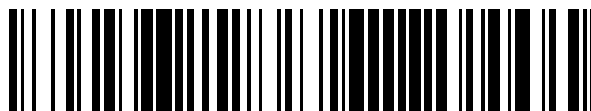


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 767 687**

51 Int. Cl.:

C08J 11/08 (2006.01)

C08L 23/06 (2006.01)

C08L 23/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.12.2017 E 17207701 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.11.2019 EP 3339360**

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

30 Prioridad:

20.12.2016 US 201662436475 P
13.12.2017 US 201715839911

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 2 767 687 T3

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

DESCRIPCIÓN

Método para purificar polietileno regenerado

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere, generalmente, a un método para purificar polímeros contaminados, mediante el uso de un disolvente presurizado y medios sólidos. Más específicamente, esta invención se refiere a un método para purificar polímeros reciclados, tales como los plásticos reciclados posconsumo y posindustriales, para producir un polímero similar a uno virgen, incoloro o claro, y sin olor. Es especialmente útil para la purificación de polietileno.

Antecedentes de la invención

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

En consecuencia, el uso generalizado de plásticos sintéticos resulta en millones de toneladas de residuos plásticos que se generan cada año. Aunque la mayoría de los residuos plásticos se vierten mediante programas municipales de residuos sólidos, una porción significativa de residuos plásticos se encuentra en el medio ambiente como basura, que es antiestética y potencialmente dañina para los ecosistemas. Los residuos plásticos desembocan a menudo en sistemas fluviales y, finalmente, en el mar.

El reciclaje de plásticos ha emergido como una solución para mitigar los problemas asociados con el amplio uso de plásticos. La recuperación y reutilización de plásticos desvía de los vertederos los residuos y reduce la demanda de plástico virgen producido a partir de recursos con base fósil, lo que, por consiguiente, reduce las emisiones de gases de efecto invernadero. En regiones desarrolladas, tales como los Estados Unidos y la Unión Europea, las tasas de reciclado de plásticos están aumentando debido a una mayor concienciación por parte de los consumidores, las empresas y las operaciones de fabricación industrial. La mayoría de los materiales reciclados, incluyendo los plásticos, se mezclan en una sola corriente que se recoge y procesa a través de 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 comunes, tales como polipropileno (PP), polietileno de baja densidad (LDPE, por sus siglas en inglés), poli(cloruro de vinilo) (PVC), poliestireno (PS), policarbonato (PC) y poliamidas (PA). Las corrientes simples o mezcladas pueden posteriormente clasificarse, lavarse y reprocesarse en pellets que sean adecuados para su reutilización en el procesado de plásticos, por ejemplo, moldeo por soplado y por inyección.

Aunque los plásticos reciclados se clasifican en corrientes predominantemente uniformes, y se lavan con soluciones acuosas y/o cáusticas, el pellet final reprocesado, frecuentemente, permanece altamente contaminado con impurezas residuales no deseadas, tales como residuos de alimentos estropeados y componentes residuales de perfume. Además, los pellets de plástico reciclado, excepto los de los recipientes reciclados de bebidas, son coloreados de 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 a la contaminación (por ejemplo, recipientes de pintura de plástico negro y componentes de automoción ocultos), la mayoría de las aplicaciones requieren de pellets no coloreados. La necesidad de resina reciclada de alta calidad "similar a la virgen" es especialmente importante para las aplicaciones en contacto con alimentos y medicamentos, tales como el envasado alimenticio. Además de estar contaminados con impurezas y colorantes mezclados, muchos productos de resina reciclada son a menudo heterogéneos en composición química, y pueden contener una cantidad significativa de contaminación polimérica, tal como contaminación de polipropileno reciclado en polietileno, y viceversa.

El reciclaje mecánico, también conocido como reciclaje secundario, es el proceso de convertir los residuos plásticos reciclados en una forma que se pueda volver a usar para su posterior fabricación. Un análisis más detallado de reciclaje mecánico y otros procesos de recuperación de plásticos, se describe en S. M. Al-Salem, P. Lettieri, J. Baeyens, "Recycling and recovery routes of plastic solid waste (PSW): A review", *Waste Management*, volumen 29, edición 10, octubre de 2009, páginas 2625-2643, ISSN 0956-053X. Si bien los adelantos en la tecnología de reciclaje mecánico han mejorado en cierto aspecto la calidad de los polímeros reciclados, existen limitaciones fundamentales respecto a los planteamientos sobre descontaminación mecánica, tales como el atrapamiento físico de pigmentos dentro de una matriz polimérica. Por lo tanto, 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, impide que la industria del plástico realice un uso más amplio de las resinas recicladas.

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

10 Por ejemplo, la patente US-7.935.736 describe un método para reciclar poliéster de los residuos que contengan poliéster, usando un disolvente para disolver el poliéster antes de la limpieza. La patente US-7.935.736 también describe la necesidad de utilizar un precipitante para recuperar del disolvente el poliéster.

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

20 En otro ejemplo, la solicitud de patente europea con n.º 849.312 (traducida del alemán al inglés) describe un proceso para obtener poliolefinas purificadas a partir de una mezcla plástica que contenga poliolefina o un residuo que contenga poliolefina. La solicitud de patente 849.312 describe la extracción de mezclas o residuos de poliolefina con una fracción de hidrocarburo de gasolina o combustible diésel con un punto de ebullición por encima de 90 °C a temperaturas de entre 90 °C y el punto de ebullición del disolvente de hidrocarburo. La solicitud de patente 849.312 describe, además, poner en contacto una solución caliente de poliolefina con arcilla blanqueadora y/o carbón activado, para eliminar componentes extraños de la solución. La solicitud de patente 849.312 describe, además, enfriar la solución a temperaturas por debajo de 70 °C para cristalizar la poliolefina, y luego eliminar el disolvente de adherencia al calentar la poliolefina por encima del punto de fusión de la poliolefina, y/o evaporar el disolvente de adherencia en un vacío, o pasar una corriente de gas a través del precipitado de poliolefina, y/o extraer el disolvente con un alcohol o cetona que hierva por debajo del punto de fusión de la poliolefina.

25 En otro ejemplo, la patente US-5.198.471 describe un método para separar los polímeros de una mezcla sólida físicamente entremezclada (por ejemplo, residuos plásticos) que contenga una pluralidad de polímeros que utilizan un disolvente a una primera temperatura inferior para formar una primera solución de fase única y un componente sólido restante. La patente US-5.198.471 describe, además, calentar el disolvente a temperaturas más altas para disolver los polímeros adicionales que no se disolvieron en la primera temperatura inferior. La patente US-5.198.471 describe la filtración de los componentes insolubles del polímero.

30 En otro ejemplo, la patente US-5.233.021 describe un método para extraer componentes poliméricos puros a partir de una estructura de múltiples componentes (por ejemplo, enmoquetado de desecho) al disolver cada componente a una temperatura y presión adecuadas en un fluido supercrítico, y a continuación variar la temperatura y/o la presión para extraer componentes particulares en secuencia. Sin embargo, de manera similar a la patente US-5.198.471, la patente US-5.233.021 solamente describe el filtrado de componentes no disueltos.

35 En otro ejemplo, la patente US-5.739.270 describe un método y un aparato para separar continuamente un componente polimérico de un plástico a partir de contaminantes y otros componentes del plástico, utilizando un cosolvente y un fluido de trabajo. El cosolvente disuelve, al menos parcialmente, el polímero, y el segundo fluido (es decir, en un estado líquido, crítico o supercrítico) solubiliza los componentes del polímero y precipita del cosolvente parte del polímero disuelto. La patente US-5.739.270 describe, además, la etapa de filtrar el cosolvente termoplástico (con o sin el fluido de trabajo) para eliminar los contaminantes en forma de partículas, tales como las partículas de vidrio.

40 La patente JP H11,263870 se refiere a un método para el reciclaje de una mezcla de residuos que contenga polietileno, que comprende las etapas de: poner los fragmentos de la mezcla de residuos de polietileno en contacto con el disolvente, tal como cloroformo (punto de ebullición a 61,15 °C), en donde el parámetro de solubilidad es de 9,2 a 9,8, y posteriormente una materia sólida que comprende principalmente el polietileno se separa de la primera fase líquida que contiene el extracto; una etapa en donde un sólido obtenido al eliminar de la primera fase líquida el primer disolvente se disuelve en un segundo disolvente, en donde el parámetro de solubilidad es de 6,6 a 7,8, tal como éter etílico, pentano o hexano, para obtener la segunda fase líquida; una etapa en donde la segunda fase líquida se pone en contacto con un tercer disolvente, tal como metanol o etanol, en donde el parámetro de solubilidad es de 13,5 a 14,8, para llevar a cabo la extracción líquido/líquido, y una cuarta fase líquida, que comprende principalmente el tercer disolvente, se separa del resto de la tercera fase líquida; una etapa en donde el disolvente se separa de la tercera fase líquida para recuperar una materia mezclada orgánica de baja polaridad; y

una etapa en donde el disolvente se separa de la cuarta fase líquida para recuperar una materia mezclada orgánica de alta polaridad.

5 Los métodos conocidos, basados en disolventes, para purificar polímeros contaminados, como se ha descrito anteriormente, no producen un polímero "similar al virgen". En los métodos anteriores, a menudo se produce la codisolución y, por consiguiente, la contaminación cruzada de otros polímeros. Si se utiliza un adsorbente, a menudo se emplea una etapa de filtrado y/o centrifugado para eliminar de la solución el adsorbente usado. Además, los procedimientos de aislamiento para eliminar el disolvente, tal como calentamiento, evaporación al vacío y/o precipitación, que utilizan una sustancia química de precipitación, se utilizan para producir un polímero libre de disolvente residual.

10 Por consiguiente, persiste aún la necesidad de contar con un método mejorado a base de disolvente, para purificar polímeros contaminados, que utilice un disolvente que se elimine del polímero de manera fácil y económica, que sea relativamente simple en términos del número de operaciones unitarias, que produzca un polímero sin una cantidad significativa de contaminación cruzada polimérica, que produzca un polímero que sea prácticamente incoloro, y que produzca un polímero que sea prácticamente inodoro.

Resumen de la invención

20 Se proporciona un método para purificar un polietileno regenerado. El método implica:

- a. Obtener polietileno regenerado seleccionado del grupo que consiste en polímeros de uso posconsumidor, polímeros de uso posindustrial, y combinaciones de los mismos;
- b. Poner en contacto el polietileno regenerado, a una temperatura de aproximadamente 80 °C a aproximadamente 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 tenga un punto de ebullición estándar inferior a aproximadamente 70 °C, para producir un polietileno regenerado extraído;
- 25 c. Disolver el polietileno regenerado extraído en un disolvente seleccionado del grupo que consiste en el primer disolvente fluido, un segundo disolvente fluido y mezclas de los mismos, a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 220 °C, y a una presión de aproximadamente 350 psig (2,41 MPa) a aproximadamente 20.000 psig (137,90 MPa), para producir una primera solución que comprenda polietileno y contaminantes suspendidos;
- 30 d. Precipitar la primera solución que comprende polietileno 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 comprenda polietileno y otros contaminantes;
- 35 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), mediante la puesta en contacto de la segunda solución con medios sólidos, para producir una tercera solución que comprenda polietileno más puro; y
- 40 f. Separar de la tercera solución el polietileno más puro.

El segundo disolvente fluido puede que tenga la misma composición química o una composición química diferente que el primer disolvente fluido.

45 En una realización, el polietileno 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 2.000 psig (13,79 MPa). En otra realización, el polietileno regenerado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolvente fluido, en una concentración porcentual en masa de al menos 0,5 %. En otra realización más, el polietileno regenerado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolvente fluido, en una concentración porcentual en masa de al menos 1 %. En una realización, el polietileno regenerado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolvente fluido, en una concentración porcentual en masa de al menos 2 %.

50 En una realización, el polietileno regenerado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolvente fluido, en una concentración porcentual en masa de al menos 3 %. En otra realización, el polietileno regenerado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolvente fluido, en una concentración porcentual en masa de al menos 4 %. En otra realización más, el polietileno regenerado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolvente fluido, en una concentración porcentual en masa de al menos 5 %.

55 En una realización, el polietileno regenerado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolvente fluido, en una concentración porcentual en masa de hasta 20 %. En otra realización, el polietileno regenerado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolvente fluido, en una concentración porcentual en masa de hasta 18 %. En otra realización más, el polietileno regenerado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolvente fluido, en una concentración porcentual en masa de hasta el 16 %. En una realización, el polietileno regenerado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolvente fluido, en una concentración porcentual en masa de hasta 14 %. En otra realización, el polietileno regenerado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolvente fluido, en una concentración porcentual en masa de hasta 12 %.

5 En una realización, el polietileno regenerado es polietileno obtenido de reciclado posconsumo. En otra realización, el polietileno regenerado es un homopolímero de polietileno o un copolímero principalmente de polietileno. En otra realización más, 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 estándar de vaporización inferior a aproximadamente +25 kJ/mol.

10 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 más, los hidrocarburos alifáticos y las mezclas de los mismos comprenden principalmente hidrocarburos alifáticos C₄.

15 En otra realización, el disolvente fluido consiste prácticamente 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.

20 En una realización, la presión en la etapa de contacto es de aproximadamente 1.100 psig (7,58 MPa) a aproximadamente 5.500 psig (37,92 MPa). En otra realización, la presión en la etapa de contacto es inferior a aproximadamente 1.100 psig (7,58 MPa). En otra realización más, la presión en las etapas de disolución, precipitación y purificación es superior a aproximadamente 4.500 psig (31,03 MPa). En una realización, la presión en las etapas de disolución, precipitación y purificación es superior a aproximadamente 5.500 psig (37,92 MPa).

25 Los medios sólidos se seleccionan 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, tierra de batán, bentonita y mezclas de los mismos.

30 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 polietileno con dichos medios sólidos se realiza en un lecho compactado de dichos medios sólidos. En otra realización más, el lecho compactado es superior a 20 cm de longitud.

35 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.

Breve descripción de los dibujos

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

Descripción detallada de la invención

45 I. Definiciones

Como se utiliza en la presente memoria, el término “polímero regenerado” se refiere a un polímero usado para una finalidad previa y que luego se recuperó para procesos posteriores.

50 Como se utiliza en la presente memoria, el término “polietileno regenerado” se refiere a un polímero de polietileno usado para una finalidad previa y que luego se recuperó para procesos posteriores.

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

55 Como se utiliza en la presente memoria, el término “post-consumer recycle” (“reciclaje posconsumo” - PCR) se refiere a un material que se produce después de que el consumidor final haya usado el material y se haya deshecho del material en una corriente de residuos.

60 Como se utiliza en la presente memoria, el término “posindustrial” se refiere a una fuente de un material que se origina durante la fabricación de un bien o producto.

65 Como se utiliza 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 moleculares diferentes o isómeros. Además, en algunas realizaciones de la presente invención, el término “disolvente fluido” también puede

aplicarse a sustancias que estén en, cerca de, o por encima de, la temperatura crítica y la presión crítica (punto crítico) de dicha sustancia. Es bien sabido para 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.

5 Como se utiliza en la presente memoria, el término “disuelto” significa 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:

10 Ecuación 1

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

15 donde ΔG_{mez} es el cambio de energía libre de Gibbs de mezclado de un soluto con un disolvente, ΔH_m es el cambio de entalpía de mezclado, T es la temperatura absoluta, y $T\Delta S_{mez}$ 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 estar en un mínimo. Por lo tanto, para la presente invención, se puede usar cualquier combinación de soluto y disolvente que minimice una energía libre de Gibbs negativa a temperaturas y presiones apropiadas.

20 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 psia, 0,9869 atm), según establece la International Union of Pure and Applied Chemistry (Unión Internacional de Química Pura y Aplicada- IUPAC).

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

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

35 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 (normalmente, una fuerza gravitacional) que actúa sobre las partículas.

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

40 Como se utiliza en la presente memoria, el término “medios sólidos” se refiere a una sustancia que existe en el estado sólido en las condiciones de uso. Los medios sólidos pueden ser cristalinos, semicristalinos o amorfos. Los medios sólidos pueden ser granulados y pueden suministrarse bajo diferentes formas (es decir, esferas, cilindros, pellets, etc.). Si los medios sólidos son granulados, el tamaño de partícula y la distribución de tamaño de partículas de los medios sólidos puede definirse por el tamaño de malla usado para clasificar el medio granulado. Un ejemplo de las designaciones de tamaño de malla estándar puede encontrarse en el estándar ASTM E11 “Standard Specification for Woven Wire Test Sieve Cloth and Test Sieves” (*Especificación de estándar para tamiz de prueba de tela tejida de alambre y tamices de prueba*) de la American Society for Testing and Material (ASTM). Los medios sólidos también pueden ser una esterilla fibrosa no tejida o una tela tejida.

50 Como se utiliza en la presente memoria, el término “solución de polietileno más puro” se refiere a una solución de polietileno que tiene menos contaminantes en relación con la misma solución de polietileno antes de una etapa de purificación.

55 Como se utiliza en la presente memoria, el término “extracción” se refiere a la práctica de transferir especies de soluto desde una fase líquida (o matriz sólida) a lo largo de un límite de fase a una fase líquida inmiscible separada. La(s) fuerza(s) de accionamiento para la extracción se describe mediante la teoría de partición.

60 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 “polietileno regenerado extraído” se refiere a un polietileno regenerado que tiene menos especies de soluto con respecto al mismo polietileno regenerado antes de una etapa de extracción.

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

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

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

II. Método para purificar polietileno contaminado

10 Sorprendentemente, se ha descubierto que ciertos disolventes fluidos, que en una realización preferida presentan una solubilidad dependiente de la temperatura y de la presión de los polímeros, cuando se usan en un proceso relativamente simple, pueden usarse para purificar polietileno contaminado, especialmente el polietileno regenerado o reciclado, hasta una calidad similar a la del virgen. Este proceso, ilustrado en la Figura 1, comprende 1) obtener un polietileno regenerado (Etapa a en la Figura 1), seguido de 2) extraer el polietileno con un disolvente fluido a una temperatura de extracción (T_E) y a una presión de extracción (P_E) (Etapa b en la Figura 1), seguido de 3) 15 la disolución del polietileno en un disolvente fluido a una temperatura de disolución (T_D) y a una presión de disolución (P_D) (Etapa c en la Figura 1), seguido de 4) la sedimentación de la solución polimérica a una temperatura de disolución (T_D) y a una presión de disolución (P_D) (Etapa d en la Figura 1), seguido de 5) poner en contacto la solución de polietileno disuelta, con medios sólidos a una temperatura de disolución (T_D) y a una presión de disolución (P_D) (Etapa e en la Figura 1), seguido de la separación del polietileno del disolvente fluido (Etapa f en la 20 Figura 1).

En una realización de la presente invención, el polietileno purificado, que puede proceder de corrientes de residuos posconsumo, está prácticamente libre de contaminantes, libre de pigmentos, libre de olores, homogéneo y de propiedades similares a las de los polímeros vírgenes. Además, en una realización preferida, las 25 propiedades físicas del disolvente fluido de la presente invención pueden permitir métodos más eficientes energéticamente de separar el disolvente fluido del polietileno purificado.

Polietileno regenerado

30 En una realización de la presente invención, un método para purificar el polietileno regenerado incluye obtener polietileno regenerado. Para los fines de la presente invención, el polietileno regenerado procede de corrientes de residuos posconsumidor, posindustrial, poscomercial, y/o de otras corrientes de residuos especiales. Por ejemplo, el polietileno residual posconsumo puede obtenerse de las corrientes de reciclado del lado de la acera, en donde los consumidores finales colocan los polímeros usados de envases y productos en un contenedor designado para la recogida por parte de un camión de recogida o de reciclado de residuos. Los residuos de polímeros posconsumo 35 también pueden obtenerse por medio de programas de “recuperación” en los comercios, donde el consumidor trae los residuos de polímeros a una tienda y coloca los residuos de polímeros en un recipiente de recogida designado. Un ejemplo de polímeros de residuo posindustrial pueden ser polímeros de residuos producidos durante la fabricación o el transporte de un bien o producto que se recoja por el fabricante como material no utilizable (es decir, retazos, material que no cumpla con las especificaciones, desechos iniciales). Un ejemplo de polímeros de residuos de una corriente especial de residuos puede ser polímeros de residuos obtenidos del reciclado de residuo electrónico, también conocidos como chatarra electrónica. Otro ejemplo de polímeros de residuos de una corriente especial de residuos puede ser polímeros de residuos obtenidos del reciclaje de automóviles. Otro ejemplo de polímeros de residuos de una corriente especial de residuos puede ser polímeros de residuos obtenidos del reciclaje de moquetas y textiles usados. 45

Para los fines de la presente invención, el polietileno regenerado es una composición homogénea de un polímero individual o una mezcla de varias composiciones de polietileno diferentes. Ejemplos no limitativos de composiciones de polietileno son los homopolímeros y copolímeros de etileno, tales como high density polyethylene (polietileno de alta densidad – HDPE), low density polyethylene (polietileno de baja densidad - LDPE), linear low density polyethylene (polietileno lineal de baja densidad - LLDPE), copolímeros de etileno y alfa-olefinas, y otros polímeros de polietileno solubles que pueden ser evidentes para los expertos en la técnica. 50

El polietileno regenerado puede contener también varios pigmentos, tintes, auxiliares de proceso, aditivos estabilizantes, cargas y otros aditivos de rendimiento que se añadieron al polímero durante la polimerización o 55 conversión del polímero original en la forma final de un artículo. Ejemplos no limitativos de pigmentos son los 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 el Basic Yellow 51. Ejemplos no limitativos de auxiliares de proceso son agentes antiestáticos, tal como monoestearato de glicerol y agentes promotores de deslizamiento, tal como erucamida. Un ejemplo no limitativo de un aditivo estabilizante es octadecil-3-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil)-propionato. Ejemplos no limitativos de cargas son carbonato de calcio, talco y fibras de vidrio. 60

Disolvente

65 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 estándares por debajo del intervalo de

temperatura de operación de la presente invención, en un estado en el que hay poco o ningún vapor de disolvente. En una realización, el disolvente fluido con un punto de ebullición estándar inferior a aproximadamente 70 °C se selecciona del grupo que consiste en dióxido de carbono, cetonas, alcoholes, éteres, ésteres, alquenos, alcanos y mezclas de los mismos. Ejemplos no limitativos de disolventes fluidos con puntos de ebullición estándar inferiores a aproximadamente 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 ser evidentes para los expertos en la técnica.

La selección del disolvente fluido utilizado determinará los intervalos de temperatura y presión utilizados para llevar a cabo las etapas de la presente invención. Se proporciona en la siguiente referencia una evaluación del comportamiento de la fase polimérica en disolventes de los tipos que se describen en la presente invención: McHugh y col. (1999) *Chem. Rev.* 99:565-602.

Extracción

Un método para purificar el polietileno incluye poner en contacto el polietileno regenerado con un disolvente fluido a una temperatura y a una presión en donde el polímero es prácticamente insoluble en el disolvente fluido. Aunque no se desea estar limitados por ninguna teoría, los solicitantes creen que la solubilidad dependiente de la temperatura y de la presión puede controlarse de tal manera que evite que el disolvente fluido solubilice totalmente el polímero; sin embargo, el disolvente fluido puede difundirse en el polímero y extraer cualquier contaminación extraíble. La contaminación extraíble pueden ser auxiliares de procesamiento residual añadidos al polímero, formulaciones de producto residual que entren en contacto con el polímero, tales como perfumes y saborizantes, tintes, y cualquier otro material extraíble que se haya añadido intencionadamente o que accidentalmente se haya incorporado al polímero, por ejemplo, durante la recogida de residuos y la acumulación posterior con otros materiales residuales.

En una realización, la extracción controlada puede lograrse fijando la temperatura del sistema de polímero/disolvente fluido y, después, controlando la presión por debajo de una presión, o intervalo de presión, en donde el polímero se disuelva en el disolvente fluido. En otra realización, la extracción controlada se logra fijando la presión del sistema de polímero/disolvente y, después, controlando la temperatura por debajo de una temperatura, o intervalo de temperatura, en donde el polímero se disuelva en el disolvente fluido. La extracción del polímero con un disolvente fluido, controlada por la temperatura y la presión, utiliza un recipiente de presión adecuado, y puede configurarse de una manera que permita la extracción continua del polímero con el disolvente fluido. En una realización de la presente invención, el recipiente de presión puede ser una columna de extracción líquido-líquido, en donde el polímero fundido se bombea a 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 elimina del proceso. En otra realización, el fluido que contiene la contaminación extraída se purifica, recupera y se recicla para usarlo en la etapa de extracción o en una etapa distinta en el proceso. En una realización de la presente invención, la extracción puede realizarse como un método por lotes, en donde el polietileno regenerado se fija en un recipiente de presión y el disolvente fluido se bombea de forma continua a través de la fase polimérica fija. El tiempo de extracción o la cantidad de disolvente fluido que se utiliza dependerá de la pureza deseada del polímero más puro final y de la cantidad de contaminación extraíble en el polietileno regenerado inicial. En otra realización, el fluido que contiene la contaminación extraída se pone en contacto con medios sólidos en una etapa separada, como se describe a continuación en la sección "Purificación". En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto el polietileno regenerado con un disolvente fluido a una temperatura y a una presión en donde el polímero se funda y en el estado líquido. En otra realización, el polietileno regenerado se pone en contacto con el disolvente fluido a una temperatura y a una presión en donde el polímero esté en el estado sólido.

En una realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto el polietileno con un disolvente fluido a una temperatura y una presión en donde el polietileno permanezca prácticamente sin disolver. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto el polietileno con n-butano a una temperatura de aproximadamente 80 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto el polietileno con n-butano a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 200 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto el polietileno con n-butano a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto el polietileno con n-butano a una presión de aproximadamente 150 psig (1,03 MPa) a aproximadamente 6.500 psig (44,82 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto el polietileno con n-butano a una presión de aproximadamente 3.000 psig (20,68 MPa) a aproximadamente 6.000 psig (41,37 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto el polietileno con n-butano a una presión de aproximadamente 4.500 psig (31,03 MPa) a aproximadamente 5.500 psig (37,92 MPa).

En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto el polietileno con propano a una temperatura de aproximadamente 80 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto el polietileno con propano a una temperatura de aproximadamente

100 °C a aproximadamente 200 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto el polietileno con propano a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto el polietileno con propano a una presión de aproximadamente 1.000 psig (6,89 MPa) a aproximadamente 15.000 psig (103,42 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto el polietileno con propano a una presión de aproximadamente 2.000 psig (13,79 MPa) a aproximadamente 10.000 psig (68,95 MPa). En otra realización, un método para purificar de polietileno regenerado incluye poner en contacto el polietileno con propano a una presión de aproximadamente 5.000 psig (34,47 MPa) a aproximadamente 9.000 psig (62,05 MPa).

10 Disolución

En una realización de la presente invención, un método para purificar el polietileno regenerado incluye disolver el polietileno regenerado en un disolvente fluido a una temperatura y a una presión en donde el polímero se disuelva en el disolvente fluido. Aunque no se desea estar limitados por ninguna teoría, los solicitantes creen que la temperatura y la presión pueden controlarse de tal manera que permitan la disolución termodinámicamente favorable del polímero regenerado en un disolvente fluido. Además, la temperatura y la presión pueden controlarse de tal manera que permitan la disolución de un polímero o mezcla polimérica particular a la vez que no se disuelvan otros polímeros o mezclas de polímeros. Esta disolución controlable permite la separación de polímeros de mezclas de polímeros.

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

En una realización de la presente invención, un método para purificar el polietileno regenerado incluye disolver el polietileno en un disolvente fluido a una temperatura y a una presión en donde el polietileno se disuelve en el disolvente fluido. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye disolver el polietileno en n-butano a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye disolver el polietileno en n-butano a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 200 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye disolver el polietileno en n-butano a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye disolver el polietileno en n-butano a una presión de aproximadamente 1.000 psig (6,89 MPa) a aproximadamente 12.000 psig (82,74 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye disolver el polietileno en n-butano a una presión de aproximadamente 2.000 psig (13,79 MPa) a aproximadamente 10.000 psig (68,95 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye disolver el polietileno en n-butano a una presión de aproximadamente 4.000 psig (27,58 MPa) a aproximadamente 6.000 psig (41,37 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye disolver el polietileno en n-butano en una concentración porcentual en masa de al menos 0,5 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 1 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 2 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 3 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 4 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 5 %. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye disolver el polietileno en n-butano en una concentración porcentual en masa de hasta 20 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 18 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 16 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 14 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 12 %.

En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye disolver el polietileno en propano a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye disolver el polietileno en propano a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 200 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye disolver el polietileno en propano a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye disolver el polietileno en propano a una presión de aproximadamente 3.000 psig (20,68 MPa) a aproximadamente 20.000 psig (137,90 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye disolver el polietileno en propano a una presión de aproximadamente 5.000 psig (34,47 MPa) a aproximadamente 15.000 psig (103,42 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye disolver el polietileno en propano a una presión de aproximadamente 8.000 psig (55,16 MPa) a aproximadamente 11.000 psig (75,84 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye disolver el polietileno en propano en una concentración porcentual en masa de al menos 0,5 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 1 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 2 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una

concentración porcentual en masa de al menos 3 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 4 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 5 %. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye disolver el polietileno en propano en una concentración porcentual en masa de hasta 20 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 18 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 16 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 14 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 12 %.

10 Sedimentación

En una realización de la presente invención, un método para purificar el polietileno incluye separar los contaminantes no disueltos de la solución de polietileno, por medio de una etapa de sedimentación (también conocida como precipitación) a una temperatura y a una presión en donde el polímero permanece disuelto en el disolvente fluido. En una realización, la etapa de precipitación causa que los contaminantes no disueltos experimenten una fuerza que desplaza de manera uniforme los contaminantes no disueltos en la dirección de la fuerza. La fuerza de asentamiento que se aplica es, de forma típica, la gravedad, pero también puede ser una fuerza centrífuga, centrípeta o alguna otra fuerza. La cantidad de fuerza aplicada y la duración de la precipitación dependerá de varios parámetros, incluidos, aunque no de forma limitativa: el tamaño de partícula de las partículas contaminantes, las densidades de las partículas contaminantes, 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 el polietileno regenerado incluye precipitar los contaminantes de una solución de disolvente de polietileno/fluido a una temperatura y a una presión en donde el polietileno permanezca disuelto en el disolvente fluido. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye precipitar los contaminantes de una solución de polietileno/n-butano a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye precipitar los contaminantes de una solución de polietileno/n-butano a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 200 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye precipitar los contaminantes de una solución de polietileno/n-butano a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar polietileno regenerado incluye precipitar los contaminantes de una solución de polietileno/n-butano a una presión de aproximadamente 1.000 psig (6,89 MPa) a aproximadamente 12.000 psig (82,74 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye precipitar los contaminantes de una solución de polietileno/n-butano a una presión de aproximadamente 2.000 psig (13,79 MPa) a aproximadamente 10.000 psig (68,95 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye precipitar los contaminantes de una solución de polietileno/n-butano a una presión de aproximadamente 4.000 psig (27,58 MPa) a aproximadamente 6.000 psig (41,37 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye precipitar los contaminantes de una solución de polietileno/n-butano, en donde el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 0,5 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 1 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 2 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 3 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 4 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 5 %. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye precipitar los contaminantes de una solución de polietileno/n-butano, en donde el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 20 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 18 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 16 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 14 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 12 %.

En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye precipitar los contaminantes de una solución de polietileno/propano a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye precipitar los contaminantes de una solución de polietileno/propano a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 200 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye precipitar los contaminantes de una solución de polietileno/propano a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye precipitar los contaminantes de una solución de polietileno/propano a una presión de aproximadamente 3.000 psig (20,68 MPa) a aproximadamente 20.000 psig (137,90 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye precipitar los contaminantes de una solución de polietileno/propano a una presión de aproximadamente 5.000 psig (34,47 MPa) a aproximadamente 15.000 psig (103,42 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye precipitar los contaminantes de una solución de polietileno/propano con una presión de aproximadamente 8.000 psig (55,16 MPa) a aproximadamente 11.000 psig (75,84 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye precipitar los contaminantes de una solución de polietileno/propano, en donde el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 0,5 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 1 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 2 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 3 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 4 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 5 %. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye precipitar los contaminantes de una solución de polietileno/propano, en donde el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 20 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 18 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 16 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 14 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 12 %.

Purificación

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

En una realización de la presente invención, los medios sólidos se seleccionan del grupo que consiste en sustancias inorgánicas, sustancias basadas en carbono, o mezclas de las mismas. Ejemplos útiles de sustancias inorgánicas incluyen óxidos de silicio, óxidos de aluminio, óxidos de hierro, silicatos de aluminio, silicatos de magnesio, vidrios volcánicos amorfos, sílice, gel de sílice, diatomita, arena, cuarzo, vidrio regenerado, alúmina, perlita, tierra de batán, bentonita y mezclas de los mismos. Ejemplos útiles de sustancias basadas en carbono incluyen carbón antracita, negro de carbón, coque, carbón activado, celulosa y mezclas de los mismos. En otra realización de la presente invención, los medios sólidos son vidrio reciclado.

En una realización de la presente invención, los medios sólidos se ponen en contacto con el polímero en un recipiente durante una cantidad de tiempo específica mientras se agitan los medios sólidos. En otra realización, los medios sólidos se eliminan de la solución de polímero más puro mediante una etapa de separación sólido-líquido. 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 pasa a través de un lecho estacionario de medios sólidos. En otra realización de la presente invención, la altura o longitud del lecho estacionario de los medios sólidos es mayor de 5 cm. En otra realización de la presente invención, la altura o longitud del lecho estacionario de los medios sólidos es mayor de 10 cm. En otra realización de la presente invención, la altura o longitud del lecho estacionario de los medios sólidos es mayor de 20 cm. En otra realización de la presente invención, los medios sólidos se reemplazan según sea necesario para mantener una pureza de polímero deseada. En otra realización más, los medios sólidos se regeneran y se reutilizan en la etapa de purificación. En otra realización, los medios sólidos se regeneran al fluidificar los medios sólidos durante una etapa de retrolavado.

En una realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto una solución de disolvente de polietileno/fluido con medios sólidos a una temperatura y a una presión en donde el polietileno permanezca disuelto en el disolvente fluido. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto una

solución de polietileno/n-butano con medios sólidos a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto una solución de polietileno/n-butano con medios sólidos a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 200 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto una solución de polietileno/n-butano con medios sólidos a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto una solución de polietileno/n-butano con medios sólidos a una presión de aproximadamente 1.000 psig (6,89 MPa) a aproximadamente 12.000 psig (82,74 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto una solución de polietileno/n-butano con medios sólidos a una presión de aproximadamente 2.000 psig (13,79 MPa) a aproximadamente 10.000 psig (68,95 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto una solución de polietileno/n-butano con medios sólidos a una presión de aproximadamente 4.000 psig (27,58 MPa) a aproximadamente 6.000 psig (41,37 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto una solución de polietileno/n-butano con medios sólidos, en donde el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 0,5 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 1 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 2 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 3 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 4 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 5 %. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto una solución de polietileno/n-butano con medios sólidos, en donde el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 20 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 18 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 16 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 14 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 12 %.

En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto una solución de polietileno/propano con medios sólidos a una temperatura de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto una solución de polietileno/propano con medios sólidos a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 200 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto una solución de polietileno/propano con medios sólidos a una temperatura de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 180 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto una solución de polietileno/propano con medios sólidos a una presión de aproximadamente 3.000 psig (20,68 MPa) a aproximadamente 20.000 psig (137,90 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto una solución de polietileno/propano con medios sólidos a una presión de aproximadamente 5.000 psig (34,47 MPa) a aproximadamente 15.000 psig (103,42 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto una solución de polietileno/propano con medios sólidos a una presión de aproximadamente 8.000 psig (55,16 MPa) a aproximadamente 11.000 psig (75,84 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto una solución de polietileno/propano con medios sólidos, en donde el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 0,5 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 1 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 2 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 3 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 4 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de al menos 5 %. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye poner en contacto una solución de polietileno/propano con medios sólidos, en donde el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 20 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 18 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 16 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 14 %. En otra realización, el polietileno se disuelve en una concentración porcentual en masa de hasta 12 %.

Separación

En una realización de la presente invención, un método para purificar el polietileno regenerado incluye separar el polímero más puro del disolvente fluido a una temperatura y a una presión en donde el polímero se precipita desde la solución y ya no se disuelve en el disolvente fluido. En otra realización, la precipitación del polímero más puro desde el disolvente fluido se logra reduciendo la presión a una temperatura fija. En otra realización, la precipitación del polímero más puro desde el disolvente fluido se logra reduciendo la temperatura a una presión fija. En otra realización, la precipitación del polímero más puro desde el disolvente fluido se logra aumentando la temperatura a una presión fija. En otra realización, la precipitación de polímero más puro desde el disolvente fluido se logra reduciendo tanto la temperatura como la presión. El disolvente puede convertirse parcial o totalmente desde la fase líquida hasta la 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 a una fase de vapor del 100 % controlando la temperatura y 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. Ejemplos no

limitativos de separaciones líquido-líquido o líquido-sólido incluyen filtración, decantación, centrifugación y precipitación.

- 5 En una realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye separar el polietileno de una solución disolvente de polietileno/fluido a una temperatura y a una presión en donde el polietileno se precipita desde la solución. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye separar el polietileno de una solución de polietileno/n-butano a una temperatura de aproximadamente 0 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye separar el polietileno de una solución de polietileno/n-butano a una temperatura de aproximadamente 50 °C a aproximadamente 175 °C. En otra realización,
- 10 un método para purificar el polietileno regenerado incluye separar el polietileno de una solución de polietileno/n-butano a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 160 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye separar el polietileno de una solución de polietileno/n-butano a una presión de aproximadamente 0 psig (0 MPa) a aproximadamente 4.000 psig (27,58 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye separar el polietileno de una solución de polietileno/n-butano a una presión de aproximadamente 50 psig (0,34 MPa) a aproximadamente 2.000 psig (13,79 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye separar el polietileno de una solución de polietileno/n-butano a una presión de aproximadamente 75 psig (0,52 MPa) a aproximadamente 1.000 psig (6,89 MPa).
- 15
- 20 En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye separar el polietileno de una solución de polietileno/propano a una temperatura de aproximadamente -42 °C a aproximadamente 220 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye separar el polietileno de una solución de polietileno/propano a una temperatura de aproximadamente 0 °C a aproximadamente 150 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye separar el polietileno de una solución de polietileno/propano a una temperatura de aproximadamente 50 °C a aproximadamente 130 °C. En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye separar el polietileno de una solución de polietileno/propano a una presión de aproximadamente 0 psig (0 MPa) a aproximadamente 15.000 psig (103,42 MPa). En otra realización, un método para purificar el polietileno regenerado incluye separar el polietileno de una solución de polietileno/propano a una presión de aproximadamente 50 psig (0,34 MPa) a aproximadamente 5.000 psig (34,48 MPa). En otra realización,
- 25
- 30 un método para purificar el polietileno regenerado incluye separar el polietileno de una solución de polietileno/propano a una presión de aproximadamente 75 psig (0,52 MPa) a aproximadamente 1.000 psig (6,89 MPa).

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un método para purificar polietileno regenerado que comprende:
- 6 a. Obtener el polietileno regenerado en donde dicho polietileno regenerado se selecciona del grupo que consiste en polímeros de uso posconsumo, polímeros de uso posindustrial, y combinaciones de los mismos;
- 10 b. Poner en contacto el polietileno regenerado 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 tenga un punto de ebullición estándar inferior a 70 °C, en donde el polietileno sea prácticamente insoluble en el disolvente fluido para producir un polietileno regenerado extraído;
- 15 c. Disolver el polietileno regenerado extraído en un disolvente seleccionado del grupo que consiste en el primer disolvente fluido, un segundo disolvente fluido, y mezclas de los mismos, a una temperatura de 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 primera solución que comprende polietileno y contaminantes suspendidos;
- 20 d. Precipitar dicha primera solución que comprende polietileno y contaminantes suspendidos 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) para producir una segunda solución que comprende polietileno y los 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) al poner en contacto dicha segunda solución con medios sólidos, para producir una tercera solución que comprende polietileno más puro, en donde los medios sólidos se seleccionan 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 regenerado, alúmina, perlita, tierra de batán, bentonita y mezclas de los mismos; y siendo
- 30 seleccionadas las sustancias basadas en carbono del grupo que consiste en carbón de antracita, negro de carbón, coque, carbón activado, celulosa y mezclas de los mismos; y
- f. Separar dicho polietileno más puro de dicha tercera solución;
- 35 en donde dicho segundo disolvente fluido tiene la misma composición química o una composición química diferente que el primer disolvente fluido.
- 40 2. El método de la reivindicación 1, en donde dicho polietileno se separa de dicha tercera solución a una temperatura de 0 °C a 220 °C y a una presión de 0 psig (0 MPa) a 2.000 psig (13,79 MPa).
- 45 3. El método, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde dicho polietileno regenerado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolvente fluido, en una concentración porcentual en masa de al menos 0,5 %.
- 50 4. El método, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde dicho polietileno regenerado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolvente fluido, en una concentración porcentual en masa de al menos 2 %.
- 55 5. El método, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde dicho polietileno regenerado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolvente fluido, en una concentración porcentual en masa de al menos 5 %.
- 60 6. El método, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde dicho polietileno regenerado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolvente fluido, en una concentración porcentual en masa de hasta 20 %.
- 65 7. El método, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde dicho polietileno regenerado se disuelve en el disolvente fluido, o mezcla de disolvente fluido, en una concentración porcentual en masa de hasta 12 %.
8. El método, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el polietileno regenerado es polietileno obtenido de reciclado posconsumo.
9. El método, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde dicho polietileno es un homopolímero de polietileno o un copolímero principalmente de polietileno.

ES 2 767 687 T3

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 inferior a +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 dichos hidrocarburos alifáticos y mezclas de los mismos comprenden principalmente hidrocarburos alifáticos C₄.
- 15 14. El método, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde dicha temperatura en las etapas de 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 1.100 psig (7,58 MPa) a 5.500 psig (37,92 MPa).

MÉTODO PARA PURIFICAR POLIETILENO CONTAMINADO

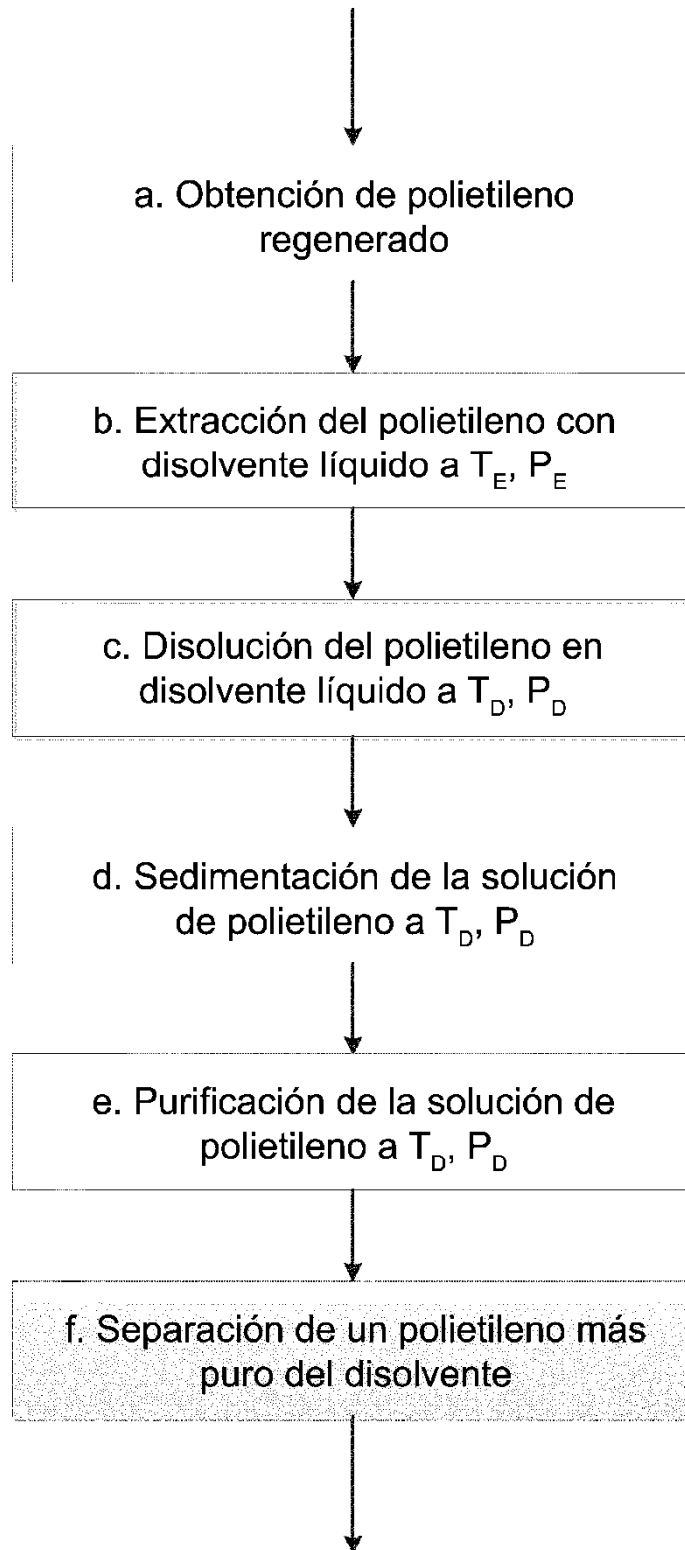


FIG. 1