

P-16663

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

DIRECCIÓN DE NUEVAS CREACIONES

E. S. D.

Re: Solicitud de patente No. **NC2019/0008355** a nombre de **ESENTTIA S.A.**

Yo, CAROLINA DAZA MONTALVO identificada como aparece al pie de mi firma, domiciliada en la Carrera 11 No. 86-53, obrando como apoderada de la sociedad **ESENTTIA S.A.**, domiciliada en Cartagena, Colombia, solicitante de la patente de la referencia, en respuesta al Oficio No.14774 notificado electrónicamente el 25 de noviembre de 2020, relacionado con el primer concepto técnico de fondo, atentamente me permito presentar la siguiente información:

1. Modificación a la memoria descriptiva y capítulo reivindicatorio

Con fundamento en la facultad que confiere el Artículo 34 de la Decisión 486 al solicitante para modificar la solicitud de patente en cualquier momento del trámite, presento junto con este memorial el capítulo descriptivo y el pliego reivindicatorio, el cual consta de diez (10) reivindicaciones y que reemplazan completamente la memoria descriptiva y reivindicaciones presentados anteriormente.

En la nueva memoria descriptiva se realizaron las siguientes modificaciones:

- 1.1** Como primera medida, se ha modificado la memoria descriptiva a fin de que las etapas del proceso se enumeren con los literales a, b, c, d, e, f y g de acuerdo con lo amablemente sugerido por el señor examinador.
- 1.2** Se ha modificado el párrafo 016 a fin de establecer que la pirólisis es un paso posterior g del proceso reivindicado.
- 1.3** En el párrafo 017 se ha corregido el error de tipografía para el caso de PVS por la expresión correcta PVC y se ha aclarado las siglas PP (polipropileno), PE (polietileno), cloruro de polivinilo (PVC) y PS (poliestireno).
- 1.4** A lo largo de la descripción se han reemplazado las expresiones "etapa 1", etapa 2", "etapa 3", "etapa 4", "etapa 5" y "etapa 6" por las respectivas expresiones

“etapa a”, etapa b”, “etapa c”, “etapa d”, “etapa e” y “etapa f”. Así mismo, se ha modificado la numeración de la Figura a fin de que la solicitud sea concisa.

En el nuevo capítulo reivindicatorio se realizaron las siguientes modificaciones:

- 1.1** Se ha modificado la reivindicación 1 a fin de que las etapas del proceso se enumeren con los literales a, b, c, d, e, f y g de acuerdo con lo amablemente sugerido por el señor examinador.
- 1.2** De acuerdo con la sugerencia del señor examinador se ha incluido en el preámbulo de la reivindicación 1 la expresión “con solventes naturales biodegradables” de acuerdo con lo indicado en el párrafo 002 de la memoria descriptiva. Adicionalmente, se ha incluido en la etapa c las mezclas específicas de los solventes (I), (II), (III) y (IV).
- 1.3** En relación con la anterior modificación, se han eliminado de las reivindicaciones 7, 8, 9 y 10 las especificaciones de los solventes.
- 1.4** Se ha eliminado de la reivindicación 4 la expresión “Strata x-33”.
- 1.5** Se ha corregido el error involuntario en la redacción de la reivindicación 5 relacionada con la expresión “la molienda se realiza”.
- 1.6** Se ha modificado la redacción de la etapa d (antigua etapa 4) a fin de que se entienda que cada solvente enriquecido pasa cada uno de ellos por su respectiva columna empacada.

En cuanto a estas modificaciones, me permito decir que las mismas no amplían de ninguna manera la materia objeto de la solicitud original y que fueron realizadas siguiendo las recomendaciones realizadas por el examinador, con el fin de superar las objeciones de claridad, concisión y sustento en la descripción planteadas en su concepto técnico, por lo que es posible afirmar que la solicitud a la luz de la nueva memoria descriptiva y el nuevo pliego reivindicatorio se ajusta a las disposiciones del Artículo 28 y 30 de la Decisión 486/00.

2. Pago de tasas

En relación con el número de reivindicaciones, atentamente me permito decir que no se adjunta pago de tasa por reivindicaciones adicionales, toda vez que el nuevo capítulo reivindicatorio corresponde al mismo número y alcance de las reivindicaciones originalmente presentadas.

Asimismo, considerando que el presente memorial se presenta con modificaciones a las reivindicaciones, se adjunta recibo de pago por concepto de modificación de la solicitud, según lo establecido en la Resolución 3719 del 2016.

3. Claridad, concisión y sustento de las nuevas reivindicaciones

El solicitante manifiesta que mediante la presentación del nuevo capítulo reivindicatorio y memoria descriptiva quedan subsanadas la totalidad de las objeciones, de modo tal que las nuevas reivindicaciones proporcionan claridad y concisión a la invención descrita, a la vez que cuentan con el debido sustento en la descripción de la solicitud.

En relación con la reivindicación 1 el señor examinador indica que: *"La reivindicación 1 no es clara porque sugiere que la extracción se lleva a cabo primero por las columnas 1 a 4 y luego por 1' a 4', pero de acuerdo a la descripción, pasa por la 1, luego 1', 2, 2',... es decir que las etapas 3 y 4 son intercaladas y no sucesivas, como se están reclamando. Se sugiere aclarar"* Sobre este particular, me permito decir que con la modificación en la redacción de las etapas c y d es claro que el proceso es sucesivo ya que el material (A) de partida en la columna (1) luego de experimentar la extracción con el solvente (I) se convierte en el material (A') que ingresa en la columna (2) y luego de la extracción en dicha columna, el material se convierte en el material (A'') que ingresa en la columna (3) y luego de la extracción en dicha columna, se convierte en el material (A''') que ingresa en la columna 4 y luego de la extracción final en dicha columna dicho material (A''') puede pasar a la etapa de pirólisis g, o a una etapa de recuperación de materia prima como resina "virgen" en tanto que la extracción del paso d puede realizarse de manera simultánea, sucesiva o intercalada, dependiendo si el proceso se realiza en forma continua o por batches.

4. Nivel inventivo

El señor examinador establece en su concepto técnico que la altura inventiva de la presente invención está afectada por los documentos D1 (BR102013024297) y D2 (EP0495640) y manifiesta que: *"D1 se considera el estado de la técnica más cercano a la invención definida en la reivindicación 1 porque divulga un proceso de purificación de poliestireno y sus derivados en una solución de solvente no tóxico. El solvente de recuperación incluye d-limoneno y sus derivados y etanol y el proceso implica disolver el poliestireno en el limoneno y posteriormente adicionar el etanol. (Pág. 4, Líneas 14-25). La adición del alcohol en poliestireno y sus derivados después de la disolución por*

líquido a base de limoneno, produce la precipitación del poliestireno (Pág. 5, Líneas 4-7) y se forman una fracción ligera y una pesada (Pág. 8, Línea 21-23). Los residuos de poliestireno y sus derivados, que no se limitan a estos, pueden introducirse en el recipiente, enteros y divididos, según el diámetro de entrada del recipiente. No es necesario realizar una limpieza previa de los residuos para disolverlos en la solución de disolvente. En la etapa de disolución, la solución puede calentarse de 30 a 90 °C para acelerar el proceso de disolución de los desechos y la disolución de los desechos se limita al nivel máximo del recipiente (Pág. 6, Líneas 14-20). El limoneno también tiene una acción supresora de la descomposición de la oxidación que no permite que el poliestireno se descomponga al calentarlo hasta aproximadamente 230°C y también se puede reciclar (Pág. 8, Línea 17-20).

Adicionalmente, el señor examinador indica que *"La diferencia entre la invención definida en la reivindicación 1 y el proceso divulgado en D1 consiste en emplear un sistema de extracción de múltiples columnas y en cristalizar y cuantificar los aditivos"* y establece que *"No hay efecto técnico asociado al emplear un sistema de extracción de múltiples columnas y en cristalizar y cuantificar los aditivos"*.

También indica el señor examinador que *"Sin embargo, emplear un sistema de extracción de múltiples columnas, ya está divulgado en D2 que se refiere a una separación y purificación a través de múltiples columnas empaquetadas (Pág. 3, Línea 55-58), como parte de un proceso de separación y purificación de una mezcla multicomponente, teniendo en cuenta la diferencia del coeficiente de distribución de los componentes (Reivindicación 1). Cuando existe una ligera diferencia en el tiempo de elución entre los componentes de una mezcla y el empaquetamiento, la separación se puede llevar a cabo en alta concentración, alta pureza y se obtiene alta recuperación. Por consiguiente, casi todas las mezclas son objeto de separación y el aparato puede ser un aparato universal de separación/purificación. De este modo, se pueden reducir los gastos de capital de las instalaciones. Debido a que la operación y la estructura son relativamente simples, el mantenimiento se vuelve fácil y la seguridad también se puede mejorar (Pág. 4, Línea 31-38). Es importante resaltar que a pesar de que los documentos no enseñen las etapas de cristalizar y cuantificar, estas corresponden a etapas de métodos de purificación ampliamente conocidas por la persona del oficio normalmente versada en la materia³. Adicionalmente es necesario tener en cuenta que agregar etapas conocidas en procesos sin un efecto inesperado, es un indicio de falta de nivel inventivo."*

En este sentido, hacemos notar que el Artículo 18 de la Decisión 486/00 determina que *"una invención tiene nivel inventivo, si para una **persona del oficio normalmente versada en la materia técnica** correspondiente, esa invención no hubiese resultado obvia ni se hubiese derivado de manera evidente del estado de la técnica".* (El subrayado es nuestro).

Lo anterior significa que el análisis de nivel inventivo **NO** es una comparación de los objetos de las anterioridades y la solicitud en estudio. El análisis de nivel inventivo **debe demostrar** la obviedad de la invención y establecer cómo ésta no contiene un salto cualitativo, que demuestre su altura inventiva, teniendo en cuenta que se hace **necesario demostrar** que la invención analizada carece de nivel inventivo y hubiese sido obvia para una persona versada en la materia.

Considerando la definición anterior, deseamos aclarar que los antecedentes citados por el examinador no sugieren ni hacen evidentes las ventajas técnicas del método reivindicado por la presente solicitud, al menos por las razones expuestas a continuación:

El residuo de Polipropileno, poliestireno ó cloruro de polivinilo final, que se obtiene de todas las extracciones, se encuentra libre de aditivos, por lo que es una resina virgen, es decir, por ejemplo, en el caso de polipropileno, sería un polipropileno si aditivos. Entonces, este residuo será sometido a pirolisis para la obtención de gasolina, diésel, etc. Este residuo requiere menos contenido energético y por tanto, menor temperatura para su proceso de pirolisis. La pirolisis actualmente es considerada no viable, por el alto consumo energético, lo cual lleva a inversiones muy altas, que hacen no viable su escalamiento a nivel industrial. Este residuo obtenido no tiene ese problema energético, dado que solo tiene cadenas de hidrocarburos, que son más fáciles de romper a temperaturas menores de 250°C con lo cual se logra a través del proceso de la presente invención, por una parte recuperar de manera significativa los aditivos empleados en la producción de materiales de polipropileno, polietileno y cloruro de polivinilo entre otros y la reducción de la contaminación ambiental al descartar las resinas finales obtenidas mediante un proceso de separación de aditivos específicos tales como cis-13-Docosenamida (Erucamida), cis-9-octadecenamida (oleamida) y Glicerol monoestearato- Glicerol palmitato(GMS), octadecil-3-(3,5-di-tert.butil-4-hidroxifenil)-propionato 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) a través de solventes orgánicos de fácil biodegradación ya que la producción de la resina "virgen" (libre de aditivos) obtenida mediante el proceso de la presente invención es mucho eficiente y limpia toda vez que requiere de menor consumo energético y en su pirólisis se reduce la generación de gases tipo invernadero.

Teniendo lo anteriormente claro, ahora deseo indicar cuál es el objeto de cada uno de los documentos citados como arte previo.

El documento D1 enseña una solución de solventes para reprocesamiento de poliestireno y sus derivados y un sistema de reprocesamiento. Si bien D1, enseña que la solución solvente que se utiliza en el proceso de reciclaje del poliestireno y sus derivados se caracteriza porque está constituida por compuestos a base de limoneno, d-limoneno, 1-limoneno, mirceno, Linalool, cimeno, paracimeno, pinenos, terpenos de naranja, aceite de naranja, monoterpenos, sus derivados o compuestos similares, también es cierto que son solventes a base de etanol u otros alcoholes. De hecho, este documento se encuentra dirigido al problema de la presentación y acopio de materiales reciclados de poliestireno para su posterior reciclado en donde indica que alternativas como compactación y procesos de térmicos de fusión para obtener un material líquido son bastante costosos y con eficiencia energética muy baja. Sin embargo, es importante hacer énfasis sobre el hecho que este documento en ninguna parte hace alusión a que sea importante la recuperación de los aditivos presentes en los materiales poliméricos que se pretenden reciclar. Por lo cual, es claro que el problema abordado por este documento dista bastante del problema técnico solucionado en la presente invención relacionado con la recuperación de los aditivos y la adecuación del material que se va a reciclar a fin de obtener una resina prácticamente virgen que contendrá solo material hidrocarbonado que luego pueda ser fácilmente pirolisado para obtener nuevos productos como por ejemplo combustibles como anteriormente se indicó o entrar a la cadena de producción como materia prima "virgen" o puede también utilizada para la obtención de propileno, etileno o cloruro de vinilo que son las materias primas para la polimerización

Por lo tanto, una persona medianamente versada en la materia técnica que estuviera de alguna forma motivada a la recuperación de aditivos a partir de materiales poliméricos reciclables tipo polietileno, polipropileno y cloruro de polivinilo entre otros, no encontraría enseñanza alguna en el documento D1 para llegar de manera evidente al proceso de extracción y recuperación de aditivos de polipropileno con solventes naturales biodegradables y el aprovechamiento del polipropileno resultante de acuerdo con la presente invención.

Por su parte, el documento D2 enseña un proceso para separar y purificar una mezcla multicomponente que comprende separar y purificar una mezcla que contiene una serie de componentes por la diferencia en su coeficiente de distribución en cada componente utilizando una pluralidad de columnas, comprendiendo dicho proceso las etapas de dividir dicha pluralidad de columnas en subgrupos compuestos por al menos 2 columnas, disponiendo estos subgrupos para formar al menos tres zonas compuestas por una zona de fraccionamiento, una zona de purificación y una zona de desorción.

De hecho, como es establece en el párrafo 044 de dicho documento, *"los procesos en los que se requiere dicha separación y purificación multicomponente son los siguientes: la etapa de purificación en la producción de etilenglicol por hidrólisis de óxido de etileno, la separación y purificación de hidrolizados de proteínas, la separación y purificación de extractos naturales, la separación y purificación de aminoácidos de caldo fermentado, la separación y purificación de materiales sintéticos, la separación y purificación de lecitina de soja y yema de huevo, la separación y purificación de productos farmacéuticos sintéticos, la separación de isómeros de productos petroquímicos y similares"*, por lo que una persona medianamente versada en la materia no encontraría motivación alguna para la recuperación de aditivos en polipropileno reciclado ya que si bien este material podría ser considerado como un producto petroquímico, también es cierto que D2 indica que sería para la separación de isómeros provenientes de dichos productos pero no aditivos. Por lo que, este documento tampoco podría afectar la altura inventiva de la presente invención que se relaciona con un proceso de extracción y recuperación de aditivos de polipropileno con solventes naturales biodegradables y el aprovechamiento del polipropileno resultante.

Ahora bien, si una persona medianamente versada en la materia que tuviera acceso a estos dos documentos (D1 y D2) no encontraría motivación alguna a partir de sus enseñanzas para llegar de manera evidente a la presente invención dirigida a un proceso de extracción y recuperación de aditivos de polipropileno con solventes naturales

biodegradables y el aprovechamiento del polipropileno resultante de acuerdo con la presente invención, toda vez que D1 sugiere una solución de solvente con base en etanol para "solubilizar" polipropileno y no enseña o sugiere separar y recuperar aditivos incluidos en el mismo y D2 que muestra un proceso de separación de multicomponentes con sistema de múltiples columnas en donde se indica de manera general que puede ser empleado para "purificación en la producción de etilenglicol por hidrólisis de óxido de etileno, la separación y purificación de hidrolizados de proteínas, la separación y purificación de extractos naturales, la separación y purificación de aminoácidos de caldo fermentado, la separación y purificación de materiales sintéticos, la separación y purificación de lecitina de soja y yema de huevo, la separación y purificación de productos farmacéuticos sintéticos, la separación de isómeros de productos petroquímicos y similares", con lo cual la persona medianamente versada en la materia consideraría que D2 estaría más enfocado en la separación de sustancias en productos relacionados con alimentos o farmacéuticos.

En este sentido, también es importante hacer énfasis sobre el hecho que ninguno de los documentos enseña o sugiere la extracción, separación y recuperación de aditivos a través de un proceso en donde un material sea sometido a varias extracciones sucesivas, llegando hasta una poliolefina "virgen" útil para reprocesar, obtener propileno y/o someter a pirolisis para obtener combustibles y en donde las eluciones enriquecidas de cada extracción sean luego sometidas a una extracción en columnas empacadas con un polímero de estireno-divenilbenceno, carbón activado y lana de vidrio silanizada en las proporciones que se indican en el capítulo reivindicatorio de la presente invención. Por tanto, la persona medianamente versada en la materia que conociera los documentos D1 y D2 y los combinara con sus conocimientos promedio no encontraría la manera de recuperar los aditivos específicos tales como cis-13-Docosenamida (Erucamida), cis-9-octadecenamida (oleamida) y Glicerol monoestearato- Glicerol palmitato(GMS), octadecil-3-(3,5-di-tert.butil-4-hidroxifenil)-propionato 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) y resina virgen de un material como polipropileno y aprovechamiento de dicho material resultante de dichas múltiples extracciones para reprocesar o pirolisar.

Por tanto, es claro que la presente invención cumple con los requerimientos de patentabilidad, especialmente con el requisito de nivel inventivo, toda vez que no se encuentra motivación alguna en los documentos citados para plantear un proceso de extracción y recuperación de aditivos tales como específicos tales como cis-13-Docosenamida (Erucamida), cis-9-octadecenamida (oleamida) y Glicerol monoestearato- Glicerol palmitato(GMS), octadecil-3-(3,5-di-tert.butil-4-hidroxifenil)-propionato 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) en un material como polipropileno con solventes naturales biodegradables y el aprovechamiento del material resultante.

En este orden de ideas, respetuosamente me permito decir que los argumentos expuestos en el oficio 14774 corresponden a un análisis de tipo retrospectivo ya que no se ha tenido en cuenta el enfoque problema-solución y no se ha tenido en cuenta que el problema de la presente invención radica en la recuperación, extracción y recuperación de aditivos y obtención de una resina de polipropileno, polietileno o cloruro de polivinilo "virgen" a partir con solventes biodegradables y el aprovechamiento de dicho material resultante, no había sido abordado por ninguno de los dos documentos citados como anterioridades y no resulta relevante el hecho que el documento D1 haga alusión a un solvente que incluya sustancias como limoneno y similares para la "disolución" del poliestireno ni el hecho que D2 enseñe de manera general un proceso para la purificación y separación de multicomponentes y en donde su ejemplo de trabajo muestra la separación de polietilenglicol y óxido de polietileno, ya que ninguno de los dos hace algún atisbo relacionado con la recuperación de aditivos y mucho menos aditivos específicos de polipropileno o un proceso para su extracción y aprovechamiento del material resultante. Por tanto, tiene nivel inventivo ya que la presente invención no es una simple combinación de etapas conocidas como cristalización y de cuantificación con etapas de extracción con solventes en columnas empacadas, en donde cada etapa tiene una columna de extracción y una columna empacada de separación de aditivos específicos con solventes y en donde cada columna empacada comprende una fase estacionaria selectiva la cual contiene un polímero modificado de estireno-divinilbenceno, carbón activado y lana de vidrio silanizada ya que como se mencionó anteriormente, ni los documentos D1 y D2 enseñan alguna forma de extracción y recuperación de aditivos específicos de un material tal como polipropileno ni

características técnicas de las columnas empacadas mencionadas en las reivindicaciones dependientes del capítulo reivindicatorio de la presente invención

Así las cosas, amablemente solicito a ese Despacho considerar todos los argumentos y modificaciones realizadas en la solicitud y reconocer la altura inventiva de la presente invención.

5. Conclusiones

Con las modificaciones introducidas y los argumentos presentados puede concluirse que:

- i) La materia objeto de las actuales reivindicaciones es clara, concisa y cuenta con el debido sustento en el capítulo descriptivo, cumpliendo así con los requerimientos de los Artículos 28 y 30 de la Decisión 486;
- ii) El objeto de las nuevas reivindicaciones cumple con el requerimiento del Artículo 18 de la Decisión 486;

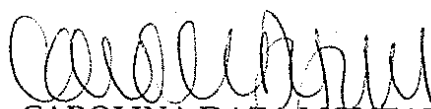
Así, respetuosamente se solicita al señor examinador reconocer el nivel inventivo para la invención titulada "**PROCESO DE EXTRACCIÓN, CUANTIFICACIÓN Y RECUPERACIÓN DE ADITIVOS EN POLIPROPILENO CON SOLVENTES NATURALES BIODEGRADABLES Y APROVECHAMIENTO DEL POLIPROPILENO RESULTANTE DE LAS MÚLTIPLES EXTRACCIONES**" y, por lo tanto, conceder el privilegio de patente, si los cumpliera; o si el señor examinador considera que subsisten razones para objetar la presente invención, rogamos comunicarnos los debidos motivos y razones que sustenten su objeción con el fin de que nuestro mandante tenga la posibilidad de exponer sus argumentos con base en la interpretación del Artículo 42 del Código de Procedimiento Administrativo y de lo Contencioso Administrativo que señala que: "*Habiéndose dado oportunidad a los interesados para expresar sus opiniones, y con base en las pruebas e informes disponibles, se tomará la decisión, que será motivada. La decisión resolverá todas las peticiones que hayan sido oportunamente planteadas dentro de la actuación por el peticionario y por los terceros reconocidos*", (el subrayado es nuestro).

6. Anexos

6.1 Nuevo capítulo descriptivo y reivindicatorio que incluye diez (10) reivindicaciones.

6.2 Comprobante de pago de la tasa por modificación de la solicitud.

Señora Directora,



CAROLINA DAZA MONTALVO

C.C. 66.783.790 de Palmira Valle

TP-141563 CSJ

notificaciones@clarkemodet.com.co

**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

Rta AOF 14774 del 25 de noviembre de 2020

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

5 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
10 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
15 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
20 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
25 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.

30 **[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

Rta AOF 14774 del 25 de noviembre de 2020

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
5 residuos: rompiendo el polipropileno reticulado de residuos tratado en el paso 1), 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

Rta AOF 14774 del 25 de noviembre de 2020

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 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.

[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 a: Lavado;
Etapa b: Molienda;
Etapa c: Extracción en columnas (1), (2), (3) y (4);
Etapa d: Extracción en columnas empacadas (1'), (2'), (3') y (4'), respectivamente;
Etapa e: cristalización de los aditivos obtenidos en cada etapa de extracción d en
10 las columnas empacadas (1'), (2'), (3') y (4') respectivamente, y
Etapa f: 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:

- a. Lavado del material plástico (A);
b. Molienda en máquina trituradora o molino del material (A) hasta tamaño de partícula entre 10 y 500 micras;
c. 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);
d. 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;
e. 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

f. 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 paso posterior g) de pirólisis.

5 **[017]** Como se muestra en la figura 1, el material de residuos plásticos (A), preferiblemente de polipropileno (PP), polietileno (PE), cloruro de polivinilo (PVC) y poliestireno (PS) se somete a una etapa (1) de lavado con agua a una temperatura de 35°C. En la etapa b de molienda, el material de residuos plásticos se somete a
10 reducción de tamaño de partícula, hasta obtener partículas con dimensiones entre 50 y 100 micras. Este material luego en la etapa c de 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).

15 **[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 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
20 columnas pueden ser dispositivos convencionales cilíndricos cuya altura es mayor 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
25 el residuo plástico (A), (A'); (A'') y (A''') dependiendo el caso y la columna (1) a (4) donde se encuentre el material en el proceso.

30 **[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 constituido de la siguiente manera:

P-16663

Rta AOF 14774 del 25 de noviembre de 2020

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

P-16663

Rta AOF 14774 del 25 de noviembre de 2020

[025] De acuerdo con la etapa a 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 b 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 c 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 c 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-metilenil)-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 d 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 silanizada), preferiblemente 5%. Luego de lo anterior, se recupera el solvente y los aditivos cis-13-Docosenamida (Erucamida), cis-9-octadecenamida (oleamida) y

P-16663

Rta AOF 14774 del 25 de noviembre de 2020

Glicerol monoestearato- Glicerol palmitato(GMS) pasan a la etapa e de cristalización, la cual se lleva a cabo de acuerdo con los conceptos básicos de cristalización para posteriormente, pasar a la última etapa f de cuantificación de los aditivos obtenidos.

- 5 **[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.
- 10 **[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),
15 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 e de
20 cristalización, la cual se lleva a cabo de acuerdo con los conceptos básicos de cristalización para posteriormente, pasar a la última etapa f de cuantificación de los aditivos obtenidos.
- 25 **[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
30 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 columna empacada (3'), la cual contiene desde 70% hasta 90% de un polímero modificado de estireno- divinilbenceno (Strata X-33), preferiblemente 80 de un

P-16663

Rta AOF 14774 del 25 de noviembre de 2020

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-
 5 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
 10 1790) separados; pasan a la etapa e de cristalización, la cual se lleva a cabo de acuerdo con los conceptos básicos de cristalización para posteriormente, pasar a la última etapa f 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-
 15 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
 20 (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,
 25 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-butll-3-
 30 hidroxi-2,6-dimetil bencil)–1,3,5-triazin-2,4,6-(1H,3H,5H)-triona (cyanox 1790)

P-16663

Rta AOF 14774 del 25 de noviembre de 2020

separados pasan a la etapa e de cristalización, la cual se lleva a cabo de acuerdo con los conceptos básicos de cristalización para posteriormente, pasar a la última etapa f de cuantificación de los aditivos obtenidos.

[033] En una modalidad de la invención, las columnas (1'), (2'), (3') y (4') que participan en la etapa d 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 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.

[034] La etapa e 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.

Ejemplo de evaluación de eficiencia del método

[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 600 gramos del material polimérico molido 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 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 d de extracción de columna empacada, específicamente a una separación en la columna empacada (1'), luego de lo anterior, se recupera el solvente y los aditivos: cis-13-

P-16663

Rta AOF 14774 del 25 de noviembre de 2020

docosenamida (Erucamida), cis-9-octadecenamida (oleamida) y Glicerol monoestearato-Glicerol palmitato (GMS) separados; pasan a la etapa e de cristalización, la cual se lleva a cabo de acuerdo con los conceptos básicos de cristalización para posteriormente, pasar a la última etapa f 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 e de cristalización, la cual se lleva a cabo de acuerdo con los conceptos básicos de cristalización para posteriormente, pasar a la última etapa f 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 someten 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), Bis (2,4-dicumilfenil) pentaeritritol difosfito (doverohos), 1,3,5-tris(4-tert-butil-3-

P-16663

Rta AOF 14774 del 25 de noviembre de 2020

hidroxi-2,6-dimetil bencil)-1,3,5-triazin-2,4,6-(1H,3H,5H)-triona (cyanox 1790)

pasan a la etapa e de cristalización, la cual se lleva a cabo de acuerdo con los conceptos básicos de cristalización para posteriormente, y pasan a la última etapa

f de cuantificación de los aditivos, en la cual se encontraron los siguientes

5 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

Bis (2,4-dicumilfenil) pentaeritritol difosfito (doverohos), 81% de 1,3,5-tris(4-tert-

10 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:

15 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

en la columna empacada (4'). Luego de lo anterior, se recupera el solvente y los

20 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-

2,4,6-(1H,3H,5H)-triona (cyanox 1790) separados; los cuales pasan a la etapa e de

25 cristalización, la cual se lleva a cabo de acuerdo con los conceptos básicos de

cristalización para posteriormente, pasar a la última etapa f 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

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

30 (Etanox 330), 5% de Tris(2,4-ditert-butilfenil)fosfito (irgafox 168), 10% de Bis (2,4-

P-16663

Rta AOF 14774 del 25 de noviembre de 2020

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 e de cristalización se lleva a cabo mediante las técnicas convencionales de cristalización, por ejemplo, mediante la elección del solvente
5 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.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso de extracción, cuantificación y recuperación de aditivos en polipropileno con solventes naturales biodegradables caracterizado porque comprende las siguientes etapas:

a) Lavado del material plástico (A);

b) Molienda del material (A) hasta tamaño de partícula entre 10 y 500 micras;

c) Extracción en donde el material (A) de la etapa b se transfiere a una columna (1) y luego el material (A) llamado ahora (A') pasa a la columna (2), luego el material (A'') que proviene de la anterior columna, pasa a la columna (3) y luego el material (A''') proveniente de la columna (3) pasa a la columna (4) para sucesivas extracciones con solventes (I), (II), (III) y (IV); en donde el solvente (I) es una mezcla de ciclohexano:1-Metil-4-(1-metiletenil)-ciclohexeno (limoneno) ; el solvente (II) es 1-Metil-4-(1-metiletenil)-ciclohexeno (limoneno) en proporciones que están entre 20:80 hasta 80:20; el solvente (III) es una mezcla de Tolueno: ciclohexano en proporciones que están entre 20:80 hasta 80:20 y el solvente (IV) es una mezcla de Tolueno: 1-Metil-4-(1-metiletenil)-ciclohexeno (limoneno) en proporciones que están entre 20:80 hasta 80:20;

d) Extracción en columnas empacadas, en donde el solvente (I), (II), (III) y (IV) enriquecidos con los aditivos obtenidos de cada extracción de las columnas (1), (2), (3) y (4), se pasa cada uno por su respectiva columna empacada (1'), (2'), (3') y (4') y se obtienen los aditivos de cada columna empacada (1'), (2'), (3') y (4');

e) Cristalización de los aditivos obtenidos después de cada etapa de extracción en las columnas empacadas (1'), (2'), (3') y (4') respectivamente; y

f) Cuantificación de los aditivos obtenidos;

g. pirólisis del material de residuo sin aditivos.

2. El proceso de extracción, cuantificación y recuperación de aditivos en polipropileno de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque la etapa a se realiza a una temperatura entre 20 y 50°C.
- 5 3. El proceso de extracción, cuantificación y recuperación de aditivos en polipropileno de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque en la etapa d, las columnas empacadas (1'), (2'), (3') y (4') comprende cada una de ellas, un relleno diferente.
- 10 4. El proceso de extracción, cuantificación y recuperación de aditivos en polipropileno de acuerdo con la reivindicación 3, caracterizado porque la columna empacada (1') contiene desde 85% hasta 95% de un polímero modificado de estireno- divinilbenceno , desde 7.5% hasta 2.5% de carbón activado y desde 2.5% hasta 7.5% de lana de vidrio silanizada; la columna empacada (2') contiene desde 80% hasta 90% de un polímero modificado de
15 estireno- divinilbenceno , desde 7.5% hasta 15% de carbón activado y desde 2.5 hasta 5% de lana de vidrio silanizada; la columna empacada (3') contiene desde 70% hasta 90% de un polímero modificado de estireno- divinilbenceno , desde 5% hasta 15% de carbón activado y desde 5% hasta 15% de lana de vidrio silanizada y la columna empacada (4') contiene desde 70% hasta 90%
20 de un polímero modificado de estireno- divinilbenceno , desde 5% hasta 15% de carbón activado y desde 5% hasta 15% de lana de vidrio silanizada.
- 25 5. El proceso de extracción, cuantificación y recuperación de aditivos en polipropileno de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque en la etapa b, la molienda se realiza en máquina trituradora o molino y el tamaño de partícula está entre 20 y 200 micras.
6. El proceso de extracción, cuantificación y recuperación de aditivos en polipropileno de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque en la etapa c, cada columna cuenta con sistema de calentamiento controlado, sistema de ultrasonido, de microondas o fluido supercrítico.
- 30 7. El proceso de extracción, cuantificación y recuperación de aditivos en polipropileno de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque en la

P-16663

Rta AOF 14774 del 25 de noviembre de 2020

etapa c, en la columna (1) se realiza extracción sólido-líquido durante 2 a 3 horas con el solvente (I) y es calentada a una temperatura entre 40 y 70°C, y se aplica energía por ultrasonido o radiación por microondas.

5 8. El proceso de extracción, cuantificación y recuperación de aditivos en polipropileno de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque en la etapa c, la columna (2) contiene el solvente (II) y la columna (2) es calentada a una temperatura entre 40 y 70°C, y se aplica energía por ultrasonido o radiación por microondas.

10 9. El proceso de extracción, cuantificación y recuperación de aditivos en polipropileno de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque en la etapa c, la columna (3) contiene el solvente (III) y la columna (3) es calentada a una temperatura entre 40 y 70°C, y se aplica energía por ultrasonido o radiación por microondas.

15 10. El proceso de extracción, cuantificación y recuperación de aditivos en polipropileno de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque en la etapa c, en la columna (4) se realiza extracción sólido-líquido durante 2 a 3 horas con el solvente (IV) y la columna (4) es calentada a una temperatura entre 40 y 70°C, y se aplica energía por ultrasonido o radiación por microondas.

20

RESUMEN

La presente invención se encuentra dirigida a un proceso de extracción, cuantificación y recuperación de aditivos en polipropileno caracterizado porque
5 comprende las etapas de lavado del material plástico (A), molienda del material (A) hasta tamaño de partícula entre 10 y 500 micras, extracción en donde el material (A) se transfiere a una columna (1) y luego sucesivamente dicho material pasa a la columna (2), columna (3) y columna (4) respectivamente para sucesivas extracciones con solventes (I), (II), (III) y (IV), extracción en columnas empacadas,
10 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, cristalización de los aditivos obtenidos después de cada etapa de extracción en las columnas empacadas (1'), (2'), (3') y (4') respectivamente; y cuantificación de los aditivos obtenidos y en donde el material de residuo sin los
15 aditivos se somete a pirólisis.

P-16663

Rta AOF 14774 del 25 de noviembre de 2020

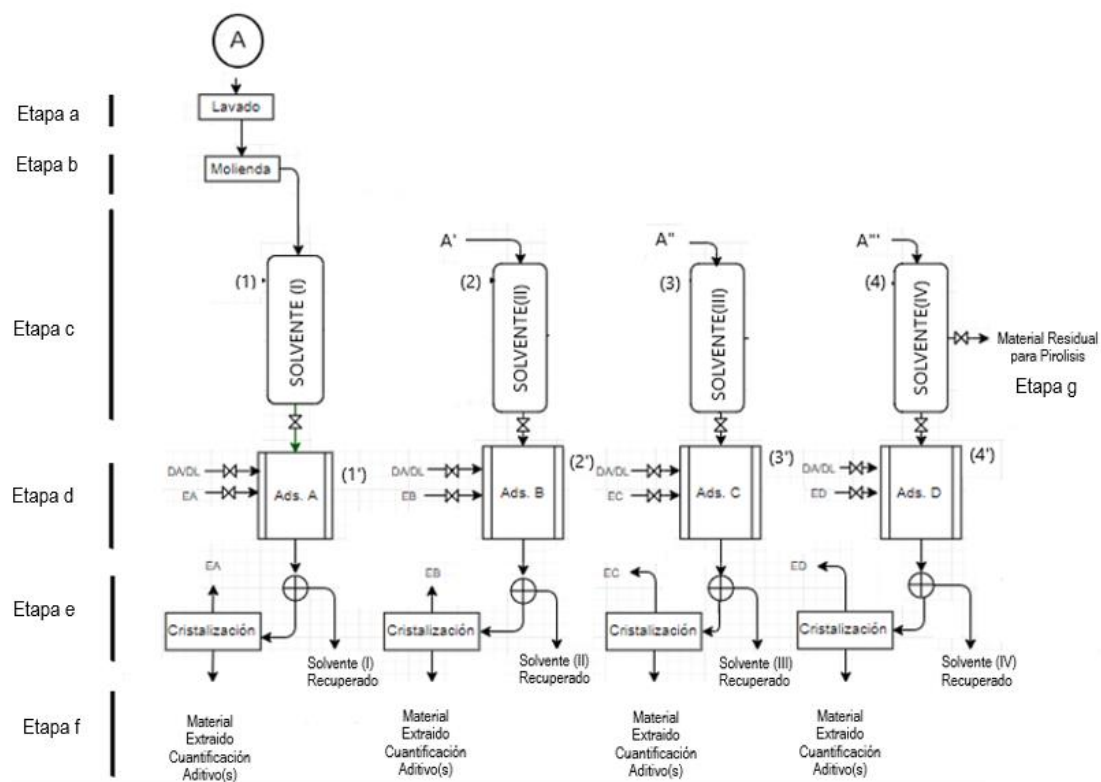


Figura 1



SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT: 800.176.089-2

COMPROBANTE DE RECAUDO SISTEMA SIPI

Radicado: NC2019/0008355

Recibo: 21-17084

Fecha: 22/02/2021

CAROLINA MERCEDES DAZA MONTALVO

CC: 66.783.790

Pago PSE No: 503779

CUS: 900801954

Patente de Invención Nacional

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

Detalle del pago

Id.	Rentístico	Concepto y Servicio	Cant.	Val. Unit.	Subtotal
1	50005-01-03	Modificaciones / Correcciones al registro Patente PCT (DESCUENTO INTERNET)	1	\$ 171,500	\$ 171,500
TOTAL					\$ 171,500