

**PROCESO DE EXTRACCIÓN, CUANTIFICACIÓN Y RECUPERACIÓN DE
ADITIVOS EN POLIPROPILENO CON SOLVENTES NATURALES
BIODEGRADABLES Y APROVECHAMIENTO DEL POLIPROPILENO
RESULTANTE DE LAS MÚLTIPLES EXTRACCIONES**

5 CAMPO TÉCNICO

[001] La presente invención se encuentra enmarcada en el campo de la industria y la investigación en polímeros, principalmente con la recuperación de aditivos de polipropileno a través de solventes naturales biodegradables. También la invención se enfoca en la aplicación de la economía circular ya que el polipropileno resultante de la extracción puede ser reutilizado o pirolizado con un consumo energético menor.

RESUMEN

[002] La presente invención trata de un proceso de extracción, cuantificación y recuperación de aditivos en polipropileno con solventes naturales biodegradables, a base de cimeno, mirceno (beta-mirceno) timol, mentol, mentona, terpinol, limoneno, pineno, borneol (2-canfanol), piperitona, citral, carvone, eugenol, citronellal, apiol, alfa bisabolol, camazuleno, árbol de te, jazmin, manzanilla alemana o matricaria, laurel, niaouli, siempreviva, linanol, eucaliptol (1,8-cineol), melisa, cariofileno, beta cariolifeno, óxido de cariofileno, careno, felandreno, piretrina alcanfor (2-canfanona), farnesol, vitamina A, beta caroteno, y otros derivados de monoterpenos, sesquiterpenos, diterpenos, fitosteroles, fitostanoles en donde el proceso comprende etapas de reciclado abierto, reciclado cerrado, soxhlet, ultrasonido, fluido supercrítico y microondas con etapas de extracción en fase sólida y purificación mediante columnas empacadas con materiales que permiten dicha extracción, cuantificación y recuperación.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

[003] La figura 1 muestra un diagrama del proceso de acuerdo con la invención.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

[004] Los materiales plásticos poliméricos contienen por lo general aditivos o sustancias químicas necesarios para hacer de dichos materiales, elementos útiles con características fisicoquímicas deseadas dependiendo la aplicación final para la cual está pensado dicho material. Adicionalmente, los aditivos permiten que en las etapas del procesamiento de plásticos se genere una estabilización y compatibilización de las mezclas.

[005] Dependiendo de dicha aplicación final de los materiales plásticos poliméricos, los aditivos pueden ser aditivos retardantes a la llama, estabilizantes (antioxidantes), espumantes, plastificantes, absorbedores de luz ultravioleta (UV), antiestáticos y antibacteriales, entre muchos otros. En el caso de los aditivos retardantes a la llama, como su nombre lo indica, se aplican para reducir la inflamabilidad del material y retardar la propagación del fuego en su superficie. En el caso de los estabilizantes (antioxidantes) son sustancias que proporcionan una estabilidad tanto en el momento de la producción o transformación del material como en el momento de su uso en una aplicación determinada, a fin de evitar características indeseadas como decoloración, amarillamiento, pérdida de propiedades mecánicas y rigidez, entre otras.

[006] Por su parte, los espumantes pueden ser aplicables para proporcionar una estructura tipo espuma aislante en el producto final y proveen al material de características tales como baja densidad y volumen entre otras. Los plastificantes ayudan a que los polímeros mejoren su procesabilidad y flexibilidad modificando sus propiedades en estado de transición vítrea. Los absorbedores de luz ultravioleta proporcionan una mayor estabilidad y durabilidad a los polímeros que tendrán aplicación a la intemperie ayudando a prolongar su vida útil. Los antiestáticos y antibacteriales, como sus nombres lo indican, ayudan a evitar la formación de cargas estáticas en los polímeros y la inhibición de bacterias en los polímeros, respectivamente.

[007] Dada la importancia de la repercusión de los aditivos como agentes que estabilizan la estructura de los materiales poliméricos haciéndolos prácticamente imposibles de degradar a corto plazo y la importancia de reciclar y reutilizar los

P-16663

elementos constitutivos de dichos materiales sin causar un mayor daño al medio ambiente, se ha tratado de recuperar los aditivos empleados en dichos materiales poliméricos.

[008] En este sentido, la patente US2003/0191202 enseña un método para la separación de polímeros y sus aditivos a partir de un material que contiene polímeros, en donde el método está basado en el principio de una precipitación del polímero objeto y luego se separa de sus aditivos presentes en la solución. La separación de los aditivos a partir de la solución se realiza en un paso adicional. El método comprende las etapas de molienda y pre-limpieza del material, luego una extracción selectiva y una limpieza adicional. Después de estas etapas se agrega un solvente, se hace la precipitación, secado, adición de un segundo solvente que puede ser diferente al primero y los aditivos presentes en la fase líquida son separados, principalmente por destilación, en donde los solventes son tetrahidrofurano (THF), cetonas alifáticas, alcoholes y solventes orgánicos aromáticos.

[009] También se conoce el artículo "A rapid ultrasonic extraction technique to identify and quantify additives in poly(ethylene)" de Nadejzda y colaboradores, en donde se enseña un procedimiento para el análisis de antioxidantes aromáticos y estabilizadores UV en polietileno. La separación de los aditivos se lleva a cabo mediante extracción por ultrasonido con cloroformo a 60°C para la separación de chimassorb 944 a partir de una película de polietileno de baja densidad comercialmente disponibles y la separación de irganox 1010 e irgafos 168 a partir de películas de polietileno de densidad media. Su cuantificación se realiza mediante espectroscopia UV y HPLC con acetonitrilo como fase móvil y a una longitud de onda de 280 nm. Esta investigación reporta los efectos de la temperatura, el tiempo y la estructura de los aditivos como factores claves que afectan la eficiencia de la extracción y reporta que la recuperación se alcanzó luego de 15 minutos, 45 minutos y 60 minutos a 60°C para Irgafos 168; Irganox 1010 y Chimassorb 944 respectivamente.

[010] Otro documento relacionado con el proceso de reciclaje de polipropileno, es el documento de patente CN106279753 el cual reporta un proceso de recuperación

P-16663

de polímero reticulado, el cual comprende los pasos de: paso 1) pretratamiento del polipropileno reticulado de desechos: realizar la limpieza por aspersión de la superficie y la esterilización ultravioleta sobre el polipropileno reticulado de desechos; paso 2), despolimerización y reciclaje del polipropileno reticulado de residuos: rompiendo el polipropileno reticulado de residuos tratado en el paso 1),
5 agregando a una extrusora y despolimerizando una cadena molecular del polipropileno reticulado bajo acciones de alta temperatura y alternando con cizallamiento para realizar el reciclaje. El proceso de reciclado del polipropileno reticulado, tiene los beneficios de ser más amigable con el medio ambiente y ser un
10 proceso más eficiente, de modo que el polipropileno despolimerizado tiene fluidez a alta temperatura. El proceso de reciclaje puede aplicarse directamente a la producción del producto y resolver los problemas de contaminación y la baja eficiencia de métodos de tratamiento tradicionales. Para este caso, la patente enseña el reciclaje de todos los elementos constitutivos del material plástico sin
15 hacer diferenciación o extracción de los mismos.

[011] Como se puede apreciar, si bien la técnica anterior enseña procesos para el aprovechamiento y reciclaje de materiales poliméricos tal como el polipropileno y otros polímeros y un esfuerzo por tratar de separar los aditivos que lo componen, también es cierto que los procesos/métodos no ayudan con la minimización de los
20 problemas ambientales, por el contrario, fomentan la polución ambiental al emplear en sus etapas solventes orgánicos resistentes a la biodegradación.

[012] La mayoría de los procesos que transforman los residuales o desechos plásticos presentes en el ambiente, para obtener gas, propano, propileno, nafta, amoniaco, hidrogeno, queroseno, etc, toman al polipropileno (PP), lo muelen e
25 introducen en un horno de pirolisis. Al estar el PP aditivado y/o estabilizado térmicamente, entonces se requiere de mayor cantidad de energía y oxígeno, para transformar toda esa materia en los subproductos y productos de interés. Además, la pirolisis de este residual aditivado, generara gases de efecto invernadero (SOX, NOX), materiales tóxicos para la salud, tales como dioxinas y furanos, entre otros.
30 Lo anterior se elimina, con la propuesta de la presente invención, dado que el material ya estará libre de aditivos con lo cual, la pirólisis de dicho material ya tratado

P-16663

en el proceso de extracción y recuperación de aditivos de la presente invención, es mucho más eficiente y limpia en comparación con las tradicionales, ya que el consumo energético es menor dado que el material ya no se encuentra estabilizado y la generación de gases efecto invernadero también se reduce. Esto es una ventaja técnica de la presente invención, dado que la mayoría de las empresas solo pirolizan a pluma abierta, emitiendo gran cantidad de gases agresivos para el medio ambiente.

[013] En este sentido, la presente invención hace un aporte considerable a la solución de la difícil extracción, cuantificación y recuperación de aditivos que hacen parte de materiales poliméricos ya sean vírgenes o utilizados, lo cual se logra a través de un proceso de extracción, cuantificación y recuperación de aditivos en polipropileno con solventes naturales biodegradables tales como limoneno, pineno y otros compuestos o derivados de terpenos, hemiterpenos, monoterpenos, sesquiterpenos, diterpenos, triterpenos, politerpenos y meroterpenos y mezclas de los mismos, en donde el proceso de extracción comprende etapas de reciclo abierto, reciclo cerrado, soxhlet, ultrasonido, fluido supercrítico y microondas con etapas de extracción en fase sólida y purificación mediante columnas empacadas con materiales que permiten dicha extracción, cuantificación y recuperación.

[014] La recuperación de estos aditivos en material reciclado con menor tiempo de vida, evita la migración de los mismos a cuerpos de aguas o, a otros entornos ambientales. Una vez recuperado estos aditivos, la resina debe quedar en un alto porcentaje de pureza, es decir, está pura.

[015] La resina con alta pureza que se obtiene luego de las extracciones sucesivas puede ser reutilizada o pasar a un proceso de pirolisis. La pirolisis de este material tendrá: consumos energéticos menores (dado que se requiere oxidar las cadenas sin estabilizantes térmicos), menor cantidad de gases de combustión (NOX, SOX, DIOXINAS, FURANIOS) y por tanto el proceso de pirólisis es más limpio.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

[016] La presente invención está dirigida a un proceso, el cual puede ser llevado a escala de laboratorio como llevado fácilmente a escala industrial en donde el proceso tiene las siguientes etapas:

- 5 Etapa 1: Lavado;
- Etapa 2: Molienda;
- Etapa 3: Extracción en columnas (1), (2), (3) y (4);
- Etapa 4: Extracción en columnas empacadas (1'), (2'), (3') y (4'), respectivamente;
- Etapa 5: cristalización de los aditivos obtenidos en cada etapa de extracción 4 en
- 10 las columnas empacadas (1'), (2'), (3') y (4') respectivamente, y
- Etapa 6: cuantificación y recuperación de aditivos obtenidos.

[017] En este sentido, la presente invención cubre un proceso de extracción, cuantificación y recuperación de aditivos en polipropileno y aprovechamiento de

15 este último, caracterizado porque el proceso comprende las siguientes etapas:

- 1. Lavado del material plástico (A);
- 2. Molienda en máquina trituradora o molino del material (A) hasta tamaño de partícula entre 10 y 500 micras;
- 3. Extracción en donde el material (A) de la etapa 2 se transfiere a una
- 20 columna (1) y luego, sucesivamente el material (A) pasa a la columna (2), columna (3) y columna (4) respectivamente, identificándose en cada caso como A'; A'' y A''' para sucesivas extracciones con solventes(I), (II), (III) y (IV);
- 4. Una subsiguiente etapa de extracción en columnas empacadas (1'), (2'),
- 25 (3') y (4'), en donde el solvente con los aditivos obtenidos de cada extracción de las columnas (1), (2), (3) y (4) se pasa por una columna empacada (1'), (2'), (3') y (4') respectivamente;
- 5. Una subsiguiente etapa de cristalización de los aditivos obtenidos después de cada etapa de extracción en las columnas empacadas (1'),
- 30 (2'), (3') y (4') respectivamente y con la consecuente recuperación del solvente; y

6. Cuantificación de los aditivos obtenidos y disposición final del material residual A''' después de la última extracción en la columna (4) por medio de pirólisis; y en donde el material de residuo sin aditivos se somete a un proceso posterior de pirólisis.

5 **[017]** Como se muestra en la figura 1, el material de residuos plásticos (A), preferiblemente de PP, PE, PVS y PS se somete a una etapa (1) de lavado con agua a una temperatura de 35°C. En la etapa 2 de molienda, el material de residuos plásticos se somete a reducción de tamaño de partícula, hasta obtener partículas con dimensiones entre 50 y 100 micras. Este material luego en la etapa 3 de
10 extracción, experimenta cuatro sub-etapas de extracción, en donde el material de residuos plásticos (A) que queda en la primera columna se somete a una posterior extracción en la columna siguiente hasta llegar a la sub-etapa en la columna (4).

[018] En la figura 1, cada material de residuos plásticos que entra en la subsiguiente columna después de la columna (1), se identifica con la letra A'; A'' y
15 A'''. Las columnas (1), (2), (3) y (4) pueden ser de cualquier dimensión y material dependiendo de la cantidad de carga del material para reciclar, por ejemplo, las columnas pueden ser en material de vidrio, acero inoxidable, aluminio u otro material resistente para columnas o torres utilizadas en química industrial, en donde las columnas pueden ser dispositivos convencionales cilíndricos cuya altura es mayor
20 que su diámetro. Por ejemplo, pero sin limitarse, para el caso del proceso de extracción a nivel laboratorio, las columnas pueden ser columnas de vidrio de borosilicato de un metro de altura y un diámetro nominal de 12.7 cm (5 pulgadas) y en su interior pueden tener una o más canastillas de acero inoxidable para soportar el residuo plástico (A), (A'); (A'') y (A''') dependiendo el caso y la columna (1) a (4)
25 donde se encuentre el material en el proceso.

[019] El producto de la extracción, es decir, el solvente o mezcla de solventes con los componentes disueltos que resulta de cada una de las columnas (1), (2), (3) y (4) pasa respectivamente a través de una columna empacada (1'), (2'), (3') y (4') en donde cada una de estas columnas empacadas comprende un relleno diferente
30 constituido de la siguiente manera:

[020] La columna empacada (1') = contiene desde 85% hasta 95% de un polímero modificado de estireno-divinilbenceno (Strata X-33), preferiblemente (90% de un polímero modificado de estireno- divinilbenceno (Strata X-33), desde 7.5% hasta 2.5% de carbón activado, preferiblemente 5% de carbón activado; y desde 2.5% hasta 7.5% de lana de vidrio silanizada), preferiblemente 5%,

[021] La columna empacada (2') = contiene desde 80% hasta 90% de de un polímero modificado de estireno- divinilbenceno (Strata X-33), preferiblemente 85% de un polímero modificado de estireno- divinilbenceno (Strata X-33), desde 7.5% hasta 15% de carbón activado, preferiblemente 10% de carbón activado; y desde 2.5 hasta 5% de lana de vidrio silanizada, preferiblemente 5% lana de vidrio silanizada,

[022] La columna empacada (3') = contiene desde 70% hasta 90% de un polímero modificado de estireno- divinilbenceno (Strata X-33), preferiblemente 80% de un polímero modificado de estireno- divinilbenceno (Strata X-33), desde 5% hasta 15% de carbón activado, preferiblemente 10% de carbón activado, y desde 5% hasta 15% de lana de vidrio silanizada, preferiblemente 10% de lana de vidrio silanizada, y;

[023] La Columna empacada (4') = contiene desde 70% hasta 90% de de un polímero modificado de estireno- divinilbenceno (Strata X-33), preferiblemente 80% de un polímero modificado de estireno- divinilbenceno (Strata X-33), desde 5% hasta 15% de carbón activado, preferiblemente 10% de carbón activado; y desde 5% hasta 15% de lana de vidrio silanizada, preferiblemente 10% de lana de vidrio silanizada.

[024] El elemento o componente de un polímero modificado de estireno-divinilbenceno (Strata X-33), hace referencia a un sorbente polimérico funcionalizado de fase reversa que proporciona una retención fuerte de compuestos neutros, ácidos o básicos bajo condiciones de lavado orgánico alto y agresivo, en donde este sorbente hace la retención mediante mecanismos de retención, que son enlaces pi-pi, enlaces de hidrógeno, es decir, interacciones dipolo-dipolo e interacciones hidrofóbicas. Estos rellenos permiten separar los aditivos de interés para luego someterlos a cada uno de ellos a una sub-etapa de cristalización para

P-16663

obtener los aditivos cristalinos, cuantificarlos y recuperar el solvente utilizado en cada una de las columnas (1), (2), (3) y (4).

[025] De acuerdo con la etapa 1 del proceso de extracción, cuantificación y recuperación de aditivos de la invención, la mezcla de residuos plásticos (PP, PE y PVC) los cuales pueden ser vírgenes o usados denominada (A), pasa a un tanque de lavado con agua a una temperatura entre 20 y 50°C, más de preferencia entre 30 y 40°C y de preferencia a 35 °C. Este tanque cuenta con un sistema de agitación mecánica, a fin de eliminar las impurezas externas al material.

[026] De acuerdo con la etapa 2 del proceso de extracción, cuantificación y recuperación de aditivos de la invención, el material pasa a una máquina trituradora o molino que permite reducir el tamaño de partícula del material obtenido de la etapa 1 de lavado, para alcanzar un tamaño de partícula entre 10 a 500 micras, más de preferencia entre 20 a 200 micras, y más preferiblemente entre 50 a 100 micras.

[027] Una vez el material alcanza el tamaño de partícula deseado, se inicia la etapa 3 de extracción en columnas, en donde se realiza la extracción de cada uno de los aditivos de interés. Para dicho fin se cuenta con cuatro columnas (1), (2), (3) y (4) de relleno con diferentes solventes, cada columna cuenta con sistema de calentamiento controlado, sistema de ultrasonido o de microondas y/o fluido supercrítico. Esta etapa 3 de extracción en columnas (1), (2), (3) y (4) de acuerdo con la presente invención, se realizan los siguientes procedimientos:

[028] Se transfiere a la columna (1) el material polimérico reciclado (A) y se realiza extracción sólido-líquido, durante 2 a 3 horas, utilizando como solvente (I) 1-Metil-4-(1-metiletenil)-ciclohexeno (limoneno). La columna (1) es calentada a una temperatura entre 40 y 70°C, más de preferencia a 60°C y se aplica energía por ultrasonido o radiación por microondas. Luego, el solvente enriquecido con los aditivos extraídos en la columna (1) se somete a la etapa 4 de extracción de columna empacada, específicamente a una separación en la columna empacada (1'), la cual contiene desde 85% hasta 95% de un polímero modificado de estireno-divinilbenceno (Strata X-33), preferiblemente 90% de un polímero modificado de estireno- divinilbenceno (Strata X-33), desde 7.5% hasta 2.5% de carbón activado, preferiblemente 5% de carbón activado; y desde 7.5% hasta 2.5% de lana de vidrio

P-16663

silanizada), preferiblemente 5%. Luego de lo anterior, se recupera el solvente y los aditivos cis-13-Docosenamida (Erucamida), cis-9-octadecenamida (oleamida) y Glicerol monoestearato- Glicerol palmitato(GMS) pasan a la etapa 5 de cristalización, la cual se lleva a cabo de acuerdo con los conceptos básicos de cristalización para posteriormente, pasar a la última etapa 6 de cuantificación de los aditivos obtenidos.

[029] Después del tratamiento en la columna 1 con el solvente (I), el material polimérico reciclado ahora llamado (A'), pasa a la columna (2), en la cual se realiza extracción sólido-líquido, durante 2 a 3 horas, utilizando como solvente (II) una mezcla de ciclohexano: 1-Metil-4-(1-metiletenil)-ciclohexeno (limoneno) en proporciones que están entre 20:80 hasta 80:20.

[030] La columna (2) es calentada a una temperatura entre 40 y 70°C, más de preferencia a 60°C y se aplica energía por ultrasonido o radiación por microondas. Luego, el solvente enriquecido con los aditivos extraídos en la columna (2) se somete a una separación en la columna empacada (2'), la cual contiene desde 80% hasta 90% de un polímero modificado de estireno- divinilbenceno (Strata X-33), preferiblemente 85% de un polímero modificado de estireno- divinilbenceno (Strata X-33), desde 7.5% hasta 15% de carbón activado, preferiblemente 10% de carbón activado; y desde 2.5 hasta 5% de lana de vidrio silanizada, preferiblemente 5% lana de vidrio silanizada. Luego de lo anterior se recupera el solvente y el aditivo octadecil-3-(3,5-di-tert.butil-4-hidroxifenil)-propionato pasan a la etapa 5 de cristalización, la cual se lleva a cabo de acuerdo con los conceptos básicos de cristalización para posteriormente, pasar a la última etapa 6 de cuantificación de los aditivos obtenidos.

[031] Luego del tratamiento en la columna (2), el material polimérico reciclado ahora llamado (A''), pasa a la columna (3), en la cual se realiza extracción sólido-líquido, durante 2 a 3 horas, utilizando como solvente (III) una mezcla de Tolueno: ciclohexano en proporciones que están entre 20:80 hasta 80:20. La columna (3) es calentada a una temperatura entre 40 y 70°C, más de preferencia a 60°C y se aplica energía por ultrasonido o radiación por microondas. Luego, el solvente enriquecido con los aditivos extraídos en la columna (3) se somete a una separación en la

P-16663

columna empacada (3'), la cual contiene desde 70% hasta 90% de un polímero modificado de estireno- divinilbenceno (Strata X-33), preferiblemente 80 de un polímero modificado de estireno- divinilbenceno (Strata X-33), desde 5% hasta 15% de carbón activado, preferiblemente 10% de carbón activado, y desde 5% hasta 15% de lana de vidrio silanizada, preferiblemente 10% de lana de vidrio silanizada. Luego de lo anterior se recupera el solvente y los aditivos: octadecil-3-(3,5-di-tert-butil-4-hidroxifenil)-propionato (Irganox 1076), Pentaeritritol tetrakis(3-(3,5-di-tert-butil-4-hidroxifenil)propionato) (Irganox 1010), 1,3,5-trimetil-2,4,6-tris (3,5-di-tert-butil-4-hidroxibencil) benceno (Etanox 330), Tris(2,4-ditert-butilfenil)fosfito (irgafox 168), Bis (2,4-dicumilfenil) pentaeritritol difosfito (doverohos) , 1,3,5-tris(4-tert-butil-3-hidroxi-2,6-dimetil bencil)-1,3,5-triazin-2,4,6-(1H,3H,5H)-triona (cyanox 1790) separados; pasan a la etapa 5 de cristalización, la cual se lleva a cabo de acuerdo con los conceptos básicos de cristalización para posteriormente, pasar a la última etapa 6 de cuantificación de los aditivos obtenidos.

[032] Luego del tratamiento en la columna (3), el material polimérico reciclado ahora llamado (A'''), pasa a la columna (4), en la cual se realiza extracción sólido-líquido, durante 2 a 3 horas, utilizando como solvente (IV) una mezcla de Tolueno: 1-Metil-4-(1-metiletenil)-ciclohexeno (limoneno) en proporciones que están entre 20:80 hasta 80:20. La columna (4) es calentada a una temperatura entre 40 y 70°C, más de preferencia a 60°C y se aplica energía por ultrasonido o radiación por microondas. Luego, el solvente enriquecido con los aditivos extraídos en la columna (4) se somete a una separación en la columna empacada (4'), la cual contiene desde 70% hasta 90% de un polímero modificado de estireno- divinilbenceno (Strata X-33), preferiblemente 80% de un polímero modificado de estireno- divinilbenceno (Strata X-33), desde 5% hasta 15% de carbón activado, preferiblemente 10% de carbón activado; y desde 5% hasta 15% de lana de vidrio silanizada, preferiblemente 10% de lana de vidrio silanizada. Luego de lo anterior se recupera el solvente y los aditivos, Pentaeritritol tetrakis(3-(3,5-di-tert-butil-4-hidroxifenil)propionato) (Irganox 1010), 1,3,5-trimetil-2,4,6-tris (3,5-di-tert-butil-4-hidroxibencil) benceno (Etanox 330), Tris(2,4-ditert-butilfenil)fosfito (irgafox 168), Bis (2,4-dicumilfenil) pentaeritritol difosfito (doverohos), 1,3,5-tris(4-tert-butill-3-

P-16663

hidroxi-2,6-dimetil bencil)—1,3,5-triazin-2,4,6-(1H,3H,5H)-triona (cyanox 1790) separados pasan a la etapa 5 de cristalización, la cual se lleva a cabo de acuerdo con los conceptos básicos de cristalización para posteriormente, pasar a la última etapa 6 de cuantificación de los aditivos obtenidos.

- 5 **[033]** En una modalidad de la invención, las columnas (1'), (2'), (3') y (4') que participan en la etapa 4 del proceso de acuerdo con la presente invención, son empacadas en el orden señalado anteriormente, es decir, en la parte inferior de la columna se encuentra el componente con mayor proporción, luego el carbón activado y en la parte superior, la lana de vidrio silanizada. En otra modalidad de la
- 10 invención, el orden de los componentes dentro de la columna, es inverso al orden de la modalidad anterior, es decir, en el inferior de la columna se encuentra el componente de menor proporción, luego el componente carbón activado y en la parte superior, el componente presente en mayor proporción.

- 15 **[034]** La etapa 5 de cristalización se lleva a cabo mediante las técnicas convencionales de cristalización, por ejemplo, mediante la elección del solvente adecuado para cristalizar, adición de disolvente, filtración en caliente de las impurezas y enfriamiento de la disolución saturada contenida en un recipiente adecuado en un baño de hielo y/o con sembrado de un cristal del compuesto que actúe como núcleo de cristalización.

20

Ejemplo de evaluación de eficiencia del método

- 25 **[035]** Se toma como referencia 600 gramos de un PP puro y de concentración conocidas de aditivos de interés. Una vez el material alcanza el tamaño de partícula deseado, se inicia la etapa de extracción en columnas, en donde se realiza la extracción de cada uno de los aditivos de interés. Se transfiere a la columna (1) los
- 30 600 gramos del material polimérico molido y se realiza extracción sólido-liquido, durante 2 a 3 horas, utilizando como solvente (I) 1-Metil-4-(1-metiletenil)-ciclohexeno (limoneno). La columna (1) es calentada a una temperatura de 60°C y se aplica energía por ultrasonido o radiación por microondas. Luego, el solvente enriquecido con los aditivos extraídos en la columna (1) se somete a la etapa 4 de extracción de columna empacada, específicamente a una separación en la columna

P-16663

empacada (1'), luego de lo anterior, se recupera el solvente y los aditivos: cis-13-docosenamida (Erucamida), cis-9-octadecenamida (oleamida) y Glicerol monoestearato-Glicerol palmitato (GMS) separados; pasan a la etapa 5 de cristalización, la cual se lleva a cabo de acuerdo con los conceptos básicos de cristalización para posteriormente, pasar a la última etapa 6 de cuantificación de los aditivos obtenidos. En esta etapa se recupera entre el 90% y 95% de los aditivos mencionados anteriormente.

[036] Después del tratamiento en la columna 1 con el solvente (I), el material polimérico ahora llamado (A'), pasa a la columna (2), en la cual se realiza extracción sólido-líquido, durante 2 a 3 horas, utilizando como solvente (II) una mezcla de ciclohexano:1-Metil-4-(1-metiletenil)-ciclohexeno (limoneno) en proporciones que están entre 20:80 hasta 80:20. La columna (2) fue calentada a una temperatura de preferencia a 60°C y se aplica energía por ultrasonido o radiación por microondas. Luego, el solvente enriquecido con los aditivos extraídos en la columna (2) se somete a una separación en la columna empacada (2'). Luego de lo anterior, se recupera el solvente y el aditivo octadecil-3-(3,5-di-tert-butil-4-hidroxifenil)-propionato (Irganox 1076) el cual pasa a la etapa 5 de cristalización, la cual se lleva a cabo de acuerdo con los conceptos básicos de cristalización para posteriormente, pasar a la última etapa 6 de cuantificación de los aditivos obtenidos, en donde se obtuvo una recuperación del aditivo en un 70 %.

[037] - Luego del tratamiento en la columna (2), el material polimérico molido ahora llamado (A''), pasa a la columna (3), en la cual se realiza extracción sólido-líquido, durante 2 a 3 horas, utilizando como solvente (III) una mezcla de Tolueno: ciclohexano en proporciones que están entre 20:80 hasta 80:20. La columna (3) es calentada a una temperatura de 60°C y se aplica energía por ultrasonido o radiación por microondas. Luego, el solvente enriquecido con los aditivos extraídos en la columna (3) se somete a una separación en la columna empacada (3'). Luego de lo anterior, se recupera el solvente y los aditivos: octadecil-3-(3,5-di-tert-butil-4-hidroxifenil)-propionato (Irganox 1076), Pentaeritritol tetrakis(3-(3,5-di-tert-butil-4-hidroxifenil)propionato) (Irganox 1010), 1,3,5-trimetil-2,4,6-tris (3,5-di-tert-butil-4-hidroxibencil) benceno (Etanox 330), Tris(2,4-ditert-butilfenil)fosfito (irgafox 168),

P-16663

Bis (2,4-dicumilfenil) pentaeritritol difosfito (doverohos) , 1,3,5-tris(4-tert-butil-3-hidroxi-2,6-dimetil bencil)-1,3,5-triazin-2,4,6-(1H,3H,5H)-triona (cyanox 1790) pasan a la etapa 5 de cristalización, la cual se lleva a cabo de acuerdo con los conceptos básicos de cristalización para posteriormente, y pasan a la última etapa

5 6 de cuantificación de los aditivos, en la cual se encontraron los siguientes porcentajes: 20% de octadecil-3-(3,5-di-tert-butil-4-hidroxifenil)-propionato (Irganox 1076), 80% de Pentaeritritol tetrakis(3-(3,5-di-tert-butil-4-hidroxifenil)propionato) (Irganox 1010), 90% de 1, 3, 5-trimetil-2,4,6-tris (3,5-di-tert-butil-4-hidroxibencil) benceno (Etanox 330), 85% de tris(2,4-ditert-butilfenil)fosfito (irgafox 168), 77% de

10 Bis (2,4-dicumilfenil) pentaeritritol difosfito (doverohos) , 81% de 1,3,5-tris(4-tert-butil-3-hidroxi-2,6-dimetil bencil)-1,3,5-triazin-2,4,6-(1H,3H,5H)-triona (cyanox 1790).

[038] Luego del tratamiento en la columna (3), el material polimérico molido ahora denominado A'', pasa a la columna (4), en la cual se realiza extracción sólido-líquido, durante 2 a 3 horas, utilizando como solvente (IV) una mezcla de Tolueno: 1-Metil-4-(1-metiletenil)-ciclohexeno (limoneno) en proporciones que están entre 20:80 hasta 80:20. La columna (4) es calentada a una temperatura de 60°C y se aplica energía por ultrasonido o radiación por microondas. Luego, el solvente enriquecido con los aditivos extraídos en la columna (4) se somete a una separación

15 en la columna empacada (4'). Luego de lo anterior, se recupera el solvente y los aditivos: Pentaeritritol tetrakis(3-(3,5-di-tert-butil-4-hidroxifenil)propionato) (Irganox 1010), 1,3,5-trimetil-2,4,6-tris (3,5-di-tert-butil-4-hidroxibencil) benceno (Etanox 330), Tris(2,4-ditert-butilfenil)fosfito (irgafox 168), Bis (2,4-dicumilfenil) pentaeritritol difosfito (doverohos), 1,3,5-tris(4-tert-butil-3-hidroxi-2,6-dimetil bencil)-1,3,5-triazin-

25 2,4,6-(1H,3H,5H)-triona (cyanox 1790) separados; los cuales pasan a la etapa 5 de cristalización, la cual se lleva a cabo de acuerdo con los conceptos básicos de cristalización para posteriormente, pasar a la última etapa 6 de cuantificación de los aditivos, en donde se encontraron dichos aditivos en los siguientes porcentajes: 10% de Pentaeritritol tetrakis(3-(3,5-di-tert-butil-4-hidroxifenil)propionato) (Irganox

30 1010), 5% de 1,3,5-trimetil-2,4,6-tris (3,5-di-tert-butil-4-hidroxibencil) benceno

P-16663

(Etanox 330), 5% de Tris(2,4-ditert-butilfenil)fosfito (irgafox 168), 10% de Bis (2,4-dicumilfenil) pentaeritritol difosfito (doverohos), 5% de 1,3,5-tris(4-tert-butil-3-hidroxi-2,6-dimetil bencil)–1,3,5-triazin-2,4,6-(1H,3H,5H)-triona (cyanox 1790).

- [039]** La etapa 5 de cristalización se lleva a cabo mediante las técnicas convencionales de cristalización, por ejemplo, mediante la elección del solvente adecuado para cristalizar, adición de disolvente, filtración en caliente de las impurezas y enfriamiento de la disolución saturada contenida en un recipiente adecuado en un baño de hielo y/o con sembrado de un cristal del compuesto que actúe como núcleo de cristalización.