

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 965 745**

51 Int. Cl.:

**C08J 11/08** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **23.06.2016 PCT/US2016/038864**

87 Fecha y número de publicación internacional: **05.01.2017 WO17003796**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.06.2016 E 16735792 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.11.2023 EP 3317336**

54 Título: **Método de purificación de polipropileno contaminado**

30 Prioridad:

**30.06.2015 US 201562186483 P**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**16.04.2024**

73 Titular/es:

**THE PROCTER & GAMBLE COMPANY (100.0%)  
One Procter & Gamble Plaza  
Cincinnati, OH 45202, US**

72 Inventor/es:

**LAYMAN, JOHN, MONCRIEF;  
GUNNERSON, MAGGIE;  
SCHONEMANN, HANS y  
WILLIAMS, KARA**

74 Agente/Representante:

**DEL VALLE VALIENTE, Sonia**

**ES 2 965 745 T3**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Método de purificación de polipropileno contaminado

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere generalmente a un método para purificar polímeros contaminados mediante el uso de un disolvente a presión y un medio sólido. Más específicamente, esta invención se refiere a un método para purificar polímeros reciclados, tales como plásticos reciclados posteriores al consumo y al uso industrial, para producir un polímero similar a uno virgen, inodoro, transparente e incoloro. Es especialmente útil para la purificación de polipropileno.

**Antecedentes de la invención**

15 Los polímeros, especialmente los plásticos sintéticos, están presentes constantemente en la vida cotidiana debido a sus costes de producción relativamente bajos y a un buen equilibrio de propiedades del material. Los plásticos sintéticos se utilizan en una amplia variedad de aplicaciones, tales como envasado, componentes de automoción, dispositivos médicos y bienes de consumo. Para satisfacer la alta demanda de estas aplicaciones, anualmente se producen mundialmente decenas de miles de millones de plásticos sintéticos. La gran mayoría de los plásticos sintéticos se producen a partir de fuentes de fósiles cada vez más escasas, tales como petróleo y gas natural. Además, la fabricación de plásticos sintéticos a partir de fuentes de fósiles produce CO<sub>2</sub> como subproducto.

25 El uso continuo de plásticos sintéticos ha dado lugar por lo tanto a que se generen millones de toneladas de desechos plásticos cada año. Aunque la mayoría de los residuos de plástico son gestionados mediante programas municipales de desechos de sólidos, hay una parte significativa de desechos plásticos en el medioambiente en forma de basura, que produce un impacto visual y es potencialmente dañina para los ecosistemas. Los residuos de plástico terminan a menudo arrastrados hacia los sistemas fluviales y, en última instancia, a las aguas del mar.

30 El reciclado de plásticos ha emergido como una solución para mitigar los problemas asociados con el uso sistemático de plásticos. La recuperación y la reutilización de los plásticos hace que los residuos no lleguen a los vertederos y reduce la demanda de plásticos vírgenes hechos de fuentes de origen fósil, lo que por consiguiente reduce las emisiones de gases invernadero. En regiones desarrolladas, tales como los Estados Unidos y la Unión Europea, el reciclado de plásticos está aumentando debido a una mayor percepción por parte de los consumidores, negocios y operaciones de fabricación industrial. La mayoría de los materiales reciclados, incluidos los plásticos, se mezclan en una sola corriente que se recoge y procesa mediante una material recovery facility (instalación de recuperación de material - MRF). En la MRF, los materiales se clasifican, lavan y envasan para su reventa. Los plásticos pueden clasificarse en materiales individuales, tales como high-density polyethylene (polietileno de alta densidad - HDPE) o poli(tereftalato de etileno) (PET), o corrientes mezcladas de otros plásticos habituales, tales como polipropileno (PP), low-density polyethylene (polietileno de baja densidad - LDPE), poli(cloruro de vinilo) (PVC), poliestireno (PS), policarbonato (PC) y poliamidas (PA). Las corrientes simples o mezcladas pueden luego separarse, lavarse y volverse a procesar para obtener un gránulo que es adecuado para su reutilización en el procesamiento de plásticos, por ejemplo, moldeo por soplado e inyección.

45 Aunque los plásticos reciclados se clasifican en corrientes predominantemente uniformes y se lavan con soluciones acuosas y/o cáusticas, el gránulo final reprocesado, frecuentemente, permanece altamente contaminado con impurezas residuales no deseadas, tales como residuos de alimentos deteriorados y componentes residuales de perfume. Además, los gránulos de plástico reciclado, excepto los de recipientes de bebidas reciclados, tienen un color oscuro debido a la mezcla de tintes y pigmentos utilizados comúnmente para colorear los artículos de plástico. Aunque existen algunas aplicaciones que son insensibles al color y la contaminación (por ejemplo, recipientes de pintura de plástico negro y componentes de automoción ocultos), la mayoría de las aplicaciones requieren gránulos no coloreados. La necesidad de resina reciclada “de tipo virgen” de alta calidad es especialmente importante para aplicaciones en contacto con alimentos y medicamentos, tales como el envasado de alimentos. Además de contaminarse con impurezas y colorantes mezclados, muchos productos de resinas recicladas son a menudo heterogéneos en composición química y pueden contener una cantidad significativa de contaminación polimérica, tal como contaminación de polietileno (PE) en PP reciclado y viceversa.

60 El reciclado mecánico, también conocido como reciclado secundario, es el proceso para convertir los desechos plásticos reciclados en una forma que se puede volver a usar para su posterior fabricación. Un examen más detallado del reciclaje mecánico y otros procesos de recuperación de plásticos se describen en S.M. Al-Salem, P. Lettieri, J. Baeyens, “Recycling and recovery routes of plastic solid waste (PSW): A review”, *Waste Management*, volumen 29, número 10, octubre de 2009, páginas 2625-2643, ISSN 0956-053X. Aunque los adelantos en la tecnología del reciclado mecánico han mejorado la calidad de los polímeros reciclados en cierta medida, existen limitaciones fundamentales de los métodos de descontaminación mecánica, tales como el atrapamiento físico de pigmentos dentro de una matriz polimérica. De este modo, incluso con las mejoras en la tecnología de reciclaje mecánico, el color oscuro y los altos niveles de contaminación química en los residuos plásticos reciclados actualmente disponibles impiden un uso más amplio de las resinas recicladas en la industria de los plásticos.

5 Para superar las limitaciones fundamentales de los procesos mecánicos, se han desarrollado muchos métodos para purificar polímeros contaminados mediante métodos químicos o reciclado químico. La mayoría de estos métodos utilizan disolventes para descontaminar y purificar los polímeros. El uso de disolventes permite la extracción de impurezas y la solución de polímero, lo cual permite, además, tecnologías de separación alternativas.

10 Por ejemplo, en la patente US-7.935.736 se describe un método para reciclar poliéster procedente de desechos que contienen poliéster usando un disolvente para disolver el poliéster antes de la limpieza. En la patente US-7.935.736 también se describe la necesidad de utilizar un precipitante para recuperar el poliéster del disolvente.

15 En otro ejemplo, en la patente US-6.555.588 se describe un método para producir una mezcla de polipropileno a partir de una mezcla de plástico que comprende otros polímeros. En la patente US-6.555.588 se describe la extracción de contaminantes a partir de un polímero a una temperatura inferior a la temperatura de solución del polímero en el disolvente seleccionado, tal como hexano, durante un período de residencia especificado. En la patente US-6.555.588 se describe además el aumento de la temperatura del disolvente (o un segundo disolvente) para disolver el polímero antes de la filtración. En la patente US-6.555.588 se describe además también el uso de cizalladura o fluidez para precipitar polipropileno desde la solución. La mezcla de polipropileno descrita en la patente US-6.555.588 contenía contaminación de polietileno hasta 5,6 % en peso.

20 En otro ejemplo, en la solicitud de patente europea n.º 849.312 (traducida del alemán al inglés) se describe un proceso para obtener poliolefinas purificadas a partir de una mezcla plástica que contiene poliolefina o un residuo que contiene poliolefina. En la solicitud de patente n.º 849.312 se describe la extracción de mezclas o desechos de poliolefina con una fracción de hidrocarburo de gasolina o combustible diésel con un punto de ebullición por encima de 90 °C a temperaturas de entre 90 °C y el punto de ebullición del disolvente de hidrocarburo. En la solicitud de patente n.º 25 849.312 se describe además poner en contacto una solución caliente de poliolefina con arcilla blanqueadora y/o carbón activado para eliminar componentes extraños de la solución. En la patente n.º 849.312 también se describe el enfriamiento de la solución a temperaturas por debajo de 70 °C para cristalizar la poliolefina y eliminar a continuación el disolvente adherente calentando la poliolefina por encima del punto de fusión de la poliolefina, o evaporar el disolvente adherente al vacío o hacer pasar una corriente de gas a través del precipitado de poliolefina, y/o extraer el 30 disolvente con un alcohol o acetona que bulle por debajo del punto de fusión de la poliolefina.

35 En otro ejemplo, en la patente US-5.198.471 se describe un método para separar polímeros de una mezcla sólida mezclada físicamente (por ejemplo, residuos plásticos) que contiene una pluralidad de polímeros utilizando un disolvente a una primera temperatura más baja para formar una primera solución de fase única y un componente sólido restante. En la patente US-5.198.471 se describe asimismo el calentamiento del disolvente a temperaturas más altas para disolver polímeros adicionales que no se disuelven a la primera temperatura inferior. En la patente US-5.198.471 se describe la filtración de componentes de polímero insolubles.

40 En otro ejemplo, en la patente US-5.223.021 se describe un método para extraer componentes poliméricos puros de una estructura de múltiples componentes (por ejemplo, residuos de moquetas y alfombras) disolviendo cada componente a una temperatura y presión adecuadas en un fluido supercrítico y variando a continuación la temperatura y/o la presión para extraer componentes en forma de partículas de forma secuenciada. Sin embargo, de forma similar a la patente US-5.198.471, en la patente US-5.223.021 solamente se describe la filtración de componentes 45 no disueltos.

50 En otro ejemplo, en la patente US-5.739.270 se describe un método y un aparato para separar continuamente un componente polimérico de un plástico con respecto a contaminantes y otros componentes del plástico utilizando un disolvente auxiliar (codisolvente) y un fluido de trabajo. El disolvente auxiliar disuelve al menos parcialmente el polímero y el segundo fluido (que está en un estado líquido, crítico o supercrítico) disuelve los componentes del polímero y precipita una parte del polímero disuelto desde el disolvente auxiliar. En la patente US-5.739.270 se describe además el paso de filtrar el disolvente auxiliar termoplástico (con o sin el fluido de trabajo) para retirar los contaminantes en forma de partículas, tales como partículas de vidrio.

55 Los métodos basados en disolventes conocidos para purificar polímeros contaminados, como se ha descrito anteriormente, no producen ningún polímero "de tipo virgen". En los métodos anteriores, a menudo se produce la disolución conjunta y por tanto la contaminación cruzada de otros polímeros. Si se utiliza adsorbente, a menudo se emplea una etapa de filtración y/o centrifugación para retirar el adsorbente usado de la solución. Además, los procesos de aislamiento para retirar disolvente, tales como calentamiento, evaporación al vacío y/o precipitación con el uso de una sustancia química de precipitación se usan para producir un polímero exento de disolvente residual.

60 Por consiguiente, persiste la necesidad de contar con un método mejorado a base de disolvente para purificar polímeros contaminados con el uso de un disolvente que sea retirado fácil y económicamente del polímero, sea relativamente sencillo en términos del número de operaciones unitarias, produzca un polímero sin una cantidad significativa de contaminación cruzada de polímeros, produzca un polímero esencialmente incoloro y produzca un 65 polímero esencialmente inodoro.

## Resumen de la invención

Se describe un método para purificar poliolefina recuperada. El método comprende obtener la poliolefina recuperada, donde la poliolefina recuperada se selecciona del grupo que consiste en polímeros de uso posconsumo, polímeros de uso posindustrial y combinaciones de los mismos. La poliolefina recuperada se pone en contacto a una temperatura de aproximadamente 80 °C a aproximadamente 220 °C y a una presión de aproximadamente 150 psig (1,03 MPa) a aproximadamente 15.000 psig (103,42 MPa) con un primer disolvente fluido que tiene un punto de ebullición estándar inferior a aproximadamente 70 °C, para producir un polipropileno recuperado extraído. La poliolefina recuperada extraída se disuelve en un disolvente seleccionado del grupo que consiste en el primer disolvente fluido, un segundo disolvente fluido y mezclas de los mismos, a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 220 °C y una presión de aproximadamente 350 psig (2,42 MPa) a aproximadamente 20.000 psig (137,90 MPa) para producir una disolución de poliolefina. La solución de poliolefina se purifica a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 220 °C y a una presión de aproximadamente 350 psig (2,42 MPa) a aproximadamente 20.000 psig (137,90 MPa) poniendo en contacto la solución de poliolefina con medios sólidos para producir una solución de poliolefina más pura. A continuación, se separa una poliolefina más pura de la solución de poliolefina más pura. En una realización, el segundo disolvente fluido tiene bien la misma composición química o bien una composición química diferente que el primer disolvente fluido.

En una realización, la poliolefina más pura se separa de la solución de poliolefina más pura a una temperatura de aproximadamente 0 °C a aproximadamente 220 °C y una presión de aproximadamente 0 psig (0 MPa) a aproximadamente 2.000 psig (13,79 MPa).

En una realización, la poliolefina recuperada es poliolefina derivada del reciclaje posterior al consumo. En otra realización, la poliolefina recuperada es un homopolímero de polipropileno o un copolímero de polipropileno principalmente.

En una realización, el disolvente fluido tiene un punto de ebullición estándar inferior a aproximadamente 0 °C y superior a aproximadamente -45 °C y un cambio de entalpía de vaporización estándar inferior a aproximadamente +25 kJ/mol. En otra realización, el disolvente fluido se selecciona del grupo que consiste en hidrocarburos olefínicos, hidrocarburos alifáticos y mezclas de los mismos.

En una realización, el hidrocarburo alifático se selecciona del grupo que consiste en hidrocarburos alifáticos C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> y mezclas de los mismos. En otra realización, los hidrocarburos alifáticos y mezclas de los mismos comprenden hidrocarburos alifáticos principalmente C<sub>4</sub>.

En una realización, el disolvente fluido consiste esencialmente en gas de petróleo licuado C<sub>4</sub>. En otra realización, el disolvente fluido es n-butano, isómeros de butano o mezclas de los mismos.

En una realización, la temperatura en las etapas de extracción, disolución y purificación es de aproximadamente 110 °C a aproximadamente 170 °C.

En una realización, la presión en la etapa de contacto es de aproximadamente 1.100 psig (7,58 MPa) a aproximadamente 2.100 psig (14,48 MPa). En otra realización, la presión en la etapa de contacto es inferior a aproximadamente 1.100 psig (7,58 MPa).

En una realización, la presión en la etapa de disolución es mayor que aproximadamente 1.100 psig (7,58 MPa). En otra realización, la presión en la etapa de disolución es mayor que aproximadamente 2.100 psig (14,48 MPa).

En una realización, el medio sólido se selecciona del grupo que consiste en sustancias inorgánicas, sustancias basadas en carbono, y mezclas de las mismas. En otra realización, las sustancias inorgánicas se seleccionan del grupo que consiste en óxidos de silicio, óxidos de aluminio, óxidos de hierro, silicatos de aluminio, vidrios volcánicos amorfos, y mezclas de los mismos. En otra realización, las sustancias inorgánicas se seleccionan del grupo que consiste en sílice, gel de sílice, arena de diatomeas, cuarzo, alúmina, perlita, tierras de batán, bentonita, y mezclas de los mismos. En otra realización, la sustancia inorgánica es vidrio regenerado.

En una realización, las sustancias basadas en carbono se seleccionan del grupo que consiste en carbón de antracita, negro de carbón, coque, carbón activado, celulosa, y mezclas de los mismos. En otra realización, el contacto de la solución de polipropileno con el medio sólido se realiza en un lecho compacto del medio sólido. En una realización, el lecho compactado tiene una longitud superior a 20 cm.

Las características adicionales de la invención pueden resultar evidentes al experto en la técnica a partir de la lectura de la siguiente descripción detallada, junto con los ejemplos.

65

**Breve descripción de los dibujos**

La Fig. 1 es un diagrama de flujo en bloques que muestra las etapas principales de una realización de la presente invención.

La Fig. 2 es una curva de calibración para el cálculo del contenido de polietileno en polipropileno usando los valores de entalpía a partir de mediciones mediante DSC.

La Fig. 3 es un esquema del aparato experimental utilizado en los ejemplos.

La Fig. 4 es una fotografía de los especímenes ilustrativos.

La Fig. 5 es un gráfico de barras de la opacidad y la intensidad del olor de varios ejemplos.

**Descripción detallada de la invención****I. Definiciones**

Como se utiliza en la presente memoria, el término “polímero reciclado” se refiere a un polímero utilizado para un fin previo y recuperado a continuación para su posterior procesamiento.

Como se utiliza en la presente memoria, el término “polipropileno recuperado” (rPP) se refiere a un polímero de polipropileno utilizado para un fin previo y a continuación recuperado para su posterior procesamiento.

Como se utiliza en la presente memoria, el término “de forma posterior al consumo” se refiere a una fuente de material que se origina después de que el consumidor final haya usado el material en un producto o artículo de consumo.

Como se utiliza en la presente memoria, el término “post-consumer recycle” se refiere a un material que se produce después de que el consumidor final haya usado el material y haya depositado el material en una corriente de desecho.

Como se utiliza en la presente memoria, el término “posterior al uso industrial” se refiere a una fuente de un material que se origina durante la fabricación de un producto o artículo.

En la presente memoria, el término “disolvente fluido” se refiere a una sustancia que puede existir en estado líquido en condiciones específicas de temperatura y presión. En algunas realizaciones, el disolvente fluido puede ser una composición química predominantemente homogénea de una molécula o isómero, mientras que en otras realizaciones el disolvente fluido puede ser una mezcla de varias composiciones o isómeros moleculares diferentes. Además, en algunas realizaciones de la presente invención, el término “disolvente fluido” se puede aplicar a sustancias que se encuentran a, cerca de o por encima de la temperatura crítica y la presión crítica (punto crítico) de dicha sustancia. Es bien conocido por los expertos en la técnica que las sustancias por encima del punto crítico de esa sustancia se conocen como “fluidos supercríticos” que no tienen las propiedades físicas típicas (es decir, densidad) de un líquido.

Como se utiliza en la presente memoria, el término “disuelto” se refiere a la incorporación al menos parcial de un soluto (polimérico o no polimérico) en un disolvente al nivel molecular. Además, la estabilidad termodinámica de la solución de soluto/disolvente puede describirse mediante la siguiente Ecuación 1:

$$\Delta G_{mezcla} = \Delta H_m - T\Delta S_{mezcla} \quad (1)$$

donde  $\Delta G_{mezcla}$  es la variación de la energía libre de Gibbs correspondiente al mezclado de un soluto con un disolvente,  $\Delta H_{mezcla}$  es la variación de entalpía de mezclado,  $T$  es la temperatura absoluta, y  $\Delta S_{mezcla}$  es la entropía de mezclado. Para mantener una solución estable de un soluto en un disolvente, la energía libre de Gibbs debe ser negativa y mínima. Por lo tanto, para la presente invención se puede utilizar cualquier combinación de soluto y disolvente que minimice una energía libre de Gibbs negativa a temperaturas y presiones adecuadas.

Como se utiliza en la presente memoria, el término “punto de ebullición estándar” se refiere a la temperatura de ebullición a una presión absoluta de exactamente 100 kPa (1 bar, 14,5 psi, 0,9869 atm), según lo establecido por la International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC).

Como se utiliza en la presente memoria, el término “variación de entalpía estándar de vaporización” se refiere a la variación de entalpía necesaria para transformar una cantidad especificada de una sustancia de líquido a vapor al punto de ebullición estándar de la sustancia.

En la presente memoria, el término “solución de polipropileno” se refiere a una solución de polipropileno disuelta en un disolvente. La solución de polipropileno puede contener materia no disuelta y por lo tanto la solución de polipropileno

puede ser también una “suspensión” de materia no disuelta suspendida en una solución de polipropileno disuelta en un disolvente.

Como se utiliza en la presente memoria, el término “medio sólido” se refiere a sustancias que existen en estado sólido en las condiciones de uso. El medio sólido puede ser cristalino, semicristalino o amorfo. El medio sólido pueden ser granulado y puede suministrarse en formas diferentes (es decir, esferas, cilindros, gránulos, etc.). Si el medio sólido es granulado, el tamaño de partículas y la distribución de tamaño de partículas del medio sólido pueden estar definidos por el tamaño de malla usado para clasificar el medio granulado. Un ejemplo de las designaciones de tamaño de malla estándar puede encontrarse en la norma ASTM E11 “Standard Specification for Woven Wire Test Sieve Cloth and Test Sieves” (especificación estándar para la prueba de alambre tejido tamiz de tela y tamices de prueba) de la American Society for Testing and Material (Sociedad americana para pruebas y materiales - ASTM). El medio sólido también puede ser una esterilla fibrosa no tejida o una tela tejida.

Como se utiliza en la presente memoria, el término “solución de polipropileno más pura” se refiere a una solución de polipropileno que tiene menos contaminantes que la misma solución de polipropileno antes de una etapa de purificación.

Como se utiliza en la presente memoria, el término “de tipo virgen” significa esencialmente exento de contaminantes, exento de pigmentos, exento de olores, homogéneo y de propiedades similares a los polímeros vírgenes.

Como se utiliza en la presente memoria, el término “copolímero principalmente de polipropileno” se refiere a un copolímero con más de 70 % en moles de unidades repetitivas de propileno.

## II. Método para purificar polipropileno contaminado

Sorprendentemente, se ha descubierto que determinados disolventes fluidos, que en una realización preferida presentan una solubilidad de los polímeros dependiente de la temperatura y la presión, cuando se usan en un proceso relativamente simple, pueden utilizarse para purificar polímeros contaminados, especialmente polímeros recuperados o reciclados, a una calidad similar a uno virgen. Este proceso, ilustrado en la Fig. 1, comprende 1) obtener un polipropileno recuperado (etapa a en la Fig. 1), seguido de 2) extraer el polipropileno con un disolvente fluido a una temperatura de extracción ( $T_E$ ) y a una presión de extracción ( $P_E$ ) (etapa b en la Fig. 1), seguido de 3) disolución del polipropileno en un disolvente fluido a una temperatura de disolución ( $T_D$ ) y a una presión de disolución ( $P_D$ ) (etapa c en la Fig. 1), seguido de 4) poner en contacto la solución de polipropileno disuelta con medios sólidos a una temperatura de disolución ( $T_D$ ) y a una presión de disolución ( $P_D$ ) (etapa d en la Fig. 1), seguido de separación del polipropileno del disolvente fluido (etapa e en la Fig. 1). En una realización de la presente invención, el polipropileno purificado, que puede proceder de corrientes de residuos posteriores al consumo, está prácticamente exento de contaminantes, exento de pigmentos, exento de olor, es homogéneo y tiene propiedades similares al polipropileno virgen. Además, en una realización preferida, las propiedades físicas del disolvente fluido de la presente invención pueden permitir métodos más eficientes en términos de energía para separar el disolvente fluido del polipropileno purificado.

### Polipropileno recuperado

Un método para purificar polipropileno recuperado incluye obtener polipropileno recuperado. Para los propósitos de la presente invención, el polipropileno recuperado se obtiene de corrientes de residuos posteriores al consumo, posteriores al uso industrial, posteriores al uso comercial u otras corrientes especiales de residuos. Por ejemplo, el residuo de polipropileno posterior al consumo puede derivarse de corrientes de reciclado en aceras, donde los consumidores finales colocan polímeros utilizados de envases y productos en un recipiente designado para la recolección por parte de un recogedor o reciclador de residuos. Los residuos poliméricos posteriores al consumo también pueden derivarse de programas de “retorno” al establecimiento en los que el consumidor lleva los residuos poliméricos a un establecimiento y coloca los residuos poliméricos en un contenedor de recogida identificado. Un ejemplo de los desechos poliméricos posteriores al uso industrial pueden ser residuos poliméricos producidos durante la fabricación o envío de un producto o artículo que ha sido recogido como material inutilizable por el fabricante (es decir, retazos, materiales que no cumplen los requisitos técnicos, desechos de puesta en marcha). Un ejemplo de residuos poliméricos procedentes de una corriente especial de desechos pueden ser residuos poliméricos derivados del reciclado de residuos electrónicos, también conocidos como chatarra electrónica (“e-waste”). Otro ejemplo de polímeros especiales procedentes de una corriente especial de desechos pueden ser desechos poliméricos derivados del reciclado de automóviles. Otro ejemplo de residuos poliméricos procedentes de una corriente especial de desechos pueden ser desechos poliméricos derivados del reciclado de moquetas/alfombras y tejidos usados.

Para los fines de la presente invención, el polipropileno recuperado es una composición homogénea de un polímero individual o una mezcla de varias composiciones de polipropileno diferentes. Son ejemplos no limitativos de composiciones de polipropileno homopolímeros de propileno, copolímeros de propileno y etileno (que incluyen copolímeros de “impacto” y “clarificados al azar”), copolímeros de propileno y alfa-olefinas, cauchos de polipropileno y otras composiciones de polipropileno solubles que pueden resultar evidentes para los expertos en la técnica.

El polipropileno recuperado puede contener también diversos pigmentos, tintes, sustancias auxiliares de proceso, aditivos estabilizantes, cargas y otros aditivos de rendimiento añadidos al polímero durante la polimerización o conversión del polímero original a la forma final de un artículo. Los ejemplos no limitativos de pigmentos son pigmentos orgánicos, tales como ftalocianina de cobre, pigmentos inorgánicos, tales como dióxido de titanio, y otros pigmentos que pueden ser evidentes para los expertos en la técnica. Un ejemplo no limitativo de un colorante orgánico es Basic Yellow 51. Los ejemplos no limitativos de sustancias auxiliares de proceso son agentes antiestáticos, tales como monoestearato de glicerol y agentes promotores de deslizamiento, tales como erucamida. Un ejemplo no limitativo de un aditivo estabilizante es octadecil-3-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil)-propionato. Los ejemplos no limitativos de cargas son carbonato de calcio, talco y fibras de vidrio.

#### Disolvente

El disolvente fluido de la presente invención tiene un punto de ebullición estándar inferior a aproximadamente 70 °C. La presurización mantiene los disolventes, que tienen puntos de ebullición estándar por debajo del rango de temperatura de operación de la presente invención, en un estado en el cual hay poco o no hay nada de vapor de disolvente. En una realización, el disolvente fluido con un punto de ebullición estándar inferior a aproximadamente 70 °C se selecciona del grupo que consiste en dióxido de carbono, cetonas, alcoholes, éteres, ésteres, alquenos, alcanos, y mezclas de los mismos. Los ejemplos no limitativos de disolventes fluidos con puntos de ebullición estándar inferiores a aproximadamente 70 °C son dióxido de carbono, acetona, metanol, éter dimetílico, éter dietílico, etilmetil éter, tetrahidrofurano, acetato de metilo, etileno, propileno, 1-buteno, 2-buteno, isobutileno, 1-penteno, 2-penteno, isómeros ramificados de penteno, 1-hexeno, 2-hexeno, metano, etano, propano, n-butano, isobutano, n-pentano, isopentano, neopentano, n-hexano, isómeros de isohexano y otras sustancias que puedan resultar evidentes para los expertos en la técnica.

La selección del disolvente fluido utilizado dependerá de los intervalos de temperatura y presión utilizados para efectuar las etapas de la presente invención. Un estudio resumido del comportamiento de la fase polimérica en disolventes del tipo descrito en la presente invención se proporciona en la siguiente referencia: McHugh y col. (1999) *Chem. Rev.* 99:565-602.

#### Extracción

Un método para purificar el polipropileno incluye poner en contacto polipropileno recuperado con un disolvente fluido a una temperatura y a una presión a las que el polímero es esencialmente insoluble en el disolvente fluido. Sin pretender imponer ninguna teoría, los solicitantes creen que la temperatura y la solubilidad dependiente de la presión pueden controlarse para evitar que el disolvente fluido disuelva totalmente el polímero; sin embargo, el disolvente fluido puede difundirse en el polímero y extraer toda contaminación extraíble. La contaminación extraíble pueden ser sustancias auxiliares de procesamiento residuales añadidas al polímero, formulaciones de producto residual que entran en contacto con el polímero, tales como perfumes y saborizantes, tintes, y cualquier otro material extraíble que se haya añadido intencionadamente o se haya incorporado accidentalmente al polímero, por ejemplo, durante la recogida de desechos y la acumulación posterior con otros materiales de desecho.

En una realización, la extracción controlada puede lograrse fijando la temperatura del sistema de polímero/disolvente fluido y a continuación controlando la presión por debajo de una presión o de un rango de presiones, donde el polímero se disuelve en el disolvente fluido. En otra realización, la extracción controlada se logra fijando la presión del sistema de polímero/disolvente y a continuación controlando la temperatura por debajo de una temperatura o rango de temperaturas donde el polímero se disuelve en el disolvente fluido. En la extracción controlada por la temperatura y la presión del polímero con un disolvente fluido se utiliza un recipiente de presión adecuado y puede configurarse de una manera que permita la extracción continua del polímero con el disolvente fluido. En una realización de la presente invención, el recipiente de presión puede ser una columna de extracción líquido-líquido continua donde el polímero fundido se bombea en un extremo de la columna de extracción y el disolvente fluido se bombea en el mismo extremo o en el extremo opuesto de la columna de extracción. En otra realización, el fluido que contiene la contaminación extraída se retira del proceso. En otra realización, el fluido que contiene la contaminación extraída se purifica, recupera y se recicla para usar en la etapa de extracción o en una etapa diferente del proceso. En una realización de la presente invención, la extracción puede efectuarse como un método discontinuo, en donde el polipropileno recuperado se fija en un recipiente de presión y el disolvente fluido se bombea de forma continua a través de la fase polimérica fija. El tiempo de extracción o la cantidad de disolvente fluido utilizado dependerá de la pureza deseada del polímero más puro final y de la cantidad de contaminación extraíble en el polipropileno recuperado de partida. En otra realización, el fluido que contiene la contaminación extraída se pone en contacto con medio sólido en una etapa aparte como se describe más adelante en el apartado "Purificación". En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto polipropileno recuperado con un disolvente fluido a una temperatura y a una presión a las que el polímero está fundido y en estado líquido. En otra realización, el polipropileno recuperado se pone en contacto con el disolvente fluido a una temperatura y a una presión a las que el polímero está en estado sólido.

En una realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto el polipropileno con un disolvente fluido a una temperatura y una presión a las que el polipropileno permanece esencialmente sin disolver. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto polipropileno con n-

butano a una temperatura de aproximadamente 80 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto polipropileno con n-butano a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 200 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto polipropileno con n-butano a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto polipropileno con n-butano a una presión de aproximadamente 150 psig (1,03 MPa) a aproximadamente 3.000 psig (20,68 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto polipropileno con n-butano a una presión de aproximadamente 1.000 psig (6,89 MPa) a aproximadamente 2.750 psig (18,96 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto polipropileno con n-butano a una presión de aproximadamente 1.500 psig (10,34 MPa) a aproximadamente 2.500 psig (17,24 MPa).

En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto polipropileno con propano a una temperatura de aproximadamente 80 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto polipropileno con propano a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 200 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto polipropileno con propano a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto polipropileno con propano a una presión de aproximadamente 200 psig (1,38 MPa) a aproximadamente 8.000 psig (55,16 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto polipropileno con propano a una presión de aproximadamente 1.000 psig (6,89 MPa) a aproximadamente 6.000 psig (41,37 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto polipropileno con propano a una presión de aproximadamente 2.000 psig (13,79 MPa) a aproximadamente 4.000 psig (27,58 MPa).

#### Disolución

Un método para purificar polipropileno recuperado incluye disolver el polipropileno recuperado en un disolvente fluido a una temperatura y a una presión donde el polímero se disuelve en el disolvente fluido. Sin pretender imponer ninguna teoría, los solicitantes creen que la temperatura y la presión pueden controlarse de modo que resulte posible la disolución termodinámicamente favorable del polímero recuperado en un disolvente fluido. Además, la temperatura y la presión pueden controlarse de modo que resulte posible la disolución de un polímero o mezcla de polímeros en particular sin que se disuelvan al mismo tiempo otros polímeros o mezclas de polímeros. Esta disolución controlable permite la separación de polímeros con respecto a mezclas de polímeros.

En una realización de la presente invención, un método para purificar polímeros incluye disolver polipropileno recuperado contaminado en un disolvente que no disuelve los contaminantes en las mismas condiciones de temperatura y presión. Los contaminantes pueden incluir pigmentos, cargas, suciedad y otros polímeros. Estos contaminantes se liberan del polipropileno recuperado tras la disolución y a continuación se retiran de la solución polimérica mediante una etapa posterior de separación sólido-líquido.

En una realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye disolver polipropileno en un disolvente fluido a una temperatura y una presión a las que el polipropileno se disuelve en el disolvente fluido. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye disolver polipropileno en n-butano a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye disolver polipropileno en n-butano a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 200 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye disolver polipropileno en n-butano a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye disolver polipropileno en n-butano a una presión de aproximadamente 350 psig (2,41 MPa) a aproximadamente 4.000 psig (27,57 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye disolver polipropileno en n-butano a una presión de aproximadamente 1.000 psig (6,89 MPa) a aproximadamente 3.500 psig (24,13 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye disolver polipropileno en n-butano a una presión de aproximadamente 2.000 psig (13,79 MPa) a aproximadamente 3.000 psig (20,68 MPa).

En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye disolver polipropileno en propano a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye disolver polipropileno en propano a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 200 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye disolver polipropileno en propano a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye disolver polipropileno en propano a una presión de aproximadamente 2.000 psig (13,79 MPa) a aproximadamente 8.000 psig (55,16 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye disolver polipropileno en propano a una presión de aproximadamente 3.000 psig (20,68 MPa) a aproximadamente 6.000 psig (41,37 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye disolver polipropileno en propano a una presión de aproximadamente 3.500 psig (24,13 MPa) a aproximadamente 5.000 psig (34,47 MPa).

## Purificación

5 Un método para purificar polipropileno incluye poner en contacto una solución de polímero contaminada con medios sólidos a una temperatura y a una presión donde el polímero permanece disuelto en el disolvente fluido. Los medios sólidos de la presente invención son cualquier material sólido que elimine al menos parte de la contaminación de una solución de polipropileno recuperado disuelto en el disolvente fluido de la presente invención. Sin pretender imponer ninguna teoría, los solicitantes creen que el medio sólido elimina la contaminación mediante diversos mecanismos. Los ejemplos no limitativos de mecanismos posibles incluyen adsorción, absorción, exclusión por tamaño, exclusión de iones, intercambio iónico y otros mecanismos que pueden ser evidentes para los expertos en la técnica. Además, los pigmentos y otros contaminantes que se encuentran comúnmente en el polipropileno recuperado pueden ser compuestos polares e interactuar preferentemente con los medios sólidos, que también pueden ser al menos ligeramente polares. Las interacciones polar-polar son especialmente favorables cuando se utilizan disolventes no polares, tales como alcanos, como disolvente fluido.

15 En una realización de la presente invención, el medio sólido se selecciona del grupo que consiste en sustancias inorgánicas, sustancias basadas en carbono, o mezclas de las mismas. Los ejemplos útiles de sustancias inorgánicas incluyen óxidos de silicio, óxidos de aluminio, óxidos de hierro, silicatos de aluminio, silicatos de magnesio, vidrios volcánicos amorfos, sílices, gel de sílice, diatomita, arena, cuarzo, vidrio reciclado, alúmina, perlita, tierra de batán, bentonita y mezclas de los mismos. Los ejemplos útiles de sustancias basadas en carbón incluyen carbón de tipo antracita, negro de carbón, coque, carbón activado, celulosa, y mezclas de los mismos. En otra realización de la presente invención, el medio sólido es vidrio reciclado.

25 En una realización de la presente invención, el medio sólido se pone en contacto con el polímero en un recipiente durante una cantidad de tiempo especificada mientras el medio sólido se agita. En otra realización, el medio sólido se elimina de la solución polimérica más pura mediante una etapa de separación sólido-líquido. Los ejemplos no limitativos de etapas de separación sólido-líquido incluyen filtración, decantación, centrifugación y precipitación. En otra realización de la presente invención, la solución polimérica contaminada se hace pasar a través de un lecho fijo de medio sólido. En otra realización de la presente invención, la altura o longitud del lecho estacionario del medio sólido es superior a 5 cm. En otra realización de la presente invención, la altura o longitud del lecho estacionario del medio sólido es superior a 10 cm. En otra realización de la presente invención, la altura o longitud del lecho estacionario del medio sólido es superior a 20 cm. En otra realización de la presente invención, el medio sólido se reemplaza según sea necesario para mantener la pureza deseada del polímero. En otra realización más, el medio sólido se regenera y se reutiliza en la etapa de purificación. En otra realización, el medio sólido se regenera fluidizando el medio sólido durante una etapa de lavado a contracorriente.

40 En una realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto una solución de polipropileno/disolvente fluido con medio sólido a una temperatura y a una presión a las que el polipropileno permanece disuelto en el disolvente fluido. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto una solución de polipropileno/n-butano con medio sólido a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto una solución de polipropileno/n-butano con medio sólido a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 200 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto una solución de polipropileno/n-butano con medio sólido a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto una solución de polipropileno/n-butano con medio sólido a una presión de aproximadamente 350 psig (2,41 MPa) a aproximadamente 4.000 psig (27,57 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto una solución de polipropileno/n-butano con medio sólido a una presión de aproximadamente 1.000 psig (6,89 MPa) a aproximadamente 3.500 psig (24,13 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto una solución de polipropileno/n-butano con medio sólido a una presión de aproximadamente 2.000 psig (13,79 MPa) a aproximadamente 3.000 psig (20,68 MPa).

55 En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto una solución de polipropileno/propano con medio sólido a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto una solución de polipropileno/propano con medio sólido a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 200 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto una solución de polipropileno/propano con medio sólido a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto una solución de polipropileno/propano con medio sólido a una presión de aproximadamente 2.000 psig (13,79 MPa) a aproximadamente 8.000 psig (55,16 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto una solución de polipropileno/propano con medio sólido a una presión de aproximadamente 3.000 psig (20,68 MPa) a aproximadamente 6.000 psig (41,37 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto una solución de polipropileno/propano con medio sólido a una presión de aproximadamente 3.500 psig (24,13 MPa) a aproximadamente 5.000 psig (34,47 MPa).

## Separación

Un método para purificar el polipropileno recuperado incluye separar el polímero más puro del disolvente fluido a una temperatura y a una presión donde el polímero se precipita desde la solución y ya no se disuelve en el disolvente fluido. En otra realización, la precipitación del polímero más puro desde el disolvente fluido se logra reduciendo la presión a una temperatura fija. En otra realización, la precipitación del polímero más puro desde el disolvente fluido se logra reduciendo la temperatura a una presión fija. En otra realización, la precipitación del polímero más puro desde el disolvente fluido se logra aumentando la temperatura a una presión fija. En otra realización, la precipitación del polímero más puro desde el disolvente fluido se logra reduciendo tanto la temperatura como la presión. El disolvente puede hacerse pasar de forma parcial o completa de la fase de líquido a la fase de vapor controlando la temperatura y la presión. En otra realización, el polímero precipitado se separa del disolvente fluido sin convertir completamente el disolvente fluido en una fase de vapor 100 % controlando la temperatura y la presión del disolvente durante la etapa de separación. La separación del polímero más puro precipitado se logra mediante cualquier método de separación líquido-líquido o líquido-sólido. Los ejemplos no limitativos de separaciones líquido-líquido o líquido-sólido incluyen filtración, decantación, centrifugación y precipitación.

En una realización, un método para purificar el polipropileno recuperado incluye separar polipropileno de una solución de polipropileno/disolvente fluido a una temperatura y a una presión a las que el polipropileno precipita desde la solución. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye separar polipropileno desde una solución de polipropileno/n-butano a una temperatura de aproximadamente 0 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye separar polipropileno desde una solución de polipropileno/n-butano a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 200 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye separar polipropileno desde una solución de polipropileno/n-butano a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye separar polipropileno desde una solución de polipropileno/n-butano a una presión de aproximadamente 0 psig (0 MPa) a aproximadamente 2.000 psig (13,79 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye separar polipropileno desde una solución de polipropileno/n-butano a una presión de aproximadamente 50 psig (0,34 MPa) a aproximadamente 1.500 psig (10,34 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye separar polipropileno desde una solución de polipropileno/n-butano a una presión de aproximadamente 75 psig (0,52 MPa) a aproximadamente 1.000 psig (6,89 MPa).

En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye separar polipropileno desde una solución de polipropileno/propano a una temperatura de aproximadamente -42 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye separar polipropileno desde una solución de polipropileno/propano a una temperatura de aproximadamente 0 °C a aproximadamente 150 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye separar polipropileno desde una solución de polipropileno/propano a una temperatura de aproximadamente 50 °C a aproximadamente 130 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye separar polipropileno desde una solución de polipropileno/propano a una presión de aproximadamente 0 psig (0 MPa) a aproximadamente 6.000 psig (41,37 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye separar polipropileno desde una solución de polipropileno/propano a una presión de aproximadamente 50 psig (0,34 MPa) a aproximadamente 3.000 psig (20,68 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye separar polipropileno desde una solución de polipropileno/propano a una presión de aproximadamente 75 psig (0,52 MPa) a aproximadamente 1.000 psig (6,89 MPa).

## III Método de ensayo

Los métodos de ensayo descritos en la presente invención se utilizan para medir la eficacia de diversos métodos para purificar polímeros. Específicamente, los métodos descritos demuestran la eficacia de un determinado método de purificación en la mejora del color y la traslucidez/claridad (es decir, hacer que el color y la opacidad del polipropileno recuperado sean más similares a los de un polímero virgen incoloro), reducir o eliminar contaminación elemental (es decir, retirar metales pesados), reducir o eliminar la contaminación por materia no combustible (es decir, cargas inorgánicas), reducir o eliminar compuestos volátiles (especialmente compuestos volátiles que contribuyen al mal olor del polipropileno recuperado), y reducir o eliminar la contaminación polimérica es decir, la contaminación por polietileno en el polipropileno).

## Medición del color y la opacidad:

El color y la opacidad/traslucidez de un polímero son parámetros importantes que determinan si un polímero puede lograr o no la estética visual deseada de un artículo fabricado a partir del polímero. El polipropileno recuperado, especialmente el polipropileno recuperado obtenido después del consumo, es de forma típica de color oscuro y opaco debido a pigmentos residuales, cargas, y otro tipo de contaminación. Por lo tanto, las mediciones de color y opacidad son parámetros importantes para determinar la eficacia de un método para purificar polímeros.

65

Antes de la medición del color, las muestras de polvos o gránulos poliméricos se moldearon por compresión obteniéndose especímenes de prueba cuadrados de 30 mm de ancho x 30 mm de largo x 1 mm de grosor (con esquinas redondeadas). Las muestras de polvo se densificaron primero a temperatura ambiente (aprox. 20-23 °C) mediante prensado en frío del polvo obteniéndose una lámina utilizando papel de aluminio limpio no usado como capa de contacto antiadherente entre platinas de acero inoxidable. Después, se comprimieron aproximadamente 0,85 g de polvo o gránulos prensados en frío obteniéndose probetas de ensayo en una prensa Carver Press modelo C (Carver, Inc., Wabash, IN 46992-0554, EE. UU.) previamente calentada a 200 °C utilizando platinas de aluminio, capas antiadherentes de papel de aluminio no utilizadas y una pieza de relleno de acero inoxidable con una cavidad que corresponde a las dimensiones anteriormente mencionadas de las probetas de ensayo cuadradas. Las muestras se calentaron durante 5 minutos antes de aplicar presión. Al cabo de 5 minutos, la prensa se comprimió a continuación con al menos 2 toneladas (1,81 toneladas métricas) de presión hidráulica durante al menos 5 segundos y a continuación se dejó de aplicar presión. A continuación, la pila de moldeo se retiró y se colocó entre dos disipadores de calor metálicos planos gruesos para enfriarla. Las capas de contacto antiadherente de papel de aluminio se desprendieron a continuación de la muestra y se desecharon. El exceso de material acumulado alrededor de la muestra en al menos una cara se desprendió hacia el borde de moldeo y a continuación la muestra se presionó a través del molde. Cada espécimen de prueba se evaluó visualmente para determinar la presencia de huecos/defectos de burbuja y solo se usaron muestras sin defectos en el área de medición del color (0,7 pulg. (17,78 mm) de diámetro mínimo) para la medición del color.

El color de cada muestra se caracterizó utilizando el espacio de color tridimensional de la International Commission on Illumination (Comisión internacional sobre iluminación - CIE)  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ . La dimensión  $L^*$  es una medida de la claridad de una muestra, correspondiendo  $L^*=0$  a la muestra negra más oscura y  $L^*=100$  a la muestra blanca más brillante. La dimensión  $a^*$  es una medida del color rojo o verde de una muestra, correspondiendo los valores positivos de  $a^*$  a un color rojo y los valores negativos de  $a^*$  a un color verde. La dimensión  $b^*$  es una medida del color azul o amarillo de una muestra, correspondiendo los valores positivos de  $b^*$  a un color azul y los valores negativos de  $b^*$  a un color amarillo. Los valores  $L^*a^*b^*$  de cada muestra de espécimen de prueba cuadrada de 30 mm de ancho x 30 mm de largo x 1 mm de grosor se midieron en un espectrofotómetro HunterLab modelo LabScan XE (Hunter Associates Laboratory, Inc., Reston, VA 20190-5280, EE. UU.). El espectrofotómetro se configuró con D65 como iluminante estándar, un ángulo de observador de 10°, una vista de diámetro de área de 1,75 pulg. (44,45 mm), y un diámetro de orificio de 0,7 pulg. (17,78 mm).

La opacidad de cada muestra, que es una medida de la cantidad de luz que pasa a través de la muestra (es decir, una medida de la traslucidez de la muestra), se determinó usando el espectrofotómetro HunterLab anteriormente mencionado utilizando el modo de opacidad de índice de contraste. Se realizaron dos mediciones para determinar la opacidad de cada muestra. Una para medir el valor de brillo de la muestra que tenía un soporte blanco,  $Y_{\text{soporte blanco}}$ , y una para medir el valor de brillo de la muestra que tenía un soporte negro,  $Y_{\text{soporte negro}}$ . La opacidad se calculó entonces a partir de los valores de brillo utilizando la siguiente ecuación 2:

(II)

$$\% \text{ Opacidad} = \frac{Y_{\text{soporte negro}}}{Y_{\text{soporte blanco}}} * 100$$

Análisis elemental:

Muchas fuentes de polipropileno recuperado tienen concentraciones excesivamente altas de contaminación por metales pesados. La presencia de metales pesados, por ejemplo, plomo, mercurio, cadmio, y cromo, puede impedir el uso de polipropileno recuperado en determinadas aplicaciones, tales como aplicaciones de contacto con alimentos o medicamentos o aplicaciones para dispositivos médicos. Por lo tanto, la medición de la concentración de metales pesados es importante a la hora de determinar la eficacia de un método para purificar polímeros.

Se llevó a cabo un análisis de elementos mediante Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (Espectrometría de Masas con Plasma Acoplado Inductivamente - ICP-MS). Se prepararon soluciones de ensayo en n=2 a n=6 dependiendo de la disponibilidad de las muestras combinando ~0,25 g de muestra con 4 ml de ácido nítrico concentrado y 1 ml de hydrofluoric acid (ácido fluorhídrico - HF). Las muestras se digirieron utilizando un protocolo de digestión por microondas Ultrawave que consistió en una rampa de 20 min a 125 °C, una rampa de 10 min a 250 °C y manteniendo 20 min a 250 °C. Las muestras digeridas se enfriaron a temperatura ambiente. Las muestras digeridas se diluyeron a 50 ml tras añadir 0,25 ml de Ge y Rh de 100 ppm como patrón interno. Para evaluar la precisión de la medición, se prepararon adiciones previas a la digestión preparadas por adición de polímero virgen. Las muestras adicionadas con polímero virgen se pesaron utilizando el mismo procedimiento mencionado anteriormente y se les añadió la cantidad adecuada de cada elemento estándar de interés, lo que incluía los siguientes: Na, Al, Ca, Ti, Cr, Fe, Ni, Cu, Zn, Cd y Pb. Las adiciones se prepararon a dos niveles diferentes: una "adición de bajo nivel" y una "adición de alto nivel". Cada pico se preparó por triplicado. Además de adicionar polímero virgen, también se adicionó un blanco para verificar que no se habían producido errores durante el pipeteado y para hacer un seguimiento de la recuperación durante el proceso. Las muestras adicionadas con blanco también se prepararon por triplicado a los dos niveles diferentes y se trataron de la misma manera que el polímero virgen adicionado y las muestras de ensayo. Se

5 fabricó una curva de calibración de 9 puntos preparando soluciones de 0,05, 0,1, 0,5, 1, 5, 10, 50, 100 y 500 ppb que  
 contenían Na, Al, Ca, Ti, Cr, Fe, Ni, Cu, Zn, Cd y Pb. Se prepararon todos los estándares de calibración mediante la  
 dilución de soluciones estándar de referencia puras y 0,25 ml de Ge y Rh de 100 ppm como patrón interno con 4 ml  
 de ácido nítrico concentrado y 1 ml de HF concentrado. Los patrones preparados, las muestras de ensayo y las  
 10 muestras de ensayo adicionadas se analizaron con el uso de un Agilent 8800 ICP-QQQMS, optimizado según las  
 recomendaciones del fabricante. El valor m/z monitorizado para cada analito y el gas de celda de colisión utilizado  
 para el análisis fueron los siguientes: Na, 23 m/z, H<sub>2</sub>; Al, 27 m/z, H<sub>2</sub>; Ca, 40 m/z, H<sub>2</sub>; Ti, 48 m/z, H<sub>2</sub>; Cr, 52 m/z, He; Fe,  
 56 m/z, H<sub>2</sub>; Ni, 60 m/z; sin gas; Cu, 65 m/z, sin gas; Zn, 64 m/z, He; Cd, 112 m/z; H<sub>2</sub>; Pb, suma de 206 ≥ 206, 207 ≥  
 207, 208 ≥ 208 m/z, sin gas; Ge, 72 m/z, todos los modos; Rh, 103 m/z, todos los modos. Se utilizó Ge como patrón  
 interno para todos los elementos < 103 m/z y se utilizó Rh para todos los elementos > 103 m/z.

Contenido de ceniza residual:

15 Muchas fuentes de polipropileno recuperado contienen diversas cargas, por ejemplo, carbonato de calcio, talco y fibra  
 de vidrio. Aunque son útiles en la aplicación original del polipropileno recuperado, estas cargas alteran las propiedades  
 físicas de un polímero de un modo que puede ser no deseable para la siguiente aplicación del polipropileno  
 recuperado. Por lo tanto, la medición de la cantidad de carga es importante cuando se determina la eficacia de un  
 método para purificar polímeros.

20 Se llevó a cabo un Thermogravimetric analysis (Análisis termogravimétrico - TGA) para cuantificar la cantidad de  
 materiales no combustibles en la muestra (a veces denominada contenido de ceniza). Se cargaron aproximadamente  
 5-15 mg de muestra en una cubeta de muestra de platino y se calientan hasta 700 °C a una velocidad de 20 °C/min  
 en una atmósfera de aire en un instrumento de TGA TA Instruments modelo Q500. La muestra se mantuvo isotérmica  
 durante 10 min a 700 °C. El porcentaje de masa residual se midió a 700 °C después del mantenimiento isotérmico.

25 Análisis de olor:

30 El análisis sensorial del olor se realizó colocando aproximadamente 3 g de cada muestra en un vial de vidrio de 20 ml  
 y equilibrando la muestra a temperatura ambiente durante al menos 30 min. Después del equilibrio, cada vial se abrió  
 y un graduador entrenado para determinar la intensidad del olor y el perfil del descriptor olisqueó el espacio superior.  
 La intensidad del olor se calificó según la siguiente escala:

5 = Muy fuerte

35 4 = Fuerte

3 = Moderado

40 2 = De débil a moderado

1 = Débil

0 = Sin olor

45 Análisis de contaminación polimérica:

50 Muchas fuentes de polipropileno recuperado, especialmente polipropileno recuperado que se origina a partir de fuentes  
 de corriente mixta, pueden contener una contaminación polimérica no deseable. Sin pretender imponer ninguna teoría,  
 la contaminación polimérica, por ejemplo, la contaminación de polietileno en el polipropileno, puede afectar a las  
 propiedades físicas del polímero debido a la presencia de fases heterogéneas y a las débiles interconexiones  
 resultantes. Además, la contaminación polimérica también puede aumentar la opacidad del polímero e influir en el  
 color. Por lo tanto, la medición de la contaminación polimérica es importante cuando se determina la eficacia de un  
 método para purificar polímeros.

55 La contaminación polimérica semicristalina se evaluó utilizando Differential Scanning Calorimetry (Calorimetría  
 diferencial de barrido - DSC). Para medir la cantidad de contaminación de polietileno en polipropileno, se preparó un  
 conjunto de cinco mezclas de polipropileno/polietileno con 2, 4, 6, 8 y 10 % en peso de Formolene® HB5502F HDPE  
 (Formosa Plastics Corporation, EE. UU.) en polipropileno Pro-fax 6331 (LyondellBasell Industries Holdings, B.V.). Se  
 sellaron aproximadamente 5-15 mg de cada muestra en una cubeta de DSC de aluminio y se analizaron en un  
 60 instrumento de DSC TA Instruments modelo Q2000 con el siguiente método:

1. Equilibrar a 30,00 °C

65 2. Rampa 20,00 °C/min a 200,00 °C

3. Marcar final del ciclo 0

4. Rampa 20,00 °C/min a 30,00 °C
5. Marcar final del ciclo 1
6. Rampa 20,00 °C/min a 200,00 °C
7. Marcar final del ciclo 2
8. Rampa 20,00 °C/min a 30,00 °C
9. Marcar final del ciclo 3
10. Rampa 5,00 °C/min a 200,00 °C
11. Marca final del ciclo 4

La entalpía de fusión para el pico de HDPE alrededor de 128 °C se calculó para cada muestra de contenido conocido de HDPE utilizando el termograma de DSC de 5,00 °C/min. Se estableció una curva de calibración lineal, mostrada en la Fig. 2, que representa la entalpía de fusión frente a la concentración de HDPE conocida (% en peso).

Las muestras que tienen un contenido de PE desconocido se analizaron utilizando el mismo equipo y método de DSC anteriormente mencionado. Se calculó el contenido de PE utilizando la mencionada curva de calibración. El HDPE específico utilizado para generar la curva de calibración tendrá con gran probabilidad un grado diferente de cristalinidad que la contaminación de polietileno (o mezcla de polietileno) que pueda estar presente en una muestra de polipropileno recuperado. El grado de cristalinidad puede influir independientemente en la entalpía de fusión medida para el polietileno e influir por lo tanto en el cálculo resultante del contenido de polietileno. Sin embargo, el método de prueba de DSC descrito en la presente memoria es para usar como medición relativa para comparar la eficacia de diferentes métodos para purificar polímeros y no debe considerarse una cuantificación rigurosa del contenido de polietileno en una mezcla de polímeros. Aunque el método anteriormente mencionado describe la medición de contaminación de polietileno en polipropileno, este método puede aplicarse a la medición de otros polímeros semicristalinos utilizando diferentes intervalos de temperatura y picos en el termograma de DSC. Además, también se pueden utilizar métodos alternativos, tales como espectroscopía de nuclear magnetic resonance (resonancia magnética nuclear - NMR) para medir la cantidad tanto de contaminación polimérica semicristalina como amorfa en una muestra.

### Ejemplos

Los ejemplos siguientes describen y demuestran más detalladamente realizaciones dentro del ámbito de la presente invención.

#### Ejemplo 1

Se obtuvo una muestra de copos de color mezclados con polipropileno reciclado obtenido después del consumo de un proveedor de resinas recicladas. El polipropileno reciclado después del consumo era procedente de los Estados Unidos y de Canadá. El copo de colores mezclados, tal y como se recibió, se homogeneizó mediante combinación en un extrusor de doble tornillo Century/W&P ZSK30 equipado con tornillos para fines generales de 30 mm, cada uno de ellos con los elementos estándar de mezclado y transporte. La velocidad de rotación del tornillo fue de aproximadamente 50 rpm, el rendimiento del alimentador fue de aproximadamente 20 lb/hora (9,07 kg/hora) y la temperatura del cilindro estaba comprendida de aproximadamente 210 °C en la matriz a aproximadamente 150 °C en la garganta de alimentación. La hebra gris que sale del extrusor se enfrió en un baño de agua a temperatura ambiente, se secó con aire y se cortó obteniéndose perlas.

La muestra se caracterizó utilizando el método de ensayo descrito en la presente memoria y los datos resultantes se resumen en la Tabla 1. El propósito de este ejemplo es mostrar las propiedades de una resina reciclada obtenida de forma posterior al consumo representativa antes de la purificación.

Las pastillas y los correspondientes especímenes de ensayo cuadrados eran de color gris oscuro como indican los valores de  $L^*a^*b^*$  de los especímenes de prueba cuadrados. La opacidad de las muestras tenía un promedio de aproximadamente 100 % opacidad (es decir, sin translucidez). Una fotografía de la probeta de ensayo cuadrada se muestra en la Fig. 4 como Ejemplo 1. Como se muestra en la Fig. 4, el espécimen era de color oscuro y carecía de translucidez.

Este ejemplo sirve como base representativa de la contaminación por metales pesados presente en el polipropileno reciclado obtenido de forma posterior al consumo. En comparación con otros ejemplos, se descubrió que la contaminación de metales pesados era mucho mayor en el polipropileno reciclado obtenido de forma posterior al consumo.

Las muestras del Ejemplo 1 tenían valores de contenido de ceniza con un promedio de aproximadamente 1,2117 % en peso, lo que también sirve como base para la cantidad de sustancias no combustibles a menudo presentes en el polipropileno reciclado obtenido de forma posterior al consumo.

Este ejemplo sirve como base representativa de la contaminación por compuestos olorosos presente en el polipropileno reciclado obtenido de forma posterior al consumo. Se encontró que las muestras del Ejemplo 1 tenían una intensidad de olor de 3,75 en una escala de 5 puntos (siendo 5 la de mayor intensidad), y se describieron como con un olor "a basura", "a polvo" o "acre".

Este ejemplo sirve como base representativa de la contaminación por polietileno presente en el polipropileno reciclado obtenido de forma posterior al consumo. Las muestras del Ejemplo 1 tenían contenidos de polietileno promediados a aproximadamente 5,5 % en peso.

## Ejemplo 2

La muestra de copos de color mezclado de polipropileno reciclado obtenido de forma posterior al consumo descrita en el Ejemplo 1 se procesó utilizando el aparato experimental mostrado en la Fig. 3 y el siguiente procedimiento:

1. Se cargaron 237 g de copos de color mixto en un recipiente a presión de columna de extracción de 1,1 L con un diámetro interno (DI) de 1,75" (4,45 cm) y una longitud de 28" (71,12 cm) que se calentó a una temperatura superficial externa de 175 °C.

2. Se comprimió el disolvente de n-butano líquido a aproximadamente 2.150 psig (14,82 MPa) usando una bomba de desplazamiento positivo y se precalentó a una temperatura de aproximadamente 110 °C usando dos intercambiadores de calor antes de introducirse en la parte inferior de la columna de extracción.

3. La corriente de fluido que sale de la parte superior de la columna de extracción se introdujo en la parte superior de un segundo recipiente a presión de 0,5 L con un DI de 2" (5,08 cm) y una longitud de aproximadamente 8,5" (21,59 cm) que se calentó a una temperatura superficial externa de 175 °C. El segundo recipiente presurizado contenía 150 ml de gel de sílice (Silicycle Ultra Pure Silica Gels, SiliaFlash GE60, Parc-Technologies, EE. UU.) previamente mezclado en un vaso de precipitado con 150 ml de óxido de aluminio (Activated Alumina, Selexsorb CDX, 7x14, BASF, EE. UU.).

4. La corriente de fluido que salía del fondo del segundo recipiente de presión se despresurizó a través de una válvula de expansión hacia un matraz Erlenmeyer de brazo lateral. Después de despresurizar la corriente de fluido hacia el matraz Erlenmeyer, se purgó el vapor del disolvente a través del orificio de la abertura del brazo lateral y se recogieron los líquidos/sólidos en el matraz. El disolvente de n-butano se eluyó a través del sistema a 2.150 psig (14,82 MPa) hasta que no se observó material adicional acumulado en el matraz. Se recogieron 19,93 g de sólidos blancos que se marcaron como 'Fracción 1'.

5. El matraz Erlenmeyer se sustituyó por un matraz vacío y limpio, y después la presión del sistema se aumentó a 2.400 psig (16,55 MPa).

6. La presión del sistema se mantuvo a 2.400 psig (16,55 MPa) hasta que no se observó ningún otro material sólido eluyendo del sistema. Se recogieron 89,35 g de sólidos blancos que se marcaron como 'Fracción 2'.

7. El matraz Erlenmeyer se sustituyó por un matraz vacío y limpio, y después la presión del sistema se aumentó a 2.500 psig (17,24 MPa).

8. La presión del sistema se mantuvo a 2.500 psig (17,24 MPa) hasta que no se observó ningún otro material sólido eluyendo del sistema. Se recogieron 58,18 g de sólidos blancos que se marcaron como 'Fracción 3'.

9. El matraz Erlenmeyer se sustituyó por un matraz vacío y limpio, y después la presión del sistema se aumentó a 2.600 psig (17,93 MPa).

10. La presión del sistema se mantuvo a 2.600 psig (17,93 MPa) hasta que no se observó ningún otro material sólido eluyendo del sistema. Se recogieron 7,29 g de sólidos blancos que se marcaron como 'Fracción 4'.

11. El matraz Erlenmeyer se sustituyó por un matraz vacío y limpio, y después la presión del sistema se aumentó a 3.000 psig (20,68 MPa).

12. La presión del sistema se mantuvo a 3.000 psig (20,68 MPa) hasta que no se observó ningún otro material sólido eluyendo del sistema. Se recogieron 5,58 g de sólidos blanquecinos que se marcaron como 'Fracción 5'.

## ES 2 965 745 T3

13. Las muestras recogidas en cada matraz se dejaron desgasificar a temperatura y presión ambiente durante al menos dos días antes de caracterizarse usando los métodos de ensayo descritos en la presente memoria.

Los datos para el material sólido blanco recogido a 2.400 psig (16,55 MPa) como Fracción 2 se resumen en la Tabla 1.

5

Tabla 1. Eliminación de color, contaminación y olor de los Ejemplos 1-4

	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo 4
Fracción	N/A	Fracción 2	Fracción 2	Fracción 1
Medio sólido	N/A	150 ml de gel de sílice mezclado con 150 ml de óxido de aluminio	150 ml de gel de sílice mezclado con 150 ml de óxido de aluminio	150 ml de gel de sílice mezclado con 150 ml de óxido de aluminio
Color L*	39,76 ± 0,24 (n = 3)	85,29 ± 0,17 (n = 3)	84,57 ± 0,39 (n = 3)	82,18 ± 0,99 (n = 3)
Color a*	-2,51 ± 0,04 (n = 3)	-0,69 ± 0,02 (n = 3)	-0,68 ± 0,04 (n = 3)	-0,93 ± 0,14 (n = 3)
Color b*	-1,20 ± 0,11 (n = 3)	2,27 ± 0,08 (n = 3)	3,08 ± 0,10 (n = 3)	3,40 ± 0,48 (n = 3)
Opacidad (Y)	100,19 ± 0,15 (n = 3)	7,90 ± 0,19 (n = 3)	9,58 ± 0,94 (n = 3)	22,18 ± 6,93 (n = 3)
Na (ppb) LOQ=100 ppb	136.000 ± 109.000 (n = 6)	2.630 ± 3130 (n = 5)	36.100 ± 17.300 (n = 6)	2.790 ± 1140 (n = 6)
Al (ppb) LOQ=1000 ppb	192.000 ± 17.300 (n = 6)	<LOQ	50.800 ± 17.300 (n = 6)	3.160 ± 1.710 (n = 6)
Ca (ppb) LOQ=1000 ppb	1.590.000 ± 79.500 (n = 6)	2.680 ± 2.439 (n = 5)	13.100 ± 4.580 (n = 6)	4.710 ± 1.650 (n = 6)
Ti (ppb) LOQ=100 ppb	2.800.000 ± 28.000 (n = 6)	638 ± 70 (n = 5)	755 ± 219 (n = 6)	9.710 ± 6.210 (n = 6)
Cr (ppb) LOQ=10 ppb	4.710 ± 612 (n = 6)	17,5 ± 20,5 (n = 5)	130 ± 49 (n = 6)	97,7 ± 89,9 (n = 6)
Fe (ppb) LOQ=1000 ppb	108.000 ± 1.080 (n = 6)	<LOQ	<LOQ	1.300 ± 1.300 (n = 6)
Ni (ppb) LOQ=10 ppb	1.160 ± 151 (n = 6)	10,9 ± 7,3 (n = 5)	59,8 ± 23,3 (n = 6)	45,4 ± 49,9 (n = 6)
Cu (ppb) LOQ=10 ppb	15.300 ± 612 (n = 6)	33,0 ± 17,2 (n = 5)	32,7 ± 13,7 (n = 6)	242 ± 99,2 (n = 6)
Zn (ppb) LOQ=10 ppb	71.000 ± 1.420 (n = 6)	261 ± 183 (n = 5)	622 ± 454 (n = 6)	1.060 ± 519 (n = 6)
Cd (ppb) LOQ=10 ppb	1.620 ± 113 (n = 6)	<LOQ	<LOQ	10,8 ± 7,24 (n = 6)
Pb (ppb) LOQ=10 ppb	12.166 ± 243 (n = 6)	<LOQ	<LOQ	80,0 ± 43,2 (n = 6)
Contenido de ceniza (% res de TGA)	1,2117 ± 0,1501 (n=3)	0,2897 ± 0,1533 (n=3)	0,1614 ± 0,0833 (n=3)	0,2812 ± 0,1342 (n=3)
Intensidad de olor (0-5)	3,75	0,5	3	2,25
Descriptor de olor	a basura, polvo, acre	a plástico, gasolina	a plástico, disolvente	a menta/alcanfor, ácido, plástico, quemado
Contenido de PE (% en peso) método DSC LOQ=1 %	5,5 ± 0,3 % (n = 3)	<LOQ	<LOQ	1,9 ± 0,6 % (n = 3)

Tabla 2. Eliminación de color, contaminación y olor de los Ejemplos 5-8

	Ejemplo 5	Ejemplo 6	Ejemplo 7	Ejemplo 8
Fracción	Fracción 2	Las fracciones 1 y 2 del Ejemplo 3 combinadas	Fracción 2	N/A
Medio sólido	180 ml de gel de sílice	150 ml de gel de sílice mezclado con 150 ml de óxido de aluminio	Ninguno	Tierra de Fuller
Color L*	82,00 ± 0,82 (n = 3)	84,51 ± 0,21 (n = 3)	50,51 ± 0,49 (n = 3)	63,15 (n = 1)
Color a*	-0,84 ± 0,09 (n = 3)	-0,82 ± 0,07 (n = 3)	-3,09 ± 0,14 (n = 3)	0,27 (n = 1)
Color b*	3,40 ± 0,13 (n = 3)	3,00 ± 0,22 (n = 3)	10,23 ± 1,61 (n = 3)	5,79 (n = 1)
Opacidad (Y)	18,63 ± 2,04 (n = 3)	9,14 ± 0,47 (n = 3)	87,20 ± 2,01 (n = 3)	24,96 (n = 1)
Na (ppb) LOQ=100 ppb	2.960 ± 829 (n = 5)	19.700 ± 11.600 (n = 6)	33.300 ± 4660 (n = 3)	5.120 ± 410 (n = 2)
Al (ppb) LOQ=1000 ppb	2.070 ± 124 (n = 5)	3.610 ± 1.910 (n = 6)	43.500 ± 1740 (n = 3)	109.000 ± 2.180 (n = 2)
Ca (ppb) LOQ=1000 ppb	2.740 ± 493 (n = 5)	8.490 ± 4.670 (n = 6)	13.100 ± 4590 (n = 3)	15.600 ± 312 (n = 2)
Ti (ppb) LOQ=100 ppb	10.400 ± 936 (n = 5)	2.180 ± 1.110 (n = 6)	864.000 ± 25.900 (n = 3)	64.100 ± 135 (n = 2)
Cr (ppb) LOQ=10 ppb	47,6 ± 28,6 (n = 5)	239 ± 206 (n = 6)	996 ± 189 (n = 3)	757 ± 204 (n = 2)
Fe (ppb) LOQ=1000 ppb	<LOQ	1.040 ± 967 (n = 6)	19.300 ± 965 (n = 3)	55.700 ± 557 (n = 2)
Ni (ppb) LOQ=10 ppb	38,6 ± 33,2 (n = 5)	208 ± 245 (n = 6)	148 ± 20,7 (n = 3)	218 ± 0,196 (n = 2)
Cu (ppb) LOQ=10 ppb	64,7 ± 4,53 (n = 5)	144 ± 232 (n = 6)	2.890 ± 86,7 (n = 3)	639 ± 345 (n = 2)
Zn (ppb) LOQ=10 ppb	803 ± 88,3 (n = 5)	652 ± 267 (n = 6)	19.600 ± 7250 (n = 3)	2.950 ± 443 (n = 2)
Cd (ppb) LOQ=10 ppb	13,0 ± 6,50 (n = 5)	<LOQ	389 ± 121 (n = 3)	30,7 ± 1,23 (n = 2)
Pb (ppb) LOQ=10 ppb	118 ± 135 (n = 5)	24,0 ± 13,0 (n = 6)	1.310 ± 236 (n = 3)	121 ± 0,061 (n = 2)
Contenido de ceniza (% res de TGA)	0,5723 ± 0,0610 (n=3)	0,4951 ± 0,2448 (n=3)	0,3154 ± 0,0024 (n=3)	0,3294 ± 0,0948 (n=3)
Intensidad de olor (0-5)	4	3,75	1	5
Descriptor de olor	a sucio, oleoso, menta/alcanfor	a cloro, plástico, aceitoso, grasiento	a plástico, petróleo	a gasolina
Contenido de PE (% en peso) método DSC LOQ=1 %	1,7 ± 0,3 % (n = 3)	<LOQ	1,2 ± 0,1 % (n = 3)	5,5 ± 0,1 % (n = 3)

5 Los sólidos aislados en las fracciones 1-5 de este ejemplo eran de color blanco. Cuando los sólidos blancos de la fracción 2 se moldearon por compresión obteniéndose probetas de ensayo cuadradas, las probetas eran incoloras y transparentes y tenían un aspecto similar al del polipropileno virgen. Una fotografía de la probeta de ensayo cuadrada se muestra en la Fig. 4 como Ejemplo 2. Como se muestra en la Fig. 4, el espécimen era claro y comparable en términos de color y translucidez a polipropileno virgen. Los valores  $L^*a^*b^*$  mostraban que los especímenes de prueba cuadrados eran esencialmente incoloros y mostraban una mejora muy significativa en términos de color con respecto a los especímenes de prueba cuadrados del Ejemplo 1 (es decir, polipropileno obtenido de forma posterior al consumo tal y como se recibió). Los valores  $L^*$  para las probetas de ensayo cuadradas de la fracción 2 del Ejemplo 2 tuvieron un promedio de 85,29, mucho mejores en comparación con los valores  $L^*$  de las probetas de ensayo cuadradas del Ejemplo 1, que tuvieron un promedio de 39,76. La opacidad de las probetas de ensayo cuadradas de la fracción 2 del Ejemplo 2, que tuvieron un promedio de opacidad de 7,90 % (es decir, una translucidez de aproximadamente 92 %),

10

también mejoró mucho en comparación con los valores de opacidad de las probetas de ensayo cuadradas del Ejemplo 1, que tuvieron una opacidad promedio de 100 %.

La concentración de contaminación por metales pesados para las muestras de la fracción 2 del ejemplo 2 también mejoró mucho en comparación con las muestras del Ejemplo 1. Por ejemplo, la concentración de sodio en las muestras de la fracción 2 del Ejemplo 2 tenía un promedio de solamente 2.630 ppb mientras que la concentración de sodio en las muestras del Ejemplo 1 tenía un promedio de 136.000 ppb (una reducción de aproximadamente 98 %). Las concentraciones de aluminio, hierro, cadmio y plomo estaban por debajo del límite de cuantificación para las muestras de la fracción 2 del Ejemplo 2, mientras que la concentración de los mismos elementos en las muestras del Ejemplo 1 promedió 192.000, 108.000, 1.620 y 12.166 ppb, respectivamente. Todas las concentraciones de todos los demás elementos medidos (calcio, titanio, cromo, níquel, cobre y cinc) se redujo más de un 99 % para las muestras de la fracción 2 del Ejemplo 2 con relación a las muestras del Ejemplo 1.

Las muestras de la fracción 2 del Ejemplo 2 tenían un promedio de valores de contenido de ceniza de aproximadamente 0,2897 % en peso, que eran significativamente inferiores a los valores del contenido de ceniza correspondientes a las muestras del Ejemplo 1, que tenían un promedio de aproximadamente 1,2117 % en peso.

Se encontró que las muestras de la fracción 2 del Ejemplo 2 tenían una intensidad de olor de 0,5 en una escala de 5 puntos (siendo 5 el más intenso), que fue mucho mejor en comparación con la intensidad de olor de las muestras del Ejemplo 1, que tenían una intensidad de olor de 3,75. Aunque tenían una intensidad de olor baja, las muestras de la fracción 2 del Ejemplo 2 se han descrito como muestras de olor de tipo "plástico" o "gasolina" similar al del polipropileno virgen.

Cualquier contenido de polietileno en las muestras de la fracción 2 del Ejemplo 2 estaba por debajo del límite de cuantificación, lo que mejoró mucho en comparación con el contenido de polietileno de las muestras del Ejemplo 1, que promedió aproximadamente 5,5 % en peso.

La Fig. 5 es un gráfico de barras de la opacidad e intensidad de olor del polipropileno reciclado purificado del Ejemplo 2 en comparación con el polipropileno reciclado no tratado (Ejemplo 1), el polipropileno reciclado tratado según el método descrito en el documento EP0849312 A1 (Ejemplo 8) y una muestra comparativa de polipropileno virgen. Como se muestra en la Fig. 5, el polipropileno reciclado purificado del Ejemplo 2 tuvo tanto una baja opacidad como una baja intensidad del olor y fue similar a la muestra comparativa de polipropileno virgen.

### Ejemplo 3

La muestra de copos de color mezclado de polipropileno reciclado obtenido de forma posterior al consumo descrita en el Ejemplo 1 se procesó utilizando el aparato experimental mostrado en la Fig. 3 y el siguiente procedimiento:

1. Se cargaron 225 g de copos de color mixto en un recipiente presurizado de una columna de extracción de 1,1 L con un diámetro interno (DI) de 1,75" (44,45 mm) y una longitud de 28" (71,12 cm) que se calentó a una temperatura superficial externa de 135 °C.

2. Se presurizó el disolvente de n-butano líquido a aproximadamente 1.000 psig (6,89 MPa) usando una bomba de desplazamiento positivo y se precalentó a una temperatura de aproximadamente 90 °C usando dos intercambiadores de calor antes de introducirse en la parte inferior de la columna de extracción.

3. La corriente de fluido que sale de la parte superior de la columna de extracción se introdujo en la parte superior de un segundo recipiente a presión de 0,5 L con un DI de 2" (5,08 cm) y una longitud de aproximadamente 8,5" (21,59 cm) que se calentó a una temperatura superficial externa de 135 °C. El segundo recipiente presurizado contenía 150 ml de gel de sílice (Silicycle Ultra Pure Silica Gels, SiliaFlash GE60, Parc-Technologies, EE. UU.) previamente mezclado en un vaso de precipitado con 150 ml de óxido de aluminio (Activated Alumina, Selexsorb CDX, 7x14, BASF, EE. UU.).

4. La corriente de fluido que salía del fondo del segundo recipiente de presión se despresurizó a través de una válvula de expansión hacia un matraz Erlenmeyer de brazo lateral. Después de despresurizar la corriente de fluido hacia el matraz Erlenmeyer, se purgó el vapor del disolvente a través del orificio de la abertura del brazo lateral y se recogieron los líquidos/sólidos en el matraz. El disolvente de n-butano se eluyó a través del sistema a 1.000 psig (6,89 MPa) hasta que no se observó material adicional acumulado en el matraz. Se recogieron 27,52 g de sólidos blanquecinos que se marcaron como 'Fracción 1'.

5. El matraz Erlenmeyer se sustituyó por un matraz vacío y limpio, y después la presión del sistema se aumentó a 1.500 psig (10,34 MPa).

6. La presión del sistema se mantuvo a 1.500 psig (10,34 MPa) hasta que no se observó ningún otro material sólido eluyendo del sistema. Se recogieron 59,25 g de sólidos blanquecinos que se marcaron como 'Fracción 2'.

7. A continuación, la muestra de fracción 2 recogida a 1.500 psig (10,34 MPa) se dejó desgasificar a temperatura y presión ambiente durante al menos dos días antes de caracterizarse usando los métodos de ensayo descritos en la presente memoria.

5 Los datos para la muestra de la fracción 2 recolectada a 1.500 psig (10,34 MPa) se resumen en la Tabla 1.

Los sólidos aislados en la fracción 2 en este ejemplo eran de color ligeramente blanquecino. Cuando estos sólidos se moldearon por compresión obteniéndose probetas de ensayo cuadradas, las probetas de la fracción 2 fueron casi incoloras y transparentes y tenían un aspecto casi similar al del polipropileno virgen. Una fotografía de la probeta de ensayo cuadrada se muestra en la Fig. 4 como Ejemplo 3. Como se muestra en la Fig. 4, el espécimen era claro y comparable en términos de color y traslucidez a polipropileno virgen. Los valores  $L^*a^*b^*$  mostraban también que las probetas de ensayo cuadradas de la fracción 2 eran esencialmente incoloras y mostraban una mejora muy significativa en términos de color con respecto a las probetas de ensayo cuadradas del Ejemplo 1 (es decir, polipropileno obtenido de forma posterior al consumo tal y como se recibió). Los valores  $L^*$  para las probetas de ensayo cuadradas de la fracción 2 del Ejemplo 3 tuvieron un promedio de 84,57, mucho mejores en comparación con los valores  $L^*$  de las probetas de ensayo cuadradas del Ejemplo 1, que tuvieron un promedio de 39,76. La opacidad de las probetas de ensayo cuadradas de la fracción 2 del Ejemplo 3, que tuvieron un promedio de opacidad de 9,58 % (es decir, una traslucidez de aproximadamente 90 %), también mejoró mucho en comparación con los valores de opacidad de las probetas de ensayo cuadradas del Ejemplo 1, que tuvieron una opacidad promedio de 100 %.

La concentración de contaminación por metales pesados para las muestras de la fracción 2 del ejemplo 3 también mejoró mucho en comparación con las muestras del Ejemplo 1. Por ejemplo, las concentraciones de sodio en las muestras de la fracción 2 del Ejemplo 3 tenían un promedio de 36.100 ppb mientras que las concentraciones de sodio en las muestras del Ejemplo 1 tenían un promedio de 136.000 ppb (una reducción de aproximadamente 74 %). Las concentraciones de hierro, cadmio y plomo estuvieron por debajo del límite de cuantificación para las muestras de la fracción 2 del Ejemplo 3, mientras que las concentraciones de los mismos elementos en las muestras del Ejemplo 1 promediaron 108.000, 1.620 y 12.166 ppb, respectivamente. Las concentraciones de calcio, titanio, cromo, níquel, cobre y cinc se redujeron más de un 95 % para las muestras de la fracción 2 del Ejemplo 3 con relación a las muestras del Ejemplo 1. La concentración de aluminio se redujo en aproximadamente un 74 % en la misma comparación.

Las muestras de la fracción 2 del Ejemplo 3 tenían un promedio de valores de contenido de ceniza de aproximadamente 0,1614 % en peso, que era significativamente inferior a los valores del contenido de ceniza correspondientes a las muestras del Ejemplo 1, que tenían un promedio de aproximadamente 1,2117 % en peso.

Se encontró que las muestras de la fracción 2 del Ejemplo 3 tenían una intensidad de olor de 3 en una escala de 5 puntos (siendo 5 el más intenso), que fue algo mejor en comparación con la intensidad de olor de las muestras del Ejemplo 1, que tenían una intensidad de olor de 3,75. Las muestras de la fracción 2 del Ejemplo 3 tenían un olor descrito como “a plástico” o “a disolvente”.

Cualquier contenido de polietileno en las muestras de la fracción 2 del Ejemplo 3 estaba por debajo del límite de cuantificación, lo que mejoró mucho en comparación con el contenido de polietileno de las muestras del Ejemplo 1, que promedió aproximadamente 5,5 % en peso.

#### Ejemplo 4

La muestra de copos de color mezclado de polipropileno reciclado obtenido de forma posterior al consumo descrita en el Ejemplo 1 se procesó utilizando el aparato experimental mostrado en la Fig. 3 y el siguiente procedimiento:

1. Se cargaron 236 g de copos de color mixto en un recipiente presurizado de una columna de extracción de 1,1 L con un diámetro interno (DI) de 1,75” (44,45 mm) y una longitud de 28” (71,12 cm) que se calentó a una temperatura superficial externa de 175 °C.

2. Se presurizó el disolvente de hexanos (mezcla de isómeros) líquido a aproximadamente 200 psig (1,38 MPa) usando una bomba de desplazamiento positivo y se precalentó a una temperatura de aproximadamente 110 °C usando dos intercambiadores de calor antes de introducirse en la parte inferior de la columna de extracción.

3. La corriente de fluido que sale de la parte superior de la columna de extracción se introdujo en la parte superior de un segundo recipiente a presión de 0,5 l con un DI de 2” (50,8 mm) y una longitud de aproximadamente 8,5” (21,59 cm) que se calentó a una temperatura superficial externa de 175 °C. El segundo recipiente presurizado contenía 150 ml de gel de sílice (Silicycle Ultra Pure Silica Gels, SiliaFlash GE60, Parc-Technologies, EE. UU.) previamente mezclado en un vaso de precipitado con 150 ml de óxido de aluminio (Activated Alumina, Selexsorb CDX, 7x14, BASF, EE. UU.).

4. La corriente de fluido que salía del fondo del segundo recipiente de presión se despresurizó a través de una válvula de expansión hacia un matraz Erlenmeyer de brazo lateral. Después de despresurizar la corriente de fluido en el matraz Erlenmeyer, la solución de líquidos/sólidos se recogió en el matraz. El disolvente de hexanos se eluyó a

través del sistema a 200 psig (1,38 MPa) hasta que no se observó material adicional acumulado en el matraz. Se recogieron 102,11 g de sólidos blanquecinos (después de la evaporación del disolvente) y se marcaron como "Fracción 1".

5 5. El matraz Erlenmeyer se sustituyó por un matraz vacío y limpio, y después la presión del sistema se aumentó a 300 psig (2,07 MPa).

6. La presión del sistema se mantuvo a 300 psig (2,07 MPa) hasta que no se observó ningún otro material sólido eluyendo del sistema. Se recogieron 71,08 g de sólidos blanquecinos (después de la evaporación del disolvente) y se marcaron como "Fracción 2".

7. El disolvente de hexanos se retiró de todas las muestras mediante evaporación y después las muestras se dejaron desgasificar a temperatura y presión ambiente durante al menos dos días antes de caracterizarse usando los métodos de ensayo descritos en la presente memoria.

15 Los datos para la muestra de la fracción 1 recolectada a 200 psig (1,38 MPa) se resumen en la Tabla 1.

Los sólidos aislados en la fracción 1 de este ejemplo eran de color ligeramente blanquecino. Cuando estos sólidos de la fracción 1 se moldearon por compresión obteniéndose probetas de ensayo cuadradas, las probetas eran casi incoloras pero su aspecto era algo turbio. Una fotografía de la probeta de ensayo cuadrada se muestra en la Fig. 4 como Ejemplo 4. Como se muestra en la Fig. 4, la probeta tenía un color y opacidad mejorados con respecto al Ejemplo 1, sin embargo, la probeta también tenía un aspecto turbio en comparación con el PP virgen. Los valores  $L^*a^*b^*$  mostraban que las probetas de ensayo cuadradas de la fracción 1 eran esencialmente incoloras y mostraban una mejora en términos de color con respecto a las probetas de ensayo cuadradas del Ejemplo 1 (es decir, polipropileno obtenido de forma posterior al consumo tal y como se recibió). Los valores  $L^*$  para las probetas de ensayo cuadradas de la fracción 1 del Ejemplo 4 tuvieron un promedio de 82,18, mucho mejores en comparación con los valores  $L^*$  de las probetas de ensayo cuadradas del Ejemplo 1, que tuvieron un promedio de 39,76. La opacidad de las probetas de ensayo cuadradas de la fracción 1 del Ejemplo 4, que tuvieron un promedio de opacidad de 22,18 % también mejoró en comparación con los valores de opacidad de las probetas de ensayo cuadradas del Ejemplo 1, que tuvieron un promedio de opacidad de 100 %. Sin embargo, los valores de opacidad para las probetas de ensayo cuadradas de la fracción 1 del Ejemplo 4 no mejoraron tanto como los valores de opacidad para las probetas de ensayo cuadradas de la fracción 2 de los Ejemplos 2 y 3.

La concentración de contaminación por metales pesados para las muestras de la fracción 1 del Ejemplo 4 también mejoró mucho en comparación con las muestras del Ejemplo 1. Por ejemplo, la concentración de sodio en las muestras de la fracción 1 del Ejemplo 4 tenía un promedio de 2.790 ppb mientras que la concentración de sodio en las muestras del Ejemplo 1 tenía un promedio de 136.000 ppb (una reducción de aproximadamente 97 %). Las concentraciones de aluminio, calcio, titanio, cromo, hierro, níquel, cobre, cinc, cadmio y plomo se redujeron en más del 96 % para las muestras de la fracción 1 del Ejemplo 4 con respecto a las muestras del Ejemplo 1.

Las muestras de la fracción 1 del Ejemplo 4 tenían un promedio de valores de contenido de ceniza de aproximadamente 0,2812 % en peso, que era significativamente inferior a los valores del contenido de ceniza correspondientes a las muestras del Ejemplo 1, que tenían un promedio de aproximadamente 1,2117 % en peso.

Se encontró que las muestras de la fracción 1 del Ejemplo 4 tenían una intensidad de olor de 2,25 en una escala de 5 puntos (siendo 5 el más intenso), que fue mejor en comparación con la intensidad de olor de las muestras del Ejemplo 1, que tenían una intensidad de olor de 3,75. Aunque una intensidad más baja, las muestras de la fracción 1 del Ejemplo 4 tuvieron un olor descrito como "a menta", "a ácido", "a plástico" y "a quemado".

Las muestras de la fracción 1 del Ejemplo 4 tenían valores promedio de contenido de polietileno de aproximadamente 1,9 % en peso, que mejoró en comparación con el contenido de polietileno de las muestras del Ejemplo 1, que tuvieron un promedio de aproximadamente 5,5 % en peso.

#### 55 Ejemplo 5

La muestra de copos de color mezclado de polipropileno reciclado obtenido de forma posterior al consumo descrita en el Ejemplo 1 se procesó utilizando el aparato experimental mostrado en la Fig. 3 y el siguiente procedimiento:

1. Se cargaron 233 g de copos de color mixto en un recipiente presurizado de una columna de extracción de 1,1 L con un diámetro interno (DI) de 1,75" (44,45 mm) y una longitud de 28" (71,12 cm) que se calentó a una temperatura superficial externa de 175 °C.

2. Se presurizó el disolvente de n-butano líquido a aproximadamente 2.050 psig (14,13 MPa) usando una bomba de desplazamiento positivo y se precalentó a una temperatura de aproximadamente 110 °C usando dos intercambiadores de calor antes de introducirse en la parte inferior de la columna de extracción.

3. La corriente de fluido que sale de la parte superior de la columna de extracción se introdujo en la parte superior de un segundo recipiente a presión de 0,5 l con un DI de 2" (50,8 mm) y una longitud de aproximadamente 8,5" (21,59 cm) que se calentó a una temperatura superficial externa de 175 °C. El segundo recipiente a presión contenía 180 ml de gel de sílice (geles Silicycle Ultra Pure Silica, SiliaFlash GE60, Parc-Technologies, EE. UU).

4. La corriente de fluido que salía del fondo del segundo recipiente de presión se despresurizó a través de una válvula de expansión hacia un matraz Erlenmeyer de brazo lateral. Después de despresurizar la corriente de fluido hacia el matraz Erlenmeyer, se purgó el vapor del disolvente a través del orificio de la abertura del brazo lateral y se recogieron los líquidos/sólidos en el matraz. El disolvente de n-butano se eluyó a través del sistema a 2.050 psig (14,13 MPa) hasta que no se observó material adicional acumulado en el matraz. Se recogieron 12,87 g de sólidos blancos que se marcaron como 'Fracción 1'.

5. El matraz Erlenmeyer se sustituyó por un matraz vacío y limpio, y después la presión del sistema se aumentó a 2.500 psig (17,24 MPa).

6. La presión del sistema se mantuvo a 2.500 psig (17,24 MPa) hasta que no se observó ningún otro material sólido eluyendo del sistema. Se recogieron 162,43 g de sólidos blancos que se marcaron como 'Fracción 2'.

7. A continuación, la muestra recogida a 2.500 psig (17,24 MPa) se dejó desgasificar a temperatura y presión ambiente durante al menos dos días antes de caracterizarse usando los métodos de ensayo descritos en la presente memoria.

Los datos para la muestra de fracción 2 recogida a 2.500 psig (17,24 MPa) se resumen en la Tabla 2.

Los sólidos aislados de la fracción 2 en este ejemplo eran de color blanco a ligeramente blanquecino. Cuando estos sólidos de la fracción 2 se moldearon por compresión obteniéndose probetas de ensayo cuadradas, las probetas eran casi incoloras pero su aspecto era algo turbio. Una fotografía de la probeta de ensayo cuadrada se muestra en la Fig. 4 como Ejemplo 5. Como se muestra en la Fig. 4, la probeta tenía un aspecto mejorado en comparación con el Ejemplo 1, pero era ligeramente turbia cuando se compara con el PP virgen. Los valores  $L^*a^*b^*$  mostraban que las probetas de ensayo cuadradas eran esencialmente incoloras y mostraban una mejora muy significativa en términos de color con respecto a las probetas de ensayo cuadradas del Ejemplo 1 (es decir, polipropileno obtenido de forma posterior al consumo tal y como se recibió). Los valores  $L^*$  para las probetas de ensayo cuadradas de la fracción 2 del Ejemplo 5 tuvieron un promedio de 82,00, mucho mejores en comparación con los valores  $L^*$  de las probetas de ensayo cuadradas del Ejemplo 1, que tuvieron un promedio de 39,76. La opacidad de las probetas de ensayo cuadradas de la fracción 2 del Ejemplo 5, que tuvieron un promedio de opacidad de aproximadamente 18,63 % también mejoró en comparación con los valores de opacidad de las probetas de ensayo cuadradas del Ejemplo 1, que tuvieron un promedio de opacidad de 100 %. Sin embargo, los valores de opacidad para las probetas de ensayo cuadradas de la fracción 2 del Ejemplo 5 no mejoraron tanto como los valores de opacidad para las probetas de ensayo cuadradas de la fracción 2 de los Ejemplos 2 y 3. Aunque sin pretender imponer teoría alguna, los solicitantes creen que el aspecto mejorado, pero aún turbio, se debe a la menor carga de gel de sílice (es decir, una longitud de lecho más corta) que permitió que más contaminantes permanecieran en el polímero recogido.

La concentración de contaminación de metales pesados en las muestras de la fracción 2 del Ejemplo 5 también fue mucho mejor en comparación con las muestras del Ejemplo 1. Por ejemplo, la concentración de sodio en las muestras de la fracción 2 del Ejemplo 5 tenía un promedio de 2.960 ppb mientras que la concentración de sodio en las muestras del Ejemplo 1 tenía un promedio de 136.000 ppb (una reducción de aproximadamente 98 %). Las concentraciones de hierro en las muestras de la fracción 2 del Ejemplo 5 estaban por debajo del límite de cuantificación mientras que las concentraciones de hierro en las muestras del Ejemplo 1 promediaron 108.000. Las concentraciones de aluminio, calcio, titanio, cromo, níquel, cobre, cinc, cadmio y plomo se redujeron en más del 97 % para las muestras de la fracción 2 del Ejemplo 5 con respecto a las muestras del Ejemplo 1.

Las muestras de la fracción 2 del Ejemplo 5 tenían un promedio de valores de contenido de ceniza de aproximadamente 0,5723 % en peso, que era inferior a los valores del contenido de ceniza correspondientes a las muestras del Ejemplo 1, que tenían un promedio de aproximadamente 1,2117 % en peso.

Se encontró que las muestras de la fracción 2 del Ejemplo 5 tenían una intensidad de olor de 4 en una escala de 5 puntos (siendo 5 el más intenso), que fue ligeramente superior en comparación con la intensidad de olor de las muestras del Ejemplo 1, que tenían una intensidad de olor de 3,75. Las muestras de la fracción 2 del Ejemplo 5 tenían un olor descrito como "a sucio", "a oleoso" y "a menta". Aunque sin pretender imponer teoría alguna, los solicitantes creen que la mayor intensidad del olor de las muestras del Ejemplo 5 era resultado de la absorción de moléculas odorizantes en gel de sílice durante la primera etapa de extracción (es decir, la recolección de la fracción 1). Debido a la menor cantidad de gel de sílice (y, por lo tanto, una altura de lecho más corta) usada en el Ejemplo 5, las moléculas de odorizante absorbidas probablemente eluyeron con los sólidos recogidos como la fracción 2.

Las muestras de la fracción 2 del Ejemplo 5 tenían un promedio de valores de contenido de polietileno de aproximadamente 1,7 % en peso, que mejoró en comparación con el contenido de polietileno de las muestras del Ejemplo 1, que tuvieron un promedio de aproximadamente 5,5 % en peso.

5 Ejemplo 6

Las muestras del Ejemplo 6 se produjeron combinando los sólidos blancos de la fracción 1 producidos a 1.000 psig (6,89 MPa) del Ejemplo 3 con los sólidos blancos de la fracción 2 producidos a 1.500 psig (10,34 MPa) del Ejemplo 3. La muestra combinada de fracción 1 y fracción 2 se produjo para demostrar el rendimiento de un método para purificar polipropileno sin la etapa de extraer ninguna contaminación extraíble. Los datos de las fracciones 1 y 2 del Ejemplo 3 combinadas se resumen en la Tabla 2.

Quando los sólidos de este ejemplo se moldearon por compresión en probetas de ensayo cuadradas, las probetas tenían un aspecto similar al de las probetas de ensayo cuadradas de la fracción 2 del Ejemplo 3. Una fotografía de la probeta de ensayo cuadrada se muestra en la Fig. 4 como Ejemplo 6. Como se muestra en la Fig. 4, el espécimen era claro y comparable en términos de color y traslucidez a polipropileno virgen. Los valores  $L^*a^*b^*$  mostraban que las probetas de ensayo cuadradas eran esencialmente incoloras y mostraban una mejora muy significativa en términos de color con respecto a las probetas de ensayo cuadradas del Ejemplo 1 (es decir, polipropileno obtenido de forma posterior al consumo tal y como se recibió). Los valores  $L^*$  para las probetas de ensayo cuadradas del Ejemplo 6 tuvieron un promedio de 84,51, mucho mejores en comparación con los valores  $L^*$  de las probetas de ensayo cuadradas del Ejemplo 1, que tuvieron un promedio de 39,76. La opacidad de las probetas de ensayo cuadradas del Ejemplo 6, que tuvieron un promedio de opacidad de 9,14 % (es decir, una traslucidez de casi el 91 %), también mejoró mucho en comparación con los valores de opacidad de las probetas de ensayo cuadradas del Ejemplo comparativo 1, que tuvieron una opacidad promedio de 100 %. Los valores  $L^*a^*b^*$  y las opacidades de las probetas de ensayo cuadradas del Ejemplo 6 también fueron similares a los valores  $L^*a^*b^*$  y las opacidades de las probetas de ensayo cuadradas a partir de la fracción 2 del Ejemplo 3.

Análogamente a la fracción 2 del Ejemplo 3, la concentración de contaminación de metales pesados en las muestras del Ejemplo 6 también mejoró mucho en comparación con las muestras del Ejemplo 1. Por ejemplo, la concentración de sodio en las muestras del Ejemplo 6 tenía un promedio de 19.700 ppb mientras que la concentración de sodio en las muestras del Ejemplo 1 tenía un promedio de 136.000 ppb (una reducción de aproximadamente 86 %). Las concentraciones de aluminio, calcio, titanio, cromo, hierro, níquel, cobre, cinc, cadmio y plomo se redujeron en más del 82 % para las muestras del Ejemplo 6 con respecto a las muestras del Ejemplo 1.

Las muestras del Ejemplo 6 tenían valores de contenido de ceniza promedio de aproximadamente 0,4951 % en peso, que era inferior a los valores de contenido de ceniza promedio para las muestras del Ejemplo 1, de aproximadamente 1,2117 % en peso. En comparación con los valores de contenido de ceniza para las muestras de la fracción 2 del Ejemplo 3, los valores de contenido de ceniza para las muestras del Ejemplo 6 fueron ligeramente mayores.

Se encontró que las muestras del Ejemplo 6 tenían una intensidad de olor de 3,75 en una escala de 5 puntos (siendo 5 el más intenso), que fue similar a la intensidad de olor de las muestras del Ejemplo 1, que tenían una intensidad de olor de 3,75 también. Las muestras del Ejemplo 6 tuvieron un olor descrito como "a cloro", "a plástico", "a oleoso" y "a graso". En comparación con las muestras de la fracción 2 del Ejemplo 3, las muestras del Ejemplo 6 tenían un olor más intenso.

Análogamente a la fracción 2 del Ejemplo 3, cualquier contenido de polietileno en las muestras del Ejemplo 6 estaba por debajo del límite de cuantificación, lo que mejoró mucho en comparación con el contenido de polietileno de las muestras del Ejemplo 1, que promedió aproximadamente 5,5 % en peso.

50 Ejemplo 7

El propósito de este ejemplo era demostrar el rendimiento inferior de un método para purificar polipropileno sin la etapa de poner en contacto una solución de polímero con medios sólidos. La muestra de copos de color mezclado de polipropileno reciclado obtenido de forma posterior al consumo descrita en el Ejemplo 1 se procesó utilizando el aparato experimental mostrado en la Fig. 3 y el siguiente procedimiento:

1. Se cargaron 231 g de copos de color mixto en el recipiente presurizado de una columna de extracción de 1,1 l con un diámetro interno (DI) de 1,75" (44,45 mm) y una longitud de 28" (71,12 cm) que se calentó a una temperatura superficial externa de 175 °C.

2. Se presurizó el disolvente de n-butano líquido a aproximadamente 2.000 psig (13,79 MPa) usando una bomba de desplazamiento positivo y se precalentó a una temperatura de aproximadamente 110 °C usando dos intercambiadores de calor antes de introducirse en la parte inferior de la columna de extracción.

3. La corriente de fluido que sale de la parte superior de la columna de extracción se introdujo en la parte superior de un segundo recipiente a presión de 0,5 l con un DI de 2" (50,8 mm) y una longitud de aproximadamente

8,5" (21,59 cm) que se calentó a una temperatura superficial externa de 175 °C. El segundo recipiente a presión no contenía ningún medio sólido en este ejemplo.

4. La corriente de fluido que salía del fondo del segundo recipiente de presión se despresurizó a través de una válvula de expansión hacia un matraz Erlenmeyer de brazo lateral. Después de despresurizar la corriente de fluido hacia el matraz Erlenmeyer, se purgó el vapor del disolvente a través del orificio de la abertura del brazo lateral y se recogieron los líquidos/sólidos en el matraz. El disolvente de n-butano se eluyó a través del sistema a 2.000 psig (13,79 MPa) hasta que no se observó material adicional acumulado en el matraz. Se recogieron 20,82 g de sólidos de color crema que se marcaron como 'Fracción 1'.

5. El matraz Erlenmeyer se sustituyó por un matraz vacío y limpio, y después la presión del sistema se aumentó a 2.500 psig (17,24 MPa).

6. La presión del sistema se mantuvo a 2.500 psig (17,24 MPa) hasta que no se observó ningún otro material sólido eluyendo del sistema. Se recogieron 173,39 g de sólidos de color blanco grisáceo que se marcaron como 'Fracción 2'.

7. A continuación, la muestra de fracción 2 recogida a 2.500 psig (17,24 MPa) se dejó desgasificar a temperatura y presión ambiente durante al menos dos días antes de caracterizarse usando los métodos de ensayo descritos en la presente memoria.

Los datos para la muestra de fracción 2 recogida a 2.500 psig (17,24 MPa) se resumen en la Tabla 2.

Los sólidos aislados en la fracción 2 en este ejemplo eran de color gris a blanquecino. Cuando los sólidos de la fracción 2 se moldearon por compresión a probetas de ensayo cuadradas, las probetas eran de color crema/gris claro. Una fotografía de la probeta de ensayo cuadrada se muestra en la Fig. 4 como Ejemplo 7. Como se muestra en la Fig. 4, la muestra mejoró ligeramente con respecto al Ejemplo 1. Incluso sin la etapa de contacto con medio sólido, los valores de  $L^*a^*b^*$  muestran que las probetas de ensayo cuadradas de la fracción 2 del Ejemplo 7 mejoraron algo en términos de color con respecto a las muestras del Ejemplo 1 (es decir, polipropileno obtenido de forma posterior al consumo tal como se recibió). Los valores  $L^*$  para las probetas de ensayo cuadradas de la fracción 2 del Ejemplo 7 tuvieron un promedio de 50,51, mejoraron algo en comparación con los valores  $L^*$  de las probetas de ensayo cuadradas del Ejemplo 1, que tuvieron un promedio de 39,76. Las opacidades de las probetas de ensayo cuadradas de la fracción 2 del Ejemplo 7, que tuvieron un promedio de opacidad de 87,20 % también mejoraron algo en comparación con los valores de opacidad de las probetas de ensayo cuadradas del Ejemplo 1, que tuvieron un promedio de opacidad de 100 %. Aunque sin pretender imponer teoría alguna, la ligera mejora en los valores de color y opacidades de las probetas de ensayo cuadradas del Ejemplo 7 puede deberse a la extracción del polímero de los colorantes y otros materiales responsables del aspecto. Además, los solicitantes creen que los colorantes y otros materiales pueden permanecer como residuo después de extraer el polímero.

La concentración de contaminación de metales pesados para las muestras de la fracción 2 del Ejemplo 7 mejoró en comparación con las muestras del Ejemplo 1. Por ejemplo, la concentración de sodio en las muestras de la fracción 2 del Ejemplo 7 tenía un promedio de 33.300 ppb mientras que la concentración de sodio en las muestras del Ejemplo 1 tenía un promedio de 136.000 ppb (una reducción de aproximadamente 76 %). Las concentraciones de aluminio, calcio, titanio, cromo, hierro, níquel, cobre, cinc, cadmio y plomo se redujeron en más del 69 % para las muestras de la fracción 2 del Ejemplo 7 con respecto a las muestras del Ejemplo 1. Aunque sin pretender imponer teoría alguna, los solicitantes creen que la reducción en la contaminación de metales pesados resulta de la extracción del polímero lejos de la contaminación, que queda como residuo después de extraer el polímero.

Las muestras de la fracción 2 del Ejemplo 7 tenían un promedio de valores de contenido de ceniza de aproximadamente 0,3154 % en peso, que era inferior a los valores del contenido de ceniza correspondientes a las muestras del Ejemplo 1, que tenían un promedio de aproximadamente 1,2117 % en peso.

Se encontró que las muestras de la fracción 2 del Ejemplo 7 tenían una intensidad de olor de 1 en una escala de 5 puntos (siendo 5 el más intenso), que fue mucho mejor en comparación con la intensidad de olor de las muestras del Ejemplo 1, que tenían una intensidad de olor de 3,75. Las muestras de la fracción 2 del Ejemplo 7 tenían un olor descrito como "a plástico" o "a petróleo".

Las muestras de la fracción 2 del Ejemplo 7 tenían un promedio de valores de contenido de polietileno de aproximadamente 1,2 % en peso, que mejoró en comparación con el contenido de polietileno de las muestras del Ejemplo 1, que tuvieron un promedio de aproximadamente 5,5 % en peso.

#### Ejemplo 8

La muestra de copos de color mezclado de polipropileno obtenido de forma posterior al consumo descrita en el Ejemplo 1 se purificó usando un procedimiento basado en el procedimiento descrito en el documento EP0849312 A1.

- Se combinaron 20,00 g de copos de color mixto de polipropileno reciclado derivado del posconsumo con 400,04 g de licores blancos (Sigma-Aldrich, EE. UU.) en un matraz de fondo redondo de 1 L. La mezcla se mantuvo a temperatura ambiente durante 22 horas con agitación ocasional. A continuación, los licores blancos se decantaron del polímero. Se añadieron 402,60 g de aguarrás mineral nuevo al matraz que contenía el polímero. Después, la mezcla se calentó y se mantuvo a 140 °C durante 90 min a reflujo. La solución caliente resultante se filtró al vacío a través de un embudo de Buchner de 70 mm de DI con una capa de lana de vidrio como medio de filtración. Se recogieron aproximadamente 300 ml de filtrado y se dejaron enfriar a temperatura ambiente. El precipitado gris resultante se aisló mediante filtración al vacío a través de un embudo Buchner de 70 mm de DI con papel de filtro de piel de tiburón. El precipitado gris se combinó con 2,01 g de tierra de Fuller (Sigma-Aldrich, EE. UU.) y 195,21 g de aguarrás mineral nuevo en un matraz de fondo redondo de 1 l y después se calentó y se mantuvo a 140 °C durante 30 min a reflujo. La solución caliente resultante se filtró al vacío a través de un embudo de Buchner de 5,5 cm de DI con papel de filtro de piel de tiburón. El filtrado se dejó enfriar a temperatura ambiente. El precipitado gris claro resultante se aisló mediante filtración al vacío a través de un embudo Buchner de 5,5 cm de DI con papel de filtro de piel de tiburón. El precipitado aislado se secó en un horno de vacío a 25 °C durante aproximadamente 18 horas. Se aislaron aproximadamente 4,82 g de precipitado seco. El precipitado aislado se extrajo a continuación con acetona durante 30 min usando un aparato de extracción Soxhlet provisto de un cartucho de extracción de celulosa. El material extraído se secó en un horno de vacío a 25 °C durante aproximadamente 19 horas. Se recuperaron 3,4654 g de material. La muestra se caracterizó utilizando el método de ensayo descrito en la presente memoria y los datos resultantes se resumen en la Tabla 2.
- Los sólidos aislados en este ejemplo eran de color gris claro a blanquecino. Cuando estos sólidos se moldearon por compresión a probetas de ensayo cuadradas, las probetas tuvieron un aspecto ahumado grisáceo. Una fotografía de la probeta de ensayo cuadrada se muestra en la Fig. 4 como Ejemplo 8. Como se muestra en la Fig. 4, la probeta mejoró pero siguió de color oscuro ni era tan transparente y translúcida como el PP virgen. Los valores  $L^*a^*b^*$  mostraban que el color de la muestra mejoró en comparación con las muestras del Ejemplo 1 (es decir, polipropileno reciclado obtenido de forma posterior al consumo tal como se recibió). Los valores  $L^*$  para la muestra del Ejemplo 8 fue 63,15, que fue una mejora en comparación con los valores  $L^*$  de la muestra del Ejemplo 1, que tuvieron un promedio de 39,76. Sin embargo, el valor  $L^*$  de la muestra del Ejemplo 8 demuestra que el método descrito en el documento EP0849312 A1 no produce una muestra que sea tan brillante e incolora como las muestras de algunas de las realizaciones de la presente invención. La opacidad de la muestra del Ejemplo 8 fue 24,96 % de opacidad, que fue una mejora en comparación con los valores de opacidad de las muestras del Ejemplo 1, que tuvieron un promedio de opacidad del 100 %. El valor de opacidad también muestra que la muestra del Ejemplo 8 no era tan translúcida como algunas de las realizaciones de la presente invención.
- La concentración de contaminación de metales pesados de la muestra del Ejemplo 8 mejoró en comparación con las muestras del Ejemplo 1. Por ejemplo, la concentración de sodio en la muestra del Ejemplo 8 fue de 5.120 ppb mientras que la concentración de sodio en las muestras del Ejemplo 1 tenía un promedio de 136.000 ppb (una reducción de aproximadamente 96 %). Las concentraciones de aluminio, calcio, titanio, cromo, hierro, níquel, cobre, cinc, cadmio y plomo se redujeron en más del 43 % para la muestra del Ejemplo 8 con respecto a las muestras del Ejemplo 1.
- La muestra del Ejemplo 8 tenía un contenido de ceniza de aproximadamente 0,3294 % en peso, que era inferior a los valores de contenido de ceniza en las muestras del Ejemplo 1, que tenían un promedio de aproximadamente 1,2117 % en peso.
- Las muestras del Ejemplo 8 tenían una intensidad de olor de 5 en una escala de 5 puntos (siendo 5 el más intenso), que fue mucho más intenso en comparación con la intensidad de olor de las muestras del Ejemplo 1, que tenían una intensidad de olor de 3,75. Las muestras del Ejemplo 3 tenían un olor descrito como “a gasolina”. El fuerte olor de esta muestra fue debido al residuo del disolvente de aguarrás utilizado.
- La muestra del Ejemplo 8 tenía valores de contenido de polietileno promedio de aproximadamente 5,5 % en peso, que era el mismo que el contenido de polietileno promedio en las muestras del Ejemplo 1, de aproximadamente 5,5 % en peso.
- Muestras comparativas de polipropileno virgen
- Se utilizó polipropileno Pro-fax 6331 (LyondellBasell Industries Holdings, B.V.) para todas las muestras comparativas de “PP virgen”. Los gránulos de PP virgen se procesaron obteniéndose especímenes de prueba cuadrados según el método descrito en la presente memoria. Los valores  $L^*a^*b^*$  para los especímenes elaborados a partir de PP virgen tenían un promedio de  $85,13 \pm 0,18$ ,  $-0,71 \pm 0,01$  y  $2,27 \pm 0,02$ , respectivamente. Las probetas de ensayo cuadradas tenían una opacidad promedio de  $7,56 \pm 0,21$  %. Las perlas de PP virgen tenían una intensidad de olor de 0,5 en una escala de 5 puntos (siendo 5 la más intensa) y tenían un olor descrito como de “plástico”.

**REIVINDICACIONES**

1. Un método de purificación de una poliolefina recuperada que comprende:
  - 5 a. Obtener la poliolefina recuperada donde dicha poliolefina recuperada se selecciona del grupo que consiste en polímeros de uso posconsumo, polímeros de uso posindustrial, y combinaciones de los mismos;
  - 10 b. Poner en contacto la poliolefina recuperada a una temperatura de 80 °C a 220 °C y a una presión de 1,03 MPa (150 psig) a 103,43 MPa (15.000 psig) con un primer disolvente fluido que tiene un punto de ebullición estándar inferior a 70 °C, para producir una poliolefina recuperada extraída;
  - 15 c. Disolver la poliolefina recuperada extraída en un disolvente seleccionado del grupo que consiste en el primer disolvente fluido, un segundo disolvente fluido y mezclas de estos, a una temperatura de 90 °C a 220 °C y una presión de 2,41 MPa (350 psig) a 137,90 MPa (20.000 psig) para producir una solución de polímero;
  - 20 d. Purificar dicha solución de polímero a una temperatura de 90 °C a 220 °C y a una presión de 2,41 MPa (350 psig) a 137,90 MPa (20.000 psig) poniendo en contacto dicha solución de polímero con medios sólidos para producir una solución de polímero más pura; y
  - e. Separar un polímero más puro de dicha solución de polímero más puro;

en donde dicho segundo disolvente fluido tiene la misma composición química o una composición química diferente que el primer disolvente fluido.
2. El método de la reivindicación 1, en donde el polímero más puro se separa de dicha solución de polímero más puro a una temperatura de 0 °C a 220 °C y una presión de 0 MPa (0 psig) a 13,79 MPa (2000 psig).
3. El método de la reivindicación 1, en donde la poliolefina recuperada es poliolefina derivada del reciclaje posterior al consumo.
4. El método de la reivindicación 1, en donde dicha poliolefina recuperada es un homopolímero de polipropileno o un copolímero principalmente de polipropileno.
5. El método de la reivindicación 1, en donde dicha poliolefina es un homopolímero de polietileno o un copolímero principalmente de polietileno.
6. El método de la reivindicación 1, en donde dicho disolvente fluido se selecciona del grupo que consiste en hidrocarburos olefínicos, hidrocarburos alifáticos y mezclas de estos.
7. El método de la reivindicación 6, en donde dicho hidrocarburo alifático se selecciona del grupo que consiste en hidrocarburos alifáticos C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> y mezclas de estos.
8. El método de la reivindicación 1, en donde dicho disolvente fluido es n-butano, isómeros de butano o mezclas de estos.
9. El método de la reivindicación 1, en donde dicha temperatura en las etapas b, c y d es de 110 °C a 170 °C.
10. El método de la reivindicación 1, en donde dicha presión en la etapa b es de 7,58 MPa (1100 psig) a 14,48 MPa (2100 psig).
11. El método de la reivindicación 1, en donde dicho polímero recuperado es polipropileno y dicha presión en la etapa b es inferior a 7,58 MPa (1100 psig) a una temperatura de 90 °C e inferior a 14,48 MPa (2100 psig) a una temperatura de 170 °C.
12. El método de la reivindicación 1, en donde dicho polímero recuperado es polipropileno y dicha presión en la etapa c es superior a 7,58 MPa (1100 psig) a una temperatura de 90 °C y superior a 14,48 MPa (2100 psig) a una temperatura de 170 °C.
13. El método de la reivindicación 1, en donde dicho medio sólido se selecciona del grupo que consiste en sustancias inorgánicas, sustancias a base de carbono y mezclas de estas.
14. El método de la reivindicación 13, en donde dichas sustancias inorgánicas se seleccionan del grupo que consiste en óxidos de hierro, silicatos de aluminio, vidrios volcánicos amorfos y mezclas de estos.
15. El método de la reivindicación 13, en donde dichas sustancias inorgánicas se seleccionan del grupo que consiste en sílice, alúmina, perlita, tierra de batán, bentonita y mezclas de estas.

16. El método de la reivindicación 15, en donde la sílice se selecciona del grupo que consiste en gel de sílice, arena de diatomeas, cuarzo o mezclas de estos.

## MÉTODO DE PURIFICACIÓN DE POLIPROPILENO

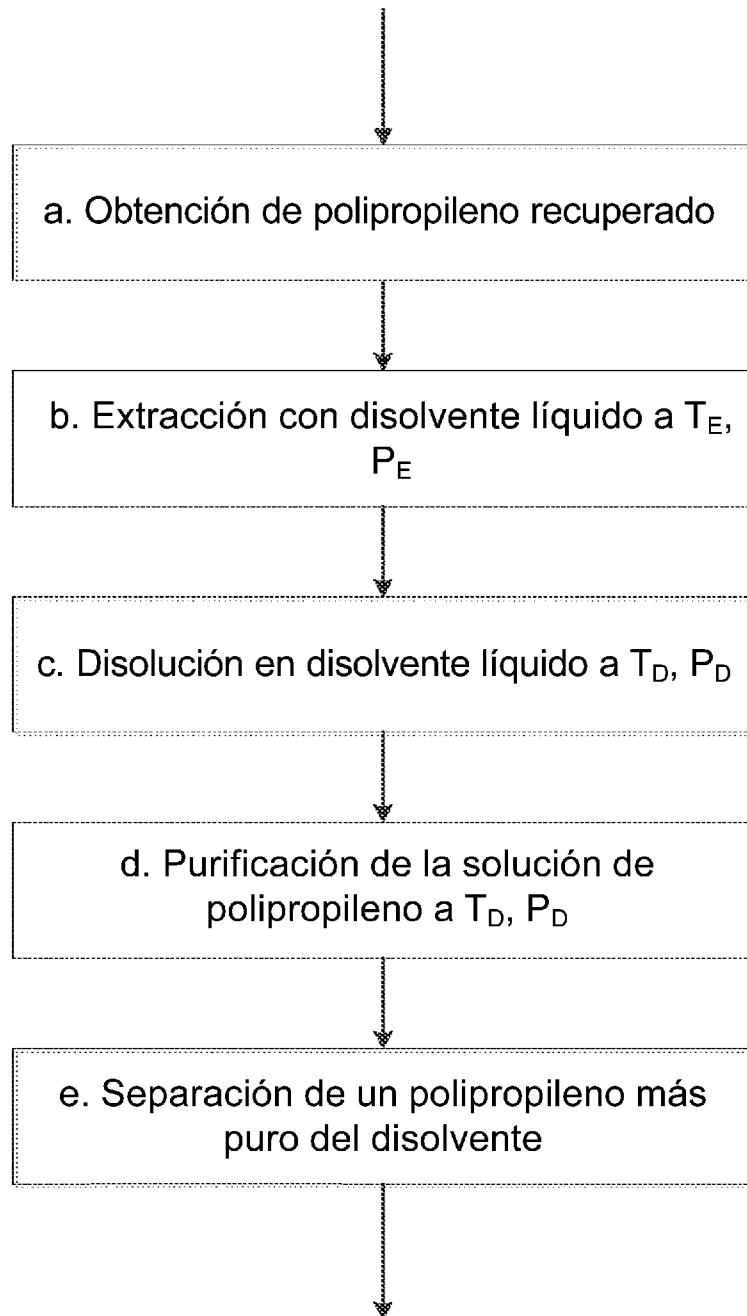
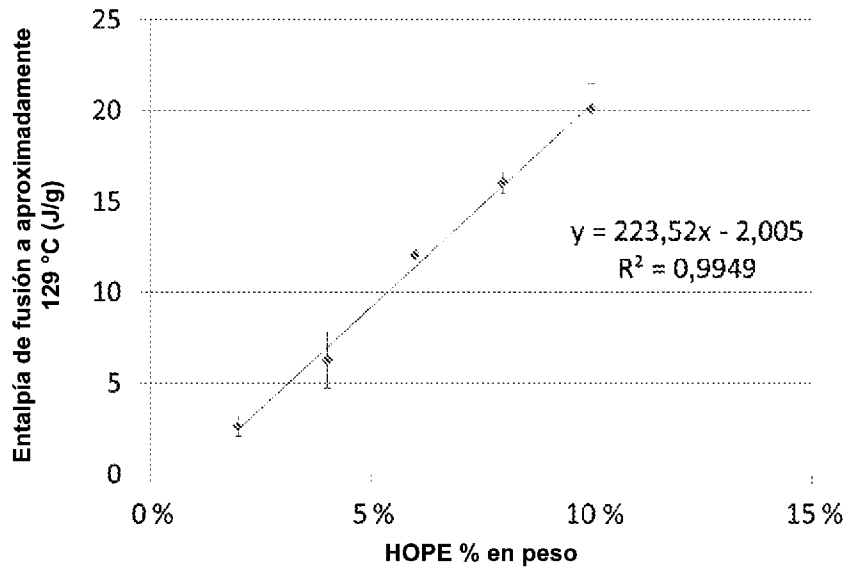
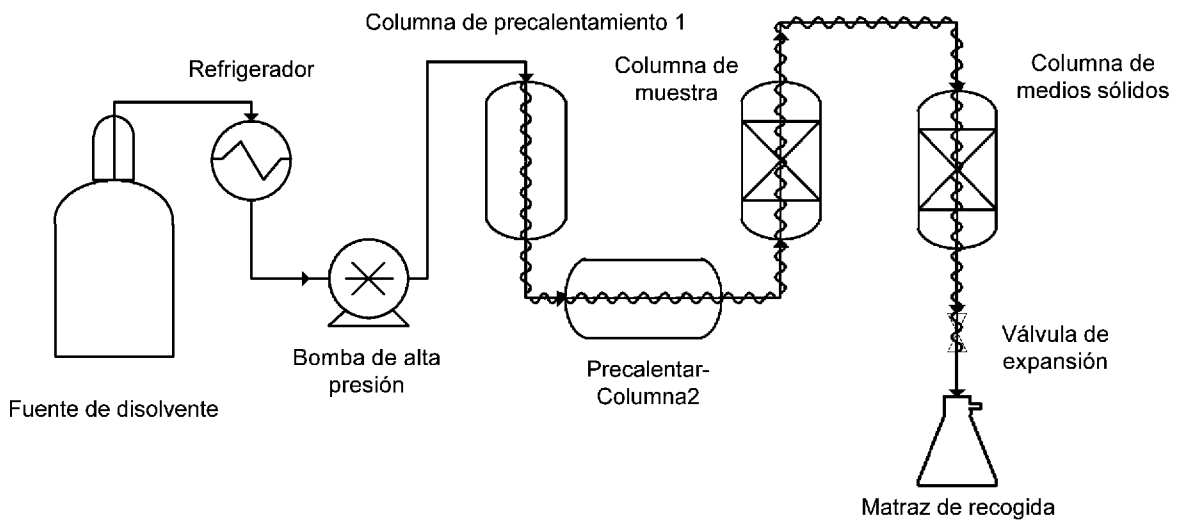


Fig. 1

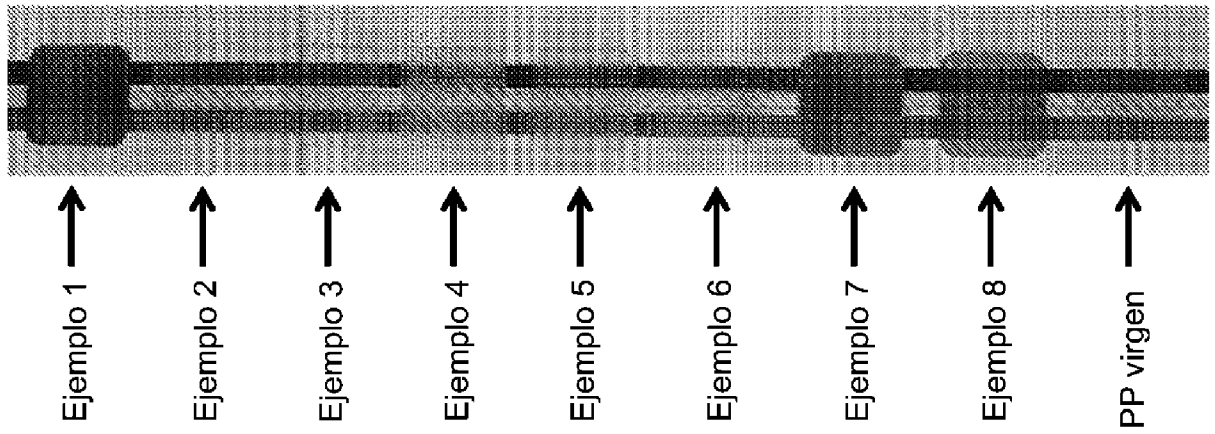
**METODO DE PURIFICACION DE POLIOLEFINAS CONTAMINADAS**



**Fig. 2**



**Fig. 3**



**Fig. 4**

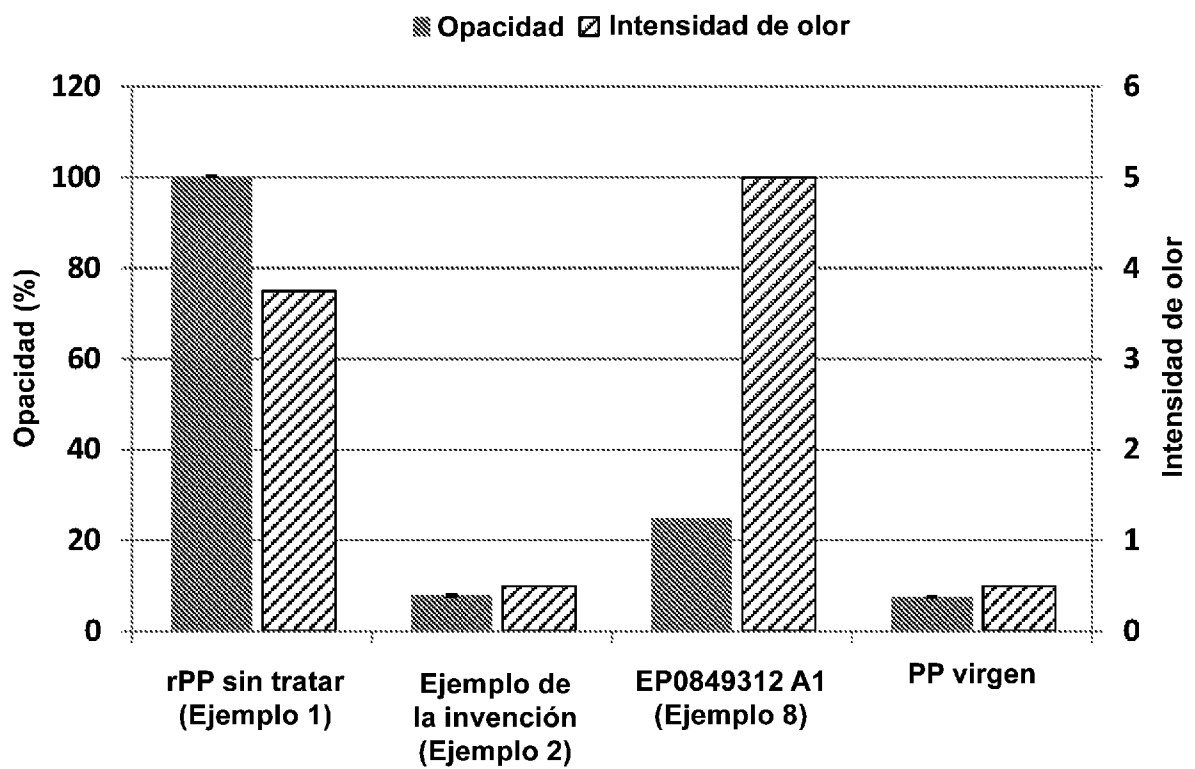


Fig. 5