

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 767 683**

51 Int. Cl.:

C08J 11/08 (2006.01)

C08L 23/12 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.12.2017 E 17207696 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.11.2019 EP 3339359**

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

30 Prioridad:

20.12.2016 US 201662436471 P
13.12.2017 US 201715839906

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

18.06.2020

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

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

74 Agente/Representante:

DEL VALLE VALIENTE, Sonia

ES 2 767 683 T3

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

DESCRIPCIÓN

Método de purificación de polipropileno recuperado

5 **Campo de la invención**

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

Antecedentes de la invención

15 Los polímeros, especialmente los plásticos sintéticos, están presentes constantemente en la vida cotidiana debido a sus costes de producción relativamente bajos y a un buen equilibrio de propiedades del material. Los plásticos sintéticos se utilizan en una amplia variedad de aplicaciones, tales como envasado, componentes de automoción, dispositivos médicos y bienes de consumo. Para satisfacer la alta demanda de estas aplicaciones, anualmente se producen mundialmente decenas de miles de millones de plásticos sintéticos. La gran mayoría de los plásticos sintéticos se producen a partir de fuentes de fósiles cada vez más escasas, tales como petróleo y gas natural. Además, la fabricación de plásticos sintéticos a partir de fuentes de fósiles produce CO₂ como subproducto.

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

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

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

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 hidrocarbonada 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 hidrocarbonado. En la solicitud de patente n.º 849.312 se describe además poner en contacto una solución caliente de poliolefina con arcilla blanqueadora y/o carbón activado para eliminar componentes extraños de la solución. En la patente n.º 849.312 también se describe el enfriamiento de la solución a temperaturas por debajo de 70 °C para cristalizar la poliolefina y eliminar a continuación el disolvente calentando la poliolefina por encima del punto de fusión de la poliolefina, o evaporar el disolvente adherente al vacío o hacer pasar una corriente de gas a través del precipitado de poliolefina, y/o extraer el disolvente con un alcohol o acetona que bulle por debajo del punto de fusión de la poliolefina.

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 el paso de filtrar el disolvente auxiliar termoplástico (con o sin el fluido de trabajo) para retirar los contaminantes en forma de partículas, tales como partículas de vidrio.

US-2002/128394 se refiere a un método para producir una mezcla de polipropileno a partir de una mezcla de plástico que comprende otros polímeros. La mezcla de plástico se deriva de un envase de plástico que se ha recogido para el reciclado. El método comprende las siguientes etapas: 1) extraer los contaminantes de la mezcla de plástico una temperatura por debajo de la temperatura de solución del polímero en un disolvente seleccionado, tal como hexano (punto de ebullición 68,5-69,1 °C), durante un período de permanencia específico; 2) aumentar la temperatura del disolvente (o un segundo disolvente) para disolver el polímero; 3) separar los componentes insolubles de la solución mediante separación sólido-líquido, comprendiendo una o más de filtración, decantación o centrifugación; 4) generar al menos dos fases líquidas que tienen diferentes composiciones de polímero y precipitar selectivamente el polipropileno a partir de al menos una fase líquida mediante cizallamiento o flujo para formar una fracción de polipropileno; 5) desgasificar la fracción de polipropileno; y 6) granular la fracción de polipropileno para formar una mezcla de polipropileno.

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.

Sumario de la invención

Se proporciona un método para purificar un polipropileno recuperado. El método implica:

- a. Obtener polipropileno recuperado seleccionado del grupo que consiste en polímeros de uso posterior al consumo, polímeros de uso posterior al uso industrial, y combinaciones de los mismos;
- b. Poner en contacto el polipropileno recuperado a una temperatura de aproximadamente 80 °C a aproximadamente 220 °C y a una presión de aproximadamente 150 psig (1,03 MPa) a aproximadamente 15.000 psig (103,42 MPa) con un primer disolvente fluido que tiene un punto de ebullición estándar inferior a aproximadamente 70 °C, para producir un polipropileno recuperado extraído;
- c. Disolver el polipropileno recuperado 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 220 °C y una presión de aproximadamente 350 psig (2,41 MPa) a aproximadamente 20.000 psig (137,90 MPa) para producir una primera solución que comprende polipropileno y contaminantes suspendidos;
- d. Sedimentar la primera solución que comprende polipropileno y contaminantes suspendidos a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 220 °C y a una presión de aproximadamente 350 psig (2,41 MPa) a aproximadamente 20.000 psig (137,90 MPa) para producir una segunda solución que comprende polipropileno y contaminantes restantes;
- e. Purificar la segunda solución a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 220 °C y a una presión de aproximadamente 350 psig (2,41 MPa) a aproximadamente 20.000 psig (137,90 MPa) poniendo en contacto la segunda solución con medio sólido para producir una tercera solución que comprende polipropileno más puro; y
- f. Separar el polipropileno más puro de la tercera solución.

El segundo disolvente fluido puede tener la misma composición química o una composición química diferente que la del primer disolvente fluido.

En una realización, el polipropileno se separa de la tercera solución a una temperatura de aproximadamente 0 °C a aproximadamente 220 °C y a una presión de aproximadamente 0 psig (0 MPa) a 2000 psig (13,79 MPa). En otra realización, el polipropileno recuperado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolvente fluido, a una concentración en porcentaje de masa de al menos 0,5 %. En otra realización, el polipropileno recuperado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolvente fluido, a una concentración en porcentaje de masa de al menos 1 %. En una realización, el polipropileno recuperado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolvente fluido, a una concentración en porcentaje de masa de al menos 2 %.

En una realización, el polipropileno recuperado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolvente fluido, a una concentración en porcentaje de masa de al menos 3 %. En otra realización, el polipropileno recuperado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolvente fluido, a una concentración en porcentaje de masa de al menos 4 %. En otra realización, el polipropileno recuperado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolvente fluido, a una concentración en porcentaje de masa de al menos 5 %.

En una realización, el polipropileno recuperado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolvente fluido, a una concentración en porcentaje de masa de hasta 20 %. En otra realización, el polipropileno recuperado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolvente fluido, a una concentración en porcentaje de masa de hasta 18 %. En otra realización, el polipropileno recuperado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolvente fluido, a una concentración en porcentaje de masa de hasta 16 %. En una realización, el polipropileno recuperado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolvente fluido, a una concentración en porcentaje de masa de hasta 14 %. En otra realización, el polipropileno recuperado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolvente fluido, a una concentración en porcentaje de masa de hasta 12 %.

En una realización, el polipropileno recuperado es polipropileno derivado reciclado después del consumo. En otra realización, el polipropileno recuperado es un homopolímero de polipropileno o un copolímero principalmente de polipropileno. En otra 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.

5 En una 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 hidrocarburos alifáticos principalmente C₄.

10 En otra realización, el disolvente fluido consiste esencialmente en gas de petróleo licuado C₄. En una realización, el disolvente fluido es n-butano, isómeros de butano o mezclas de los mismos. En otra realización, la temperatura en las etapas de contacto, disolución, precipitación y purificación es de aproximadamente 110 °C a aproximadamente 170 °C.

15 En una realización, la presión en la etapa de contacto es de aproximadamente 1100 psig (7,58 MPa) a aproximadamente 2100 psig (14,48 MPa). En otra realización, la presión en la etapa de contacto es inferior a aproximadamente 1100 psig (7,58 MPa). En otra realización, la presión en las etapas de disolución, precipitación y purificación es superior a aproximadamente 1100 psig (7,58 MPa). En una realización, la presión en las etapas de disolución, precipitación y purificación es superior a aproximadamente 2100 psig (14,48 MPa).

20 El medio sólido se selecciona del grupo que consiste en sustancias inorgánicas, sustancias basadas en carbono, y mezclas de las mismas. Las sustancias inorgánicas se seleccionan del grupo que consiste en óxidos de silicio, óxidos de aluminio, óxidos de hierro, silicatos de aluminio, vidrios volcánicos amorfos, y mezclas de los mismos. Las sustancias inorgánicas se seleccionan del grupo que consiste en gel de sílice, diatomita, arena, cuarzo, alúmina, perlita, tierras de batán, bentonita, y mezclas de los mismos.

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

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

35 Breve descripción de los dibujos

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

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

La Fig. 3A es un esquema del aparato experimental utilizado en la etapa de extracción de los Ejemplos 2 y 3.

45 La Fig. 3B es un esquema del aparato experimental utilizado en las etapas de disolución y sedimentación de los Ejemplos 2 y 3.

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

50 Descripción detallada de la invención

I. Definiciones

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

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

60 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.

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

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

5 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.

15 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

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

20 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.

25 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).

30 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.

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

40 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.

45 Como se utiliza en la presente memoria, el término “contaminantes suspendidos” se refiere a constituyentes no deseados o no deseables que están presentes en la totalidad del medio de una mezcla heterogénea.

50 Como se utiliza en la presente memoria, el término “medio sólido” se refiere a una sustancia que existe en estado sólido en las condiciones de uso. El medio sólido puede ser cristalino, semicristalino o amorfo. El medio sólido pueden ser 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.

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

60 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 especies de soluto con respecto al mismo material antes de una etapa de extracción. Como se utiliza en la presente

memoria, el término “polipropileno recuperado extraído” se refiere a un polipropileno recuperado que tiene menos especies de soluto con respecto al mismo polipropileno recuperado 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 “copolímero principalmente de polipropileno” se refiere a un copolímero con más de 70 % en moles de unidades repetitivas de propileno.

Como se utiliza en la presente memoria, toda referencia a unidades internacionales de presión (p. ej., 0,758 MPa) se refiere a presión manométrica.

II. Método para purificar polipropileno contaminado

Sorprendentemente, se ha descubierto que determinados disolventes fluidos, que en una realización preferida presentan una solubilidad de los polímeros dependiente de la temperatura y la presión, cuando se usan en un proceso relativamente simple, pueden utilizarse para purificar polímeros contaminados, especialmente polímeros recuperados o reciclados, a una calidad similar a uno virgen. Este proceso, ilustrado en la Fig. 1, comprende 1) obtener un polipropileno recuperado (etapa a de la Fig. 1), seguido de 2) extraer el polipropileno con un disolvente fluido a una temperatura de extracción (T_E) y a una presión de extracción (P_E) (etapa b de la Fig. 1), seguido de 3) disolución del polipropileno en un disolvente fluido a una temperatura de disolución (T_D) y a una presión de disolución (P_D) (etapa c de la Fig. 1), seguido de 4) sedimentación de la solución polimérica a una temperatura de disolución (T_D) y a una presión de disolución (P_D) (etapa d de la Fig. 1), seguido de 5) poner en contacto la solución de polipropileno disuelto con medio sólido a una temperatura de disolución (T_D) y a una presión de disolución (P_D) (etapa e de la Fig. 1), seguido de la separación del polipropileno del disolvente fluido (etapa f de la Fig. 1).

En una realización de la presente invención, el polipropileno purificado, que puede proceder de corrientes de residuos posteriores al consumo, está prácticamente exento de contaminantes, exento de pigmentos, exento de olor, es homogéneo y tiene propiedades similares al polipropileno virgen. Además, en una realización preferida, las propiedades físicas del disolvente fluido de la presente invención pueden permitir métodos más eficientes en términos de energía para separar el disolvente fluido del polipropileno purificado.

Polipropileno recuperado

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

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

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

es octadecil-3-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil)-propionato. Los ejemplos no limitativos de cargas son carbonato de calcio, talco y fibras de vidrio.

Disolvente

5 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
10 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
15 70 °C son dióxido de carbono, acetona, metanol, éter dimetilico, éter dietílico, etilmetil éter, tetrahidrofurano, acetato de metilo, etileno, propileno, 1-buteno, 2-buteno, isobutileno, 1-penteno, 2-penteno, isómeros ramificados de penteno, 1-hexeno, 2-hexeno, metano, etano, propano, n-butano, isobutano, n-pentano, isopentano, neopentano, n-hexano, isómeros de isohexano y otras sustancias que pueden resultar evidentes para los expertos en la técnica.

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

Extracción

Un método para purificar el polipropileno incluye poner en contacto polipropileno recuperado con un disolvente fluido a una temperatura y a una presión a las que el polímero es esencialmente insoluble en el disolvente fluido.
25 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
30 otro material extraíble que se haya añadido intencionadamente o se haya incorporado accidentalmente al polímero, por ejemplo, durante la recogida de desechos y la acumulación posterior con otros materiales de desecho.

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

En una realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto el polipropileno con un disolvente fluido a una temperatura y una presión a las que el polipropileno permanece esencialmente sin disolver. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto polipropileno con n-butano a una temperatura de aproximadamente 80 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto polipropileno con n-butano a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 200 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto polipropileno con n-butano a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en
60 contacto polipropileno con n-butano a una presión de aproximadamente 150 psig (1,03 MPa) a aproximadamente 3000 psig (20,68 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en

contacto polipropileno con n-butano a una presión de aproximadamente 1000 psig (6,89 MPa) a aproximadamente 2750 psig (18,96 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto polipropileno con n-butano a una presión de aproximadamente 1500 psig (10,34 MPa) a aproximadamente 2500 psig (17,24 MPa).

5 En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto polipropileno con propano a una temperatura de aproximadamente 80 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto polipropileno con propano a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 200 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto polipropileno con propano a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto polipropileno con propano a una presión de aproximadamente 200 psig (1,38 MPa) a aproximadamente 8000 psig (55,16 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto polipropileno con propano a una presión de aproximadamente 1000 psig (6,89 MPa) a aproximadamente 6000 psig (41,37 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto polipropileno con propano a una presión de aproximadamente 2000 psig (13,79 MPa) a aproximadamente 4000 psig (27,58 MPa).

Disolución

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

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

35 En una realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye disolver polipropileno en un disolvente fluido a una temperatura y una presión a las que el polipropileno se disuelve en el disolvente fluido. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye disolver polipropileno en n-butano a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye disolver polipropileno en n-butano a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 200 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye disolver polipropileno en n-butano a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye disolver polipropileno en n-butano a una presión de aproximadamente 350 psig (2,41 MPa) a aproximadamente 4000 psig (27,57 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye disolver polipropileno en n-butano a una presión de aproximadamente 1000 psig (6,89 MPa) a aproximadamente 3500 psig (24,13 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye disolver polipropileno en n-butano a una presión de aproximadamente 2000 psig (13,79 MPa) a aproximadamente 3000 psig (20,68 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye disolver polipropileno en n-butano a una concentración en porcentaje de masa de al menos 0,5 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de al menos 1 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de al menos 2 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de al menos 3 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de al menos 4 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de al menos 5 %. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye disolver polipropileno en n-butano a una concentración en porcentaje de masa de hasta 20 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de hasta 18 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de hasta 16 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de hasta 14 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de hasta 12 %.

60 En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye disolver polipropileno en propano a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye disolver polipropileno en propano a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 200 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye disolver polipropileno en propano a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye disolver

polipropileno en propano a una presión de aproximadamente 2000 psig (13,79 MPa) a aproximadamente 8000 psig (55,16 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye disolver polipropileno en propano a una presión de aproximadamente 3000 psig (20,68 MPa) a aproximadamente 6000 psig (41,37 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye disolver polipropileno en propano a una presión de aproximadamente 3500 psig (24,13 MPa) a aproximadamente 5000 psig (34,47 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye disolver polipropileno en propano a una concentración en porcentaje de masa de al menos 0,5 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de al menos 1 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de al menos 2 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de al menos 3 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de al menos 4 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de al menos 5 %. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye disolver polipropileno en propano a una concentración en porcentaje de masa de hasta 20 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de hasta 18 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de hasta 16 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de hasta 14 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de hasta 12 %.

20 *Sedimentación*

En una realización de la presente invención, un método para purificar el polipropileno incluye separar los contaminantes no disueltos de la solución de polipropileno mediante una etapa de sedimentación (también conocida como precipitación) a una temperatura y a una presión a las que 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:

Ecuación 2

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

donde v es la velocidad de precipitación, ρ_p es la densidad de la partícula contaminante, ρ_f es la densidad del fluido o solución, 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 solución. 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.

En una realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye precipitar los contaminantes desde una solución de polipropileno/disolvente fluido a una temperatura y a una presión a las que el polipropileno permanece disuelto en el disolvente fluido. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye precipitar los contaminantes desde una solución de polipropileno/n-butano a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye precipitar los contaminantes desde una solución de polipropileno/n-butano a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 200 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye precipitar los contaminantes desde una solución de polipropileno/n-butano a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye precipitar los contaminantes desde una solución de polipropileno/n-butano a una presión de aproximadamente 350 psig (2,41 MPa) a aproximadamente 4000 psig (27,57 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye precipitar los contaminantes desde una solución de polipropileno/n-butano a una presión de aproximadamente 1000 psig (6,89 MPa) a aproximadamente 3500 psig (24,13 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye precipitar los contaminantes desde una solución de polipropileno/n-butano a una presión de aproximadamente 2000 psig (13,79 MPa) a aproximadamente 3000 psig (20,68 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye precipitar los contaminantes desde una solución de polipropileno/n-butano, en donde el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de al menos 0,5 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de al menos 1 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de al menos 2 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de al menos 3 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de al menos 4 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una

concentración en porcentaje de masa de al menos 5 %. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye precipitar los contaminantes desde una solución de polipropileno/n-butano donde el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de hasta 20 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de hasta 18 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de hasta 16 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de hasta 14 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de hasta 12 %.

En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye precipitar los contaminantes desde una solución de polipropileno/propano a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye precipitar los contaminantes desde una solución de polipropileno/propano con una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 200 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye precipitar los contaminantes desde una solución de polipropileno/propano a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye precipitar los contaminantes desde una solución de polipropileno/propano a una presión de aproximadamente 2000 psig (13,79 MPa) a aproximadamente 8000 psig (55,16 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye precipitar los contaminantes desde una solución de polipropileno/propano a una presión de aproximadamente 3000 psig (20,68 MPa) a aproximadamente 6000 psig (41,37 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye precipitar los contaminantes desde una solución de polipropileno/propano con una presión de aproximadamente 3500 psig (24,13 MPa) a aproximadamente 5000 psig (34,47 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye precipitar los contaminantes desde una solución de polipropileno/propano, en donde el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de al menos 0,5 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de al menos 1 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de al menos 2 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de al menos 3 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de al menos 4 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de al menos 5 %. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye precipitar los contaminantes desde una solución de polipropileno/propano, en donde el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de hasta 20 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de hasta 18 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de hasta 16 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de hasta 14 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de hasta 12 %.

Purificación

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

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

En una realización de la presente invención, el medio sólido se pone en contacto con el polímero en un recipiente durante una cantidad de tiempo específica mientras se agita el medio sólido. En otra realización, el medio sólido se elimina de la solución polimérica más pura mediante una etapa de separación sólido-líquido. Los ejemplos no limitativos de etapas de separación sólido-líquido incluyen filtración, decantación, centrifugación y precipitación. En otra realización de la presente invención, la solución polimérica contaminada se hace pasar a través de un lecho fijo de medio sólido. En otra realización de la presente invención, la altura o longitud del lecho estacionario del medio sólido es superior a 5 cm. En otra realización de la presente invención, la altura o longitud del lecho estacionario del medio sólido es superior a 10 cm. En otra realización de la presente invención, la altura o longitud del lecho estacionario del medio

sólido es superior a 20 cm. En otra realización de la presente invención, el medio sólido se reemplaza según sea necesario para mantener la pureza deseada del polímero. En otra realización, el medio sólido se regenera y se reutiliza en la etapa de purificación. En otra realización, el medio sólido se regenera fluidizando el medio sólido durante una etapa de lavado a contracorriente.

5 En una realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto una solución de polipropileno/disolvente fluido con medio sólido a una temperatura y a una presión a las que el polipropileno permanece disuelto en el disolvente fluido. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto una solución de polipropileno/n-butano con medio sólido a una temperatura de aproximadamente 90 °C a
10 aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto una solución de polipropileno/n-butano con medio sólido a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 200 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto una solución de polipropileno/n-butano con medio sólido a una temperatura de aproximadamente 130 °C a
15 aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto una solución de polipropileno/n-butano con medio sólido a una presión de aproximadamente 350 psig (2,41 MPa) a aproximadamente 4000 psig (27,57 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto una solución de polipropileno/n-butano con medio sólido a una presión de aproximadamente 1000 psig (6,89 MPa) a aproximadamente 3500 psig (24,13 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto una solución de polipropileno/n-butano con medio sólido a una presión de
20 aproximadamente 2000 psig (13,79 MPa) a aproximadamente 3000 psig (20,68 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto una solución de polipropileno/n-butano con medio sólido, en donde el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de al menos 0,5 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de al menos 1 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de al menos 2 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de al menos 3 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una
25 concentración en porcentaje de masa de al menos 4 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de al menos 5 %. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto una solución de polipropileno/n-butano con medio sólido, en donde el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de hasta 20 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de hasta 18 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de hasta 16 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de hasta 14 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de hasta 12 %.

35 En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto una solución de polipropileno/propano con medio sólido a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto una solución de polipropileno/propano con medio sólido a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 200 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto una solución de
40 polipropileno/propano con medio sólido a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto una solución de polipropileno/propano con medio sólido a una presión de aproximadamente 2000 psig (13,79 MPa) a aproximadamente 8000 psig (55,16 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto una solución de polipropileno/propano con medio sólido a una presión de
45 aproximadamente 3000 psig (20,68 MPa) a aproximadamente 6000 psig (41,37 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto una solución de polipropileno/propano con medio sólido a una presión de aproximadamente 3500 psig (24,13 MPa) a aproximadamente 5000 psig (34,47 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto una solución de polipropileno/propano con medio sólido, en donde el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de al menos 0,5 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de al menos 1 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de al menos 2 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de al menos 3 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de al menos 4 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de al menos 5 %.
55 En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye poner en contacto una solución de polipropileno/propano con medio sólido, en donde el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de hasta 20 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de hasta 18 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de hasta 16 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de hasta 14 %. En otra realización, el polipropileno se disuelve a una concentración en porcentaje de masa de hasta 12 %.

Separación

65 En una realización de la presente invención, un método para purificar polipropileno recuperado incluye separar el polímero más puro del disolvente fluido a una temperatura y a una presión a las que el polímero precipita desde la solución y ya no se disuelve en el disolvente fluido. En otra realización, la precipitación del polímero más puro desde el

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

En una realización, un método para purificar el polipropileno recuperado incluye separar polipropileno de una solución de polipropileno/disolvente fluido a una temperatura y a una presión a las que el polipropileno precipita desde la solución. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye separar polipropileno desde una solución de polipropileno/n-butano a una temperatura de aproximadamente 0 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye separar polipropileno desde una solución de polipropileno/n-butano a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 200 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye separar polipropileno desde una solución de polipropileno/n-butano a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye separar polipropileno desde una solución de polipropileno/n-butano a una presión de aproximadamente 0 psig (0 MPa) a aproximadamente 2000 psig (13,79 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye separar polipropileno desde una solución de polipropileno/n-butano a una presión de aproximadamente 50 psig (0,34 MPa) a aproximadamente 1500 psig (10,34 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye separar polipropileno desde una solución de polipropileno/n-butano a una presión de aproximadamente 75 psig (0,52 MPa) a aproximadamente 1000 psig (6,89 MPa).

En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye separar polipropileno desde una solución de polipropileno/propano a una temperatura de aproximadamente -42 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye separar polipropileno desde una solución de polipropileno/propano a una temperatura de aproximadamente 0 °C a aproximadamente 150 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye separar polipropileno desde una solución de polipropileno/propano a una temperatura de aproximadamente 50 °C a aproximadamente 130 °C. En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye separar polipropileno desde una solución de polipropileno/propano a una presión de aproximadamente 0 psig (0 MPa) a aproximadamente 6000 psig (41,37 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye separar polipropileno desde una solución de polipropileno/propano a una presión de aproximadamente 50 psig (0,34 MPa) a aproximadamente 3000 psig (20,68 MPa). En otra realización, un método para purificar polipropileno recuperado incluye separar polipropileno desde una solución de polipropileno/propano a una presión de aproximadamente 75 psig (0,52 MPa) a aproximadamente 1000 psig (6,89 MPa).

III Método de ensayo

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

Medición del color y la opacidad:

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

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 muestras de prueba en una prensa Carver Press

modelo C (Carver, Inc., Wabash, IN 46992-0554, EE. UU.) previamente calentada a 200 °C utilizando platinas de aluminio, capas antiadherentes de papel de aluminio no utilizadas y una pieza de relleno de acero inoxidable con una cavidad que corresponde a las dimensiones anteriormente mencionadas de los especímenes de prueba cuadrados. Las muestras se calentaron durante 5 minutos antes de aplicar presión. Al cabo de 5 minutos, la prensa se comprimió a continuación con al menos 2 toneladas (1,81 toneladas métricas) de presión hidráulica durante al menos 5 segundos y a continuación se dejó de aplicar presión. A continuación, la pila de moldeo se retiró y se colocó entre dos disipadores de calor metálicos planos gruesos para enfriarla. Las capas de contacto antiadherente de papel de aluminio se desprendieron a continuación de la muestra y se desecharon. El exceso de material acumulado alrededor de la muestra en al menos una cara se desprendió hacia el borde de moldeo y a continuación la muestra se presionó a través del molde. Cada espécimen de prueba se evaluó visualmente para determinar la presencia de huecos/defectos de burbuja y solo se usaron muestras sin defectos en el área de medición del color (0,7 pulg. (17,78 mm) de diámetro mínimo) para la medición del color.

El color de cada muestra se caracterizó utilizando el espacio de color tridimensional de la International Commission on Illumination (Comisión internacional sobre iluminación - CIE) L^* , a^* , b^* . La dimensión L^* es una medida de la claridad de una muestra, correspondiendo $L^*=0$ a la muestra negra más oscura y $L^*=100$ a la muestra blanca más brillante. La dimensión a^* es una medida del color rojo o verde de una muestra, correspondiendo los valores positivos de a^* a un color rojo y los valores negativos de a^* a un color verde. La dimensión b^* es una medida del color azul o amarillo de una muestra, correspondiendo los valores positivos de b^* a un color 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).

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

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

Análisis elemental:

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

Se llevó a cabo un análisis de elementos mediante Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (Espectrometría de Masas con Plasma Acoplado Inductivamente - ICP-MS). Se prepararon soluciones de ensayo en n=2 a n=6 dependiendo de la disponibilidad de las muestras combinando ~0,25 g de muestra con 4 ml de ácido nítrico concentrado y 1 ml de hydrofluoric acid (ácido fluorhídrico - HF). Las muestras se digirieron utilizando un protocolo de digestión por microondas Ultrawave que consistió en una rampa de 20 min a 125 °C, una rampa de 10 min a 250 °C y manteniendo 20 min a 250 °C. Las muestras digeridas se enfriaron a temperatura ambiente. Las muestras digeridas se diluyeron a 50 ml tras añadir 0,25 ml de Ge y Rh de 100 ppm como patrón interno. Para evaluar la precisión de la medición, se prepararon adiciones previas a la digestión preparadas por adición de polímero virgen. Las muestras adicionadas con polímero virgen se pesaron utilizando el mismo procedimiento mencionado anteriormente y se les añadió la cantidad adecuada de cada elemento estándar de interés, lo que incluía los siguientes: Na, Al, Ca, Ti, Cr, Fe, Ni, Cu, Zn, Cd y Pb. Las adiciones se prepararon a dos niveles diferentes: una "adición de bajo nivel" y una "adición de alto nivel". Cada pico se preparó por triplicado. Además de adicionar polímero virgen, también se adicionó un blanco para verificar que no se habían producido errores durante el pipeteado y para hacer un seguimiento de la recuperación durante el proceso. Las muestras adicionadas con blanco también se prepararon por triplicado a los dos niveles diferentes y se trataron de la misma manera que el polímero virgen adicionado y las muestras de ensayo. Se fabricó una curva de calibración de 9 puntos preparando soluciones de 0,05, 0,1, 0,5, 1, 5, 10, 50, 100 y 500 ppb que contenían Na, Al, Ca, Ti, Cr, Fe, Ni, Cu, Zn, Cd y Pb. Se prepararon todos los estándares de calibración mediante la dilución de soluciones estándar de referencia puras y 0,25 ml de Ge y Rh de 100 ppm como patrón interno con 4 ml de ácido nítrico concentrado y 1 ml de HF concentrado. Los patrones preparados, las muestras de ensayo y las muestras de ensayo adicionadas se analizaron con el uso de un Agilent 8800 ICP-QQQMS, optimizado según las recomendaciones del fabricante. El valor m/z

5 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:

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

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

Análisis de olor:

25 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:

- 30 5 = Muy fuerte
4 = Fuerte
3 = Moderado
2 = De débil a moderado
1 = Débil
0 = Sin olor

35 Análisis de contaminación polimérica:

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

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

- 50 1. Equilibrar a 30,00 °C
2. Rampa 20,00 °C/min a 200,00 °C
3. Marca final del ciclo 0
4. Rampa 20,00 °C/min a 30,00 °C
55 5. Marca final del ciclo 1
6. Rampa 20,00 °C/min a 200,00 °C
7. Marca final del ciclo 2
8. Rampa 20,00 °C/min a 30,00 °C
9. Marca final del ciclo 3
60 10. Rampa 5,00 °C/min a 200,00 °C
11. Marca final del ciclo 4

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

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

Ejemplos

Los ejemplos siguientes describen y demuestran más detalladamente realizaciones dentro del ámbito de la presente invención. Los ejemplos se presentan solamente con fines ilustrativos y no están concebidos como limitaciones de la presente invención, ya que son posibles muchas variaciones de los mismos sin apartarse del espíritu y del alcance de la invención.

Ejemplo 1

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

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

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

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

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

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

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

Ejemplo 2

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

1. Se cargaron 286 g de copos de color mezclado en un autoclave de Parr Company modelo 4552M de 7,57 litros equipado con un agitador mecánico superior.
2. El autoclave se llenó a continuación por completo con n-butano y se equilibró a una temperatura de 140 °C de fluido interno y a una presión de líquido de 900 psig (6,21 MPa).
3. El material del autoclave se extrajo a continuación utilizando la configuración experimental mostrada en la Fig. 3A y el siguiente procedimiento:
 - a. El sistema se agitó durante 10 min a 140 °C y 900 psig (6,21 MPa).
 - b. Después de agitar, el sistema se dejó reposar durante 10 min a 140 °C y 900 psig (6,21 MPa).
 - c. Se hizo pasar un volumen de recipiente de n-butano a través del autoclave a un matraz de recolección de muestras a 140 °C y 900 psig (6,21 MPa).
 - d. Se repitió el procedimiento de extracción anterior cuatro veces más.
 - e. El material recogido para todos los ciclos de extracción se etiquetó como "Fracción 1".
4. El material que permanecía en el autoclave después de la extracción se disolvió en n-butano utilizando la configuración experimental mostrada en la Fig. 3B y el siguiente procedimiento:
 - a. La presión del sistema se equilibró a 1800 psig (12,41 MPa).
 - b. El sistema se agitó durante 10 min a 140 °C y 1800 psig (12,41 MPa).
 - c. A continuación se paró la agitación y se dejó precipitar la solución durante 30 min a 140 °C y 1800 psig (6,21 MPa).
 - d. Después de la precipitación, la solución se retiró del autoclave mediante desplazamiento con nitrógeno a presión (equilibrado previamente a 140 °C y 1800 psig). La solución salió del autoclave a través de un tubo de inmersión y se hizo pasar a continuación a través de dos columnas de medio sólido trazadas por calor. Cada columna tenía un DI de 0,68 pulg. (1,73 cm) y una longitud de aproximadamente 9,5 pulg. (24,13 cm). La primera columna contenía aproximadamente 21 g de tierra de batán de 8-16 mesh (Jaxon Filtration, JF 752-8/16, EE. UU.) que se mezcló previamente en un vaso de precipitado con aproximadamente 21 g de tierra de batán de 30-60 mesh (Jaxon Filtration, JF 752-3060, EE. UU.). La segunda columna contenía aproximadamente 21 g de gel de sílice (Silicycle Ultra Pure Silica Gels, SiliaFlash GE60, Parc-Technologies, EE. UU.) previamente mezclado en un vaso de precipitado con aproximadamente 21 g de óxido de aluminio (Activated Alumina, Selexsorb CDX, 7x14, BASF, EE. UU.). La corriente de fluido que salía del fondo del segundo recipiente de presión se despresurizó a través de una válvula de expansión hacia un matraz Erlenmeyer de brazo lateral. Después de despresurizar la corriente de fluido hacia el matraz Erlenmeyer, se purgó el vapor del disolvente a través del orificio de la abertura del brazo lateral y se recogieron los líquidos/sólidos como fracciones en matraces. Cada fracción contenía aproximadamente 30 g de material y se etiquetó secuencialmente comenzando con la "Fracción 2". Las fracciones se recogieron hasta que no se observó más material de elución hacia el matraz.
5. Después de recoger todas las muestras, el autoclave se equilibró a presión atmosférica y a temperatura ambiente. Todo el material residual del autoclave se recogió entonces como residuo de muestra.

Los datos para la muestra de fracción 3 recogida según el procedimiento descrito en la presente memoria se resumen en la Tabla 1.

Los sólidos aislados en la fracción 3 en este ejemplo eran de color blanco. Cuando los sólidos blancos de la fracción 3 se moldearon por compresión obteniéndose especímenes de prueba cuadrados, los especímenes eran incoloros y transparentes y tenían un aspecto similar al del polipropileno virgen. Una fotografía del espécimen de prueba cuadrado obtenida de la fracción 3 se muestra en la Fig. 4 como Ejemplo 2. Como referencia, el polipropileno virgen se muestra en la Fig. 4 como en el Ejemplo 4. Como se muestra en la Fig. 4, el espécimen era claro y comparable en términos de color y translucidez a polipropileno virgen. Los valores $L^*a^*b^*$ mostraban que los especímenes de prueba cuadrados eran esencialmente incoloros y mostraban una mejora muy significativa en términos de color con respecto a los especímenes de prueba cuadrados del Ejemplo 1 (es decir, polipropileno obtenido de forma posterior al consumo tal y como se recibió). Los valores L^* para los especímenes de prueba cuadrados de la fracción 3 del Ejemplo 2 tuvieron un promedio de 80,44, mucho mejores en comparación con los valores L^* de los especímenes de prueba cuadrados del Ejemplo 1, que tuvieron un promedio de 39,76. La opacidad de los especímenes de prueba cuadrados de la fracción 3 del Ejemplo 2, que tuvieron un promedio de opacidad de 10,30 % (es decir, una translucidez de aproximadamente 90 %), también mejoró mucho en comparación con los valores de opacidad de los especímenes de prueba cuadrados del Ejemplo 1, que tuvieron una opacidad promedio de 100 %.

La concentración de contaminación de metales pesados para las muestras de la fracción 3 del Ejemplo 2 también fue mucho mejor en comparación con las muestras del Ejemplo 1. Por ejemplo, la concentración de sodio en las muestras de la fracción 3 del Ejemplo 2 tenía un promedio de solamente 4100 ppb mientras que la concentración de sodio en las muestras del Ejemplo 1 tenía un promedio de 136.000 ppb (una reducción de aproximadamente

97 %). Todas las concentraciones de todos los demás elementos medidos se redujo en un 77-100 % para las muestras de la fracción 3 del Ejemplo 2 con relación a las muestras del Ejemplo 1.

5 Las muestras de la fracción 3 del Ejemplo 2 tenían un valor del contenido de ceniza con un promedio de aproximadamente 0,3874 %, que eran significativamente inferiores a los valores del contenido de ceniza correspondientes a las muestras del Ejemplo 1, que tenían un promedio de aproximadamente 1,2117 %.

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

15 Las muestras de la fracción 3 del Ejemplo 2 tenían valores promedio de contenido de polietileno de aproximadamente 1,1 % en peso, mejorado en gran medida en comparación con el contenido de polietileno de las muestras del Ejemplo 1, que tuvieron un promedio de aproximadamente 5,5 % en peso.

Ejemplo 3

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

25 6. Se cargaron 173 g de copos de color mezclado en un autoclave Parr Company modelo 45527,57, equipado con un agitador mecánico superior.

7. El autoclave se llenó a continuación por completo con n-butano y se equilibró a una temperatura de 140 °C de fluido interno y a una presión de líquido de 900 psig (6,21 MPa).

30 8. El material del autoclave se extrajo a continuación utilizando la configuración experimental mostrada en la Fig. 3A y el siguiente procedimiento:

f. El sistema se agitó durante 10 min a 140 °C y 900 psig (6,21 MPa).

g. Después de agitar, el sistema se dejó reposar durante 10 min a 140 °C y 900 psig (6,21 MPa).

h. Se hizo pasar un volumen de recipiente de n-butano a través del autoclave a un matraz de recogida de muestras a 140 °C y 900 psig (6,21 MPa).

i. Se repitió el procedimiento de extracción anterior cuatro veces más.

35 j. Las muestras recogidas para cada ciclo de extracción se etiquetaron sucesivamente "Fracción 1" a "Fracción 5".

9. El material que permanecía en el autoclave después de la extracción se disolvió en n-butano utilizando la configuración experimental mostrada en la Fig. 3B y el siguiente procedimiento:

e. La presión del sistema se equilibró a 1800 psig (12,41 MPa).

40 f. El sistema se agitó durante 10 min a 140 °C y 1800 psig (12,41 MPa).

g. A continuación se paró la agitación y se dejó reposar la solución durante 60 min a 140 °C y 1800 psig (6,21 MPa).

45 h. Después de la precipitación, la solución se retiró del autoclave mediante desplazamiento con n-butano a presión (equilibrado previamente a 140 °C y 1800 psig). La solución salió del autoclave a través de un tubo de inmersión y se hizo pasar a continuación a través de dos columnas de medio sólido trazadas por calor. Cada columna tenía un DI de 0,68 pulg. (1,73 cm) y una longitud de aproximadamente 9,5 pulg. (24,13 cm). En este ejemplo, ambas columnas estaban vacías y no contenían medio sólido. La corriente de fluido que salía del fondo del segundo recipiente de presión se despresurizó a través de una válvula de expansión hacia un matraz Erlenmeyer de brazo lateral. Después de despresurizar la corriente de fluido hacia el matraz Erlenmeyer, se purgó el vapor del disolvente a través del orificio de la abertura del brazo lateral y se recogieron los líquidos/sólidos como fracciones en matraces. Cada fracción contenía aproximadamente 30 g de material y se etiquetó secuencialmente comenzando con la "Fracción 6". Las fracciones se recogieron hasta que no se observó más material de elución hacia el matraz.

50 10. Después de recoger todas las muestras, el autoclave se equilibró a presión atmosférica y a temperatura ambiente. Todo el material residual del autoclave se recogió entonces como residuo de muestra.

Los datos para la muestra de fracción 6 recogida según el procedimiento descrito en la presente memoria se resumen en la Tabla 1.

60 Los sólidos aislados en la fracción 6 en este ejemplo eran de color blanquinoso a amarillo. Cuando los sólidos de color blanquinoso a amarillo de la fracción 6 se moldearon por compresión obteniéndose especímenes de prueba cuadrados, los especímenes tenían un aspecto amarillo. Una fotografía del espécimen de prueba cuadrado se muestra en la Fig. 4 como Ejemplo 3. Como se muestra en la Fig. 4, se mejoró el color y la translucidez de las muestras del Ejemplo 3 con respecto a las muestras del Ejemplo 1, pero no de forma comparable al polipropileno virgen, mostrado en la Fig. 4 como Ejemplo 4. Incluso sin la etapa de contacto con medio sólido, los valores de $L^*a^*b^*$ muestran que los especímenes de prueba cuadrados de la fracción 6 del Ejemplo 3 mejoraron en términos de

5 color con respecto a las muestras del Ejemplo 1 (es decir, polipropileno obtenido de forma posterior al consumo tal como se recibió). Los valores L^* para los especímenes de prueba cuadrados de la fracción 6 del Ejemplo 3 tuvieron un promedio de 72,41, mejorados en comparación con los valores L^* de los especímenes de prueba cuadrados del Ejemplo 1, que tuvieron un promedio de 39,76. Las opacidades de los especímenes de prueba cuadrados de la fracción 6 del Ejemplo 3, que tuvieron un promedio de opacidad de 35,25 % también mejoraron mucho en comparación con los valores de opacidad de los especímenes de prueba cuadrados del Ejemplo 1, que tuvieron un promedio de opacidad de 100 %.

10 La concentración de contaminación de metales pesados para las muestras de la fracción 6 del Ejemplo 3 también mejoró en comparación con las muestras del Ejemplo 1. Por ejemplo, la concentración de sodio en las muestras de la fracción 6 del Ejemplo 3 tenía un promedio de solamente 16.400 ppb mientras que la concentración de sodio en las muestras del Ejemplo 1 tenía un promedio de 136.000 ppb (una reducción de aproximadamente 88 %). Todas las concentraciones de todos los demás elementos medidos se redujo en un 82-100 % para las muestras de la fracción 6 del Ejemplo 3 con relación a las muestras del Ejemplo 1.

15 Las muestras de la fracción 6 del Ejemplo 3 tenían un promedio del valor de contenido de ceniza de aproximadamente 0,2292 %, que eran significativamente inferiores a los valores del contenido de ceniza correspondientes a las muestras del Ejemplo 1, que tenían un promedio de aproximadamente 1,2117 %.

20 Se encontró que las muestras de la fracción 6 del Ejemplo 3 tenían una intensidad de olor de 0,5 en una escala de 5 puntos (siendo 5 el más intenso), que fue mucho mejor en comparación con la intensidad de olor de las muestras del Ejemplo 1, que tenían una intensidad de olor de 3,75. Aunque tenían una intensidad de olor baja, las muestras de la fracción 6 del Ejemplo 3 se han descrito como muestras de olor de tipo “plástico” similar al de polipropileno virgen.

25 Las muestras de la fracción 6 del Ejemplo 3 tenían valores promedio de contenido de polietileno de aproximadamente 1,0 % en peso, que se mejoró en gran medida en comparación con el contenido de polietileno de las muestras del Ejemplo 1, que tuvieron un promedio de aproximadamente 5,5 % en peso.

30 Ejemplo 4 - Muestras comparativas de polipropileno virgen

35 Se utilizó polipropileno Pro-fax 6331 (LyondellBasell Industries Holdings, B.V.) para todas las muestras comparativas de “PP virgen”. Los gránulos de PP virgen se procesaron obteniéndose especímenes de prueba cuadrados según el método descrito en la presente memoria. Los valores $L^*a^*b^*$ para los especímenes hechos de PP virgen dieron un promedio de $85,13 \pm 0,18$, $-0,71 \pm 0,01$ y $2,27 \pm 0,02$, respectivamente. Los especímenes de prueba cuadrados dieron un promedio de opacidad de $7,56 \pm 0,21$ %. Este ejemplo sirve como comparación de la cantidad de contaminación por metales pesados presentes en una muestra representativa de polipropileno virgen. Las muestras de polipropileno virgen tenían valores de contenido de ceniza que dieron un promedio de aproximadamente 0,3031 % en peso. Las perlas de PP virgen tenían una intensidad de olor de 0,5 en una escala de 5 puntos (siendo 5 la más intensa) y tenían un olor descrito como de “plástico”. No se detectó polietileno en la muestra de propileno virgen.

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

	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo 4
Color L^*	$39,76 \pm 0,24$ (n = 3)	$80,44 \pm 0,58$ (n = 3)	$72,41 \pm 3,25$ (n = 3)	$85,13 \pm 0,18$ (n = 3)
Color a^*	$-2,51 \pm 0,04$ (n = 3)	$-0,74 \pm 0,07$ (n = 3)	$-2,55 \pm 0,14$ (n = 3)	$-0,71 \pm 0,01$ (n = 3)
Color b^*	$-1,20 \pm 0,11$ (n = 3)	$2,88 \pm 0,13$ (n = 3)	$14,35 \pm 1,49$ (n = 3)	$2,27 \pm 0,02$ (n = 3)
Opacidad (Y)	$100,19 \pm 0,15$ (n = 3)	$10,30 \pm 0,63$ (n = 3)	$35,25 \pm 1,09$ (n = 3)	$7,56 \pm 0,21$ (n = 3)
(ppb) LOQ=100 ppb	136.000 ± 109.000 (n=6)	4100 ± 1300 (n = 3)	16.400 ± 4300 (n=3)	$190 \pm 46,1$ (n = 3)
(ppb) LOQ=1000 ppb	192.000 ± 17.300 (n=6)	6600 ± 1.630 (n=3)	11.000 ± 1.096 (n=3)	27.900 ± 134 (n = 3)

ES 2 767 683 T3

Ca (ppb) LOQ=1000 ppb	1.590.000 ± 79.500 (n=6)	3,410 ± 334 (n=3)	57,400 ± 1,211 (n=3)	32.700 ± 250 (n = 3)
Ti (ppb) LOQ=100 ppb	2.800.000 ± 28.000 (n=6)	1120 ± 227 (n=3)	160.000 ± 2280 (n=3)	676 ± 27,7 (n = 3)
Cr (ppb) LOQ=10 ppb	4710 ± 612 (n=6)	370 ± 74,9 (n=3)	684 ± 57,8 (n=3)	39,4 ± 7,6 (n = 3)
(ppb) LOQ=1000 ppb	108.000 ± 1080 (n=6)	1650 ± 164 (n=3)	6400 ± 156 (n=3)	<LOQ (n = 3)
Ni (ppb) LOQ=10 ppb	1160 ± 151 (n=6)	263 ± 51,1 (n=3)	211 ± 16,1 (n=3)	52,2 ± 8,8 (n = 3)
Cu (ppb) LOQ=10 ppb	15.300 ± 612 (n=6)	32.8 ± 4.36 (n=3)	518 ± 244 (n=3)	<LOQ (n = 3)
Zn (ppb) LOQ=10 ppb	71.000 ± 1.420 (n=6)	346 ± 263 (n=3)	4,260 ± 541 (n=3)	82,1 ± 41,2 (n = 3)
Cd (ppb) LOQ=10 ppb	1620 ± 113 (n=6)	<LOQ (n = 3)	73,1 ± 0,97 (n=3)	<LOQ (n = 3)
Pb (ppb) LOQ=10 ppb	12.166 ± 243 (n=6)	11,3 ± 6,92 (n=3)	550 ± 16,2 (n=3)	<LOQ (n = 3)
Contenido de ceniza (% res de TGA)	1,2117 ± 0,1501 (n=3)	0,3874 ± 0,1430 (n=3)	0,2292 ± 0,0569 (n=3)	0,3031 ± 0,0383 (n=3)
Intensidad de olor (0-5)	3,75	0,5	0,5	0,5
Descriptor de olor	a basura, polvo, acre	a plástico	a plástico	a plástico
Contenido de PE (% en peso) método DSC LOQ=1 %	5,5 ± 0,3 % (n = 3)	1,1 ± 0,1 % (n=3)	1,0 - 0,1 % (n = 3)	<LOQ (n = 3)

REIVINDICACIONES

1. Un método de purificación de un polipropileno recuperado que comprende:
- 5 a. Obtener el polipropileno recuperado en donde dicho polipropileno recuperado 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;
 - 10 b. Poner en contacto el polipropileno recuperado a una temperatura de 80 °C a 220 °C y a una presión de 150 psig (1,03 MPa) a 15.000 psig (103,42 MPa) con un primer disolvente fluido que tiene un punto de ebullición estándar inferior a 70 °C, en donde el polipropileno es esencialmente insoluble en el disolvente fluido para producir un polipropileno recuperado extraído;
 - 15 c. Disolver el polipropileno recuperado 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 220 °C y a una presión de 350 psig (2,41 MPa) a 20.000 psig (137,90 MPa) para producir una primera solución que comprende polipropileno y contaminantes suspendidos;
 - 20 d. Precipitar dicha primera solución que comprende polipropileno y contaminantes suspendidos a una temperatura de 90 °C a 220 °C y a una presión de 350 psig (2,41 MPa) a aproximadamente 20.000 psig (137,90 MPa) para producir una segunda solución que comprende polipropileno y contaminantes restantes;
 - 25 e. Purificar dicha segunda solución a una temperatura de 90 °C a 220 °C y a una presión de 350 psig (2,41 MPa) a 20.000 psig (137,90 MPa) poniendo en contacto dicha segunda solución con medio sólido para producir una tercera solución que comprende polipropileno más puro; en donde el medio sólido se selecciona del grupo que consiste en sustancias inorgánicas, sustancias basadas en carbono, y mezclas de las mismas, y vidrio reciclado; siendo seleccionadas las sustancias inorgánicas del grupo que consiste en óxidos de silicio, óxidos de aluminio, óxidos de hierro, silicatos de aluminio, silicatos de magnesio, vidrios volcánicos amorfos, sílice, gel de sílice, diatomita, arena, cuarzo, vidrio recuperado, alúmina, perlita, tierra de bazán, bentonita, y mezclas de los mismos; y
 - 30 f. Separar dicho polipropileno más puro de dicha tercera solución;
- en donde dicho segundo disolvente fluido tiene la misma composición química o una composición química diferente que el primer disolvente fluido.
- 35 2. El método de la reivindicación 1, en donde dicho polipropileno se separa de dicha tercera solución a una temperatura de 0 °C a 220 °C y a presión de 0 psig (0 MPa) a 2000 psig (13,79 MPa).
 - 40 3. El método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde dicho polipropileno recuperado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolventes fluidos, a una concentración en porcentaje de masa de al menos 0,5 %.
 - 45 4. El método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde dicho polipropileno recuperado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolventes fluidos, a una concentración en porcentaje de masa de al menos 2 %.
 - 50 5. El método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde dicho polipropileno recuperado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolventes fluidos, a una concentración en porcentaje de masa de al menos 5 %.
 - 55 6. El método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde dicho polipropileno recuperado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolventes fluidos, a una concentración en porcentaje de masa de hasta 20 %.
 - 60 7. El método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde dicho polipropileno recuperado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolventes fluidos, a una concentración en porcentaje de masa de hasta 12 %.
 8. El método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde dicho polipropileno recuperado es polipropileno derivado reciclado de forma posterior al consumo.
 9. El método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde dicho polipropileno recuperado es un homopolímero de polipropileno o un copolímero principalmente de polipropileno.

10. El método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde dicho disolvente fluido tiene un punto de ebullición estándar inferior a 0 °C y superior a -45 °C y un cambio de entalpía estándar de vaporización de menos de +25 kJ/mol.
- 5 11. El método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde dicho disolvente fluido se selecciona del grupo que consiste en hidrocarburos olefínicos, hidrocarburos alifáticos, y mezclas de los mismos.
12. El método de la reivindicación 11, en donde dicho hidrocarburo alifático se selecciona del grupo que consiste en hidrocarburos alifáticos C₁-C₆ y mezclas de los mismos.
- 10 13. El método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde dicho disolvente fluido es n-butano, isómeros de butano, o mezclas de los mismos.
- 15 14. El método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde dicha temperatura en las etapas de puesta en contacto, disolución, precipitación y purificación es de 110 °C a 170 °C.
15. El método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde dicha presión en la etapa de contacto es de 1100 psig (7,58 MPa) a 2100 psig (14,48 MPa).

MÉTODO DE PURIFICACIÓN DE POLIPROPILENO CONTAMINADO

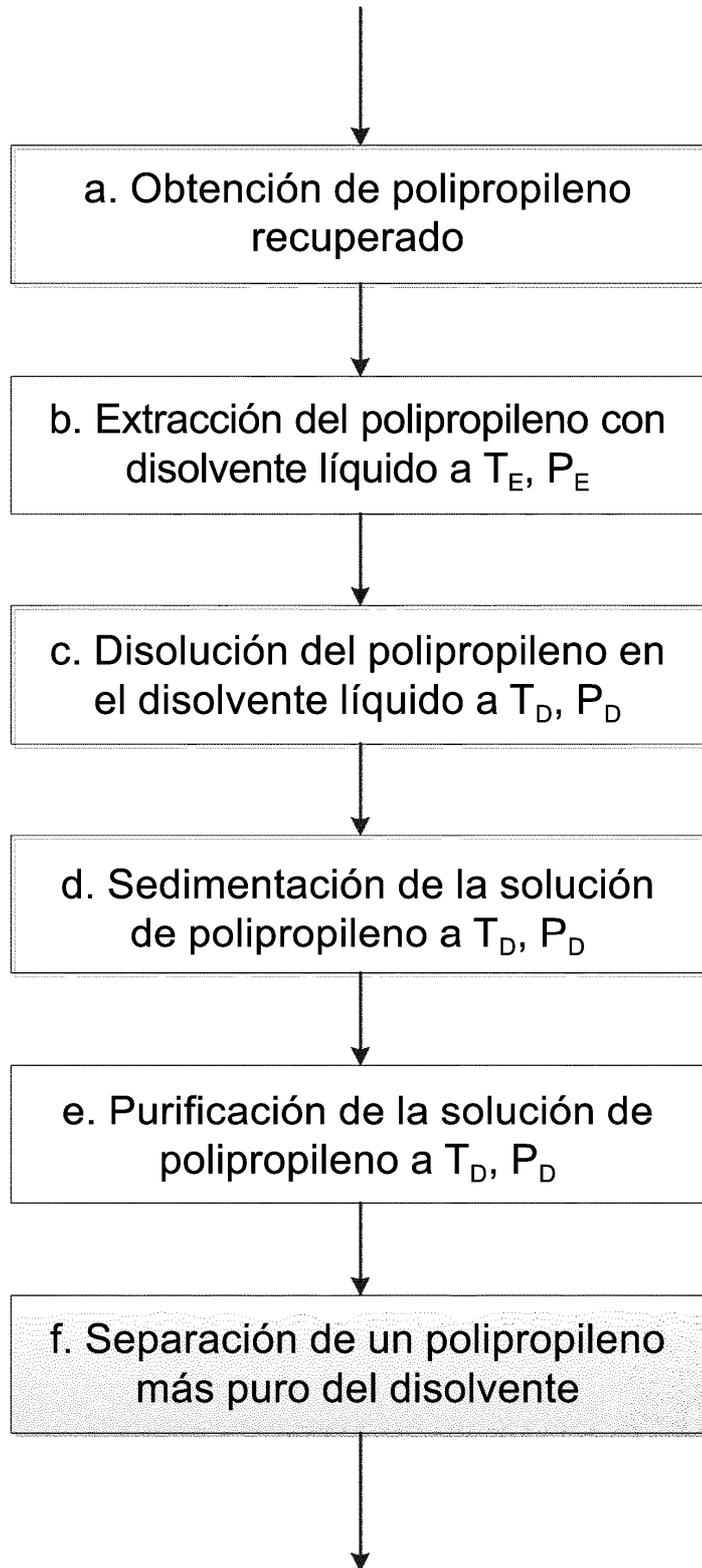


FIG. 1

MÉTODO DE PURIFICACIÓN DE POLIOLEFINAS CONTAMINADAS

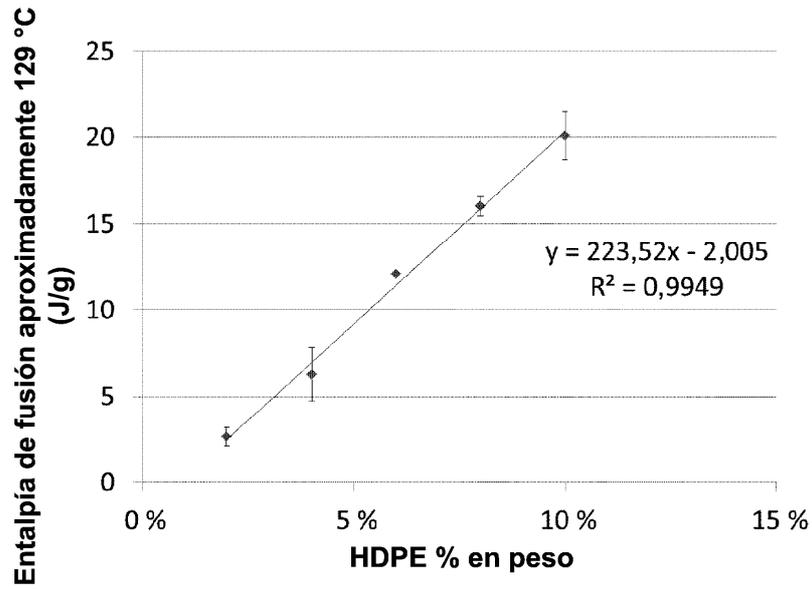


FIG. 2

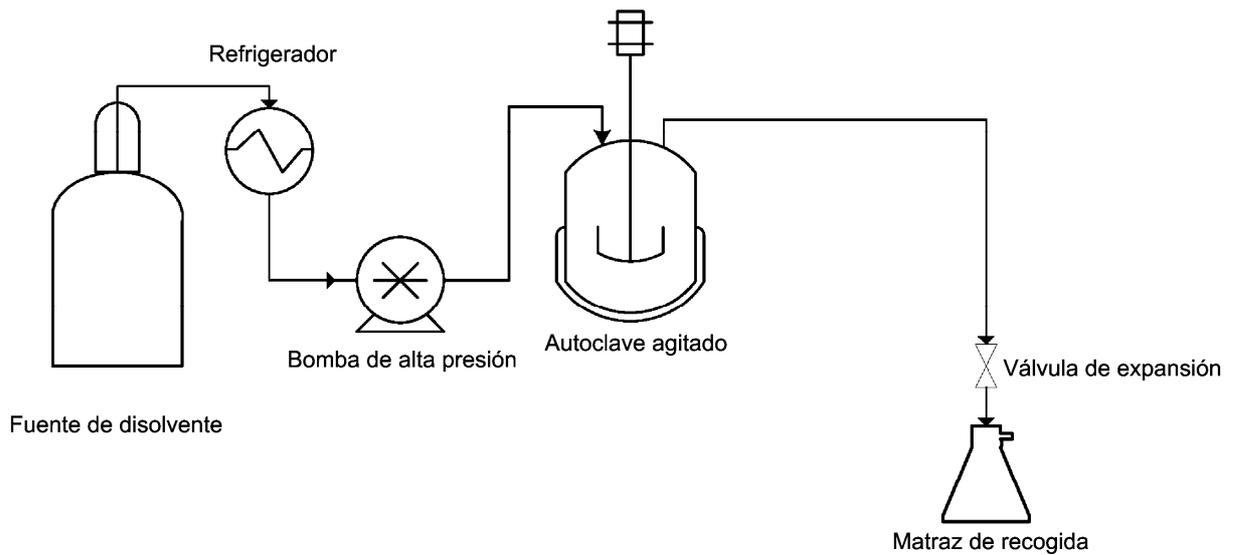


FIG. 3A

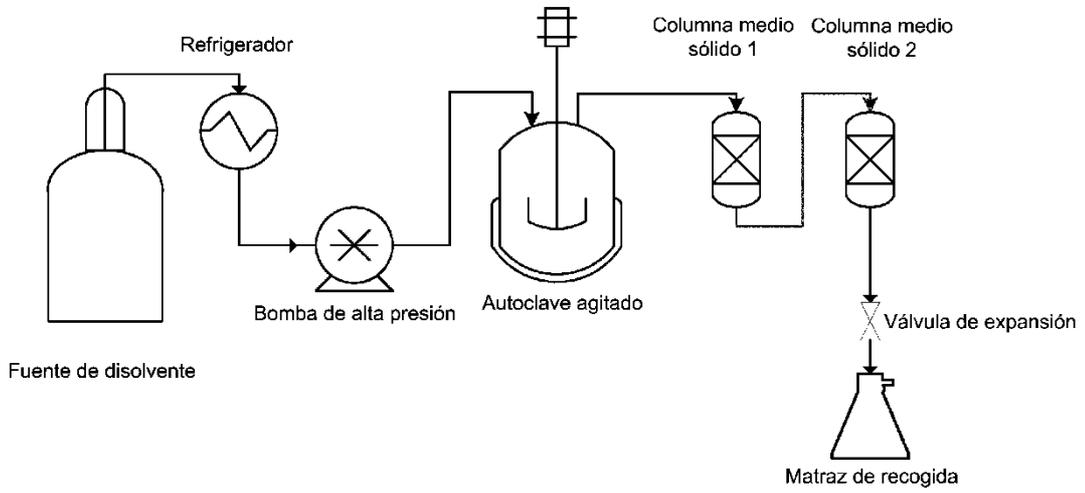
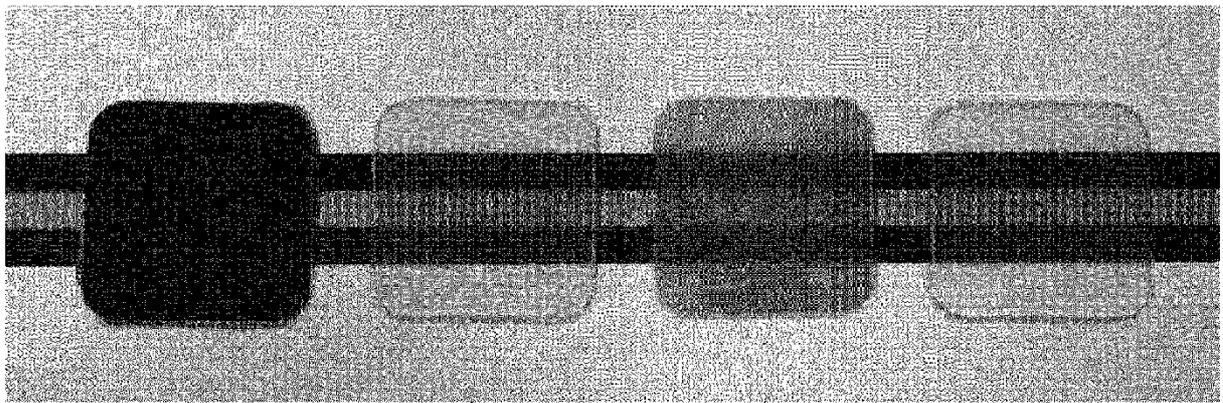


FIG. 3B



Ejemplo 1

Ejemplo 2

Ejemplo 3

Ejemplo 4

FIG. 4