

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 996 258**

51 Int. Cl.:

C08J 11/08 (2006.01)

B29B 17/02 (2006.01)

C08L 23/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **18.06.2019 PCT/US2019/037611**

87 Fecha y número de publicación internacional: **26.12.2019 WO19246016**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.06.2019 E 19739783 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.10.2024 EP 3810683**

54 Título: **Método para purificar polietileno regenerado**

30 Prioridad:

20.06.2018 US 201862687388 P

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

12.02.2025

73 Titular/es:

**THE PROCTER & GAMBLE COMPANY (100.00%)
One Procter & Gamble Plaza
Cincinnati, OH 45202, US**

72 Inventor/es:

**LAYMAN, JOHN, MONCRIEF;
COLLIAS, DIMITRIS, IOANNIS;
SCHONEMANN, HANS y
WILLIAMS, KARA**

74 Agente/Representante:

DEL VALLE VALIENTE, Sonia

ES 2 996 258 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 polietileno regenerado

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere generalmente a un método para purificar polímeros contaminados mediante el uso de un disolvente presurizado, sedimentación y/o filtración. 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 polietileno.

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 después 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 estar contaminados con impurezas y colorantes mezclados, muchos productos de resina reciclada son a menudo heterogéneos en composición química, y pueden contener una cantidad significativa de contaminación polimérica, tal como contaminación de polipropileno reciclado en polietileno, 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.

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.

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.

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.

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 disolución 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 a 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.

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.

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.

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 la etapa 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. Los documentos EP3112406, WO2017/003799 y WO2017/003798 se refieren a un método para separar y purificar un polietileno regenerado con varias etapas de proceso tales como una extracción, disolución, purificación y separación bajo ciertas condiciones de temperatura y presión.

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.

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 polímero esencialmente inodoro.

Resumen de la invención

5 Se describe un método para purificar un polietileno regenerado. En una realización, el método implica obtener un polietileno regenerado donde el polietileno regenerado se selecciona del grupo que consiste en polímeros de uso posterior al consumo, polímeros de uso posterior al uso industrial y combinaciones de los mismos; poner en contacto el polietileno regenerado, a una temperatura de aproximadamente 80 °C a aproximadamente 280 °C, y a una presión de aproximadamente 150 psig (1,03 MPa) a aproximadamente 8.000 psig (55,16 MPa), con un primer disolvente fluido que tenga un punto de ebullición estándar inferior a aproximadamente 70 °C, para producir un polietileno regenerado extraído; disolver el polietileno regenerado extraído 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 280 °C y una presión de aproximadamente 200 psig (1,38 MPa) a aproximadamente 8.000 psig (55,16 MPa) para producir una primera disolución que comprende polietileno, al menos un contaminante disuelto y al menos un contaminante suspendido; sedimentar la primera disolución que comprende polietileno, al menos un contaminante disuelto y al menos un contaminante suspendido a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 280 °C y a una presión de aproximadamente 200 psig (1,38 MPa) a aproximadamente 8.000 psig (55,16 MPa) para producir una segunda disolución que comprende polietileno, al menos un contaminante disuelto y menos del al menos un contaminante suspendido; filtrar la segunda disolución a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 280 °C y a una presión de aproximadamente 200 psig (1,38 MPa) a aproximadamente 8.000 psig (55,16 MPa) para producir una tercera disolución que comprende polietileno más puro, al menos un contaminante disuelto e incluso menos del al menos un contaminante suspendido; y separar el polietileno más puro de la tercera disolución; y donde el segundo disolvente fluido tiene la misma composición química o una composición química diferente que el primer disolvente fluido.

En otra realización, el polietileno más puro se separa de la tercera disolución a una temperatura de aproximadamente 0 °C a aproximadamente 280 °C y una presión de aproximadamente 0 psig (0 MPa) a 2.000 psig (13,79 MPa). El polietileno regenerado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolventes fluidos, a una concentración porcentual en masa de al menos 0,5 %. En otra realización más, el polietileno regenerado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolvente fluido, en una concentración porcentual en masa de al menos 1 %. En una realización, el polietileno regenerado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolvente fluido, en una concentración porcentual en masa de al menos 2 %. En otra realización, el polietileno regenerado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolventes fluidos, en una concentración porcentual en masa de al menos 3 %. En aún otra realización, el polietileno regenerado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolventes fluidos, en una concentración porcentual en masa de al menos 4 %. En todavía otra realización, el polietileno regenerado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolventes fluidos, a una concentración porcentual en masa de al menos 5 %. En una realización, el polietileno regenerado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolvente fluido, en una concentración porcentual en masa de hasta 20 %. En otra realización, el polietileno regenerado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolvente fluido, en una concentración porcentual en masa de hasta 18 %. En otra realización más, el polietileno regenerado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolventes fluidos, en una concentración porcentual en masa de hasta 14 %. En una realización, el polietileno regenerado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolventes fluidos, en una concentración porcentual en masa de hasta 12 %.

En otra realización, el polietileno regenerado es polietileno derivado reciclado después del consumo. En aún otra realización, el polietileno regenerado es un homopolímero de polietileno o un copolímero principalmente de polietileno.

50 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 otra 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 principalmente hidrocarburos alifáticos C4.

En otra realización, el disolvente fluido consiste esencialmente en gas de petróleo licuado C4. En otra realización, el disolvente fluido comprende n-butano, isómeros de butano o mezclas de los mismos. En otra realización, el disolvente fluido comprende n-pentano, isómeros de pentano o mezclas de los mismos.

60 En una realización, la temperatura en las etapas de contacto, disolución, sedimentación y filtración es de aproximadamente 110 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, la presión en la etapa de contacto es de aproximadamente 400 psig (2,76 MPa) a aproximadamente 2.400 psig (16,55 MPa). En otra realización más, la presión en la etapa de contacto es inferior a aproximadamente 1.100 psig (7,58 MPa). En una realización, la presión en las etapas de disolución, sedimentación y filtración es de aproximadamente 400 psig (2,76 MPa) a aproximadamente 6.000 (41,37 MPa).

- 5 En una realización, la filtración se lleva a cabo en una dirección de flujo axial. En otra realización, la filtración se lleva a cabo en una dirección de flujo radial. En otra realización, la filtración se lleva a cabo en un aparato de filtro de tipo vela. En otra realización, el aparato de filtro de vela se recubre previamente con un coadyuvante de filtración. En una realización, el aparato de filtro de vela se recubre previamente con un coadyuvante de filtración seleccionado del grupo que consiste en tierra de diatomeas, perlita, fibra celulósica, arcilla, carbón activado, alúmina, sílice, silicato de alúmina, zeolita y mezclas de los mismos. En otra realización, el aparato de filtro de vela se recubre previamente con un coadyuvante de filtración que tiene un tamaño de partícula de aproximadamente 10 µm a aproximadamente 100 µm.
- 10 En otra realización, la filtración comprende la alimentación corporal de uno o más coadyuvantes de filtración. En otra realización, el uno o más coadyuvantes de filtración se seleccionan del grupo que consiste en tierra de diatomeas, perlita, fibra celulósica, arcilla, carbón activado, alúmina, sílice, silicato de alúmina, zeolita y mezclas de los mismos.
- 15 En otra realización, se describe un método para purificar un polietileno regenerado. El método comprende obtener el polietileno regenerado, donde el polietileno regenerado se selecciona del grupo que consiste en polímeros de uso consumo posterior, polímeros de uso posindustrial y combinaciones de los mismos; poner en contacto el polietileno regenerado, a una temperatura de aproximadamente 80 °C a aproximadamente 280 °C, y a una presión de aproximadamente 150 psig (1,03 MPa) a aproximadamente 8.000 psig (55,16 MPa), con un primer disolvente fluido que tenga un punto de ebullición estándar inferior a aproximadamente 70 °C, para producir un polietileno regenerado
- 20 extraído; disolver el polietileno regenerado extraído 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 280 °C y una presión de aproximadamente 200 psig (1,38 MPa) a aproximadamente 8.000 psig (55,16 MPa) para producir una primera disolución que comprende polietileno, al menos un contaminante disuelto y al menos un contaminante suspendido; sedimentar la primera disolución que comprende polietileno, al
- 25 menos un contaminante disuelto y al menos un contaminante suspendido a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 280 °C y a una presión de aproximadamente 200 psig (1,38 MPa) a aproximadamente 8.000 psig (55,16 MPa) para producir una segunda disolución que comprende polietileno, al menos un contaminante disuelto y menos del al menos un contaminante suspendido; filtrar la segunda disolución a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 280 °C y a una presión de aproximadamente 200 psig (1,38 MPa) a
- 30 aproximadamente 8.000 psig (55,16 MPa) para producir una tercera disolución que comprende polietileno más puro, al menos un contaminante disuelto e incluso menos del al menos un contaminante suspendido; y purificar filtrando adicionalmente la tercera disolución a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 280 °C y a una presión de aproximadamente 200 psig (1,38 MPa) a aproximadamente 8.000 psig (55,16 MPa) poniendo en
- 35 contacto la tercera disolución con uno o más medios sólidos para producir una cuarta disolución que comprende un polietileno más puro; y separar el polietileno más puro de la cuarta disolución; y donde el segundo disolvente fluido tiene la misma composición química o una composición química diferente que el primer disolvente fluido.
- 40 En otra realización, el polietileno más puro se separa de la tercera disolución a una temperatura de aproximadamente 0 °C a aproximadamente 280 °C y una presión de aproximadamente 0 psig (0 MPa) a 2.000 psig (13,79 MPa). El polietileno regenerado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolventes fluidos, a una concentración porcentual en masa de al menos 0,5 %. En una realización, el polietileno regenerado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolventes fluidos, en una concentración porcentual en masa de al menos 1 %. En otra realización, el polietileno regenerado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolventes fluidos, en una concentración porcentual en masa de al menos 2 %. En otra realización más, el polietileno regenerado se disuelve en el disolvente
- 45 fluido, o mezcla de disolventes fluidos, en una concentración porcentual en masa de al menos 3 %. En todavía otra realización, el polietileno regenerado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolventes fluidos, a una concentración porcentual en masa de al menos 4 %. En una realización, el polietileno regenerado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolventes fluidos, en una concentración porcentual en masa de al menos 5 %. En otra
- 50 realización, el polietileno regenerado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolventes fluidos, en una concentración porcentual en masa de hasta 20 %. En aún otra realización, el polietileno regenerado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolventes fluidos, en una concentración porcentual en masa de hasta el 18 %. En todavía otra realización, el polietileno regenerado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolventes fluidos, en una concentración porcentual en masa de hasta el 16 %. En una realización, el polietileno regenerado se disuelve
- 55 en el disolvente fluido, o mezcla de disolventes fluidos, en una concentración porcentual en masa de hasta 14 %. En otra realización, el polietileno regenerado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolventes fluidos, en una concentración porcentual en masa de hasta 12 %.
- 60 En una realización, el polietileno regenerado es polietileno obtenido de reciclado posconsumo. En otra realización, el polietileno regenerado es un homopolímero de polietileno o un copolímero principalmente de polietileno.
- 65 En otra realización, el disolvente fluido tiene un punto de ebullición estándar menor que aproximadamente 0 °C y mayor que aproximadamente -45 °C y un cambio de entalpía estándar de vaporización menor que 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 otra realización, el hidrocarburo alifático se selecciona del grupo que consiste en hidrocarburos alifáticos C1-C6 y mezclas de los mismos. En una realización, los hidrocarburos alifáticos y mezclas de los mismos comprenden principalmente hidrocarburos alifáticos C4. En otra realización, el

disolvente fluido consiste esencialmente en gas de petróleo licuado C4. En otra realización, el disolvente fluido comprende n-butano, isómeros de butano o mezclas de los mismos. En otra realización, el disolvente fluido comprende n-pentano, isómeros de pentano o mezclas de los mismos.

5 En una realización, la temperatura en las etapas de contacto, disolución, sedimentación y filtración es de aproximadamente 110 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, la presión en la etapa de contacto es de aproximadamente 400 psig (2,76 MPa) a aproximadamente 2.400 psig (16,55 MPa). En otra realización más, la presión en la etapa de contacto es inferior a aproximadamente 1.100 psig (7,58 MPa).

10 En otra realización, la presión en las etapas de disolución, sedimentación y filtración es de aproximadamente 400 psig (2,76 MPa) a aproximadamente 6.000 (41,37 MPa). En otra realización, la filtración se lleva a cabo en una dirección de flujo axial. En otra realización, la filtración se lleva a cabo en una dirección de flujo radial. En una realización, la filtración se lleva a cabo en un aparato de filtro de tipo vela. En otra realización, el aparato de filtro de vela se recubre previamente con un coadyuvante de filtración. En otra realización más, el aparato de filtro de vela se recubre previamente con un coadyuvante de filtración seleccionado del grupo que consiste en tierra de diatomeas, perlita, fibra celulósica, arcilla, carbón activado, alúmina, sílice, silicato de alúmina, zeolita y mezclas de los mismos. En otra realización, el aparato de filtro de vela se recubre previamente con un coadyuvante de filtración que tiene un tamaño de partícula de aproximadamente 10 µm a aproximadamente 100 µm. En una realización, la filtración comprende la alimentación corporal de uno o más coadyuvantes de filtración. En otra realización, el uno o más coadyuvantes de filtración se seleccionan del grupo que consiste en tierra de diatomeas, perlita, fibra celulósica, arcilla, carbón activado, alúmina, sílice, silicato de alúmina, zeolita y mezclas de los mismos.

25 En una realización, el medio sólido se selecciona del grupo que consiste en sustancias inorgánicas. En otra realización, el uno o más medios sólidos 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, el uno o más medios sólidos se seleccionan del grupo que consiste en gel de sílice, diatomita, arena, cuarzo, alúmina activada, perlita, tierras de batán, bentonita y mezclas de los mismos. En otra realización, el contacto de la tercera solución con uno o más medios sólidos se realiza en un lecho empaquetado de uno o más medios sólidos.

30 **Breve descripción de los dibujos**

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

35 La figura 2A es un esquema del aparato experimental utilizado para la extracción.

La figura 2B es un esquema del aparato experimental utilizado para la disolución, sedimentación, filtración y purificación.

40 **Descripción detallada de la invención**

I. Definiciones

45 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 “polietileno regenerado” se refiere a un polímero de polietileno usado para una finalidad previa y que después se recuperó para procesos posteriores.

50 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.

55 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.

60 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:

Ecuación 1

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

donde ΔG_{mix} es la variación de la energía libre de Gibbs correspondiente al mezclado de un soluto con un disolvente, ΔH_{mix} es la variación de entalpía de mezclado, T es la temperatura absoluta, y ΔS_{mix} 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, el término “solución de polietileno” se refiere a una solución de polietileno disuelto en un disolvente. La solución de polietileno puede contener materia no disuelta y, por lo tanto, la solución de polietileno también puede ser una “suspensión” de materia no disuelta suspendida en una solución de polietileno disuelto en un disolvente.

Como se utiliza en la presente memoria, los términos “sedimentación” y “precipitación” se refieren a la tendencia de las partículas dentro de una suspensión a separarse de un líquido en respuesta a una fuerza (de forma típica una fuerza de gravedad) que actúa sobre las partículas.

Como se utiliza en el presente documento, el término “contaminante suspendido” se refiere a un constituyente no deseado o no deseable presente a lo largo de la mayor parte del medio de una mezcla heterogénea.

Como se utiliza en la presente memoria, el término “contaminante disuelto” se refiere a un constituyente no deseado o no deseable al menos parcialmente incorporado en un disolvente a nivel molecular.

Como se utiliza en la presente memoria, el término “filtración” y “filtrado” se refiere a una separación de al menos un contaminante disuelto y/o suspendido de un fluido mediante el uso de operaciones mecánicas y/o físicas (por ejemplo, pasar el fluido contaminado a través de un sistema de filtración). Como se utiliza en la presente memoria, los términos “sistema de filtración” y “filtro” se usan indistintamente.

Como se utiliza en la presente memoria, cuando se hace referencia a una solución, la expresión “contaminante menos suspendido” se refiere a una condición posterior de la solución, con respecto a una condición previa (por ejemplo, antes de una etapa de eliminación de contaminantes), en la que la solución previa tenía una cantidad relativamente mayor del contaminante suspendido.

Como se utiliza en la presente memoria, cuando se hace referencia a una solución, la expresión “que comprende incluso menos de un contaminante suspendido” se refiere a una condición posterior de la solución, con respecto a una condición previa (por ejemplo, “que comprende menos de un contaminante suspendido”), en la que la solución previa tenía una cantidad relativamente mayor del contaminante suspendido.

Como se utiliza en la presente memoria, los términos “medios sólidos” y “medio sólido” se refieren 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 granulados 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 el presente documento, el término “disolución de polietileno más pura” se refiere a una disolución de polietileno que tiene menos de uno o más contaminantes con respecto a la misma disolución de polietileno antes de una etapa de purificación.

Como se utiliza en la presente memoria, el término “extracción” se refiere a la práctica de transferir una especie de soluto de una fase líquida (o matriz sólida) a través de una delimitación de fases a una fase líquida inmiscible separada. La(s) fuerza(s) de accionamiento para la extracción se describen mediante la teoría de reparto.

Como se utiliza en la presente memoria, el término “extraído” se refiere a un material que tiene menos de una o más especies de soluto con respecto al mismo material antes de una etapa de extracción. Como se utiliza en el presente documento, el término “polietileno regenerado extraído” se refiere a un polietileno regenerado que tiene menos de una o más especies de soluto con respecto al mismo polietileno regenerado antes de una etapa de extracción.

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 “principalmente copolímero de polietileno” se refiere a un copolímero con más de 70 % en moles de unidades repetitivas de etileno.

Como se utiliza en la presente memoria, toda referencia a unidades internacionales de presión (p. ej., MPa) se refiere a presión manométrica.

Como se utiliza en la presente memoria, el término “dirección de flujo axial” se refiere a un fluido que fluye paralelo al eje largo de un medio de filtro.

Como se utiliza en la presente memoria, el término “dirección de flujo radial” se refiere a un fluido que fluye perpendicular al eje largo de un medio de filtro.

Como se utiliza en la presente memoria, los términos “aparato de filtro de tipo vela” y “filtro de vela”, más generalmente denominados “filtro tubular de torta externa”, se refieren a un aparato que usa presión para separar sólidos de un líquido. Se proporciona una descripción detallada de los filtros de tipo vela, así como otros aparatos de separación sólido-líquido, en la siguiente referencia: Perry, Robert H y Don W. Green. Perry's Chemical Engineers Handbook. New York: McGraw-Hill, 2008. Print.

Como se utiliza en la presente memoria, la expresión “previamente recubierto con coadyuvante de filtración” se refiere a un aparato de separación sólido-líquido donde el medio de filtración comprende un tamiz rígido o semirrígido sobre el que se depositan una capa o capas de material sólido fino (por ejemplo, tierra de diatomeas, perlita, fibra celulósica, arcilla, carbón activado, alúmina, sílice, silicato de alúmina, zeolita y mezclas de los mismos).

Como se utiliza en la presente memoria, el término “alimentación corporal” o “alimentación corporal” se refiere a la adición de coadyuvante de filtración a un fluido antes de que el fluido se filtre.

II. Método para purificar polietileno contaminado

Sorprendentemente, se ha encontrado que las soluciones de polímero de alto peso molecular contaminadas se purifican por filtración. Este procedimiento, ejemplificado en la figura 1, comprende 1) obtener un polietileno regenerado (etapa a en la figura 1), seguido de 2) extraer el polietileno con un disolvente fluido a una temperatura de extracción (T_E) y a una presión de extracción (P_E) (etapa b en la figura 1), seguido de 3) disolver el polietileno en un disolvente fluido a una temperatura de disolución (T_D) y a una presión de disolución (P_D) (etapa c en la figura 1), seguido de 4) sedimentar la disolución de polímero a una temperatura de disolución (T_D) y a una presión de disolución (P_D) (etapa d en la figura 1), seguido de 5) filtrar la disolución de polímero a una temperatura de disolución (T_D) y a una presión de disolución (P_D) (etapa e en la figura 1), seguido de 6) purificar la disolución de polietileno con medio sólido a una temperatura de disolución (T_D) y a una presión de disolución (P_D) (etapa f en la figura 1), seguido de la separación del polietileno del disolvente fluido (etapa g en la figura 1). Téngase en cuenta que los términos T_E , P_E , T_D , P_D mencionados anteriormente pueden variar en valor de una etapa a otra.

En una realización de la presente invención, el polietileno purificado, que puede proceder de corrientes de residuos posconsumo, está prácticamente libre de contaminantes, libre de pigmentos, libre de olores, homogéneo y de propiedades similares a las de los polímeros vírgenes.

Polietileno regenerado

En una realización de la presente invención, un método para purificar el polietileno regenerado incluye obtener polietileno regenerado. Para los fines de la presente invención, el polietileno regenerado procede de corrientes de residuos posconsumidor, posindustrial, poscomercial, y/o de otras corrientes de residuos especiales. Por ejemplo, el polietileno residual posconsumo puede obtenerse de las corrientes de reciclado del lado de la acera, en donde los consumidores finales colocan los polímeros usados de envases y productos en un contenedor designado para la recogida por parte de un camión de recogida o de reciclado de residuos. Los residuos poliméricos posteriores al consumo también pueden derivarse de programas de “retorno” al establecimiento donde 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 polietileno regenerado es una composición homogénea de un polímero individual o una mezcla de varias composiciones de polietileno diferentes. Ejemplos no limitativos de composiciones de polietileno son los homopolímeros y copolímeros de etileno, tales como high density polyethylene (polietileno de alta densidad - HDPE), low density polyethylene (polietileno de baja densidad - LDPE), linear low density polyethylene (polietileno lineal de baja densidad - LLDPE), copolímeros de etileno y alfa-olefinas, y otros polímeros de polietileno solubles que pueden ser evidentes para los expertos en la técnica.

El polietileno regenerado puede contener también varios pigmentos, tintes, auxiliares de proceso, aditivos estabilizantes, cargas y otros aditivos de rendimiento que se añadieron al polímero durante la polimerización o conversión del polímero original en 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, dimetil éter, dietil éter, etil metil 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 pueden ser evidentes para los expertos en la técnica.

La selección del disolvente fluido utilizado dependerá de los rangos 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

En una realización de la presente invención, un método para purificar polietileno incluye poner en contacto un polietileno regenerado con un disolvente fluido a una temperatura y a una presión donde 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 encima 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 a 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 realizarse como un método por lotes, en donde el polietileno regenerado 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 que se utiliza dependerá de la pureza deseada del polímero más puro final y de la cantidad de contaminación extraíble en el polietileno regenerado inicial. 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 el polietileno regenerado incluye poner en contacto el polietileno regenerado con un disolvente fluido a una temperatura y a una presión en donde el polímero se funda y en el estado líquido. En otra realización, el polietileno regenerado se pone en contacto con el disolvente fluido a una temperatura y a una presión en donde el polímero esté en el estado sólido.

En una realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto el polietileno con un disolvente fluido a una temperatura y una presión en donde el polietileno permanezca prácticamente sin disolver. En otra realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye poner en contacto polietileno con un disolvente fluido a una temperatura de aproximadamente 80 °C a aproximadamente 280 °C. En aún otra realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye poner en contacto polietileno con un disolvente fluido a una temperatura de aproximadamente 110 °C a aproximadamente 220 °C. En una realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye poner en contacto polietileno con un disolvente fluido a una presión de aproximadamente 150 psig (1,03 MPa) a aproximadamente 8.000 psig (55,16 MPa). En otra realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye poner en contacto polietileno con un disolvente fluido a una presión de aproximadamente 400 psig (2,76 MPa) a aproximadamente 2.400 psig (16,55 MPa).

En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto el polietileno con n-butano a una temperatura de aproximadamente 80 °C a aproximadamente 280 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto el polietileno con n-butano a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto el polietileno con n-butano a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto el polietileno con n-butano a una presión de aproximadamente 400 psig (2,78 MPa) a aproximadamente 6.000 psig (34,47 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto el polietileno con n-butano a una presión de aproximadamente 800 psig (5,51 MPa) a aproximadamente 5.000 psig (34,47 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto el polietileno con n-butano a una presión de aproximadamente 1.000 psig (6,81 MPa) a aproximadamente 4.500 psig (31,03 MPa).

En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto el polietileno con n-pentano a una temperatura de aproximadamente 80 °C a aproximadamente 280 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto el polietileno con n-pentano a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye poner en contacto polietileno con n-pentano a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto el polietileno con n-pentano a una presión de aproximadamente 400 psig (2,78 MPa) a aproximadamente 3.000 psig (20,68 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto el polietileno con n-pentano a una presión de aproximadamente 800 psig (5,52 MPa) a aproximadamente 2.800 psig (19,31 MPa). En otra realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye poner en contacto polietileno con n-pentano a una presión de aproximadamente 1.000 psig (6,89 MPa) a aproximadamente 2.400 psig (16,55 MPa).

Disolución

En una realización de la presente invención, un método para purificar el polietileno regenerado incluye disolver el polietileno regenerado en un disolvente fluido a una temperatura y a una presión en donde 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 los polímeros incluye disolver el polietileno regenerado contaminado en un disolvente que no disuelva los contaminantes bajo las mismas condiciones de temperatura y presión. Los contaminantes pueden incluir pigmentos, cargas, suciedad y otros polímeros. Estos contaminantes se liberan del polietileno regenerado tras la disolución y después se eliminan de la solución polimérica por medio de una etapa posterior de separación sólido-líquido. En otra realización, un método para purificar polietileno

regenerado incluye disolver polietileno en un disolvente fluido a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 280 °C. En aún otra realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye disolver polietileno en un disolvente fluido a una temperatura de aproximadamente 110 °C a aproximadamente 220 °C. En una realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye disolver polietileno en un disolvente fluido 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 polietileno regenerado incluye disolver polietileno en un disolvente fluido a una presión de aproximadamente 400 psig (2,76 MPa) a aproximadamente 2.600 psig (17,93 MPa).

En una realización de la presente invención, un método para purificar el polietileno regenerado incluye disolver el polietileno en un disolvente fluido a una temperatura y a una presión en donde el polietileno se disuelve en el disolvente fluido. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye disolver el polietileno en n-butano a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 280 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye disolver el polietileno en n-butano a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye disolver el polietileno en n-butano a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye disolver el polietileno en n-butano a una presión de aproximadamente 4.000 psig (27,58 MPa) a aproximadamente 8.000 psig (55,16 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye disolver el polietileno en n-butano a una presión de aproximadamente 4.200 psig (28,96 MPa) a aproximadamente 7.000 psig (48,26 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye disolver el polietileno en n-butano a una presión de aproximadamente 4.500 psig (31,03 MPa) a aproximadamente 6.000 psig (41,37 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye disolver el polietileno en n-butano en una concentración porcentual en masa de al menos 0,5 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 1 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 2 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 3 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 4 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 5 %. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye disolver el polietileno en n-butano en una concentración porcentual en masa de hasta 20 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 18 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 16 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 14 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 12 %.

En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye disolver el polietileno en n-pentano a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 280 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye disolver el polietileno en n-pentano a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye disolver el polietileno en n-pentano a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye disolver el polietileno en n-pentano a una presión de aproximadamente 800 psig (5,52 MPa) a aproximadamente 4.000 psig (27,58 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye disolver el polietileno en n-pentano a una presión de aproximadamente 900 psig (6,21 MPa) a aproximadamente 3.000 psig (20,68 MPa). En otra realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye disolver polietileno en n-pentano a una presión de aproximadamente 1.000 psig (6,89 MPa) a aproximadamente 2.400 psig (16,55 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye disolver el polietileno en n-pentano en una concentración porcentual en masa de al menos 0,5 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 1 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 2 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 3 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 4 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 5 %. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye disolver el polietileno en n-pentano en una concentración porcentual en masa de hasta 20 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 18 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 16 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 14 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 12 %.

Sedimentación

En una realización de la presente invención, un método para purificar el polietileno incluye separar los contaminantes no disueltos de la solución de polietileno, por medio de una etapa de sedimentación (también conocida como precipitación) a una temperatura y a una presión en donde el polímero permanece disuelto en el disolvente fluido. En una realización, la etapa de precipitación hace que los contaminantes no disueltos experimenten una fuerza que mueve de manera uniforme los contaminantes no disueltos en la dirección de la fuerza. De forma típica, la fuerza de precipitación aplicada es la gravedad, pero también puede ser una fuerza centrífuga, centrípeta, o alguna otra fuerza. La cantidad de fuerza aplicada y la duración del tiempo de precipitación dependerá de varios parámetros, incluidos, aunque no de forma limitativa: el tamaño de partículas de las partículas contaminantes, las densidades de partícula

contaminante, la densidad del fluido o solución, y la viscosidad del fluido o solución. La siguiente ecuación (Ecuación 2) es una relación entre los parámetros mencionados anteriormente y la velocidad de precipitación, que es una medida de la velocidad de sedimentación del contaminante:

5 Ecuación 2

$$v = \frac{2(\rho_p - \rho_f)gr^2}{9\eta}$$

10 donde v es la velocidad de precipitación, ρ_p es la densidad de la partícula contaminante, ρ_f es la densidad del fluido o disolución, g es la aceleración debida a la fuerza aplicada (de forma típica la gravedad), r es el radio de la partícula contaminante y η es la viscosidad dinámica del fluido o disolución. Algunos de los parámetros clave que determinan la viscosidad de la solución son: la composición química del disolvente fluido, el peso molecular del polímero disuelto en el disolvente fluido, la concentración de polímero disuelto en el disolvente fluido, la temperatura de la solución de disolvente fluido y la presión de la solución de disolvente fluido.

15 En una realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye precipitar los contaminantes de una solución de disolvente de polietileno/fluido a una temperatura y a una presión en donde el polietileno permanezca disuelto en el disolvente fluido. En otra realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye sedimentar contaminantes de una disolución de polietileno/disolvente fluido a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 280 °C. En aún otra realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye sedimentar contaminantes de una disolución de polietileno/disolvente fluido a una temperatura de aproximadamente 110 °C a aproximadamente 220 °C. En una realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye sedimentar contaminantes de una disolución de polietileno/disolvente fluido 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 polietileno regenerado incluye sedimentar contaminantes de una disolución de polietileno/disolvente fluido a una presión de aproximadamente 400 psig (2,76 MPa) a aproximadamente 2.600 psig (17,93 MPa).

20 En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye sedimentar los contaminantes de una disolución de polietileno/n-butano a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 280 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye sedimentar los contaminantes de una disolución de polietileno/n-butano a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye sedimentar los contaminantes de una disolución de polietileno/n-butano a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye sedimentar los contaminantes de una disolución de polietileno/n-butano a una presión de aproximadamente 4.000 psig (27,58 MPa) a aproximadamente 8.000 psig (55,16 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye sedimentar los contaminantes de una disolución de polietileno/n-butano a una presión de aproximadamente 4.200 psig (28,96 MPa) a aproximadamente 7.000 psig (48,26 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye sedimentar los contaminantes de una disolución de polietileno/n-butano a una presión de aproximadamente 4.500 psig (31,03 MPa) a aproximadamente 6.000 psig (41,37 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye precipitar los contaminantes de una solución de polietileno/n-butano, en donde el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 0,5 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 1 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 2 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 3 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 4 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 5 %. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye precipitar los contaminantes de una solución de polietileno/n-butano, en donde el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 20 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 18 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 16 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 14 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 12 %.

25 En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye sedimentar los contaminantes de una disolución de polietileno/n-pentano a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 280 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye sedimentar los contaminantes de una disolución de polietileno/n-pentano a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye sedimentar contaminantes de una disolución de polietileno/n-pentano a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye sedimentar los contaminantes de una disolución de polietileno/n-pentano a una presión de aproximadamente 800 psig (5,52 MPa) a aproximadamente 3.000 psig (20,68 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye sedimentar los contaminantes de una disolución de polietileno/n-pentano a una presión de aproximadamente 900 psig (6,21 MPa) a aproximadamente 3.000 psig (20,68 MPa). En otra realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye

sedimentar contaminantes de una disolución de polietileno/n-pentano a una presión de aproximadamente 1.000 psig (6,89 MPa) a aproximadamente 2.400 psig (16,55 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye sedimentar los contaminantes de una disolución de polietileno/n-pentano, en donde el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 0,5 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 1 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 2 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 3 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 4 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 5 %. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye sedimentar los contaminantes de una disolución de polietileno/n-pentano, en donde el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 20 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 18 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 16 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 14 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 12 %.

Filtración

Un sistema de filtración típico comprende un medio de filtro, un recipiente de filtro, una entrada de filtro y una salida de filtro. El medio de filtro comprende partículas de filtro que están contenidas dentro del recipiente de filtro. La entrada del filtro está en comunicación fluida con el recipiente del filtro y transporta la corriente de alimentación de filtración en el recipiente del filtro, y la salida del filtro está en comunicación fluida con el sistema de filtración y transporta la corriente de filtración fuera del recipiente del filtro. Un sistema de filtración puede comprender uno o más medios de filtro, recipientes de filtro y entradas y salidas de filtro en serie o en paralelo. Además, un sistema de filtración puede funcionar en flujo radial o axial, o puede funcionar en flujo ascendente, flujo descendente o flujo cruzado. Un ejemplo no limitativo de un filtro de flujo radial es un filtro de vela. Además, la filtración puede ser del tipo de filtración de superficie o de profundidad, y se basa en el modo mecánico de catión.

El medio de filtro utilizado en la filtración en profundidad comprende un agregado de partículas de filtro, que pueden ser homogéneas o heterogéneas. Las partículas de filtro pueden estar distribuidas de manera uniforme o no uniforme (por ejemplo, capas de diferentes partículas de filtro) dentro del medio de filtro. Las partículas de filtro que forman el medio de filtro tampoco necesitan ser idénticas en forma o tamaño y pueden proporcionarse en forma suelta o interconectada. Por ejemplo, un medio de filtro puede comprender partículas de filtro que pueden estar en asociación suelta, o parcial o totalmente unidas por un aglutinante polimérico u otros medios para formar una estructura integral.

Además, las partículas de filtro se pueden proporcionar en una variedad de formas y tamaños. Por ejemplo, y no a modo de limitación, las partículas de filtro se pueden proporcionar en formas simples, tales como polvo, gránulos, fibras y perlas. Las partículas de filtro pueden proporcionarse con formas de esfera, polihedro, cilindro y también con otras formas simétricas, asimétricas e irregulares. Además, las partículas de filtro también pueden presentar formas complejas tales como bandas, tamices, mallas, no tejidos, tejidos y bloques unidos, los cuales pueden o no ser formados a partir de las formas sencillas descritas anteriormente.

Las partículas de filtro pueden variar en tamaño, desde partículas de filtro impalpables (por ejemplo, un polvo muy fino) hasta partículas de filtro palpables. Además, el tamaño de las partículas de filtro no necesita ser uniforme entre las partículas de filtro que se utilizan en cualquier sistema de filtración individual. De hecho, puede ser deseable proporcionar partículas de filtro que tengan diferentes tamaños dentro de un mismo filtro.

En una realización de la presente invención, el tamaño de las partículas de filtro varía entre aproximadamente 0,1 mm y aproximadamente 10 mm. En otra realización de la presente invención, el tamaño de las partículas de filtro varía entre aproximadamente 10 mm y aproximadamente 8 mm. En otra realización de la presente invención, el tamaño de las partículas de filtro varía entre aproximadamente 100 mm y aproximadamente 5 mm. En otra realización distinta de la presente invención, el tamaño de las partículas de filtro varía entre aproximadamente 1 mm y aproximadamente 4 mm. En una realización de la presente invención, el tamaño de las partículas de filtro varía entre aproximadamente 10 μm y aproximadamente 100 μm . En el caso de las partículas esféricas y cilíndricas (p. ej., fibras, perlas, etc.), las dimensiones antes descritas se refieren al diámetro de las partículas de filtro. Para partículas de filtro que tienen formas sustancialmente diferentes, las dimensiones descritas anteriormente se refieren a la dimensión más grande (por ejemplo, longitud, anchura o altura).

Un ejemplo no limitativo de un modo de acción mecánico es la exclusión por tamaño, donde un contaminante suspendido (disperso) es retenido por el medio de filtración y, por lo tanto, separado de la corriente de alimentación de filtración, porque el tamaño del contaminante suspendido es mayor que los poros del medio de filtración. Como se describe, la exclusión por tamaño es un fenómeno entre partículas.

Los ejemplos no limitativos de partículas de filtro son óxido de silicio (sílice), gel de sílice, óxido de aluminio (alúmina), alúmina activada, óxido de hierro, silicato de aluminio, silicato de magnesio, vidrio volcánico amorfo, vidrio regenerado, arena, cuarzo, tierra de diatomeas, zeolita, tamiz molecular, perlita, arcilla, tierras de batán, arcilla de bentonita, armazón orgánico metálico (MOF), armazón orgánico covalente (COF), armazón de imidazolato zeolítico (ZIF),

- celulosa, lignocelulosa, carbón de antracita, negro de carbón, coque y carbón activado. En una realización de la presente invención, las partículas de filtro se seleccionan del grupo que consiste en sílice, alúmina activada, gel de sílice, vidrio volcánico, tierras de batán, arcilla de bentonita y mezclas de los mismos. En otra realización de la presente invención, las partículas de filtro se seleccionan del grupo que consiste en carbón activado, alúmina activada, tierra de diatomeas y mezclas de los mismos. En otra realización de la presente invención, las partículas de filtro se seleccionan del grupo que consiste en MOF, COF, ZIF, carbón activado, alúmina activada y mezclas de los mismos. En otra realización distinta de la presente invención, las partículas de filtro se seleccionan del grupo que consiste en tierra de diatomeas, alúmina activada y mezclas de estas.
- Los ejemplos no limitativo de medios de filtro utilizados en la filtración superficial son una capa delgada de partículas de filtro, cerámica porosa, papel de filtro, telas de filtro, membrana de plástico, pantalla, material no tejido, tejido, fritada porosa/metal sinterizado y placa perforada. En una filtración superficial típica, los contaminantes retenidos forman una torta en la parte superior del medio de filtro que aumenta de espesor a medida que avanza la filtración. Por lo general, después de un determinado tiempo de filtración, la torta de filtración debe eliminarse, ya que ofrece una caída de presión insostenible, ya sea por acción mecánica o por lavado a contracorriente. En una realización de la presente invención, el medio de filtro utilizado en la filtración superficial se selecciona del grupo que consiste en una capa delgada de partículas de tierra de diatomeas depositadas sobre un núcleo poroso metálico tejido (típicamente llamado calcetín). El núcleo poroso soporta el medio de filtro y permite que la corriente de alimentación de filtración fluya a través de él. Ejemplos no limitativos de núcleos son tubos perforados y manguitos de pantalla.
- En la filtración se pueden usar coadyuvantes de filtración. Ejemplos no limitativos de coadyuvantes de filtración son la tierra de diatomeas (también llamada kieselguhr), la celulosa y la perlita. Estos coadyuvantes de filtración se pueden usar como un prerrecubrimiento para los medios de filtro o se pueden añadir a la corriente de alimentación de filtración. En este último caso (también llamado alimentación corporal), los coadyuvantes de filtración aumentan la porosidad de la torta formada sobre el medio de filtro, reduciendo así la caída de presión a través de la torta durante la filtración.
- Al final de su vida útil, los filtros pueden retirarse de la operación y reemplazarse por otros nuevos, o regenerarse. Ejemplos no limitativo de regeneración son el retrolavado, la regeneración térmica y la regeneración de disolventes.
- En una realización de la presente invención, el filtro de superficie comprende un filtro de vela. En otra realización de la presente invención, el filtro de vela comprende una capa delgada de tierra de diatomeas depositada sobre un núcleo poroso de metal tejido. En otra realización de la presente invención, el espesor de la capa de tierra de diatomeas está entre aproximadamente 1 mm y aproximadamente 20 mm. En otra realización distinta de la presente invención, el espesor de la capa de tierra de diatomeas está entre aproximadamente 2 mm y aproximadamente 10 mm. En una realización de la presente invención, el espesor de la capa de tierra de diatomeas está entre aproximadamente 3 mm y aproximadamente 5 mm.
- La permeabilidad del medio de filtro se mide (como es bien conocido por los expertos en la técnica) haciendo pasar una corriente de fluido a través del medio de filtro y midiendo el caudal y la caída de presión. La unidad de medida es milidarcy (mD), y 1 mD es equivalente al paso de 1 ml de fluido con viscosidad de 1 mPa.s (1 cP), que fluye en 1 s bajo una presión de 1 atm, a través de un medio de filtro de 1 cm² de área de sección transversal y 1 cm de espesor. En una realización de la presente invención, la permeabilidad del medio de tierra de diatomeas está entre aproximadamente 30 mD y aproximadamente 20 000 mD. En otra realización de la presente invención, la permeabilidad del medio de tierra de diatomeas está entre aproximadamente 400 mD y aproximadamente 8.000 mD. En otra realización distinta de la presente invención, la permeabilidad del medio de tierra de diatomeas está entre aproximadamente 1000 mD y aproximadamente 4000 mD. En otra realización distinta de la presente invención, la permeabilidad del medio de tierra de diatomeas está entre aproximadamente 2300 mD y aproximadamente 3400 mD.
- En otra realización de la presente invención, el medio de tierra de diatomeas retiene partículas suspendidas con un diámetro mayor de aproximadamente 0,3 µm. En otra realización de la presente invención, el medio de tierra de diatomeas retiene partículas suspendidas con un diámetro mayor de aproximadamente 0,8 µm. En otra realización distinta de la presente invención, el medio de tierra de diatomeas retiene partículas suspendidas con un diámetro mayor de aproximadamente 1 µm. En una realización de la presente invención, el medio de tierra de diatomeas retiene partículas suspendidas con un diámetro mayor de aproximadamente 1,7 µm. En otra realización de la presente invención, el medio de tierra de diatomeas retiene partículas suspendidas con un diámetro mayor de aproximadamente 4 µm.
- En una realización de la presente invención, el filtro de vela comprende un medio de tierra de diatomeas delgado depositado sobre un núcleo metálico tejido; donde el espesor del medio de tierra de diatomeas está entre aproximadamente 2 mm y aproximadamente 10 mm; donde la permeabilidad del medio de tierra de diatomeas está entre aproximadamente 2300 mD y 3400 mD; y donde el medio de tierra de diatomeas retiene partículas suspendidas con un diámetro mayor de aproximadamente 1,7 µm.
- En una realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye filtrar los contaminantes de una disolución de disolvente de polietileno/fluido a una temperatura y a una presión en donde el polietileno permanezca disuelto en el disolvente fluido. En otra realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye filtrado de

contaminantes de una disolución de polietileno/disolvente fluido a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 280 °C. En aún otra realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye filtrar los contaminantes de una disolución de polietileno/disolvente fluido a una temperatura de aproximadamente 110 °C a aproximadamente 220 °C. En una realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye filtrar los contaminantes de una disolución de polietileno/disolvente fluido 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 polietileno regenerado incluye filtrar los contaminantes de una disolución de polietileno/disolvente fluido a una presión de aproximadamente 400 psig (2,76 MPa) a aproximadamente 2.600 psig (17,93 MPa).

5

10 En una realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye filtrado de contaminantes de una disolución de polietileno/n-butano a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 280 °C. En otra realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye filtrado de contaminantes de una disolución de polietileno/n-butano a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 220 °C. En aún otra realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye filtrado de contaminantes de una disolución de polietileno/n-butano a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En una realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye filtrado de contaminantes de una disolución de polietileno/n-butano a una presión de aproximadamente 4.000 psig (27,58 MPa) a aproximadamente 8.000 psig (55,16 MPa). En otra realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye filtrado de contaminantes de una disolución de polietileno/n-butano a una presión de aproximadamente 4.200 psig (28,96 MPa) a aproximadamente 7.000 psig (48,26 MPa). En aún otra realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye filtrado de contaminantes de una disolución de polietileno/n-butano a una presión de aproximadamente 4.500 psig (31,03 MPa) a aproximadamente 6.000 psig (41,37 MPa). En una realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye filtrar los contaminantes de una disolución de polietileno/n-butano, en donde el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 0,5 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 1 %. En otra realización, el polietileno se disuelve a una concentración porcentual en masa de al menos 2 %. En otra realización distinta, el polietileno se disuelve a una concentración porcentual en masa de al menos 3 %. En una realización, el polietileno se disuelve a una concentración porcentual en masa de al menos 4 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 5 %. En aún otra realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye filtrado de contaminantes de una disolución de polietileno/n-butano donde el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 20 %. En otra realización distinta, el polietileno se disuelve a una concentración porcentual en masa de hasta 18 %. En una realización, el polietileno se disuelve a una concentración porcentual en masa de hasta 16 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 14 %. En otra realización, el polietileno se disuelve a una concentración porcentual en masa de hasta 12 %.

15

20

25

30

35

40 En otra realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye filtrado de contaminantes de una disolución de polietileno/n-pentano a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 280 °C. En otra realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye filtrado de contaminantes de una disolución de polietileno/n-pentano a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye filtrado de contaminantes de una disolución de polietileno/n-pentano a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye filtrado de contaminantes de una disolución de polietileno/n-pentano a una presión de aproximadamente 800 psig (5,52 MPa) a aproximadamente 4.000 psig (27,58 MPa). En otra realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye filtrado de contaminantes de una disolución de polietileno/n-pentano a una presión de aproximadamente 900 psig (6,21 MPa) a aproximadamente 3.000 psig (20,68 MPa). En otra realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye filtrado de contaminantes de una disolución de polietileno/n-pentano a una presión de aproximadamente 1.000 psig (6,89 MPa) a aproximadamente 2.400 psig (16,55 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye filtrado de contaminantes de una disolución de polietileno/n-butano, en donde el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 0,5 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 1 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 2 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 3 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 4 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 5 %. En otra realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye filtrado de contaminantes de una disolución de polietileno/n-pentano donde el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 20 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 18 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 16 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 14 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 12 %.

45

50

55

60

Purificación

65 En una realización de la presente invención, un método para purificar el polietileno incluye poner en contacto una solución polimérica contaminada con medios sólidos a una temperatura y a una presión en donde el polímero permanezca disuelto en el disolvente fluido. Los medios sólidos de la presente invención, también denominados a lo

largo de la presente invención medios de adsorción o medios de filtración por adsorción, comprenden partículas de medios sólidos y son cualquier material sólido que elimine al menos parte de la contaminación de una solución de polietileno regenerado 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 posibles mecanismos incluyen adsorción, absorción, electrostática, exclusión por tamaño, exclusión iónica, 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 polietileno regenerado pueden ser compuestos polares o pueden tener compuestos polares en sus superficies y pueden interactuar preferiblemente con el medio sólido, que también puede ser al menos ligeramente polar. Las interacciones polar-polar son especialmente favorables cuando se utilizan disolventes no polares, tales como alcanos, como disolvente fluido.

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, los medios sólidos son vidrios reciclados. En otra realización de la presente invención, las partículas de medios sólidos se seleccionan del grupo que consiste en partículas sólidas de óxido de silicio (sílice), gel de sílice, óxido de aluminio (alúmina), alúmina activada, óxido de hierro, silicato de aluminio, silicato de magnesio, arena, cuarzo, tierra de diatomeas, zeolita, tamiz molecular, perlita, arcilla, tierras de batán, arcilla de bentonita, armazón orgánico metálico (MOF), armazón orgánico covalente (COF), armazón de imidazolato zeolítico (ZIF), celulosa y lignocelulosa. En otra realización distinta de la presente invención, los medios sólidos se seleccionan del grupo que consiste en sílice, alúmina activada, gel de sílice, tierra de batán, arcilla bentonítica y mezclas de los mismos. En una realización de la presente invención, los medios sólidos se seleccionan del grupo que consiste en carbón activado, alúmina activada, tierra de diatomeas y mezclas de los mismos. En otra realización de la presente invención, los medios sólidos se seleccionan del grupo que consiste en MOF, COF, ZIF, carbón activado, alúmina activada y mezclas de los mismos. En otra realización de la presente invención, los medios sólidos se seleccionan del grupo que consiste en tierra de diatomeas, alúmina activada y mezclas de los mismos.

Un ejemplo no limitativo del modo de acción físico es la adsorción física (también denominada fisorción), donde un contaminante disuelto se adsorbe en la superficie externa o en la superficie interna de los poros de una partícula de filtro debido a las fuerzas de van der Waals y, por lo tanto, se separa de la corriente de alimentación de filtración. Otro ejemplo no limitativo del modo de acción físico es la adsorción electrostática, donde un contaminante suspendido se adsorbe en la superficie de una partícula de filtro debido a la atracción electrostática. Las partículas de filtro y los medios que eliminan los contaminantes principalmente por adsorción se denominan partículas de filtro de adsorción y medios de filtro de adsorción, respectivamente.

El medio de filtración por adsorción normalmente está contenido en un recipiente de filtro cilíndrico como un medio suelto o un bloque unido, y la filtración por adsorción puede ser de flujo axial o de flujo radial. El medio de filtro de adsorción cilíndrico en flujo axial tiene una relación dimensional definida como la relación entre la altura y el diámetro del medio de filtro de adsorción cilíndrico. En una realización de la presente invención, la relación de aspecto del medio de filtro de adsorción cilíndrico es igual o superior a aproximadamente 1. En otra realización de la presente invención, la relación de aspecto del medio de filtro de adsorción cilíndrico es igual o superior a aproximadamente 2. En otra realización de la presente invención, la relación de aspecto del medio de filtro de adsorción cilíndrico es igual o superior a aproximadamente 5. En otra realización distinta de la presente invención, la relación dimensional del medio de filtro de adsorción cilíndrico es igual o superior a aproximadamente 10. En una realización de la presente invención, la relación dimensional del medio de filtro de adsorción cilíndrico es igual o superior a aproximadamente 30. En otra realización de la presente invención, la relación dimensional del medio de filtro de adsorción cilíndrico es igual o superior a aproximadamente 50. En otra realización de la presente invención, la relación dimensional del medio de filtro de adsorción cilíndrico es igual o superior a aproximadamente 70.

En una realización de la presente invención, la altura del medio de filtro de adsorción cilíndrico es igual o superior a aproximadamente 5 cm. En otra realización de la presente invención, la altura del medio de filtro de adsorción cilíndrico es igual o superior a aproximadamente 20 cm. En otra realización de la presente invención, la altura del medio de filtro de adsorción cilíndrico es igual o superior a aproximadamente 50 cm. En otra realización distinta de la presente invención, la altura del medio de filtro de adsorción cilíndrico es igual o superior a aproximadamente 1 m. En una realización de la presente invención, la altura del medio de filtro de adsorción cilíndrico es igual o superior a aproximadamente 1,5 m. En otra realización de la presente invención, la altura del medio de filtro de adsorción cilíndrico es igual o superior a aproximadamente 3 m. En otra realización de la presente invención, la altura del medio de filtro de adsorción cilíndrico es igual o superior a aproximadamente 6 m.

En una realización de la presente invención, el medio de filtro de adsorción es cilíndrico; donde el medio de filtro comprende partículas de filtro de adsorción sueltas; donde la altura del medio de adsorción cilíndrico es de aproximadamente 122 cm; donde el diámetro del medio de adsorción cilíndrico es de aproximadamente 1,7 cm; donde

las partículas de filtro de adsorción comprenden alúmina activada; y donde el tamaño de partícula de las partículas de filtro de adsorción es de 7x14 mesh.

5 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, los medios sólidos se reemplazan según sea necesario para mantener una 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.

15 En una realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto una disolución de disolvente de polietileno/fluido con medios sólidos a una temperatura y a una presión en donde el polietileno permanezca disuelto en el disolvente fluido. En una realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye poner en contacto una disolución de polietileno/disolvente fluido con medios sólidos a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 280 °C. En otra realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye poner en contacto una disolución de polietileno/disolvente fluido con medios sólidos a una temperatura de aproximadamente 110 °C a aproximadamente 220 °C. En una realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye poner en contacto una disolución de polietileno/disolvente fluido con medios sólidos 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 polietileno regenerado incluye poner en contacto una disolución de polietileno/disolvente fluido con medios sólidos a una presión de aproximadamente 400 psig (2,76 MPa) a aproximadamente 2.600 psig (17,93 MPa).

30 En una realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye poner en contacto una disolución de polietileno/n-butano con medios sólidos a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 280 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto una disolución de polietileno/n-butano con medios sólidos a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto una disolución 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 el polietileno regenerado incluye poner en contacto una disolución de polietileno/n-butano con medios sólidos a una presión de aproximadamente 4000 psig (27,58 MPa) a aproximadamente 8.000 psig (55,16 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto una disolución de polietileno/n-butano con medios sólidos a una presión de aproximadamente 4.200 psig (28,96 MPa) a aproximadamente 7.000 psig (48,26 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto una disolución de polietileno/n-butano con medios sólidos a una presión de aproximadamente 4.500 psig (31,03 MPa) a aproximadamente 6.000 psig (41,37 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto una solución de polietileno/n-butano con medios sólidos, en donde el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 0,5 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 1 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 2 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 3 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 4 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 5 %. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto una solución de polietileno/n-butano con medios sólidos, en donde el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 20 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 18 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 16 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 14 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 12 %.

55 En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto una disolución de polietileno/n-pentano con medios sólidos a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 280 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto una disolución de polietileno/n-pentano con medios sólidos a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye poner en contacto una disolución de polietileno/n-pentano con medios sólidos a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye poner en contacto una disolución de polietileno/n-pentano con medios sólidos a una presión de aproximadamente 800 psig (5,52 MPa) a aproximadamente 4.000 psig (27,58 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto una disolución de polietileno/n-pentano con medios sólidos a una presión de aproximadamente 900 psig (6,21 MPa) a aproximadamente 3.000 psig (20,68 MPa). En otra realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye poner en contacto una disolución de polietileno/n-pentano con medios sólidos a una presión de aproximadamente psig (31,03 MPa) a aproximadamente 6.000 psig (41,37 MPa). En otra realización, un método para

purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto una disolución de polietileno/n-pentano con medios sólidos, en donde el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 0,5 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 1 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 2 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 3 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 4 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 5 %. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto una disolución de polietileno/n-pentano con medios sólidos, en donde el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 20 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 18 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 16 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 14 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 12 %.

15 Separación

En una realización de la presente invención, un método para purificar el polietileno regenerado incluye separar el polímero más puro del disolvente fluido a una temperatura y a una presión en 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 polietileno regenerado incluye separar el polietileno de una solución disolvente de polietileno/fluido a una temperatura y a una presión en donde el polietileno se precipita desde la solución. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye separar el polietileno de una disolución de polietileno/n-butano a una temperatura de aproximadamente 0 °C a aproximadamente 280 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye separar el polietileno de una disolución de polietileno/n-butano a una temperatura de aproximadamente 50 °C a aproximadamente 175 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye separar el polietileno de una disolución de polietileno/n-butano a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye separar el polietileno de una disolución de polietileno/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 el polietileno regenerado incluye separar el polietileno de una disolución de polietileno/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 el polietileno regenerado 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 el polietileno regenerado incluye separar el polietileno de una disolución de polietileno/n-pentano a una temperatura de aproximadamente 0 °C a aproximadamente 280 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye separar el polietileno de una disolución de polietileno/n-pentano a una temperatura de aproximadamente 30 °C a aproximadamente 150 °C. En otra realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye separar polietileno de una disolución de polietileno/n-pentano a una temperatura de aproximadamente 50 °C a aproximadamente 130 °C. En otra realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye separar polietileno de una disolución de polietileno/n-pentano a una presión de aproximadamente 0 psig (0 MPa) a aproximadamente 2.000 psig (13,79 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye separar el polietileno de una disolución de polietileno/n-pentano 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 el polietileno regenerado incluye separar el polietileno de una disolución de polietileno/n-pentano a una presión de aproximadamente 75 psig (0,52 MPa) a aproximadamente 1.000 psig (6,89 MPa).

60 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 al mejorar el color y la traslucidez/claridad (es decir, hacer que el color y la opacidad del polietileno 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), y reducir o eliminar compuestos volátiles (especialmente, compuestos volátiles que contribuyen al mal olor del polietileno regenerado).

Medición del color y la opacidad:

5 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 polietileno regenerado, especialmente el polipropileno regenerado obtenido de forma posterior al 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.

15 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 plaquita 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.

20 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 amarillo y los valores negativos de b^* a un color azul. 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).

25 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 3:

Ecuación 3

$$50 \quad \% \text{ de opacidad} = \frac{Y_{\text{soporte negro}}}{Y_{\text{soporte blanco}}} * 100$$

Análisis elemental:

55 Muchas fuentes de polietileno regenerado 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 polietileno regenerado 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.

60 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 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 dispositivo 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:

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

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 bandeja de muestras de platino y se calentaron hasta 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:

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

45 4 = Fuerte

3 = Moderado

50 2 = De débil a moderado

1 = Débil

0 = Sin olor

55 Aunque se han ilustrado y descrito realizaciones particulares de la presente invención, resulta obvio para los expertos en la técnica que es posible realizar diferentes cambios y modificaciones sin abandonar el ámbito de la invención. Por lo tanto, las reivindicaciones adjuntas pretenden cubrir todos estos cambios y modificaciones que se encuentran dentro del alcance de la presente invención.

REIVINDICACIONES

1. Un método para purificar un polietileno regenerado que comprende:
 - a. obtener el polietileno regenerado en donde el polietileno regenerado se selecciona del grupo que consiste en polímeros de uso posconsumo, polímeros de uso posindustrial, y combinaciones de los mismos;
 - b. poner en contacto el polietileno regenerado, a una temperatura de aproximadamente 80 °C a aproximadamente 280 °C, y a una presión de aproximadamente 150 psig (1,03 MPa) a aproximadamente 8.000 psig (55,16 MPa), con un primer disolvente fluido que tenga un punto de ebullición estándar inferior a aproximadamente 70 °C, para producir un polietileno regenerado extraído;
 - c. disolver el polietileno regenerado extraído 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 280 °C y una presión de aproximadamente 200 psig (1,38 MPa) a aproximadamente 8.000 psig (55,16 MPa) para producir una primera disolución que comprende polietileno, al menos un contaminante disuelto y al menos un contaminante suspendido; en donde el polietileno regenerado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolventes fluidos, a una concentración porcentual en masa de al menos 0,5 %;
 - d. sedimentar la primera disolución que comprende polietileno, al menos un contaminante disuelto y al menos un contaminante suspendido a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 280 °C y a una presión de aproximadamente 200 psig (1,38 MPa) a aproximadamente 8.000 psig (55,16 MPa) para producir una segunda disolución que comprende polietileno, al menos un contaminante disuelto y menos del al menos un contaminante suspendido;
 - e. filtrar la segunda disolución a una temperatura de aproximadamente 90 °C a 280 °C y a una presión de 200 psig (1,38 MPa) a 8.000 psig (55,16 MPa) para producir una tercera disolución que comprende polietileno más puro, al menos un contaminante disuelto e incluso menos del al menos un contaminante suspendido; y
 - f. separar el polietileno más puro de la tercera disolución; y

en donde el segundo disolvente fluido tiene la misma composición química o una composición química diferente que el primer disolvente fluido.
2. El método según la reivindicación 1, en donde el polietileno más puro se separa de la tercera disolución a una temperatura de 0 °C a 280 °C y una presión de 0 psig (0 MPa) a 2.000 psig (13,79 MPa).
3. El método según la reivindicación 1 ó 2, en donde el polietileno regenerado es polietileno derivado del reciclado posterior al consumo.
4. El método según la reivindicación 1 ó 2, en donde el polietileno regenerado es un homopolímero de polietileno o un copolímero principalmente de polietileno.
5. El método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde el disolvente fluido tiene un punto de ebullición estándar inferior a 0 °C y superior a aproximadamente -45 °C y un cambio de entalpía estándar de vaporización de menos de +25 kJ/mol.
6. El método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el disolvente fluido se selecciona del grupo que consiste en hidrocarburos olefínicos, hidrocarburos alifáticos y mezclas de los mismos, preferiblemente donde el hidrocarburo alifático se selecciona del grupo que consiste en hidrocarburos alifáticos C₁-C₆ y mezclas de los mismos.
7. El método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el disolvente fluido comprende gas de petróleo licuado C₄, preferiblemente en donde el disolvente fluido comprende n-butano, isómeros de butano o mezclas de los mismos.
8. El método según las reivindicaciones 1 a 6, en donde el disolvente fluido comprende n-pentano, isómeros de pentano o mezclas de los mismos.
9. El método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la temperatura en las etapas de contacto, disolución, sedimentación y filtración es de 110 °C a 220 °C.
10. El método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la presión en la etapa de contacto es de 400 psig (2,76 MPa) a 2.400 psig (16,55 MPa).

ES 2 996 258 T3

11. El método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde dicha presión en las etapas de disolución, sedimentación, y filtración es de 400 psig (2,76 MPa) a 6.000 psig (41,37 MPa).
- 5 12. El método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el filtrado se lleva a cabo en un aparato de filtro de tipo vela, preferiblemente, en donde el aparato de filtro de vela se reviste previamente con un adyuvante de filtración, más preferiblemente en donde el adyuvante de filtración se selecciona del grupo que consiste en tierra de diatomeas, perlita, fibra celulósica, arcilla, carbón activado, alúmina, sílice, silicato de alúmina, zeolita y mezclas de los mismos.
- 10 13. El método según la reivindicación 12, en donde el aparato de filtro de vela está recubierto previamente con un adyuvante de filtración que tiene un tamaño de partícula de 10 μm a 100 μm .
14. El método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el filtrado se lleva a cabo en una dirección de flujo axial.

Método para purificar polietileno regenerado

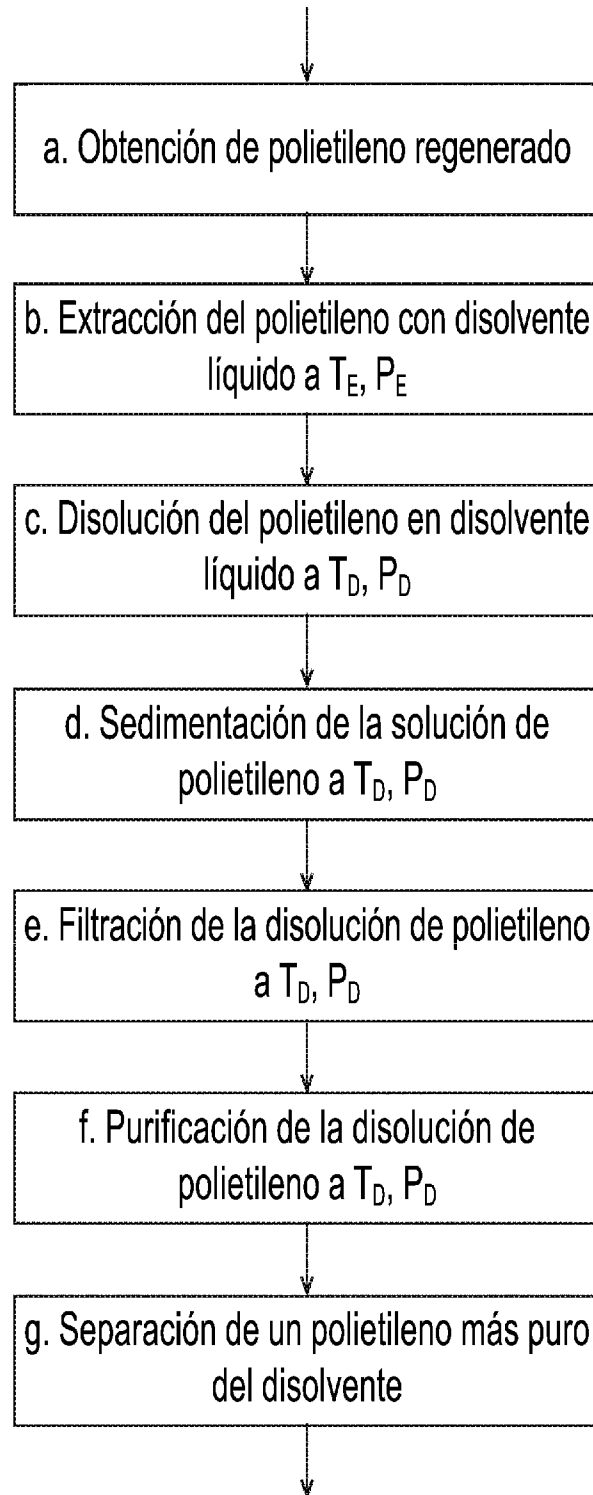


Figura 1

