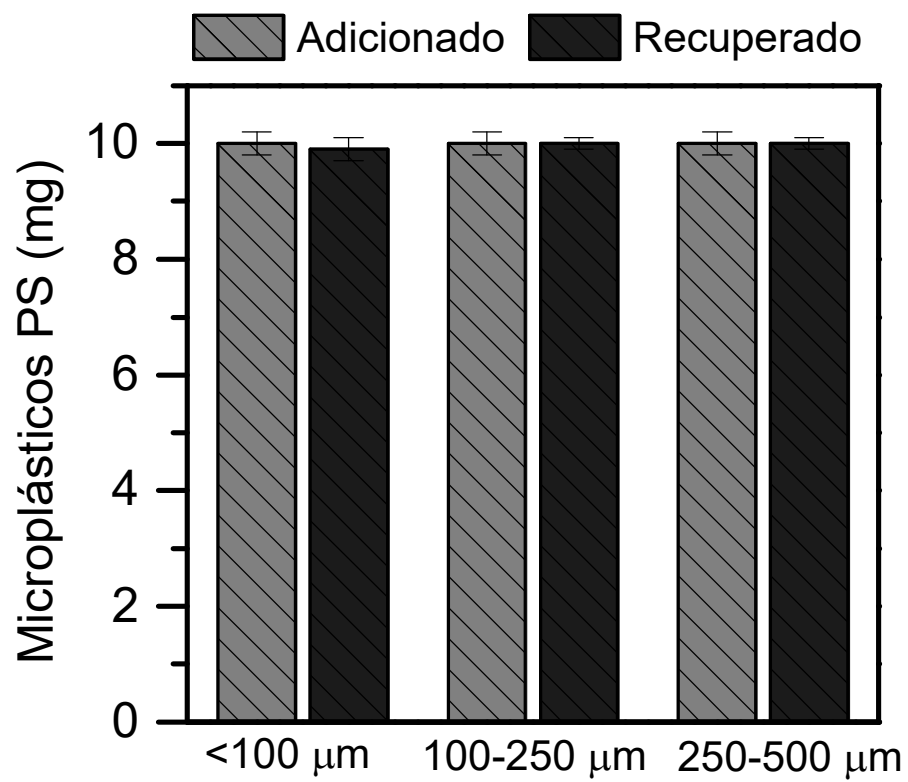


FIG. 2

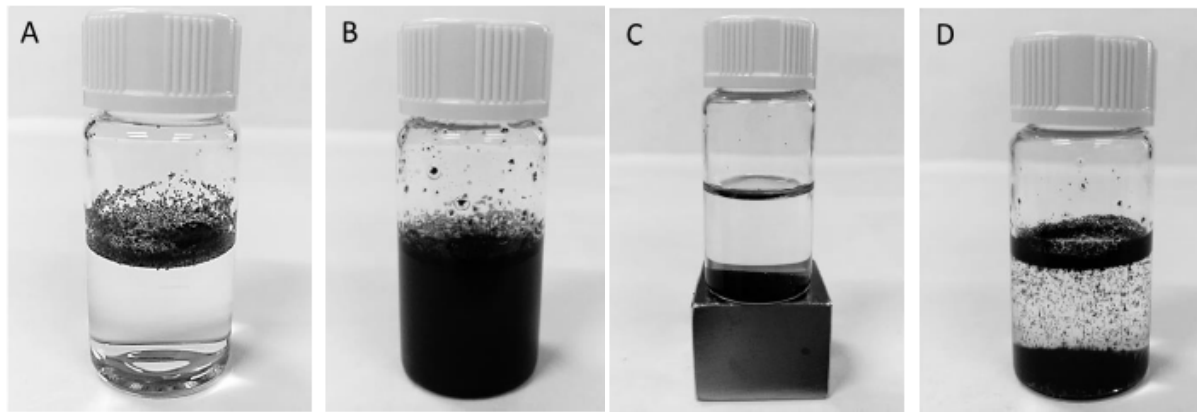


FIG. 3

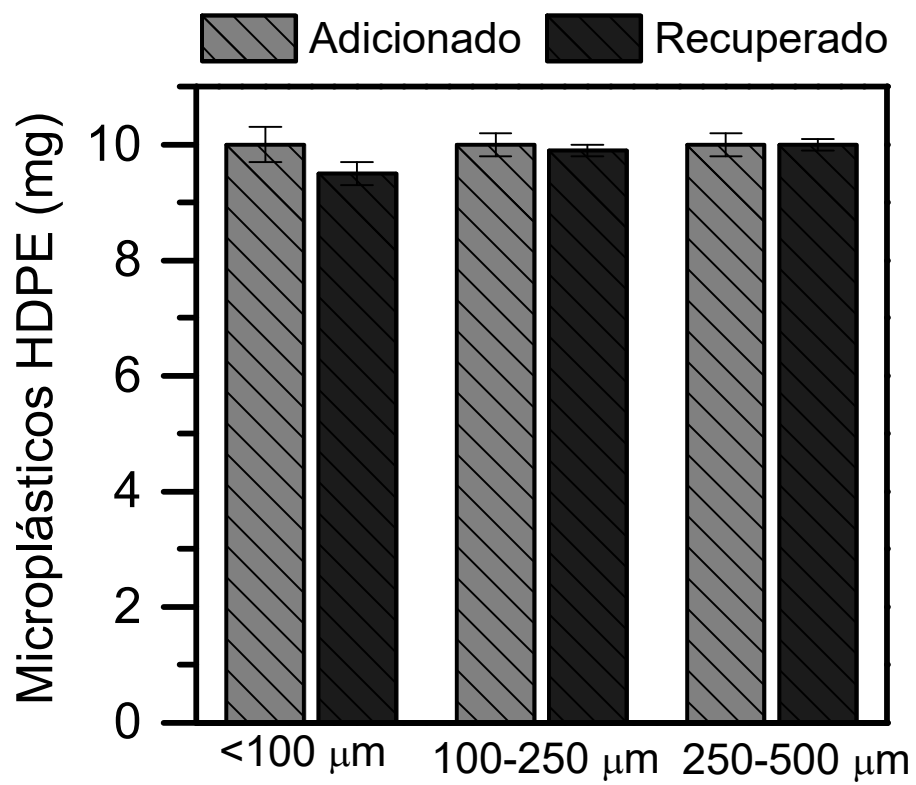


FIG. 4

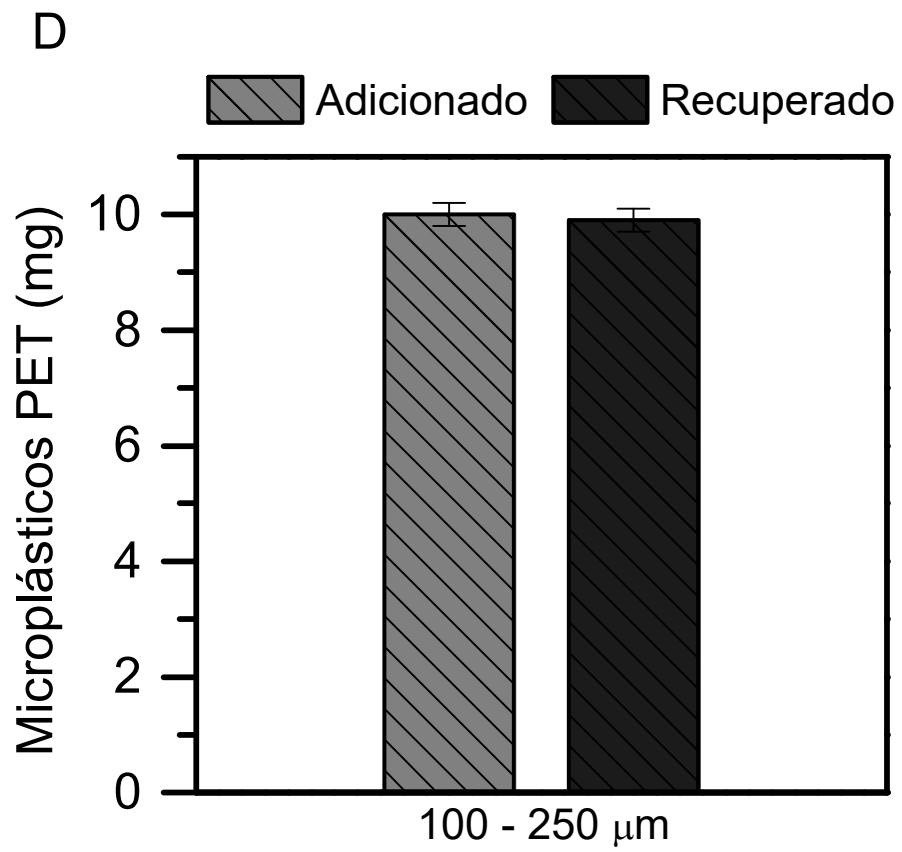
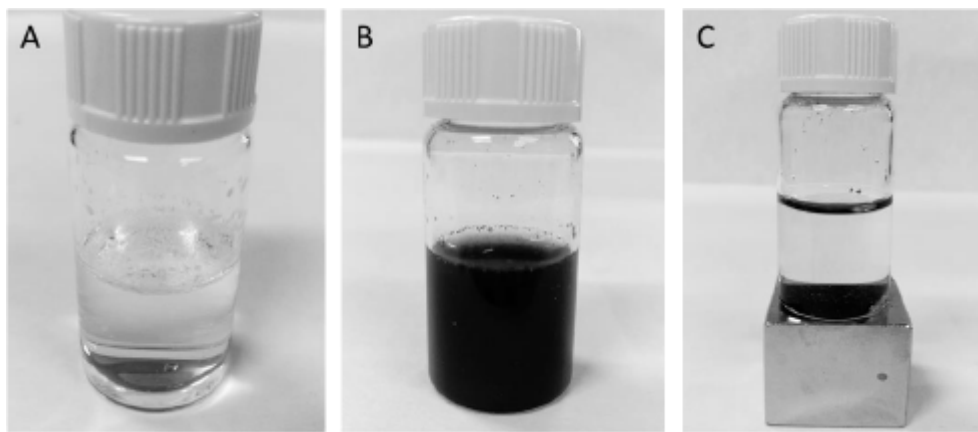
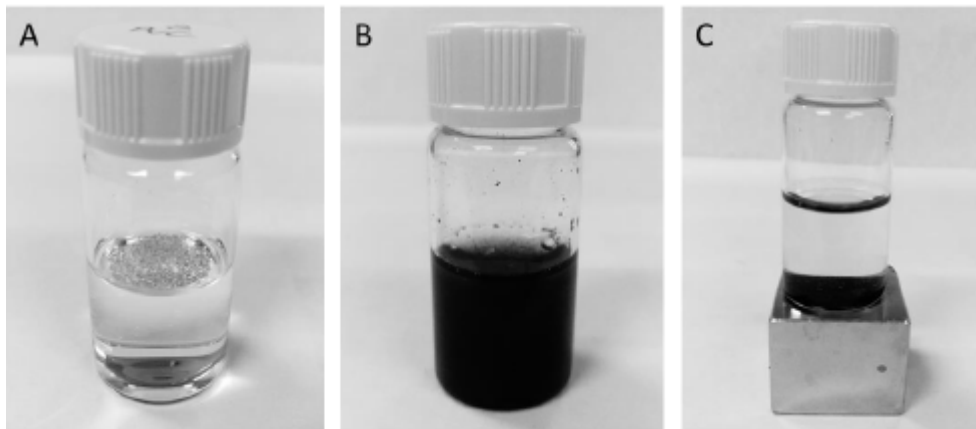


FIG. 5



D

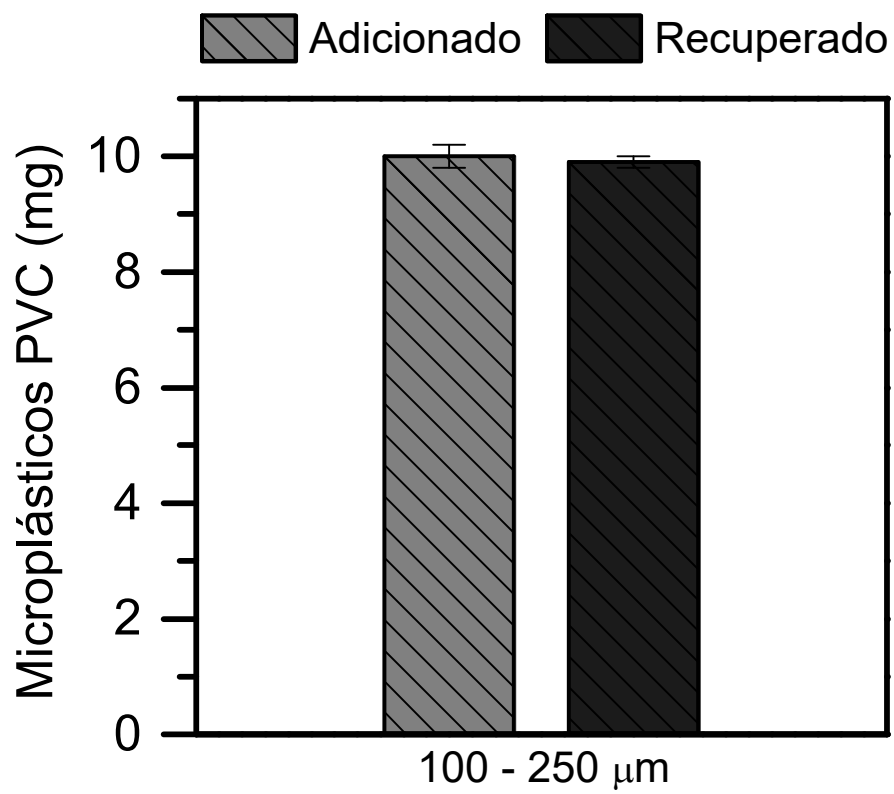
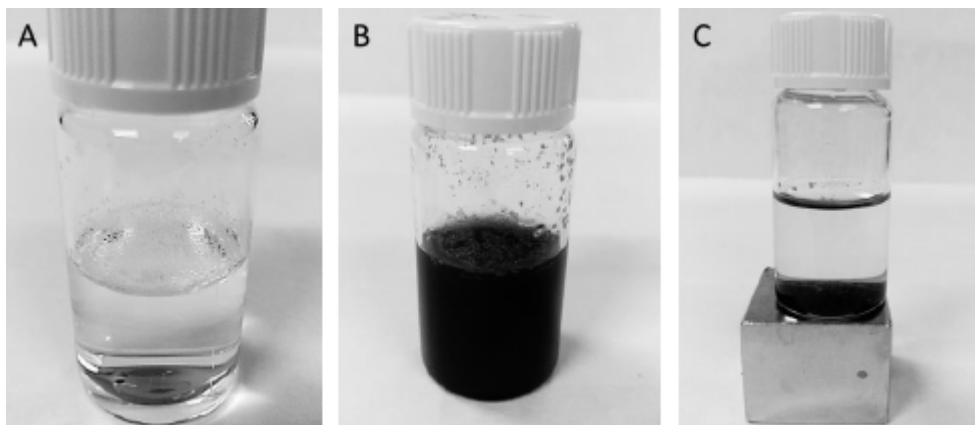


FIG. 6



D

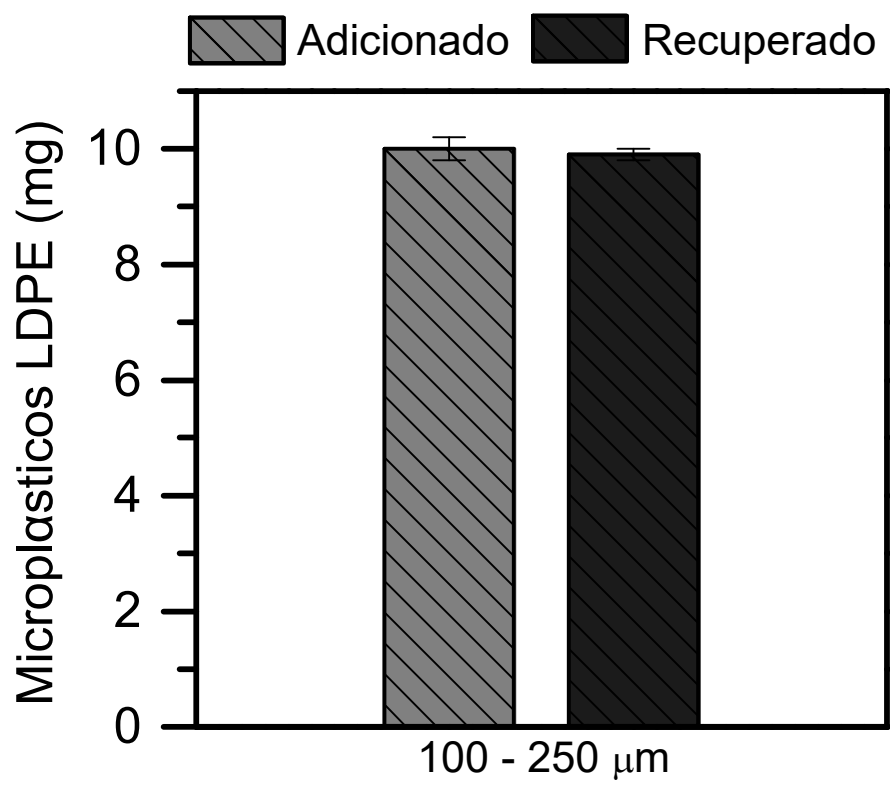


FIG. 7

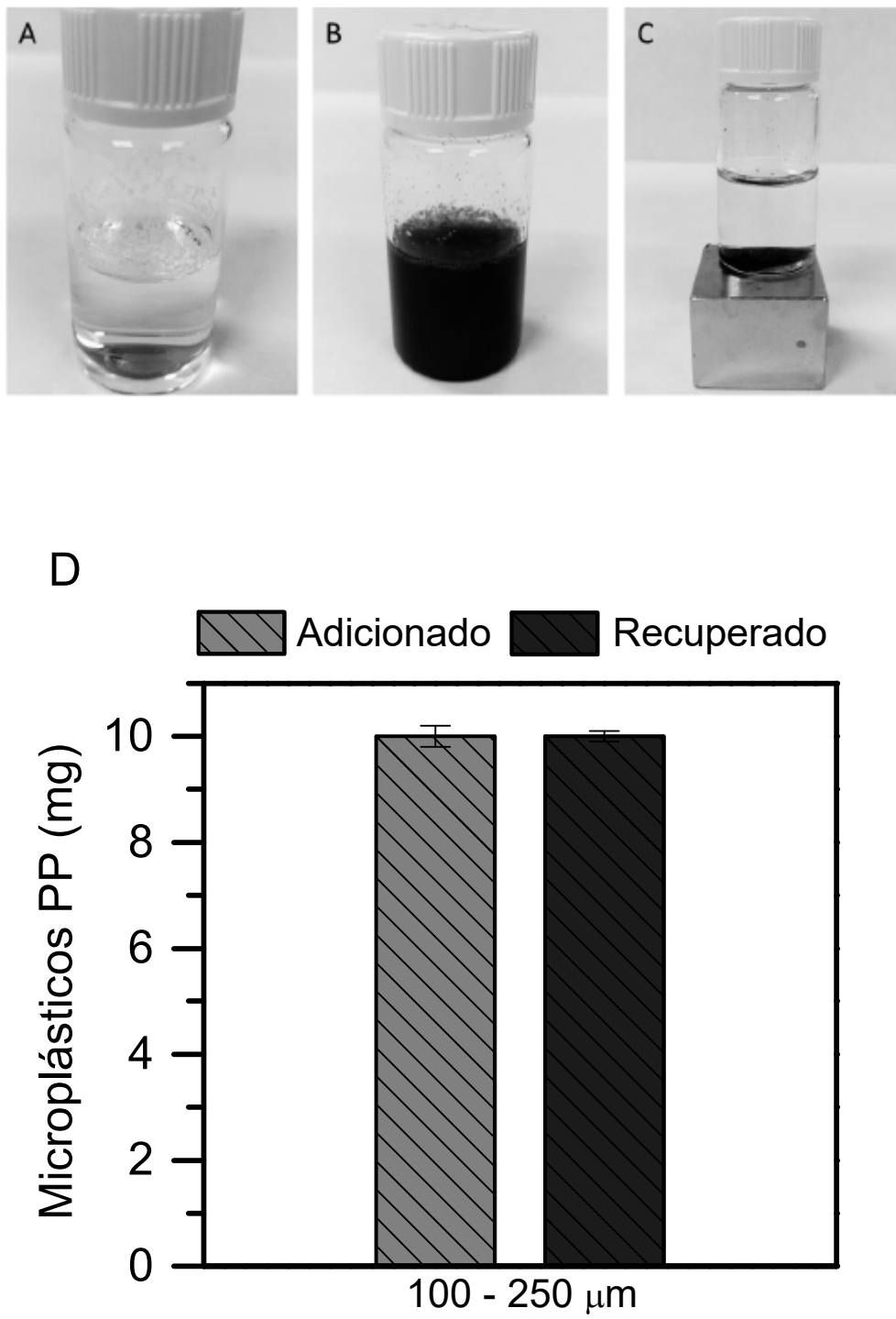


FIG. 8

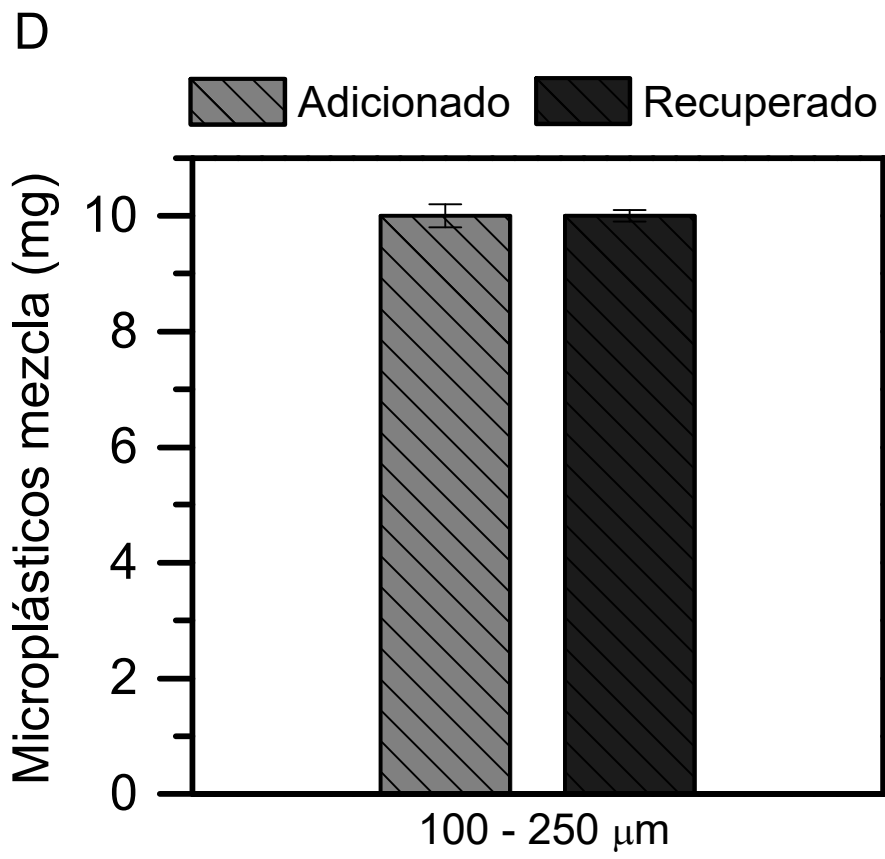
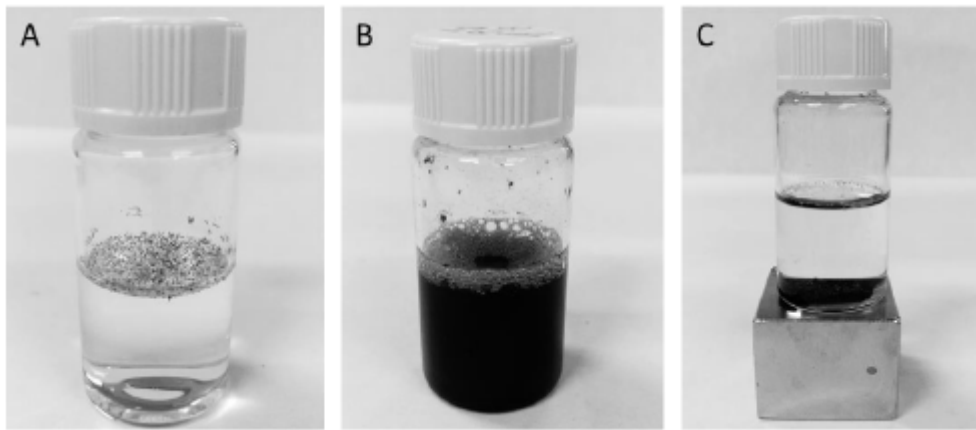
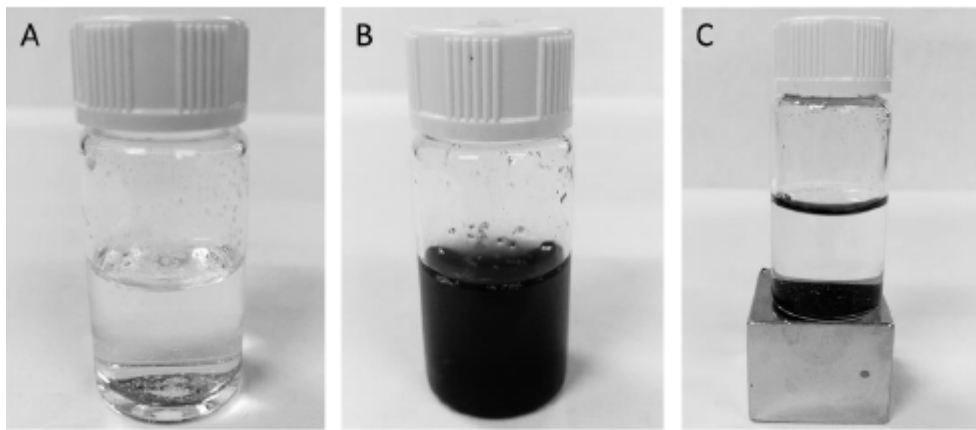


FIG. 9



D

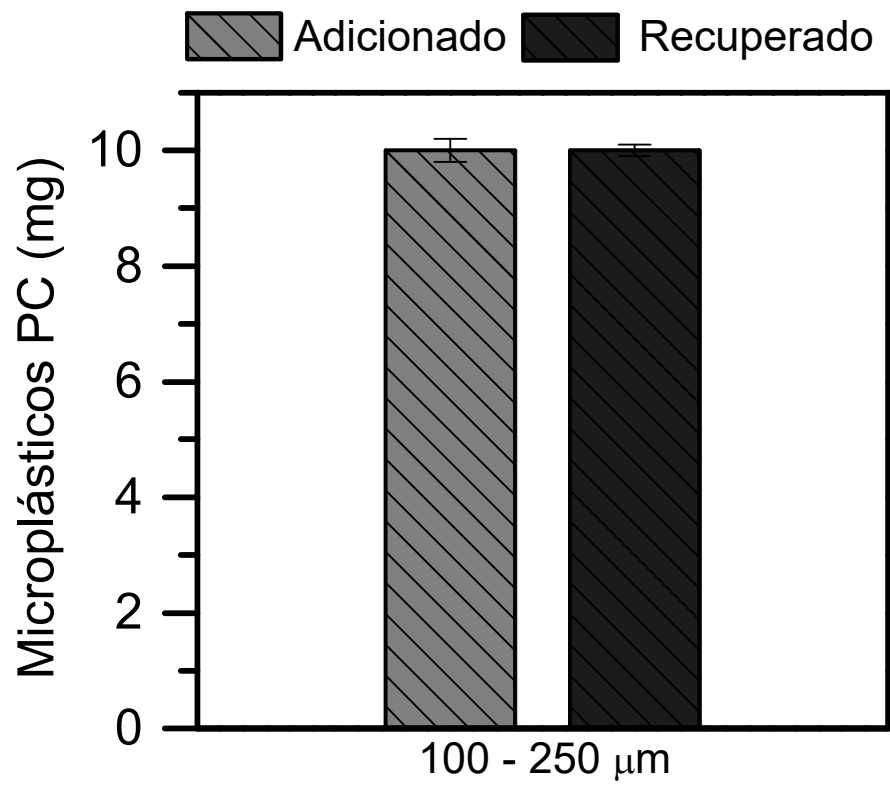
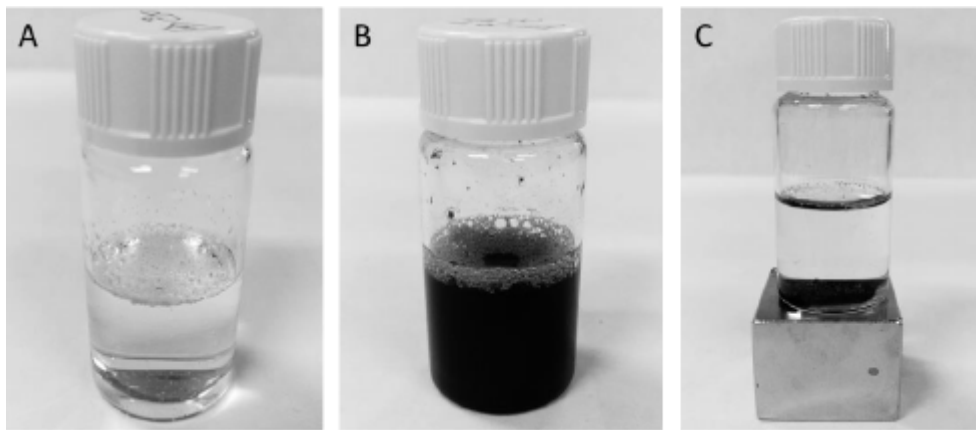


FIG. 10



D

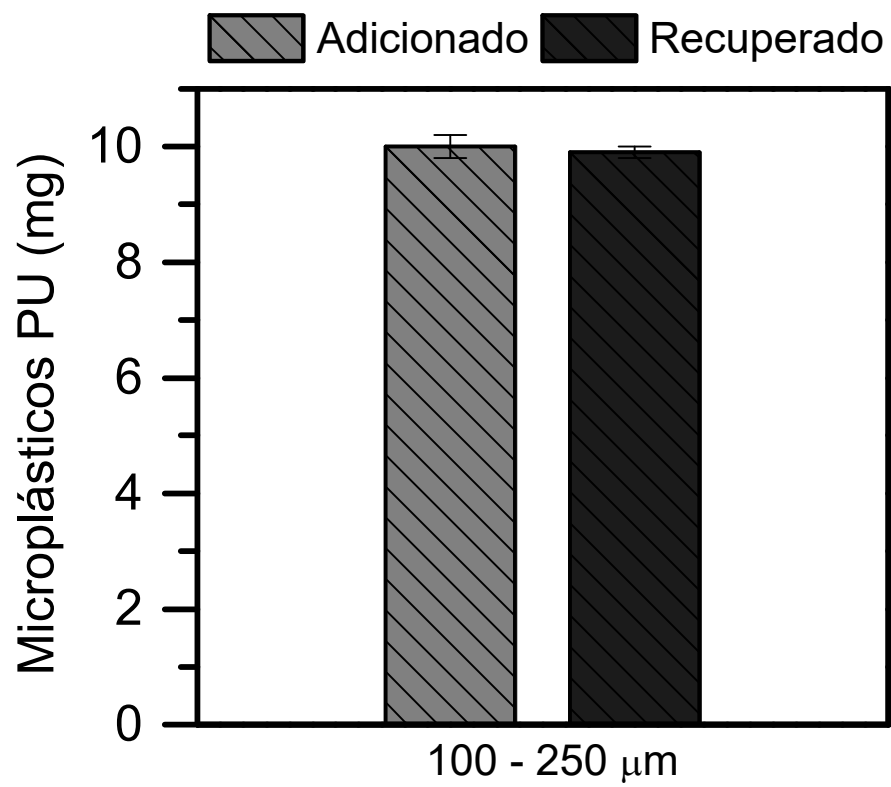


FIG. 11