



OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

 \bigcirc Número de publicación: $2\ 356\ 749$

(51) Int. Cl.:

C08J 11/04 (2006.01) CO8L 67/02 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

Т3

- 96 Número de solicitud europea: 05818370 .8
- 96 Fecha de presentación : **05.12.2005**
- 97 Número de publicación de la solicitud: **1836243** 97 Fecha de publicación de la solicitud: 26.09.2007
- 54) Título: Proceso de reciclado.
- (30) Prioridad: **04.12.2004 GB 0426677**
- (73) Titular/es: COLORMATRIX EUROPE, Ltd. Units 9-11, Unity Grove Knowsley L34 9GT, GB
- (45) Fecha de publicación de la mención BOPI: 12.04.2011
- (2) Inventor/es: Frost, Mark; Zeng, Fuguan y Sayer, Victoria
- (45) Fecha de la publicación del folleto de la patente: 12.04.2011
- (74) Agente: Lehmann Novo, María Isabel

ES 2 356 749 T3

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

DESCRIPCIÓN

Proceso de reciclado.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

Esta invención se refiere a artículos termoplásticos moldeados y a un proceso para reciclado de los mismos, en particular a artículos termoplásticos moldeados provistos de un colorante o aditivo y a un proceso para el reciclado de dichos artículos. En uno de sus aspectos, la invención se refiere a un proceso en el cual el color o aditivo aplicado a un artículo termoplástico moldeado se elimina en un proceso de reciclado, y a artículos producidos por dicho proceso de reciclado.

El poli(tereftalato de etileno) se utiliza en gran escala para la fabricación de envases alimentarios tales como botellas. Dichas botellas son ampliamente utilizadas para envasado de bebidas, tales como bebidas carbonatadas no alcohólicas, cerveza, o agua mineral. Si bien algunos embotelladores de bebidas prefieren botellas claras no pigmentadas, otros prefieren botellas coloreadas. Particularmente en el caso de las botellas destinadas a contener bebidas carbonatadas, se utiliza una construcción sándwich en la cual se incorpora nailon o una resina etileno-alcohol vinílico en una preforma multi-estratificada con poli(tereftalato de etileno) a fin de mejorar las propiedades de barrera de las botellas frente a los gases. Se ha propuesto también, para el mismo propósito, mezclar una poliamida con el poli(tereftalato de etileno) dado que la presencia de la poliamida proporciona propiedades de barrera frente a los gases.

A menudo es deseable también incluir en la botella u otro envase uno o más colorantes o aditivos tales como filtros UV, absorbedores de oxígeno, agentes antimicrobianos, antioxidantes, fotoestabilizadores, abrillantadores ópticos, estabilizadores de procesamiento, y retardantes de la llama.

La técnica utilizada comúnmente para la fabricación de botellas a partir de composiciones de moldeo que comprenden poli(tereftalato de etileno) implica generalmente un proceso de dos etapas. En la primera etapa, los gránulos de la composición de moldeo se moldean por inyección para producir una preforma. En la segunda etapa, la preforma se moldea por soplado a la forma deseada.

Se utilizan pasos de proceso similares en la fabricación de botellas y otros envases a partir de otros poliésteres y a partir de otros materiales termoplásticos en general.

En un proceso de este tipo, el poli(tereftalato de etileno) se somete posteriormente a una post-condensación y tiene un peso molecular comprendido en la región de aproximadamente 25.000 a 30.000. No obstante, se ha propuesto también la utilización de un poli(tereftalato de etileno) de grado fibra, que es más económico pero que no se ha sometido a post-condensación, con un peso molecular más bajo, en la región de aproximadamente 20.000. Ulteriormente, se ha sugerido la utilización de copoliésteres de poli(tereftalato de etileno) que contienen unidades repetidas de 85% en moles de ácido tereftálico como mínimo y 85% en moles (sic) de etilenglicol como mínimo. Ácidos dicarboxílicos que pueden incluirse, junto con ácido tereftálico, se ilustran por ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido naftaleno-2,6-dicarboxílico, ácido ciclohexanodicarboxílico, ácido adípico, ácido azelaico y ácido sebácico. Otros dioles que pueden incorporarse en los copoliésteres, además de etilenglicol, incluyen dietilenglicol, trietilenglicol, 1,4-ciclohexanodimetanol, propano-1,3-diol, butano-1,4-diol, pentano-1,5-diol, hexano-1,6-diol, 3-metilpentano-2,4-diol, 2-metilpentano-1,4-diol, 2,2,4-trimetilpentano-1,3-diol, 2-etilhexano-1,3-diol, 2,2-dietilpropano-1,3-diol, hexano-1,3-diol, 1,4-di-(hidroxietoxi)-benceno, 2,2-bis-(4-hidroxiciclohexil)-propano. En esta memoria descriptiva, el término "poli(tereftalato de etileno)" incluye no sólo poli(tereftalato de etileno), sino también dichos copoliésteres.

Si la botella final debe colorearse, entonces es convencional mezclar uno o más colorantes con los gránulos de poli(tereftalato de etileno) cargados a la tolva de la máquina de moldeo por inyección utilizada para fabricar la preforma de la botella. Para este propósito, el colorante o la mezcla de colorantes puede añadirse como un concentrado sólido o en forma de polvo o como una dispersión en un vehículo líquido. Pueden añadirse también aditivos a la composición de moldeo termoplástica al mismo tiempo o aproximadamente al mismo tiempo, es decir antes del moldeo de la composición.

Una propiedad importante de los materiales termoplásticos es su cristalinidad. La cristalinidad tiene un impacto particular tanto sobre la fototransparencia como sobre las propiedades de tracción del polímero. La cristalinidad puede medirse de numerosas maneras, por ejemplo por cambio de volumen, capacidad calorífica, cambio de entalpía, dispersión de rayos X, y espectroscopia infrarroja o Raman. A menudo, para propósitos prácticos, el grado de cristalinidad de un polímero, si es pronunciado o está presente en un área extensa, puede juzgarse por observación visual. Sin embargo, puede ser difícil observar visualmente pequeñas áreas de cristalinidad local, particularmente en un producto polímero acabado que es opaco.

WO-A-2004/035296, aborda la necesidad de proporcionar un medio para impartir color, o impartir propiedades aditivas deseables, a un artículo termoplástico moldeado después, en lugar de antes, del moldeo del artículo. Esto permi-

te al fabricante proceder al moldeo del artículo antes de conocer necesariamente cuál deba ser el color final, o el perfil de aditivos del artículo. De este modo, un fabricante de botellas puede seguir adelante con una gran parte del proceso de producción de las botellas antes de acabar el producto por la adición de uno o más colores o aditivos. Pedidos de productos distintamente coloreados de iguales forma y tamaño, o de productos con iguales forma y tamaño con perfiles de aditivos diferentes pueden cumplirse por tanto más expeditivamente que lo que ha sido el caso hasta ahora. Existe también necesidad de proporcionar un método conveniente de evaluación del grado de cristalinidad de un artículo termoplástico moldeado que no esté basado en una difícil inspección visual o tests analíticos que consuman mucho tiempo.

Se ha descubierto ahora que tales artículos termoplásticos coloreados o modificados con aditivos pueden reciclarse eficazmente, y que pueden fabricarse por tanto productos reciclados con colores sustancialmente modificados o modificados en perfil de aditivos.

De acuerdo con la presente invención se proporciona un proceso para reciclado como se describe en la reivindicación 1.

La invención se extiende a un proceso de reciclado como se describe en la reivindicación 2.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

El lavado cáustico es preferiblemente alcalino, de modo más preferible fuertemente alcalino, y de modo muy preferible una solución de un hidróxido de metal alcalino. Se prefiere particularmente una solución de hidróxido de sodio.

Cuando el lavado cáustico comprende una solución de un hidróxido de metal alcalino, la concentración de la solución es con preferencia aproximadamente 20% p/p como mínimo, con más preferencia aproximadamente 25% p/p como mínimo, con mayor preferencia aún aproximadamente 30% p/p como mínimo, y con la máxima preferencia aproximadamente 40% p/p como mínimo. Es particularmente preferida una concentración de aproximadamente 50% p/p como mínimo.

El lavado cáustico puede realizarse a la temperatura ambiente o inferior, o puede realizarse alternativamente a temperatura elevada, por ejemplo a temperaturas de aproximadamente 30°C como mínimo, o aproximadamente 40°C como mínimo, o aproximadamente 50°C como mínimo, o aproximadamente 60°C como mínimo, o aproximadamente 75°C como mínimo.

Preferiblemente, el lavado cáustico va seguido por una etapa de secado. La etapa de secado puede comprender uno, dos o más de dos pasos de secado. Preferiblemente, como mínimo un paso de secado comprende calentar el material termoplástico lavado en condiciones de aire sustancialmente seco a una temperatura de aproximadamente 50°C como mínimo, o aproximadamente 75°C como mínimo, o aproximadamente 100°C como mínimo, o aproximadamente 150°C como mínimo, o aproximadamente 200°C como mínimo durante un periodo de aproximadamente 1 hora como mínimo, o aproximadamente 2 horas como mínimo, o aproximadamente 3 horas como mínimo, o aproximadamente 5 horas como mínimo, o aproximadamente 7 horas como mínimo, o aproximadamente 10 horas como mínimo. En algunos casos se prefiere en particular aproximadamente 4 horas como mínimo. Para efectuar este paso de secado puede utilizarse un horno de aire seco.

El paso de secado en condiciones de aire caliente seco puede ir precedido por un paso de secado a la temperatura ambiente.

La etapa de secado puede ir seguida por una etapa de lavado con agua que, a su vez, puede ir seguida por una etapa de secado ulterior.

El lavado cáustico puede ir precedido por una etapa de trituración, en la cual se tritura el material termoplástico.

El lavado cáustico puede ir precedido o reemplazado también por otras etapas de tratamiento para eliminar diversos contaminantes que pueden estar presentes en el interior o en la superficie del material termoplástico. Por ejemplo, puede utilizarse un lavado cáustico diluido (v.g. con NaOH al 2%) a temperatura moderadamente elevada (v.g. 80°C) para eliminar adhesivos, suciedad y etiquetas. Puede emplearse también una etapa de separación para separar el material termoplástico lavado (de modo opcional triturado –en cuyo caso se trata de un "copo lavado") de tales contaminantes, y/o de otros materiales polímeros.

Convenientemente, la invención proporciona un método de reciclado de un material termoplástico coloreado o modificado con aditivos, en el cual el colorante o aditivo está unido químicamente en la región superficial del material termoplástico, pero en el cual no está presente sustancialmente ninguno de dichos colorantes o aditivos en la región del núcleo del material termoplástico, que comprende tratar el material termoplástico como mínimo con un lavado cáustico concentrado durante un periodo prolongado en condiciones de temperatura elevada, y opcionalmente con uno o más pasos de reciclo adicionales como se han reseñado arriba, por ejemplo, cuando el material termoplástico se encuentra en forma de una botella, de acuerdo con el conocido método de reciclado URRC.

En el método URRC, que puede designarse también como el proceso HybridUnPET, se trituran botellas de

poli(tereftalato de etileno) hasta que las mismas han alcanzado un tamaño de grano sustancialmente uniforme. Se retiran con separadores de aire las etiquetas de papel y de plástico, y cualesquiera etiquetas unidas con adhesivo se desprenden en un lavado cáustico diluido. Después de la separación del PET de dichos materiales (tapas de poliolefina, por ejemplo), el material PET se procesa para uso en la industria alimentaria: el copo de PET molido se moja con sosa cáustica concentrada en un tornillo mezclador, a fin de que la superficie del material se desprenda por sí misma y se separen cualesquiera adhesivos impuros. A fin de conseguir la mejor limpieza posible, esto va seguido por dos etapas ulteriores, antes de someter el material a secado mecánico.

Preferiblemente, el material termoplástico utilizado en el proceso de reciclo de la invención es un material termoplástico coloreado fabricado de acuerdo con el método reseñado en WO-A-2004/035296. Así, el material termoplástico puede obtenerse proporcionando un material moldeado y/o un artículo moldeado de un material termoplástico, proporcionando una zona de coloración que contiene como una solución o dispersión en un medio líquido uno o más colorantes que tienen afinidad química para el material termoplástico del artículo moldeado, y poniendo en contacto en la zona de coloración el artículo moldeado con los uno o más colorantes en el medio líquido durante un periodo de tiempo y en condiciones eficaces para hacer que como mínimo una porción de los uno o más colorantes migren del medio líquido y se unan al artículo moldeado.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

Un proceso de este tipo hace posible la producción de artículos moldeados termoplásticos que tienen un colorante combinado químicamente en la región superficial del material, pero no en la región de núcleo del mismo.

El material termoplástico utilizado en el proceso de reciclo de la invención puede ser un material termoplástico modificado con aditivos, fabricado de acuerdo con el método reseñado en WO-A-2004/035296. Así, el material termoplástico puede obtenerse proporcionando un material moldeado y/o un artículo moldeado de un material termoplástico, proporcionando una zona de incorporación de aditivos que contiene como una solución o dispersión en un medio líquido uno o más aditivos que tienen afinidad química para el material termoplástico del artículo moldeado, y poniendo en contacto en la zona de incorporación de los aditivos el artículo moldeado con los uno o más aditivos en el medio líquido durante un periodo de tiempo y en condiciones eficaces para causar que como mínimo una porción de los uno o más aditivos migren del medio líquido y se unan al artículo moldeado.

Un proceso de este tipo hace posible la producción de artículos moldeados termoplásticos que tienen un aditivo combinado químicamente en la región de la superficie del material, pero no en la región del núcleo del mismo.

Por "la región de núcleo" del material termoplástico se entiende preferiblemente cualquier región del material termoplástico que no se encuentra en la región superficial del mismo, más preferiblemente en una región separada de cualquier superficie del material termoplástico sustancialmente en la proporción máxima posible. Así, si el material termoplástico tiene la forma de un cubo, la región del núcleo comprende muy preferiblemente la región del centro del cubo.

Preferiblemente, dicho colorante o aditivo está absorbido en el interior del material termoplástico. Dicho colorante o aditivo penetra preferiblemente en la superficie del material termoplástico. El mismo puede unirse luego químicamente por fuerzas electrostáticas, fuerzas de Van der Waals, enlaces de hidrógeno y/o efectos hidrófobos. Así, al estar unido químicamente como se describe en esta memoria, el colorante o aditivo se mantiene convenientemente en posición unido no sólo por adsorción o adhesión como una capa sobre una superficie del material termoplástico.

Dicho colorante o aditivo puede penetrar 0,01% como mínimo, convenientemente penetra 0,1% como mínimo, preferiblemente penetra 1% como mínimo, más preferiblemente penetra 2% como mínimo, especialmente 3% como mínimo del espesor del material termoplástico coloreado sometido al proceso. Dicho colorante o aditivo penetra convenientemente como mínimo 20% o menos, preferiblemente 15% o menos, más preferiblemente 10% o menos, especialmente 5% o menos del espesor de dicho material termoplástico coloreado sometido al proceso.

Dicho colorante o aditivo puede penetrar $0.02~\mu m$ como mínimo, convenientemente $0.2~\mu m$ como mínimo, preferiblemente $2~\mu m$ como mínimo, más preferiblemente $3~\mu m$ como mínimo, especialmente $4~\mu m$ como mínimo por debajo de la superficie del material termoplástico coloreado sometido al proceso. Dicho colorante o aditivo puede penetrar menos de $100~\mu m$, convenientemente menos de $50~\mu m$, preferiblemente menos de $40~\mu m$, más preferiblemente menos de $30~\mu m$, especialmente menos de $20~\mu m$ por debajo de la superficie del material termoplástico coloreado sometido al proceso.

La relación del peso de material termoplástico seco recuperado después de dicho lavado cáustico al peso de dicho material termoplástico coloreado o modificado con aditivos sometido al proceso es convenientemente 0,60 como mínimo, preferiblemente 0,70 como mínimo, más preferiblemente 0,80 como mínimo, y especialmente 0,90 como mínimo. La relación puede ser menor que 0,99, preferiblemente menor que 0,98, y más preferiblemente menor que 0,97.

Dicho material termoplástico puede tener un espesor antes del reciclado inferior a 1 mm, preferiblemente menor que 0,5 mm. El espesor puede estar comprendido en el intervalo de 0,1 a 0,5 mm, preferiblemente 0,2 a 0,4 mm.

El proceso de la invención puede comprender proporcionar una composición de moldeo termoplástica y someter dicha composición de moldeo termoplástica a un paso de moldeo para formar así el artículo moldeado, que se pone luego en contacto con los uno o más colorantes en la zona de coloración y luego, después del uso del artículo moldeado, someter el artículo moldeado al proceso de reciclado de la invención.

Así, el proceso de la invención puede comprender proporcionar una composición de moldeo termoplástica, someter dicha composición de moldeo termoplástica a un paso de moldeo para formar así un artículo moldeado, y poner en contacto el artículo moldeado con un colorante que tiene afinidad química para el artículo moldeado durante un período de tiempo y en condiciones eficaces para causar la unión del colorante a como mínimo la superficie del artículo moldeado que se pone en contacto con el colorante y luego, después del uso del artículo moldeado, someter el artículo moldeado al proceso de reciclado de la invención.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

Se proporciona también de acuerdo con la invención un proceso para fabricar un artículo termoplástico moldeado que tiene funcionalidad impartida por aditivos, que comprende proporcionar un artículo moldeado de un material termoplástico, proporcionar una zona de incorporación de aditivos que contiene como una solución o dispersión en un medio líquido uno o más aditivos que tienen afinidad química para el material termoplástico del artículo moldeado, y poner en contacto en la zona de incorporación de aditivos el artículo moldeado con el uno o más aditivos en el medio líquido durante un período de tiempo y en condiciones eficaces para causar que como mínimo una porción de los uno o más aditivos migre desde el medio líquido y se una al artículo moldeado y finalmente, después de la utilización de artículo moldeado, someter el artículo moldeado al proceso de reciclado de la invención.

El proceso la invención puede comprender por tanto proporcionar una composición de moldeo termoplástica, someter dicha composición de moldeo termoplástica a un paso de moldeo, para formar así un artículo moldeado, y poner en contacto el artículo moldeado con un aditivo que tiene afinidad química para el artículo moldeado durante un periodo de tiempo y en condiciones eficaces para causar la unión del aditivo a como mínimo la superficie del artículo moldeado que está en contacto con el aditivo y finalmente, después de utilizar el artículo moldeado, someter el artículo moldeado al proceso de reciclado de la invención.

El aditivo puede ser cualquier material que tenga afinidad química para el artículo moldeado y que imparta una propiedad deseable al artículo moldeado. Ejemplos de tipos de aditivos incluyen filtros UV, absorbedores de oxígeno, agentes antimicrobianos, antioxidantes, fotoestabilizadores, abrillantadores ópticos, estabilizadores de proceso y retardantes de la llama.

En los procesos descritos que comprenden el paso de moldeo arriba mencionado seguido por contacto con colorantes, puede existir un paso adicional de expansión del artículo moldeado coloreado (v.g. moldeo del mismo por soplado) a fin de formar un artículo moldeado coloreado expandido.

El colorante o aditivo tiene convenientemente afinidad química para el material termoplástico que se recicla en el proceso de la invención. Dicha afinidad química puede proporcionarse por medio, por ejemplo, de fuerzas electrostáticas, fuerzas de Van der Waals, enlaces de hidrógeno o efectos hidrófobos. Diferentes tipos de colorantes y aditivos pueden ser adecuados para tipos de material termoplástico distintos. Si el material termoplástico del artículo moldeado es predominantemente poli(tereftalato de etileno) u otro poliéster, entonces el colorante puede ser convenientemente un tinte disperso. En cambio, si el material termoplástico del artículo moldeado es nailon, entonces el colorante puede ser convenientemente un tinte ácido, por ejemplo. Un ejemplo de un tinte ácido adecuado es el Azul Diácido Turquesa V_B.

Tintes dispersos adecuados incluyen tintes de antraquinona, indantrona, monoazo, diazo, mitina, quinoftalona, perinona, naftalidimida, y tioíndigo. Ejemplos de tintes dispersos que pueden ser adecuados para uso como colorantes en el proceso de la invención incluyen, pero sin carácter limitante, los tintes Dispersol™, disponibles de Chemrez Incorporated en www.chemrez.com, los tintes Terasil™ y Teratop™ disponibles de Ciba Specialties Chemicals Inc. en www.cibasc.com y los tintes Palegal™ disponibles de BASF AG en www.basf.com. Tintes dispersos están disponibles también de una diversidad de otros suministradores que incluyen Bayer AG, particularmente su gama DystarTM.

Tintes ácidos para uso en el proceso de la invención cuando el material termoplástico del artículo moldeado comprende nailon, están disponibles también de estos suministradores. Ejemplos de tintes ácidos adecuados incluyen Violeta ácido CI 90 (Dyalan Bordeux S-B 200% de Albion Colours) y CI ácido EL17 (Amarillo Diácido 2G de Albion Colours). El nailon en condiciones ácidas se une también generalmente a los tintes a través del grupo terminal amino del polímero. En condiciones de tinción neutras, las interacciones inespecíficas hidrófobas y las fuerzas de Van der Waals aportan una contribución considerable, reforzando la unión electrostática entre el nailon y el tinte ácido.

La composición del colorante puede contener un solo tinte o una mezcla de tintes dependiendo de la coloración deseada del artículo. Por ejemplo, a fin de producir una botella de color ámbar puede requerirse una mixtura de un tinte rojo, un tinte amarillo y un tinte azul. Como mínimo uno, y preferiblemente a totalidad de dichos colorantes se eliminan sustancialmente del material termoplástico en el proceso de reciclado de la invención.

Ejemplos de aditivos que pueden ser adecuados para eliminación en el proceso de reciclado de la invención incluyen, pero sin carácter limitante, absorbedores UV tales como benzofenonas, difenil-acrilatos, cinamatos y aminas estéricamente impedidas (HALS).

Las condiciones eficaces para causar la unión del colorante o aditivo al material termoplástico del artículo moldeado variarán dependiendo de diversos factores, que incluyen el resultado final deseado (es decir, la intensidad de color requerida, por ejemplo) así como el tipo de colorante o aditivo y el tipo de material termoplástico que se utilice. Las condiciones eficaces para eliminar dicho colorante o aditivo del material termoplástico en el proceso de reciclado de la invención pueden variar también de acuerdo con el grado de afinidad química entre el colorante y/o aditivo y el material termoplástico, y la cantidad de colorante/aditivo fijada, así como de la profundidad superficial de dicha fijación. El grado de trituración y/o la concentración del lavado cáustico y/o la temperatura del lavado cáustico y/o la longevidad del lavado cáustico y/o las condiciones de temperatura de secado pueden ajustarse todos ellos para conseguir resultados satisfactorios.

En una realización preferida de la invención descrita en esta memoria, se recicla un material termoplástico coloreado derivado de un recipiente para bebidas, por ejemplo una botella. El recipiente puede comprender un poliéster, especialmente poli(tereftalato de etileno) con un tinte disperso absorbido en el poliéster. El tinte se absorbió convenientemente antes de un paso en el cual se expandió una preforma del recipiente, por ejemplo mediante moldeo por soplado, para definir el recipiente a reciclar. El recipiente de bebidas se tritura convenientemente antes del contacto con un lavado cáustico en el proceso descrito.

La invención se ilustra adicionalmente en los ejemplos que siguen, en los cuales las temperaturas se expresan en °C y las partes y porcentajes se expresan en peso.

Ejemplo 1

5

10

15

20

25

30

35

Se preparó un baño de tinción que contenía 5 partes de Dispersol Naranja A-GTM en agua a 90 °C.

Se cargaron gránulos de poli(tereftalato de etileno) Eastman 9921 que se habían secado previamente por calentamiento durante 4 horas en la tolva de alimentación de una máquina de moldeo por inyección Boy 80 y se extrudieron a una temperatura de aproximadamente 275 °C con un tiempo de residencia a esta temperatura de aproximadamente 2 minutos para formar varias preformas de botella, cada una de las cuales pesaba 34,5 g.

Todas las preformas de botella eran incoloras.

Las preformas de botella se sumergieron luego parcialmente en el baño de tinción durante un periodo de aproximadamente 5 minutos.

Una vez retiradas del baño de tinción y secadas se encontró que todas las preformas de botella tenían un color satisfactorio.

Estas preformas de botella se tomaron luego y se sometieron a los pasos siguientes:

- trituración para producir tiras de PET de aproximadamente 3 cm de longitud y 1 cm de anchura
- lavado cáustico en NaOH al 50% durante 1 hora a la temperatura ambiente
- secado al ambiente para obtener tiras con revestimiento cáustico en polvo
- secado en horno de aire seco a 200°C durante 4 horas
- · lavado con aqua
- · secado al ambiente

para producir tiras de PET sustancialmente desprovistas de cualquier colorante añadido durante el proceso de fabrica-40 ción indicado anteriormente.

Ejemplos 2 a 5

Se prepararon varios baños de tinción como se describe a continuación:

Baño de tinción	Tinte	% Tinte dispersado
Nº	dispersado	en agua
1	ICI Dispersol	5

	Naranja A-G [™]	
2	ICI Dispersol	6
	Azul B-2R [™]	
3	ICI Dispersol	3
	Rojo B-2B [™]	

Gránulos de poli(tereftalato de etileno) Eastman 9921, que se habían secado previamente por calentamiento durante 4 horas a 170°C, se cargaron en la tolva de alimentación de una máquina de moldeo por inyección Boy 80 y se extrudieron a una temperatura de 275°C con un tiempo de residencia a esta temperatura de aproximadamente 2 minutos, para formar varias preformas de botella incoloras, cada una de las cuales pesaba 34,5 gramos.

Las preformas de botella incoloras se sumergieron luego parcialmente en los baños de tinción arriba descritos durante aproximadamente 5 minutos a una temperatura de 90°C para producir los ejemplos 2 a 5 de una manera descrita a continuación.

	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo 4	Ejemplo 5
Baño de tinción Nº	1	2	3	1 & 2
Procedimiento de tinción	Inmersión par- cial de la pre- forma	Inmersión total de la preforma	cial, inmersión total durante	Inmersión de la mitad inferior de la preforma en el Baño 1, retirada, secado, e inmersión de la mitad superior de la preforma en el Baño 2
Efecto Visual	Área de base anaranjada sólo	Color unifor- me	Gradiente de colores	Hasta tres zonas coloreadas de- pendiendo de la profundidad de inmersión

Una vez retirados del baño de tinción y secados, se encontró que los Ejemplos 2 a 5 exhibían todos ellos color satisfactorio y demostraban la gama de patrones de color posible con esta técnica.

Estas preformas de botella se tomaron luego y se sometieron a los pasos siguientes:

- trituración para producir tiras de PET de aproximadamente 3 cm de longitud y 1 cm de anchura
- lavado cáustico en NaOH al 50% durante 1 hora
- secado al ambiente para obtener tiras con revestimiento cáustico en polvo
- secado en horno de aire seco a 200°C durante 4 horas
- · lavado con agua
- · secado al ambiente

para producir tiras de PET sustancialmente desprovistas de cualquier colorante añadido durante el proceso de fabricación indicado anteriormente.

Ejemplo 6

15

20

25

5

Se preparó un baño de tinción que contenía 5% de ICI Dispersol Naranja A-GTM en agua a 90°C.

Gránulos de poli(tereftalato de etileno) Eastman 9921, que se habían secado previamente por calentamiento durante 4 horas a 170°C junto con 0,8% (referido al peso de poli(tereftalato de etileno)) Premier Silver -11 281-019-11 (ColorMatrix), se cargaron en la tolva de alimentación de una máquina de moldeo por inyección Boy 80 y se extrudieron a una temperatura de 275°C con un tiempo de residencia a esta temperatura de aproximadamente 2 minutos, para for-

7

mar varias preformas de botella que exhibían una apariencia de plata metálica, cada una de las cuales pesaba 34,5 gramos.

Las preformas de botella se sumergieron luego parcialmente en el baño de tinción durante un periodo de aproximadamente 5 minutos.

Una vez retiradas del baño y secadas, se encontró que las preformas de botella exhibían un efecto bicolor satisfactorio.

Estas preformas de botella se tomaron luego y se sometieron a los pasos siguientes:

- trituración para producir tiras de PET de aproximadamente 3 cm de longitud y 1 cm de anchura
- · lavado cáustico en NaOH al 50% durante 1 hora
- secado al ambiente para obtener tiras con revestimiento cáustico en polvo
- secado en horno de aire seco a 200°C durante 4 horas
- · lavado con agua
- · secado al ambiente

para producir tiras de PET sustancialmente desprovistas de cualquier colorante añadido durante el proceso de fabricación indicado anteriormente.

Ejemplos 7 a 13

5

10

Se prepararon baños de tinción como se describe a continuación y se sumergieron preformas de botella de medio litro cada una sustancialmente por completo (si bien asegurándose de que la botella propiamente dicha no se llenara con tinte) durante un periodo de aproximadamente 5 minutos.

Baño de tinción Nº	Tinte	Tiempo en el baño de tinción	% Tinte disperso en agua
7	Magnacron Rubine (Rojo Disperso 167)	3 min	0,2
8	Keysperse Azul FBL (Azul Disperso 54)	5 min	0,5
9	Elicron Violeta RNS (Violeta Disperso 33)	5 min	1,0
10	Magnacron Violeta S3RL (Violeta Disperso 63)	5 min	0,1
11	Keytrans Azul 730	5 min	0,5
12	Keytrans Azul 747	5 min	0,5
13	Keytrans Rojo 925	5 min	0,5

20

Una vez retiradas del baño de tinción y secadas, se encontró que todas ellas exhibían color satisfactorio.

Estas preformas de botella se soplaron luego y las botellas sopladas se sometieron finalmente a los pasos siguientes:

• trituración para producir tiras de PET de aproximadamente 3 cm de longitud y 1 cm de anchura

- lavado cáustico en NaOH al 50% durante 1 hora
- secado al ambiente para obtener tiras con revestimiento cáustico en polvo
- secado en horno de aire seco a 200°C durante 4 horas
- · lavado con agua
- · secado al ambiente

para producir tiras de PET sustancialmente desprovistas de cualquier colorante añadido durante el proceso de fabricación indicado anteriormente.

La estructura de algunos tintes utilizados se proporciona a continuación.

Rojo disperso 167:

Violeta Disperso 33:

Violeta Disperso 63:

10

5

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para reciclar un artículo moldeado que comprende un material coloreado termoplástico que tiene un colorante unido químicamente al material termoplástico del artículo moldeado en la superficie del mismo, pero en el cual no está presente sustancialmente cantidad alguna del colorante en el interior del núcleo del material termoplástico sustancialmente por debajo de la superficie coloreada, comprendiendo el proceso poner en contacto el material termoplástico coloreado y opcionalmente triturado del artículo moldeado con un lavado cáustico y recuperar del lavado cáustico una composición termoplástica modificada como mínimo parcialmente en color.

5

10

- 2. Un proceso para reciclar un artículo moldeado, que comprende un material termoplástico modificado con aditivos que tiene un aditivo unido químicamente al material termoplástico del artículo moldeado en la superficie del mismo, pero en el cual no está presente sustancialmente cantidad alguna del aditivo en el interior del núcleo del material termoplástico sustancialmente por debajo de la superficie modificada con aditivos, comprendiendo el proceso poner en contacto el material termoplástico modificado con aditivos y opcionalmente triturado del artículo moldeado con un lavado cáustico y recuperar del lavado cáustico una composición termoplástica modificada como mínimo parcialmente en perfil de aditivos.
- 3. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, el cual dicho colorante o aditivo penetra 1 µm como mínimo por debajo de la superficie del material termoplástico..
 - 4. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, el cual dicho material termoplástico coloreado comprende un tinte disperso.
 - 5. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el cual dicho material termoplástico comprenden poli(tereftalato de etileno).
- 20 6. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el cual dicho material termoplástico coloreado se tritura antes del contacto con dicho lavado cáustico.
 - 7. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el cual dicho material termoplástico coloreado se deriva de un artículo reciclable moldeado al cual se impartió color antes de un paso de expansión por el cual se formó el artículo moldeado reciclable.
- 25 8. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el cual dicho material termoplástico coloreado se deriva de un recipiente de poli(tereftalato de etileno) para bebidas que incorpora un tinte disperso.
 - 9. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el cual el lavado cáustico es alcalino.
- 10. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el cual el lavado cáustico com-30 prende una solución de un hidróxido de metal alcalino.
 - 11. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el cual el lavado cáustico comprende sosa cáustica.
 - 12. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 10 o la reivindicación 11, en el cual la solución tiene una concentración de aproximadamente 20% p/p como mínimo y el lavado cáustico se conduce a 20 °C como mínimo.
- 35 13. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el cual el lavado cáustico va seguido por una etapa de secado en la cual la etapa de secado comprende secar el material termoplástico lavado en condiciones de aire sustancialmente seco a una temperatura de aproximadamente 50 °C como mínimo durante un periodo de aproximadamente 2 horas como mínimo.
- 14. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el cual dicho artículo moldeado comprende un recipiente de poli(tereftalato de etileno) para bebidas.
 - 15. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el cual dicho artículo moldeado comprende material termoplástico que tiene un espesor comprendido en el intervalo de 0,2 a 0,4 mm.