

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 970 800**

51 Int. Cl.:

C08J 11/08 (2006.01)

C08F 6/00 (2006.01)

B29B 17/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **23.06.2016 PCT/US2016/038867**

87 Fecha y número de publicación internacional: **05.01.2017 WO17003798**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.06.2016 E 16734834 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.01.2024 EP 3317335**

54 Título: **Método para purificar polímeros contaminados**

30 Prioridad:

30.06.2015 US 201562186500 P

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

30.05.2024

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 2 970 800 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 para purificar polímeros contaminados

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 un polímero regenerado, que es un homopolímero de polipropileno o un copolímero principalmente de polipropileno; o dicho polímero es un homopolímero de polietileno o un copolímero de polietileno principalmente para producir un polímero de tipo virgen incoloro o transparente, libre de olores

.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 CO₂ 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.

55 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.

65

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.

5 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.

10 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.
15 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 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 disolvente con un alcohol o acetona que bulle por debajo del punto de fusión de la poliolefina.

30 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 no disueltos.

45 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.

50 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 En consecuencia, todavía existe una necesidad de un método mejorado basado en disolventes para purificar polímeros contaminados que use un disolvente que se elimine fácil y económicamente del polímero, sea relativamente simple en términos del número de operaciones unitarias, produzca un polímero sin una cantidad significativa de contaminación cruzada polimérica, produzca un polímero con propiedades de color mejoradas y produzca un polímero con mal olor reducido.

65 El documento WO 01/94457 describe un proceso para recuperar material de poliamida de productos posindustriales y posconsumo que contienen el material de poliamida y materiales insolubles.

El documento EP 849312 se refiere a un proceso para la producción de poliolefina exenta de impurezas a partir de mezclas de plástico que contienen POL o materiales de desecho (II), que comprende la extracción de (II) con una fracción de hidrocarburo y, en su caso, aislar la poliolefina cristalizada.

5 Resumen de la invención

Se describe un método para purificar un polímero regenerado como se define en la reivindicación 1.

Específicamente, la presente invención describe un método para purificar un polímero regenerado que comprende:

- 10 a. Obtener el polímero regenerado en donde dicho polímero regenerado se selecciona del grupo que consiste en polímeros de uso posconsumo, polímeros de uso posindustrial y combinaciones de los mismos;
- 15 b. Disolver el polímero regenerado en un disolvente a una temperatura de 90 °C a 220 °C y una presión de 350 psig (2,41 MPa) a 20.000 psig (137,90 MPa) para producir una solución de polímero en donde el disolvente se selecciona del grupo que consiste en el primer disolvente fluido, un segundo disolvente fluido y mezclas de los mismos, y en donde el disolvente fluido tiene un punto de ebullición estándar inferior a 70 °C;
- 20 c. Purificar dicha solución polimérica a una temperatura de 90 °C a 220 °C y a una presión de 350 psig (2,41 MPa) a 20.000 psig (137,90 MPa) poniendo en contacto dicha solución polimérica con medios sólidos para producir una solución polimérica más pura; y
- 25 d. Separar un polímero más puro de dicha solución de polímero más pura;
- en donde dicho segundo disolvente fluido tiene la misma composición química o una composición química diferente que el primer disolvente fluido,
- y en donde dicho polímero regenerado es un homopolímero de polipropileno o un copolímero de polipropileno principalmente; o dicho polímero es un homopolímero de polietileno o un copolímero de polietileno principalmente;
- 30 y en donde los medios sólidos se seleccionan del grupo que consiste en sustancias inorgánicas, sustancias a base de carbono y mezclas de las mismas;
- seleccionándose las sustancias inorgánicas 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;
- 35 o seleccionándose las sustancias inorgánicas del grupo que consiste en sílice, gel de sílice, diatomita, arena, cuarzo, alúmina, perlita, tierra de batán, bentonita y mezclas de los mismos;
- 40 o siendo la sustancia inorgánica un vidrio regenerado;
- y en donde las sustancias basadas en carbono se seleccionan del grupo que consiste en carbón de antracita, negro de carbono, coque, carbón activado, celulosa y mezclas de los mismos.
- 45 solución de polímero. Se separa un polímero más puro de la solución de polímero más pura. En una realización, el segundo disolvente fluido tiene la misma composición química o una composición química diferente que el primer disolvente fluido.
- En una realización, el polímero más puro se separa de la solución de polímero más pura a una temperatura de 0 °C a 220 °C y una presión de 0 psig (0 MPa) a 2.000 psig (13,79 MPa).
- 50 En una realización, el polímero regenerado es polímero derivado reciclado después del consumo. En otra realización, el polímero regenerado es un homopolímero de polipropileno o un copolímero principalmente de polipropileno. En otra realización, el polímero es un homopolímero de polietileno o un copolímero principalmente de polietileno.
- 55 En una realización, el disolvente fluido tiene un punto de ebullición estándar inferior a 0 °C y superior a -45 °C y un cambio de entalpía de vaporización estándar inferior a +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 C₁-C₆ y mezclas de los mismos. En otra realización, los hidrocarburos alifáticos y mezclas de los mismos comprenden hidrocarburos alifáticos principalmente C₄.
- 60 En una realización, el disolvente fluido consiste esencialmente en gas de petróleo licuado C₄. En otra realización, el disolvente fluido es n-butano, isómeros de butano o mezclas de los mismos.
- 65 En una realización, la temperatura en las etapas de disolución y purificación es de 110 °C a 170 °C.

5 En una realización, el polímero regenerado es polipropileno y la presión en la etapa de disolución es superior a 1.100 psig (7,58 MPa). En otra realización, el polímero regenerado es polipropileno y la presión en la etapa de disolución es superior a 2.100 psig (14,48 MPa). En otra realización, el polímero regenerado es polietileno y la presión en la etapa de disolución es superior a 4.500 psig (31,03 MPa). En otra realización, el polímero regenerado es polietileno y la presión en la etapa de disolución es superior a 5.500 psig (37,92 MPa).

10 El medio sólido se selecciona del grupo que consiste en sustancias inorgánicas, sustancias basadas en carbono, y mezclas de las mismas. 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. Las sustancias inorgánicas se seleccionan del grupo que consiste en sílice, gel de sílice, diatomita, arena, cuarzo, alúmina, perlita, tierra de batán, bentonita y mezclas de los mismos. En otra realización, la sustancia inorgánica es vidrio regenerado.

15 Las sustancias a base de carbono se seleccionan del grupo que consiste en carbón de antracita, negro de carbono, coque, carbón activado, celulosa y mezclas de los mismos. En una realización, el contacto de la solución de polímero con los medios sólidos se realiza en un lecho compacto de los medios sólidos. En una realización, el lecho compactado tiene una longitud superior a 20 cm.

20 **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.

25 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 las pruebas ilustrativas.

30 **Descripción detallada de la invención**

I. Definiciones

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

Como se utiliza en la presente memoria, el término “poliolefina regenerada” se refiere a un polímero de poliolefina utilizado para un propósito anterior y luego regenerado para su procesamiento adicional.

40 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.

45 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.

50 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.

60 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:

(1)

$$\Delta G_{mezcla} = \Delta H_m - T\Delta S_{mezcla}$$

65

donde ΔG_{mezcla} es la variación de la energía libre de Gibbs correspondiente al mezclado de un soluto con un disolvente, ΔH_{mezcla} es la variación de entalpía de mezclado, T es la temperatura absoluta, y ΔS_{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.

Como se utiliza en la presente memoria, la expresión “solución de polímero” se refiere a una solución de un polímero disuelto en un disolvente. La solución de polímero puede contener materia no disuelta y por lo tanto la solución de polímero puede ser también una “suspensión” de materia no disuelta suspendida en una solución de polímero disuelta en un disolvente.

Como se utiliza en la presente memoria, el término “medio sólido” se refiere a una sustancia que existe 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, la expresión “solución de polímero más pura” se refiere a una solución de polímero que tiene menos contaminantes que la misma solución de polímero 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.

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

II. Método para purificar polímeros contaminados

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 regenerados o reciclados, a una calidad similar a uno virgen. Este proceso, ilustrado en la Figura 1, comprende 1) obtener un polímero regenerado (etapa a en la Figura 1), seguido de 2) disolución del polímero en un disolvente fluido a una temperatura de disolución (T_D) y a una presión de disolución (P_D) (etapa b en la Figura 1), seguido de 3) poner en contacto la solución polimérica disuelta con medios sólidos a una temperatura de disolución (T_D) y a una presión de disolución (P_D) (etapa c en la Figura 1), seguido de la separación del polímero del disolvente fluido (etapa d en la Figura 1). En una realización de la presente invención, los polímeros purificados, que pueden obtenerse de corrientes de desechos posteriores al consumo, están esencialmente libres de pigmentos, tienen mal olor reducido, tienen contaminación reducida, son homogéneos y tienen propiedades más cercanas a los polímeros vírgenes. 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 polímero purificado.

Polímero regenerado

El método para purificar polímeros regenerados incluye obtener un polímero regenerado. Para los fines de la presente invención, el polímero regenerado procede de corrientes de residuos postconsumidor, postindustrial, postcomercial, y/o de otras corrientes de residuos especiales. Por ejemplo, el residuo de polímeros 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 polímero regenerado es una composición homogénea de un polímero individual o una mezcla de varias composiciones de polímero diferentes. Las composiciones poliméricas recuperadas adecuadas son homopolímeros y copolímeros de polipropileno o polietileno, tales como polipropileno isotáctico.

El polímero regenerado 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 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 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 70 °C son dióxido de carbono, acetona, metanol, éter dimetilico, 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 o mezcla de disolventes apropiado dependerá de qué polímero o mezcla de polímeros regenerados está siendo purificado por la presente invención. Además, la selección del polímero que se está purificando y del correspondiente 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.

Disolución

El método para purificar los polímeros regenerados incluye disolver el polímero regenerado en un disolvente fluido a una temperatura y a una presión a las que el polímero se disuelva 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 regenerado 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 regenerados incluye disolver los polímeros regenerados contaminados 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 polímero regenerado tras la disolución y a continuación se retiran de la solución polimérica mediante una etapa posterior de separación sólido-líquido.

En una realización de la presente invención, un método para purificar los polímeros regenerados incluye disolver polietileno en un disolvente fluido a una temperatura y a una presión a las que el polietileno se disuelve en el disolvente fluido. En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye disolver polietileno en n-butano a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye disolver polietileno en n-butano a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 200 °C. En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye disolver polietileno en n-butano a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye disolver polietileno en n-butano a una presión de aproximadamente 1.000 psig (6,89 MPa) a aproximadamente 12.000 psig (82,74 MPa). En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye disolver polietileno en n-butano a una presión de aproximadamente 2.000 psig (13,79 MPa) a aproximadamente 10.000 psig

(68,95 MPa). En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye disolver polietileno en n-butano a una presión de aproximadamente 4.000 psig (27,58 MPa) a aproximadamente 6.000 psig (41,37 MPa).

En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye disolver polietileno en propano a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye disolver polietileno en propano a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 200 °C. En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye disolver polietileno en propano a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye disolver polietileno en propano a una presión de aproximadamente 3.000 psig (20,68 MPa) a aproximadamente 20.000 psig (137,90 MPa). En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye disolver polietileno en propano a una presión de aproximadamente 5.000 psig (34,47 MPa) a aproximadamente 15.000 psig (103,42 MPa). En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye disolver polietileno en propano a una presión de aproximadamente 8.000 psig (55,16 MPa) a aproximadamente 11.000 psig (75,84 MPa).

En una realización, un método para purificar los polímeros regenerados 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 los polímeros regenerados incluye disolver polipropileno en n-butano a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye disolver polipropileno en n-butano a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 200 °C. En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye disolver polipropileno en n-butano a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados 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 los polímeros regenerados 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 los polímeros regenerados 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 los polímeros regenerados incluye disolver polipropileno en propano a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye disolver polipropileno en propano a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 200 °C. En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye disolver polipropileno en propano a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados 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 los polímeros regenerados 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 los polímeros regenerados 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

El método para purificar los polímeros regenerados incluye poner en contacto una solución polimérica contaminada con medios sólidos a una temperatura y a una presión a las que el polímero permanezca disuelto en el disolvente fluido. El medio sólido de la presente invención es cualquier material sólido que elimina al menos parte de la contaminación de una solución de polímero regenerado disuelto en el disolvente fluido de la presente invención. Aunque sin pretender imponer teoría alguna, 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 comúnmente presentes en los polímeros regenerados pueden ser compuestos polares y pueden interactuar, preferiblemente, con el medio sólido, 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.

Los medios sólidos se seleccionan del grupo que consiste en sustancias inorgánicas, sustancias a base de carbono o mezclas de las mismas. Las sustancias inorgánicas incluyen óxidos de silicio, óxidos de aluminio, óxidos de hierro, silicatos de aluminio, silicatos de magnesio, vidrios volcánicos amorfos, sílice, gel de sílice, diatomita, arena, cuarzo, vidrio regenerado, 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.

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 específica mientras se agita el medio sólido. 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, 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.

En una realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye poner en contacto una solución de polietileno/disolvente fluido con medios sólidos a una temperatura y una presión en las que el polietileno permanece disuelto en el disolvente fluido. En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye poner en contacto una solución de polietileno/n-butano con medios sólidos a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye poner en contacto una solución de polietileno/n-butano con medios sólidos a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 200 °C. En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye poner en contacto una solución de polietileno/n-butano con medios sólidos a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye poner en contacto una solución de polietileno/n-butano con medios sólidos a una presión de aproximadamente 1.000 psig (6,89 MPa) a aproximadamente 12.000 psig (82,74 MPa). En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye poner en contacto una solución de polietileno/n-butano con medios sólidos a una presión de aproximadamente 2.000 psig (13,79 MPa) a aproximadamente 10.000 psig (68,95 MPa). En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye poner en contacto una solución de polietileno/n-butano con medios sólidos a una presión de aproximadamente 4.000 psig (27,58 MPa) a aproximadamente 6.000 psig (41,37 MPa).

En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye poner en contacto una solución de polietileno/propano con medios sólidos a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye poner en contacto una solución de polietileno/propano con medios sólidos a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 200 °C. En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye poner en contacto una solución de polietileno/propano con medios sólidos a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye poner en contacto una solución de polietileno/propano con medios sólidos a una presión de aproximadamente 3.000 psig (20,68 MPa) a aproximadamente 20.000 psig (137,90 MPa). En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye poner en contacto una solución de polietileno/propano con medios sólidos a una presión de aproximadamente 5.000 psig (34,47 MPa) a aproximadamente 15.000 psig (103,42 MPa). En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye poner en contacto una solución de polietileno/propano con medios sólidos a una presión de aproximadamente 8.000 psig (55,16 MPa) a aproximadamente 11.000 psig (75,84 MPa).

En una realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye poner en contacto una solución de polipropileno/disolvente fluido con medios sólidos 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 los polímeros regenerados incluye poner en contacto una solución de polipropileno/n-butano con medios sólidos a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye poner en contacto una solución de polipropileno/n-butano con medios sólidos a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 200 °C. En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye poner en contacto una solución de polipropileno/n-butano con medios sólidos a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye poner en contacto una solución de polipropileno/n-butano con medios sólidos 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 los polímeros regenerados incluye poner en contacto una solución de polipropileno/n-butano con medios sólidos 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 los polímeros regenerados incluye poner en contacto una solución de polipropileno/n-butano con medios sólidos 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 los polímeros regenerados incluye poner en contacto una solución de polipropileno/propano con medios sólidos a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye poner en contacto una solución de polipropileno/propano con medios sólidos a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 200 °C. En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye poner en contacto una solución de polipropileno/propano con medios sólidos a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye poner en contacto una solución de polipropileno/propano con medios sólidos 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 los polímeros regenerados incluye poner en contacto una solución de polipropileno/propano con medios sólidos 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 los polímeros regenerados incluye poner en contacto una solución de polipropileno/propano con medios sólidos a una presión de aproximadamente 3.500 psig (24,13 MPa) a aproximadamente 5.000 psig (34,47 MPa).

Separación

El método para purificar los polímeros regenerados incluye separar el polímero más puro del disolvente fluido a una temperatura y a una presión a las que 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 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 los polímeros regenerados incluye separar el polietileno de una solución de polietileno/disolvente fluido a una temperatura y una presión en las que el polietileno precipita de la solución. En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye separar el polietileno de una solución de polietileno/n-butano a una temperatura de aproximadamente 0 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye separar el polietileno de una solución de polietileno/n-butano a una temperatura de aproximadamente 50 °C a aproximadamente 175 °C. En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye separar el polietileno de una solución de polietileno/n-butano a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 160 °C. En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye separar el polietileno de una solución de polietileno/n-butano a una presión de aproximadamente 0 psig (0 MPa) a aproximadamente 4.000 psig (27,58 MPa). En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye separar el polietileno de una solución de polietileno/n-butano a una presión de aproximadamente 50 psig (0,34 MPa) a aproximadamente 2.000 psig (13,79 MPa). En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye separar el polietileno de una solución de polietileno/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 los polímeros regenerados incluye separar el polietileno de una solución de polietileno/propano a una temperatura de aproximadamente -42 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye separar el polietileno de una solución de polietileno/propano a una temperatura de aproximadamente 0 °C a aproximadamente 150 °C. En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye separar el polietileno de una solución de polietileno/propano a una temperatura de aproximadamente 50 °C a aproximadamente 130 °C. En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye separar el polietileno de una solución de polietileno/propano a una presión de aproximadamente 0 psig (0 MPa) a aproximadamente 15.000 psig (103,42 MPa). En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye separar el polietileno de una solución de polietileno/propano a una presión de aproximadamente 50 psig (0,34 MPa) a aproximadamente 5.000 psig (34,47 MPa). En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye separar el polietileno de una solución de polietileno/propano a una presión de aproximadamente 75 psig (0,52 MPa) a aproximadamente 1.000 psig (6,89 MPa).

En una realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye separar el 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 los polímeros regenerados incluye separar el polipropileno de una solución de polipropileno/n-butano a una temperatura de aproximadamente 0 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye separar el polipropileno de una solución de polipropileno/n-butano a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 200 °C. En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye separar el polipropileno de una solución de polipropileno/n-butano a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye separar el polipropileno de 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 los polímeros regenerados incluye separar el polipropileno de 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 los polímeros regenerados incluye separar el polipropileno de 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 los polímeros regenerados incluye separar el polipropileno de una solución de polipropileno/propano a una temperatura de aproximadamente -42 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye separar el polipropileno de una solución de polipropileno/propano a una temperatura de aproximadamente 0 °C a aproximadamente 150 °C. En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye separar el polipropileno de una solución de polipropileno/propano a una temperatura de aproximadamente 50 °C a aproximadamente 130 °C. En otra realización, un método para purificar los polímeros regenerados incluye separar el polipropileno de 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 los polímeros

regenerados incluye separar el polipropileno de 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 los polímeros regenerados incluye separar el polipropileno de 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 prueba descritos en la presente memoria se utilizan para medir la eficacia de diversos métodos para purificar polímeros regenerados. Específicamente, los métodos descritos demuestran la eficacia de un determinado método de purificación al mejorar el color y la translucidez/claridad (es decir, hacer que el color y la opacidad del polímero regenerado sean más similares a los de un polímero virgen incoloro), reducir o eliminar la 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 de los polímeros regenerados) y reducir o eliminar la contaminación polimérica (es decir, la contaminación por polietileno en un polímero de 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. Los polímeros regenerados, especialmente los polímeros regenerados obtenidos después del consumo, son típicamente 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.

Antes de la medición del color, las muestras de polvos o gránulos poliméricos se moldearon por compresión obteniéndose muestras de prueba cuadradas 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 translucidez 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

5 Muchos polímeros regenerados tienen concentraciones excesivamente altas de contaminación por metales pesados. La presencia de metales pesados, por ejemplo, plomo, mercurio, cadmio, y cromo, puede impedir la utilización de polímeros regenerados en determinadas aplicaciones, tales como aplicaciones en 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.

10 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 ácido fluorhídrico (HF) concentrado. 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 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 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, H₂; Al, 27 m/z, H₂; Ca, 40 m/z, H₂; Ti, 48 m/z, H₂; Cr, 52 m/z, He; Fe, 56 m/z, H₂; Ni, 60 m/z; sin gas; Cu, 65 m/z, sin gas; Zn, 64 m/z, He; Cd, 112 m/z, H₂; 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

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

40 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 calentaron a 700 °C a una velocidad de 20 °C/min en una atmósfera de aire en un instrumento TA Instruments modelo Q500 TGA. 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.

Análisis de olor

50 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 olisqué el espacio superior. La intensidad del olor se calificó según la siguiente escala:

5 = Muy fuerte

55 4 = Fuerte

3 = Moderado

2 = De débil a moderado

60 1 = Débil

0 = Sin olor

65 Análisis de contaminación polimérica

Muchos polímeros regenerados, especialmente, polímeros regenerados que se originan 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.

La contaminación polimérica semicristalina se evaluó utilizando Differential Scanning Calorimetry (Calorimetría diferencial de barrido - DSC). Por ejemplo, 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 bandeja de DSC de aluminio y se analizaron en un TA Instruments modelo Q2000 con el siguiente método:

1. Equilibrar a 30,00 °C
2. Incrementar gradualmente la temperatura de 20,00 °C/min a 200,00 °C
3. Marcar final del ciclo 0
4. Incrementar gradualmente la temperatura de 20,00 °C/min a 30,00 °C
5. Marcar final del ciclo 1
6. Incrementar gradualmente la temperatura de 20,00 °C/min a 200,00 °C
7. Marcar final del ciclo 2
8. Incrementar gradualmente la temperatura de 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 polímero regenerado. 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. Los ejemplos se presentan solamente con fines ilustrativos y no están concebidos como limitaciones de la presente invención, ya que son posibles muchas variaciones de los mismos sin apartarse del espíritu y del alcance de la 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

ES 2 970 800 T3

5 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.

10 La muestra se caracterizó utilizando los métodos de ensayo descritos 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.

15 Las pastillas y las correspondientes muestras de ensayo cuadradas eran de color gris oscuro como indican los valores de $L^*a^*b^*$ de las muestras de prueba cuadradas. La opacidad de las muestras tenía un promedio de aproximadamente 100 % opacidad (es decir, sin translucidez). Una fotografía del espécimen de ensayo cuadrado 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.

20 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.

25 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”.

30 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.

35 Tabla 1. Eliminación de color, contaminación y olor de los Ejemplos 1-3

	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3
Fración	N/A	Fraciones 1 y 2 combinadas	N/A
Medio sólido	N/A	150 ml de gel de sílice mezclado con 150 ml de óxido de aluminio	Tierra de Fuller
Color L*	39,76 ± 0,24 (n=3)	84,51 ± 0,21 (n=3)	63,15 (n=1)
Color a*	-2,51 ± 0,04 (n=3)	-0,82 ± 0,07 (n=3)	0,27 (n=1)
Color b*	-1,20 ± 0,11 (n=3)	3,00 ± 0,22 (n=3)	5,79 (n=1)
Opacidad (Y)	100,19 ± 0,15 (n=3)	9,14 ± 0,47 (n=3)	24,96 (n=1)
Na (ppb) LOQ=100 ppb	136.000 ± 109.000 (n=6)	19.700 ± 11.600 (n=6)	5.120 ± 410 (n=2)
Al (ppb) LOQ=1000 ppb	192.000 ± 17.300 (n=6)	3.610 ± 1.910 (n=6)	109.000 ± 2.180 (n=2)
Ca (ppb) LOQ=1000 ppb	1.590.000 ± 79.500 (n=6)	8.490 ± 4.670 (n=6)	15.600 ± 312 (n=2)
Ti (ppb) LOQ=100 ppb	2.800.000 ± 28.000 (n=6)	2.180 ± 1.110 (n=6)	64.100 ± 135 (n=2)
Cr (ppb) LOQ=10 ppb	4.710 ± 612 (n=6)	239 ± 206 (n=6)	757 ± 204 (n=2)
Fe (ppb) LOQ=1000 ppb	108.000 ± 1.080 (n=6)	1.040 ± 967 (n=6)	55.700 ± 557 (n=2)
Ni (ppb) LOQ=10 ppb	1.160 ± 151 (n=6)	208 ± 245 (n=6)	218 ± 0,196 (n=2)
Cu (ppb) LOQ=10 ppb	15.300 ± 612 (n=6)	144 ± 232 (n=6)	639 ± 345 (n=2)
Zn (ppb) LOQ=10 ppb	71.000 ± 1.420 (n=6)	652 ± 267 (n=6)	2.950 ± 443 (n=2)
Cd (ppb) LOQ=10 ppb	1.620 ± 113 (n=6)	<LOQ	30,7 ± 1,23 (n=2)
Pb (ppb) LOQ=10 ppb	12.166 ± 243 (n=6)	24,0 ± 13,0 (n=6)	121 ± 0,061 (n=2)
Contenido de ceniza (% res de TGA)	1,2117 ± 0,1501 (n=3)	0,4951 ± 0,2448 (n=3)	0,3294 ± 0,0948 (n=3)
Intensidad del olor(0-5)	3,75	3,75	5

ES 2 970 800 T3

Descriptor de olor	a basura, polvo, acre	a cloro, plástico, aceitoso, grasiento	a gasolina
Contenido de PE (% en peso) método DSC LOQ=1 %	5,5 ± 0,3 % (n=3)	<LOQ (n=3)	5,5 ± 0,1 % (n=3)

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 225 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 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.

Los datos de las fracciones 1 y 2 del Ejemplo 2 combinadas se resumen en la Tabla 1. Los sólidos blancos de las fracciones combinadas de este ejemplo se moldearon por compresión obteniendo pruebas de ensayo cuadradas. 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 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 $L^*a^*b^*$ 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 2 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 2, que tuvieron un promedio de opacidad de 9,14 % (es decir, una translucidez 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 %.

La concentración de contaminación por metales pesados en las muestras del Ejemplo 2 también mejoró mucho en comparación con las muestras del Ejemplo 1. Por ejemplo, la concentración de sodio en las muestras del Ejemplo 2 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 2 con respecto a las muestras del Ejemplo 1.

Las muestras del Ejemplo 2 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.

ES 2 970 800 T3

Se encontró que las muestras del Ejemplo 2 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 grasiento”.

- 5 El contenido de polietileno en las muestras del Ejemplo 2 estuvo en todo caso por debajo del límite de cuantificación, que mejoró mucho en comparación con el contenido de polietileno de las muestras del Ejemplo 1, que tenían un promedio de aproximadamente 5,5 % en peso.

Ejemplo 3

- 10 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.

- 15 Se combinaron 20,00 g de copos de color mezclado de polipropileno reciclado obtenido de forma posterior al consumo con 400,04 g de aguarrás mineral (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, se decantó el aguarrás mineral 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 los métodos de ensayo descritos en la presente memoria y los datos resultantes se resumen en la Tabla 1.

- 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 del espécimen de ensayo cuadrado se muestra en la Fig. 4 como Ejemplo 3. 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 3 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 3 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 3 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 3 no era tan translúcida como algunas de las realizaciones de la presente invención.

- La concentración de contaminación por metales pesados de la muestra del Ejemplo 3 mejoró en comparación con las muestras del Ejemplo 1. Por ejemplo, la concentración de sodio en la muestra del Ejemplo 3 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 3 con respecto a las muestras del Ejemplo 1.

La muestra del Ejemplo 3 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.

- 55 Las muestras del Ejemplo 3 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.

- 60 La muestra del ejemplo 3 tuvo valores promedio de contenido de polietileno de aproximadamente 5,5 % en peso, que fue el mismo que el contenido promedio de polietileno de las muestras del Ejemplo 1 de aproximadamente 5,5 % en peso.

Muestras comparativas de polipropileno virgen

- 65 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 muestras de prueba cuadradas según el método descrito

en la presente memoria. Los valores $L^*a^*b^*$ para las pruebas elaboradas 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”.

5

REIVINDICACIONES

1. Un método para purificar un polímero regenerado que comprende:
- 5 a. Obtener el polímero regenerado en donde dicho polímero regenerado se selecciona del grupo que consiste en polímeros de uso posconsumo, polímeros de uso posindustrial, y combinaciones de los mismos;
- 10 b. Disolver el polímero regenerado en un disolvente a una temperatura de 90 °C a 220 °C y una presión de 350 psig (2,41 MPa) a 20.000 psig (137,90 MPa) para producir una solución polimérica; en donde el disolvente se selecciona del grupo que consiste en el primer disolvente fluido, un segundo disolvente fluido y mezclas de los mismos, y en donde el disolvente fluido tiene un punto de ebullición estándar inferior a 70 °C;
- 15 c. Purificar dicha solución polimérica a una temperatura de 90 °C a 220 °C y a una presión de 350 psig (2,41 MPa) a 20.000 psig (137,90 MPa) poniendo en contacto dicha solución polimérica con medios sólidos para producir una solución polimérica más pura; y
- 20 d. Separar un polímero más puro de dicha solución polimérica más pura; en donde dicho segundo disolvente fluido es de la misma composición química o una composición química diferente que el primer disolvente fluido, y en donde dicho polímero regenerado es un homopolímero de polipropileno o un copolímero de polipropileno principalmente; o dicho polímero es un homopolímero de polietileno o un copolímero de polietileno principalmente; y en donde los medios sólidos se seleccionan del grupo que consiste en sustancias inorgánicas, sustancias a base de carbono y mezclas de las mismas,
- 25 seleccionándose las sustancias inorgánicas 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; o seleccionándose las sustancias inorgánicas del grupo que consiste en sílice, gel de sílice, diatomita, arena, cuarzo, alúmina, perlita, tierra de batán, bentonita y mezclas de los mismos; o siendo la sustancia inorgánica vidrio regenerado; y
- 30 en donde las sustancias a base de carbono se seleccionan del grupo que consiste en carbón de antracita, negro de carbono, coque, carbón activado, celulosa y mezclas de los mismos.
- 35 2. El método de la reivindicación 1, en donde el polímero más puro se separa de dicha solución polimérica más pura a una temperatura de 0 °C a 220 °C y una presión de 0 psig (0 MPa) a 2.000 psig (13,79 MPa).
- 40 3. El método de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el polímero regenerado es polímero reciclado obtenido posterior al consumo.
4. El método de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde dicho disolvente fluido tiene un punto de ebullición estándar inferior a 0 °C y superior a -45 °C y un cambio de entalpía estándar de vaporización de menos de +25 kJ/mol.
- 45 5. El método de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde dicho disolvente fluido se selecciona del grupo que consiste en hidrocarburos olefinicos, hidrocarburos alifáticos y mezclas de los mismos.
- 50 6. El método de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde dicho disolvente fluido es n-butano, isómeros de butano, o mezclas de los mismos.
7. El método de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde dicha temperatura en las etapas b y c es de 110 °C a 170 °C.
- 55 8. El método de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde dicho polímero regenerado es polipropileno y dicha presión en la etapa b es superior a 1100 psig (7,58 MPa).
9. El método de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde dicho polímero regenerado es polietileno y dicha presión en la etapa b es superior a 4500 psig (30,03 MPa).
- 60 10. El método de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la solución polimérica se pone en contacto con un lecho empaquetado de dichos medios sólidos.
- 65 11. El método de la reivindicación 10, en donde dicho lecho empaquetado tiene una longitud superior a 20 cm.

MÉTODO PARA PURIFICAR POLÍMEROS CONTAMINADOS

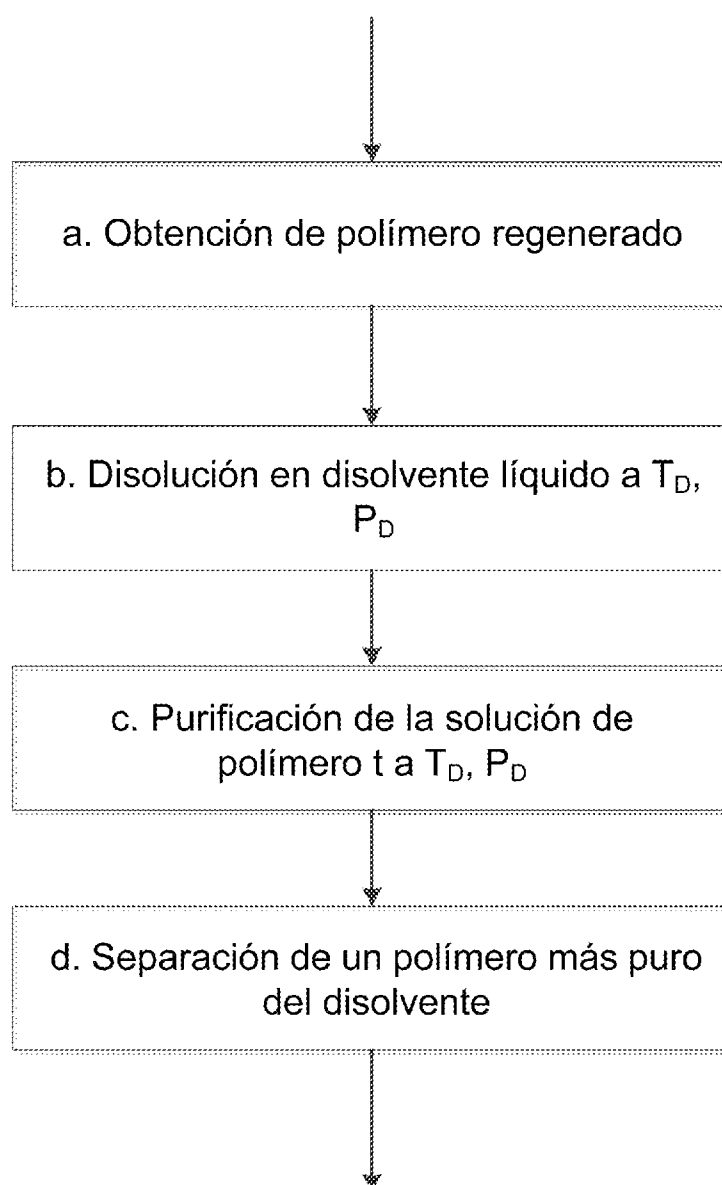


Figura 1

MÉTODO PARA PURIFICAR POLÍMEROS CONTAMINADOS

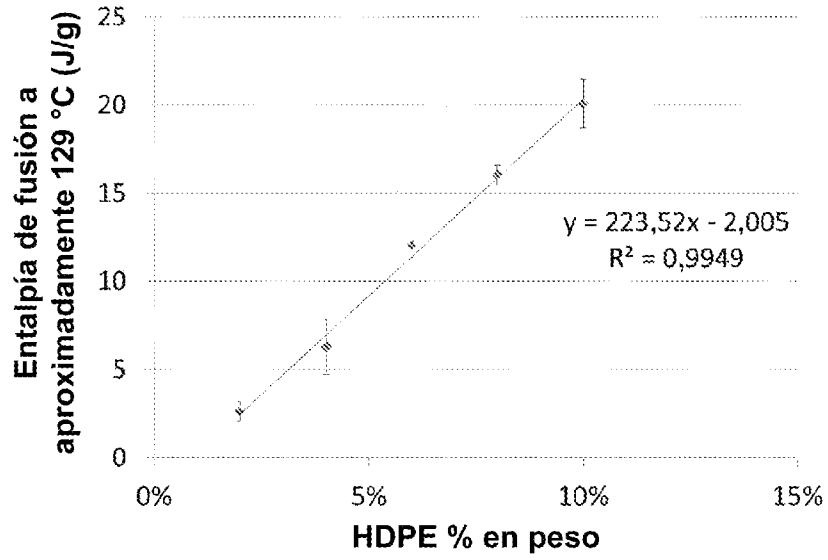


Figura 2

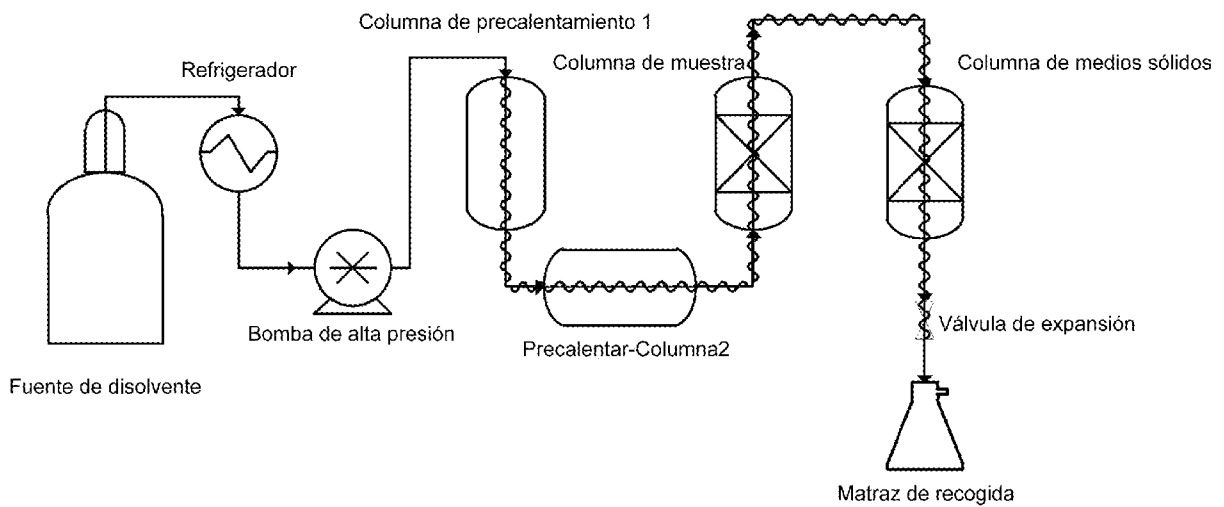


Figura 3

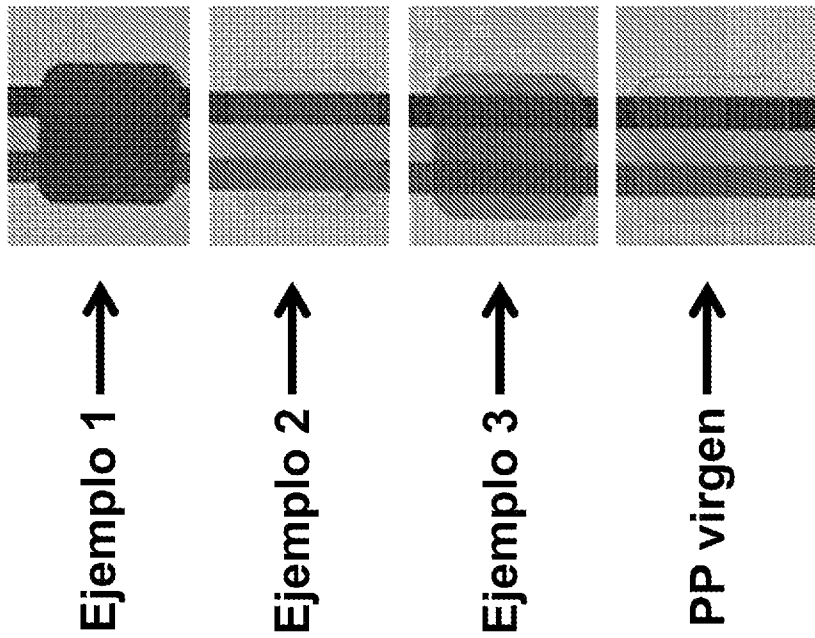


Figura 4