

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 554 503**

51 Int. Cl.:

**C08J 3/22** (2006.01)

**B65D 1/40** (2006.01)

**B29D 22/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.11.2011 E 11839396 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.09.2015 EP 2638112**

54 Título: **Recipiente perlescente**

30 Prioridad:

**11.11.2010 CN 201010544345**

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

**21.12.2015**

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**WANG, PING;  
YANG, LIANG;  
MCDANIEL, JOHN ANDREW;  
DE BELDER, GIAN ARMAND JULIANA y  
WANG, GAOYANG**

74 Agente/Representante:

**DEL VALLE VALIENTE, Sonia**

**ES 2 554 503 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**

Recipiente perlescente

**5 Campo de la invención**

La presente invención se refiere a un recipiente perlescente que comprende un material termoplástico y un fluido de siloxano.

**10 Antecedentes de la invención**

Los recipientes de materiales termoplásticos, por ejemplo, polietileno tereftalato (PET) se utilizan popularmente en varios sectores, incluidos los de cosméticos, lavandería y alimentación. Los recipientes que tienen un aspecto perlescente son atractivos para los consumidores. Los consumidores son más propensos a comprar productos envasados en un recipiente perlescente ya que dichos recipientes tienden a connotar que contienen un producto de calidad suprema. Se ha descrito la mezcla de algunas partículas que incluían mica perlescente, óxido de aluminio, dióxido de silicio y fibras de vidrio con materiales termoplásticos para hacer un recipiente perlescente, por ejemplo, en la publicación de la patente JP-2004-18629 de Fujitsu Limited. El efecto perlescente de la superficie del recipiente descrito en esa publicación se consigue por el efecto de interferencia de la luz sobre estas partículas. Sin embargo, el uso de estas partículas es indeseable por varias razones.

Una razón es que la incorporación de estas partículas puede afectar negativamente la homogeneidad de la superficie del recipiente. Otra razón es que es más probable que la superficie del recipiente tenga líneas de soldadura y líneas de fluencia no deseadas. Se forma una línea de soldadura cuando se encuentran unos frentes de fundición separados de los materiales termoplásticos fundidos que se desplazan en direcciones opuestas. Se produce una línea de fluencia si dos frentes de fundición emergentes fluyen paralelos y se unen. Estas líneas son indeseables desde el punto de vista tanto estético como de la resistencia del recipiente. Además, estas partículas también pueden afectar la capacidad de reciclado de la botella.

Se han ofrecido otros métodos para proporcionar un aspecto perlescente a un recipiente. Se han descrito varias combinaciones de materiales termoplásticos para dar una apariencia gris perla o denominada perlada, a un artículo termoplástico. Estas mezclas incluyen las combinaciones de poliéster y metacrilato, polipropileno y nailon, poliéster y polimetil penteno, como los que se describen en la publicación de la patente JP-56056831A de Mitsubishi Rayon Co. Ltd, la publicación de la patente JP-2004292037A de Toppan Printing Co. Ltd y la publicación de la patente EP-0456929A de Shiseido Co. Ltd. El uso de estas combinaciones de materiales termoplásticos también puede plantear dificultades de procesamiento, incluidas la causada por los puntos de fusión no coincidentes de dos o más materiales termoplásticos, que requiere, en consecuencia, la adición de compatibilizantes para superar este problema. Por separado, algunos materiales termoplásticos son químicamente activos cuando se combinan, por ejemplo, el metacrilato, que puede comprometer la estabilidad del recipiente fabricado con él.

Se ha descrito el uso de silicona en la fabricación de diversos artículos termoplásticos para mejorar la resistencia mecánica y la lubricidad de un artículo termoplástico y que sirve como adyuvante del proceso. Por ejemplo, como se describe en la patente US-5.708.084 de Dow Corning, la publicación de la patente US-2008/0167597A1 de Playtex Products, Inc. y la publicación de la patente JP-2004-018629A de Fujitsu.

Por lo tanto, sigue existiendo una necesidad de desarrollar un recipiente que tenga un aspecto perlescente pero sin las carencias del estado de la técnica.

**Sumario de la invención**

El primer aspecto de la presente invención se refiere a un recipiente perlescente que comprende:

a) de 86% a 99.99% de un material termoplástico que tiene un valor de transmitancia luminosa total

de al menos el 80%, y

b) de 0,01% a aproximadamente 5% de un fluido de siloxano que tiene una viscosidad no superior a 1000 Pa.s (1.000.000 cSt),

en donde dicho material termoplástico y dicho fluido de siloxano son inmiscibles, forman una estructura laminar y tienen una diferencia en su índice de refracción de al menos 0,1.

**Descripción detallada de la invención**

Aunque la memoria descriptiva concluye con reivindicaciones que especialmente describen y reivindican de forma distintiva la invención, se cree que la presente invención se entenderá mejor a partir de la siguiente memoria descriptiva.

- 5 Se ha descubierto sorprendentemente que se puede proporcionar un recipiente perlescente mediante moldeado por soplado de una composición polimérica que comprende una resina termoplástica relativamente transparente y un fluido de siloxano que tiene una viscosidad no superior a 1000 Pa.s (1.000.000 cSt). El brillo perlescente del recipiente de la presente invención no se limita a ningún mecanismo particular de acción, sino que se cree que resulta de la formación de una estructura laminar compuesta de capas de fluido de siloxano y capas de material termoplástico. El espesor de la capa termoplástica puede variar desde unos pocos a unos pocos cientos de nanómetros. Los espacios entre cada capa termoplástica, que son ocupados por las capas de fluido de siloxano, son comparables a o menor que el intervalo de longitudes de ondas de luz visibles, es decir, 380-900 nanómetros. Se cree que la estructura laminar es capaz de ejercer un efecto de interferencia de la luz entre la luz incidente y la luz reflejada, lo que produce el aspecto perlescente de la superficie del recipiente. Se ha descubierto, de forma interesante y sorprendente, que la estructura laminar es similar a la que se encuentra en una perla natural que comprende piezas de cristales de carbonato cálcico y membranas de conchina en capas alternas. Además de presentar perlescencia, el presente recipiente también tiene un brillo y una homogeneidad de la superficie mejorados y tiene un número reducido de líneas de soldadura y fluencia.
- 10
- 15 Salvo que se indique lo contrario, todos los porcentajes, partes y relaciones se basan en el peso total del recipiente. A no ser que se especifique lo contrario, la medición se lleva a cabo a una temperatura de alrededor de 25 °C y una humedad del 50±5%.
- 20 Según se usa en la presente memoria, el término “recipiente perlescente” significa que la superficie del recipiente muestra un efecto de brillo perlado. El presente recipiente puede ser una botella, un tubo, un tapón, una jarra, una taza y similares. Para ponerlo en perspectiva, un tubo es un tipo de botella que puede apoyarse sobre el extremo de su tapón.
- 25 Según se usa en la presente memoria, los términos “material termoplástico” y “resina termoplástica” se definen como materia prima polimérica que puede conformarse o moldearse repetidamente con la aplicación de calor y/o presión. Normalmente, se entiende que la “resina termoplástica” representa la materia prima en forma de resina, mientras que el “material termoplástico” representa el material acabado en un artículo termoplástico hecho de la resina termoplástica.
- 30 Según se usa en la presente memoria, el término “fluido de siloxano” se refiere a un siloxano que está en forma de un fluido a temperatura ambiente.
- 35 Según se usa en la presente memoria, el término “estructura laminar” significa que el fluido de siloxano y el material termoplástico forman capas alternas finas en forma laminar. La estructura laminar se puede observar microscópicamente a través de la sección transversal del material termoplástico, por ejemplo a través de un microscopio electrónico de barrido (SEM). La capa de fluido de siloxano distribuida entre las capas de material termoplástico puede estar en forma de una pieza continua entera o puede estar en forma de una serie de piezas discontinuas.
- 40 Según se usa en la presente memoria, el término “transmitancia luminosa total (Tt)” se define como el porcentaje de luz transmitida a la luz incidente. La transmitancia luminosa se prueba según la norma ASTM D-1003 “Método de Prueba Estándar para Transmitancia Difusa y Luminosa de Plásticos Transparentes”. En la presente memoria, se utiliza un espesor de muestra de 2,5 mm y una fuente de luz de una lámpara de tungsteno para la medición de la Tt.
- 45 Según se usa en la presente memoria, “dicho material termoplástico y dicho fluido de siloxano son inmiscibles” significa que hay una interfaz entre el fluido de siloxano y el material termoplástico. La inmiscibilidad se puede caracterizar por la diferencia de los parámetros de solubilidad ( $\delta$ ) entre la resina y el fluido de siloxano.
- 50 Según se usa en la presente memoria, el término “parámetro de solubilidad ( $\delta$ )” proporciona una estimación numérica del grado de interacción entre los materiales, y puede ser un buen indicativo de solubilidad entre polímeros. Los materiales con valores  $\delta$  similares son probablemente miscibles. En la presente memoria, se usa el parámetro de solubilidad de Hildebrand para la presente invención.
- 55 Según se usa en la presente memoria, el término “índice de refracción ( $n$ )” se expresa como una relación de la velocidad de la luz en el vacío con respecto a la misma en otro medio. En la presente memoria se usan datos de IR ( $nD25$ ), donde  $nD25$  se refiere al IR probado a 25 °C y D se refiere a la línea D de la luz de sodio. Los datos del IR de diversos materiales termoplásticos y fluidos de siloxano se encuentran fácilmente en libros y/o bases de datos de IR en línea.
- 60 Según se usa en la presente memoria, el término “moldeo por soplado” se refiere a un proceso de fabricación por el cual se forman partículas de plástico huecas. El proceso de moldeo por soplado comienza con la fusión o al menos la fusión parcial o ablandamiento por calor del plástico y su conformación en un parisón o preforma, donde dicho parisón o preforma puede conformarse mediante una etapa de moldeo o configuración, como moldeo por inyección. El parisón o la preforma es una pieza tubular de plástico perforada en un extremo, a través del cual puede pasar aire comprimido. El parisón o la preforma se sujeta entonces en un molde y se le bombea aire en su interior. La presión del aire empuja el plástico hacia fuera para adaptarse a la forma del molde. Una vez que el plástico se ha enfriado y endurecido, se abre el molde y se expulsa la pieza. Generalmente, existen tres tipos principales de moldeo por soplado: moldeo por extrusión-soplado, moldeo por inyección-soplado y moldeo por inyección-estirado-soplado.
- 65

Según se usa en la presente memoria, el término “dos o más capas de material”, significa dos o más capas a macroescala de un recipiente, a diferencia de las capas alternantes a nanoescala en la estructura laminar antes mencionada.

Los elementos del presente recipiente perlescente se describen con mayor detalle a continuación.

#### Material termoplástico

El presente recipiente perlescente comprende de 86%, 90% y 95% a 98%, 99%, 99,99% en peso de un material termoplástico que tiene un valor de transmitancia luminosa total de al menos aproximadamente el 80%, o al menos aproximadamente el 85%.

En la presente invención, los materiales termoplásticos útiles incluyen poliéster, como tereftalato de polietileno (PET), poliestireno (PS), policarbonato (PC), cloruro de polivinilo (PVC), polietileno de baja densidad (LDPE), copolímero de etileno y acetato de vinilo (EVA), poli(etilen-tereftalato) glicol (PETG), naftalato de polietileno (PEN).

Un material termoplástico útil también puede incluir mezclas de PET con otros polímeros, incluidos tereftalato de polibutileno (PBT), policarbonato (PC), policarbonato/acrilonitrilo butadieno estireno (PC/ABS), copolímero de butadieno estireno (SBS), poliamida (PA), polietileno (PE) y similares.

Un material termoplástico útil también puede incluir copolímeros de estireno, incluidos copolímero de acrilonitrilo y estireno (AS), copolímero en bloques de estireno y butadieno (SBC) y similares.

Un material termoplástico útil también puede ser mezclas de policarbonato con otros polímeros, incluidas mezcla de policarbonato y polimetilmetacrilato (PC/PMMA) y mezcla de policarbonato y poliamida (PC/PA).

Un material termoplástico útil también puede ser cloruro de polivinilo clorado (CPVC) o una mezcla de cloruro de polivinilo con copolímero de metilmetacrilato, butadieno y estireno (PVC/MBS).

En una realización, el material termoplástico se selecciona del grupo que consiste en tereftalato de polietileno, poliestireno, policarbonato, cloruro de polivinilo, y mezclas de estos.

Cuando se utiliza más de un tipo de material termoplástico mencionado anteriormente en la fabricación del presente recipiente, se prefiere que se utilice un material termoplástico principal que constituya al menos el 86%, 91%, 95%, o 98% en peso total de la mezcla de dos o más materiales termoplásticos utilizados en la fabricación del presente recipiente.

Pueden utilizarse materiales termoplásticos reciclados en la presente invención. En una realización, el material termoplástico incluye un polímero seleccionado del grupo que consiste en tereftalato de polietileno reciclado tras el uso por parte de un consumidor (PCR-PET), tereftalato de polietileno reciclado tras un uso industrial (PIR-PET), tereftalato de polietileno remolido, y una mezcla de estos. El recipiente hecho a partir del material termoplástico también puede ser reciclable.

Cualquiera de los materiales termoplásticos pueden formarse mediante el uso de una combinación de monómeros derivados de recursos renovables y monómeros derivados de recursos no renovables (por ejemplo, petróleo). Por ejemplo, el material termoplástico puede comprender polímeros biobasados (en parte o en su totalidad) o comprender polímeros biobasados o polímeros hechos de monómeros biobasados.

En otra realización, el presente recipiente comprende al menos el 10%, 25%, 50%, 75%, 90% o 100% de tereftalato de polietileno (PET), con un contenido biobasado de al menos el 90%, 93%, 95% o 100%.

#### Fluido de siloxano

El presente recipiente perlescente comprende de 0,01%, 0,05% y 0,1% a 0,5%, 1,5% y 5% de fluido de siloxano que tiene una viscosidad de no más de 1000 Pa.s (1.000.000 cSt). En una realización de la presente invención, el fluido de siloxano tiene una viscosidad de al menos 20 mPa.s (20 cSt), al menos 50 mPa.s (50 cSt), o al menos 0,35 Pa.s (350 cSt).

El fluido de siloxano puede ser un polímero lineal o ramificado o un copolímero. Un fluido de siloxano útil puede ser un diorganopolisiloxano. En una realización, el diorganosiloxano tiene uno o más grupos colgantes o terminales seleccionados de un grupo que consiste de hidroxilo, vinilo, amina, fenilo, etilo y mezclas de estos. Un fluido de siloxano adecuado incluye homopolímeros de polidimetilsiloxano, copolímeros que consisten esencialmente de unidades de dimetilsiloxano y unidades de metilfenilsiloxano, copolímeros que consisten esencialmente de unidades de difenilsiloxano y unidades de metilfenilsiloxano. Las mezclas de dos o más de estos polímeros y copolímeros de fluido de siloxano se pueden emplear, ya sea primero mezclados juntos y luego combinados con resina termoplástica, o añadidos por separado a la resina termoplástica, ya sea en el mismo o en diferentes momentos.

En una realización, el fluido de siloxano es un polidimetilsiloxano. En otra realización del presente recipiente perlescente, el material termoplástico es tereftalato de polietileno (PET), y el fluido de siloxano es polidimetilsiloxano que tiene una viscosidad de 1 Pa.s (1000 cSt).

- 5 En otra realización, el fluido de siloxano es un elastómero de silicona, incluido, aunque no exclusivamente, un elastómero de silicona modificada con amina.

10 El fluido de siloxano y el material termoplástico son inmiscibles y tienen un índice de refracción suficientemente diferente. Esta inmiscibilidad y las diferencias en el índice de refracción permiten que se produzca la interferencia de la luz y se hacen evidentes entre la estructura laminar compuesta por el material termoplástico y el fluido de siloxano. En una realización, el fluido de siloxano y el material termoplástico tienen una diferencia de parámetro de solubilidad de al menos  $1,0225 \times 10^3 \text{ Pa}^{1/2}$  ( $0,5 \text{ cal}^{1/2} \text{ cm}^{-3/2}$ ). En otra realización, el material termoplástico y el fluido de siloxano tienen una diferencia de índice de refracción de al menos 0,1, 0,15.

15 Aditivos

El presente recipiente perlescente también puede comprender menos de aproximadamente el 9%, o menos de aproximadamente el 5%, o menos de aproximadamente el 1% de los siguientes ingredientes, incluidos cargas, agentes de curación, agentes antiestáticos, lubricantes, estabilizadores de UV, antioxidantes, agentes antibloqueo, estabilizadores catalíticos, colorantes y otros coadyuvantes del proceso de uso común.

20 En una realización de la presente invención, el presente recipiente comprende menos del 1%, o incluso menos de aproximadamente el 0,1% de un colorante seleccionado del grupo que consiste de mica,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , fibra de vidrio y mezclas de estos.

25 Métodos de fabricación

30 El presente recipiente comprende de 86% a 99,99% de una resina termoplástica que tiene un valor de transmitancia luminosa total de al menos el 80%, y del 0,01% al 5% de un fluido de siloxano que tiene una viscosidad de no más de aproximadamente 1000 Pa.s (1.000.000 cSt), en donde la resina y el fluido de siloxano son inmiscibles y tienen una diferencia de índice de refracción de al menos 0,1, y en el que el recipiente se moldea por soplado. El moldeo por soplado incluye moldeo por inyección, estirado y soplado (ISBM), moldeo por inyección y soplado (IBM) y moldeo por extrusión y soplado (EBM).

35 El método de fabricación del presente recipiente puede iniciarse a partir de un método de procesamiento de la resina termoplástica para hacer un concentrado maestro y luego diluir el concentrado maestro con cantidades adicionales de los mismos o diferentes materiales termoplásticos para hacer una mezcla uniforme. Se pueden incorporar aditivos, incluidos colorantes, en el concentrado maestro durante el procesamiento de la resina termoplástica. La mezcla uniforme puede entonces someterse a una etapa adicional de moldeo por soplado y estirado, moldeo por inyección y soplado o moldeo por extrusión y soplado.

40 En la formación de un recipiente mediante un proceso de ISBM o un proceso de IBM, el material termoplástico procesado anterior se funde y se inyecta en una preforma (es decir, un tubo hueco de plástico semifundido), a continuación, el parísón se llena con aire a presión, forzando de ese modo al tubo a expandirse hacia fuera para contactar con una superficie de molde con la forma del recipiente deseado. Puede haber etapas intermedias opcionales donde la preforma se enfría después de conformarla y luego se recalienta antes de llenarla con aire a presión. En la formación de un recipiente de plástico mediante el proceso de EBM, el material termoplástico procesado anterior se funde y se extrude en un parísón, a lo que le siguen las etapas de moldeo por soplado mencionadas anteriormente.

45 Los métodos utilizados para la fabricación del presente recipiente también pueden empezar desde el proceso de mezclar el fluido de siloxano con resina termoplástica en una mezcla uniforme sin formar un concentrado maestro y luego someter la mezcla directamente a moldeo por inyección, soplado y estirado; moldeo por inyección y soplado o moldeo por extrusión y soplado.

50 En una realización de la presente invención, el presente recipiente es un recipiente en capas, que comprende dos o más capas de material. En otra realización de la presente invención, el presente recipiente tiene una capa de material de barrera o una capa de material reciclado entre una capa de material termoplástico exterior y una capa de material termoplástico interior. Estos recipientes en capas se pueden hacer de parisiones o preformas de múltiples capas según las tecnologías comunes utilizadas en el campo de la fabricación de termoplásticos. Dentro del recipiente en capas, no todas las capas de material comprenden necesariamente fluido de siloxano, aunque al menos una capa debe comprenderlo.

55 En otra realización, una o más de las capas de material de la superficie del recipiente comprende fluido de siloxano para proporcionar el efecto perlescente, como la capa de material dirigida hacia el exterior, que quedaría visible a una persona durante la visualización de un recipiente en un estante de una tienda al por menor, o la capa de material dirigida hacia el interior y que quedaría visible para una persona cuando mire dentro del recipiente.

60

En un aspecto, la invención se refiere a un método de procesamiento de una resina termoplástica que comprende una etapa de añadir un fluido de siloxano en la resina termoplástica para formar un concentrado maestro que comprenda del 10% al 30% del fluido de siloxano en peso de dicha mezcla, en el que la resina tiene un valor de transmitancia luminosa total de al menos el 80%, en el que el fluido de siloxano tiene una viscosidad no superior a 1000 Pa.s (1.000.000 cSt), en el que la resina y el fluido de siloxano son inmiscibles y tienen una diferencia de índice de refracción de al menos 0,1.

Métodos de medición

Calificación de la perlescencia

Un panel compuesto por 30 personas (15 varones, 15 mujeres, edad media de 28) observa el aspecto perlescente de recipientes con la misma forma y se les pide que clasifiquen un grupo de recipientes por orden de perlescencia.

Entonces, se calcula la calificación de perlescencia de un recipiente en particular entre un grupo de recipientes, incluido un recipiente de PET puro, según la siguiente fórmula. La calificación de perlescencia de la botella de PET puro se utiliza como referencia para el cálculo.

$$\text{Calificación de un recipiente } X = \frac{(\sum_{i=1}^n X_i \% \times I_i) / n}{(\sum_{i=1}^n \text{PET}_i \% \times I_i)}$$

En donde,

n es el tamaño de la muestra del grupo de recipientes de prueba.

$X_i$  se refiere al porcentaje de panelistas que designan un recipiente específico X por tener una clasificación de  $I_i$  ( $i = 1, 2, \dots, n$ ),

$I_i$  se refiere a la clasificación correspondiente al orden de calificación de perlescencia, donde  $I_1 = n, I_2 = n-1, \dots, I_n = 1$ .

Brillo

Se usa un sistema de cámara de polarización activa llamado SAMBA para medir el brillo especular del presente recipiente perlescente. El sistema lo proporciona Bossa Nova Technologies y se utiliza un software de imágenes de polarización llamado VAS (software Visual Appearance Study, versión 3.5) para el análisis. Se prueba la luz incidente en la parte del panel de etiquetado frontal del recipiente. Se utiliza un tiempo de exposición de 55 ms.

La luz incidente es reflejada y dispersada por la botella. La luz especular reflejada mantiene la misma polarización que la luz incidente y la luz dispersada por el volumen se despolariza. El sistema SAMBA adquiere el estado de polarización de una intensidad de imagen paralela (P) aportada tanto por la luz reflejada como por la dispersada, y una intensidad de imagen cruzada (C) de la imagen aportada sólo por la luz dispersada. Esto permite el cálculo del brillo G dado por  $G = P-C$ .

Homogeneidad

La homogeneidad de la superficie del presente recipiente puede medirse con un microscopio de fuerza atómica (AFM). La información de homogeneidad de la superficie se recoge "palpando" la superficie con una sonda mecánica. En este caso se usa el AFM suministrado por Veeco. Este se fija en un modo de contacto para medir la homogeneidad. El área de detección se encuentra en el centro de la zona del panel de etiquetado frontal de la botella. Se usa un área de 580 nm X 580 nm y el dato que se recoge es el valor medio de 10 puntos dentro de la zona de detección.

La rugosidad medida en nm por el AFM puede representarse por la media aritmética ( $R_a$ ) de la altura absoluta  $y_i$  en la dirección vertical en la posición específica  $i$ .

$R_a$  se representa con

$$R_a = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |y_i|$$

El valor  $R_a$  aumenta con la rugosidad.

## Línea de soldadura. línea de fluencia

Las líneas de soldadura y líneas de fluencia pueden inspeccionarse visualmente observándolas a simple vista.

## 5 Estructura en láminas del material termoplástico

La estructura laminar del presente material termoplástico con fluido de siloxano distribuido en su interior se puede observar a través de un SEM (microscopio electrónico de barrido), explorando la sección transversal del material termoplástico. En este caso se usa un sistema HITACHI S-4800 SEM.

10

## **Ejemplos**

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

15

Los Ejemplos 1-10 representan las botellas fabricadas según la presente invención. Los Ejemplos comparativos 1-6 representan botellas que no se incluyen en el ámbito de la presente invención.

20

Los siguientes materiales se usan en los Ejemplos y Ejemplos comparativos:

25

1. PET, comercializado con el nombre de CB-602 por Far Eastern Industries (Shanghai) Ltd. Tiene una Tt del 90%, un IR (nD 25) de 1,57.

30

2. LDPE (polietileno de baja densidad), comercializado con el nombre de LDPE 868 por Sinopec MPCC. Tiene una Tt del 40%, un IR (nD 25) de 1,51.

35

3. Poldimetilsiloxanos (con cuatro viscosidades de 10 mPa.s (10 cSt), 1 Pa.s (1000 cSt), y 60 Pa.s (60.000 cSt), 1000 Pa.s (1.000.000 cSt)), comercializados con el nombre de fluido de siloxano XIAMETER PMX-200 por Dow Corning

4. Etilmetilo, metil(2-fenilpropil)siloxano, comercializado como fluido de siloxano Dow Corning® 230 por Dow Corning, viscosidad de 1,35 Pa.s (1350 cSt).

40

5. Dimetilsiloxano terminado en hidroxilo, comercializado como fluido de silanol XIAMETER PMX-0156 por Dow Corning, viscosidad de 72 mPa.s (72 cSt)

6. Viniltrimetoxisilano, Silquest®A-171™ de Momentive Performance Materials

45

7. Elastómero de polisiloxano modificado con amina, J-40, de Foshan Yingzhi Organic Silicon Materials Co. Ltd

8. Rojo dorado y verde dorado son mezclas de colorantes que comprenden mica perlescente de la marca Iriodin® 32 de Merck, además de silicona, PET, colorante y dispersantes

9. Mica, Taizhu Silver white 1000, de Merck

Las botellas de los Ejemplos 1-10 y Ejemplos comparativos 1-5 se pueden fabricar según el siguiente proceso.

50

En primer lugar, se prepara una mezcla de resina termoplástica con fluido de siloxano y colorantes (si los hubiera). Se añade una cantidad suficiente de fluido de siloxano a la resina termoplástica de manera que la concentración total del fluido de siloxano sea de aproximadamente el 10% en peso de la mezcla con respecto a la resina de PET. A continuación, la mezcla se somete a una extrusora de doble husillo que tiene una longitud/diámetro (L/D) de 43 y un diámetro de 35,6 mm para formar los gránulos del concentrado maestro al enfriarse en un baño de agua. Cuando se utilizan fluidos de silicona de diferentes viscosidades, el tiempo necesario para lograr una mezcla homogénea con la resina termoplástica puede variar. Las condiciones pueden determinarse utilizando el conocimiento común de un experto en la materia.

55

En segundo lugar, el concentrado maestro preparado anteriormente se mezcla con la resina termoplástica de nuevo con una relación de aproximadamente 0,8% a 8% y la mezcla resultante se seca durante aproximadamente 4-6 horas a 160 °C -170 °C antes de utilizarla. La mezcla seca se moldea entonces por inyección en una preforma tubular a una temperatura del tambor de 260 °C-270 °C, una presión de inyección de 70-80 MPa y una velocidad de inyección de 60-70 mm/s. La preforma se expulsa fuera del molde una vez enfriada.

60

En tercer lugar, la preforma enfriada se recalienta y se ablanda de nuevo con una máquina de calentamiento por infrarrojos a 70 °C-90 °C durante aproximadamente 2 minutos. Entonces, la preforma ablandada se pone en un molde de botella y se sopla la preforma para darle forma de botella a una presión de soplado de aproximadamente 2,5-

65

3,5 Mpa, a una temperatura del molde de 20 °C a 30 °C, y con una relación de estiramiento de 6:1 empleando una máquina de soplado modelo CP03-220 de Guangzhou RiJing Inc. La botella se expulsa fuera del molde una vez enfriada.

5 Ejemplos 1-8 y ejemplos comparativos 1-4

Los ejemplos 1-8 representan las botellas perlescentes hechas según la presente invención, y los Ejemplos comparativos 1-4 representan esas botellas hechas de modo distinto a la presente invención. ΔIR se refiere a la diferencia del índice de refracción.

10

Tabla 1

	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo 4	Ejemplo 5	Ejemplo 6	Ejemplo 7	Ejemplo 8
<b>Silicona</b>	0,4% polidimetil siloxano, 10 mPa.s (10 cSt)	0,4% polidimetil siloxano, 1 Pa.s (1000 cSt)	0,8% Polidimetil siloxano, 1 Pa.s (1000 cSt)	0,08% polidimetil siloxano, 60 Pa.s (60.000 cSt)	0,4% Etilmetilo, metil(2-fenilpropil) siloxano 1,35 Pa.s (1350 cSt)	0,4% polidimetil siloxano, 0156, 72 mPa.s (72 cSt)	0,4% elastómero de polisiloxano modificado con amina	0,4% polidimetil siloxano, 1000 Pa.s (1.000.000 cSt)
<b>Resina</b>	99,6% PET	99,6% PET	99,2% PET	99,02% PET	99,6% PET	99,6% PET	99,6% PET	99,6% PET
<b>ΔIR</b>	0,17	0,17	0,17	0,17	0,11	0,11-0,16	1,16-1,64	0,17
<b>Calificación perlescente</b>	4,66	6,17	6,98	2,44	3,72	3,91	2,49	2,40

	Ejemplo comparativo 1	Ejemplo comparativo 2	Ejemplo comparativo 3	Ejemplo comparativo 4
<b>Silicona</b>	—	0,4% Viniltrimetoxisilano,	0,8% polidimetilsiloxano, 1 Pa.s (1000 cSt),	—
<b>Resina</b>	100% PET	99,6% PET	99,2% LDPE 868	100% LDPE 868
<b>ΔIR</b>	n/a	0,077-0,154	n/a	n/a
<b>Calificación perlescente</b>	1,00	1,49	n/a	n/a

15 *Resultados*

La calificación perlescente de las botellas de los Ejemplos 1-8 y las botellas de los Ejemplos comparativos 1-2 se obtuvo según el método de medición de calificación perlescente descrito en los párrafos anteriores. Las calificaciones perlescentes en la tabla anterior muestran que todas las botellas de los presentes Ejemplos 1-8 tienen puntuaciones significativamente más altas que la botella de PET puro sin la incorporación del fluido de siloxano del Ejemplo comparativo 1. La botella del Ejemplo comparativo 2, que comprende viniltrimetoxisilano en lugar de un fluido de siloxano, no muestra una mejora significativa de brillo perlescente frente al de la botella de PET puro.

20

La calificación de perlescente de la botella del Ejemplo comparativo 3, que comprende LDPE y polidimetilsiloxano, se compara por separado con una botella de LDPE puro del Ejemplo comparativo 4. El motivo es que la forma de la botella de LDPE es diferente de las botellas de PET de los Ejemplos 1-8 y los Ejemplos comparativos 1-2, por lo que no es apropiado que sea incluida en el mismo grupo de ensayo con esas botellas. Se ha encontrado que no hay mejoría en la calificación perlescente de la botella del Ejemplo comparativo 3 con respecto a la botella del Ejemplo comparativo 4. Este resultado era de esperar ya que la Tt del LDPE es de solo el 40%, que es mucho más pequeño que la Tt mínima necesaria de aproximadamente el 80% en la presente invención.

25

30

Ejemplos 3, 9-10 y ejemplos comparativos 1, 5-6

El Ejemplo 3 y los Ejemplos 9-10 representan las botellas perlescentes de la presente invención, y los Ejemplos comparativos 1 y 5 representan esas botellas hechas de modo distinto a la presente invención.

35

Tabla 2

	Ejemplo 3	Ejemplo comparativo 1	Ejemplo 9	Ejemplo comparativo 5	Ejemplo 10	Ejemplo comparativo 6
<b>Silicona</b>	0,8% polidimetilsiloxano	—	0,8% polidimetilsiloxano	—	0,8% polidimetilsiloxano	—



## ES 2 554 503 T3

	1 Pa.s (1000 cSt)		1 Pa.s (1000 cSt)		1 Pa.s (1000 cSt)	
<b>Colorante</b>	—	—	4% Rojo dorado	4% Rojo dorado	4% Verde dorado	4% Verde dorado
<b>Resina</b>	99,2% PET	100% PET	95,2% PET	96% PET	95,2% PET	96% PET
<b>Brillo (B)</b>	143	139	84	61	99	77

### Resultados

5 Se observa en la Tabla 2 que la botella del Ejemplo 1 que comprende polidimetilsiloxano muestra una mejora en el brillo en comparación con la botella de PET puro del Ejemplo comparativo 1.

10 También se observa en la Tabla 2 que las botellas de los Ejemplos 9-10 que comprenden colorantes rojo dorado y verde dorado, además de polidimetilsiloxano también muestran un brillo mejorado en comparación con las botellas de los Ejemplos comparativos 5 y 6 que no comprenden polidimetilsiloxano. El brillo de un recipiente perlescente que comprende partículas de colorante se mejora significativamente con la adición de polidimetilsiloxano.

### Ejemplo 3 y ejemplos comparativos 1, 6

15 El Ejemplo 3 representa las botellas perlescentes de la presente invención, y los Ejemplos comparativos 1 y 6 representan esas botellas hechas de forma distinta a la presente invención.

Tabla 3

	Ejemplo comparativo 1	Ejemplo comparativo 6	Ejemplo 3
<b>Silicona</b>	—	1% mica	0,8% polidimetilsiloxano 1 Pa.s (1000 cSt)
<b>Resina</b>	100% PET	99% PET	99,2% PET
<b>Rugosidad (R<sub>a</sub>)</b>	2,245	5,009	0,988
<b>Línea de soldadura (S/N)</b>	N	S	N
<b>Línea de fluencia (S/N)</b>	N	S	N

### 20 Resultados

25 Se observa en la Tabla 3 que la botella del Ejemplo 3 que comprende polidimetilsiloxano tiene el valor R<sub>a</sub> más bajo (es decir, mayor homogeneidad) en comparación con la botella del Ejemplo comparativo 1 que es una botella de PET puro y la botella del Ejemplo comparativo 6 que es una botella perlescente hecha incluyendo la mica.

Se observa en la Tabla 3 que la botella del Ejemplo 3 no muestra líneas de soldadura o líneas de fluencia, en comparación con la botella tradicional perlescente de mica del Ejemplo comparativo 6 que si las muestra.

30 Las dimensiones y valores descritos en la presente memoria no deben tomarse como una limitación estricta a los valores numéricos exactos citados. De hecho, salvo que se indique lo contrario, se pretende que cada una de dichas magnitudes signifique el valor mencionado y un intervalo funcionalmente equivalente que rodea ese valor. Por ejemplo, una magnitud descrita como “40 mm” significa “aproximadamente 40 mm”.

**REIVINDICACIONES**

1. Un recipiente perlescente que comprende:
  - 5 a) de 86% a 99,99% de un material termoplástico que tiene un valor de transmitancia luminosa total de al menos el 80%,
  - b) de aproximadamente 0,01% a 5% de un fluido de siloxano que tiene una viscosidad no mayor de 1000 Pa.s (1.000.000 cSt),

10 en donde dicho material termoplástico y dicho fluido de siloxano son inmiscibles, forman una estructura laminar y tienen una diferencia en su Índice de refracción de al menos 0,1.
- 15 2. El recipiente de la reivindicación 1, en el que dicho material termoplástico y dicho fluido de siloxano tienen una diferencia de parámetro de solubilidad de al menos  $1,0225 \times 10^3 \text{ Pa}^{1/2}$  ( $0,5 \text{ cal}^{1/2} \text{ cm}^{-3/2}$ ).
3. El recipiente de la reivindicación 1, en el que dicho material termoplástico tiene un valor de transmitancia luminosa total de al menos el 85%.
- 20 4. El recipiente de la reivindicación 1, en el que dicho material termoplástico se selecciona del grupo que consiste en tereftalato de polietileno, poliestireno, policarbonato, cloruro de polivinilo y mezclas de estos, y preferiblemente dicho material termoplástico es tereftalato de polietileno.
- 25 5. El recipiente de la reivindicación 1, en el que dicho fluido de siloxano es un diorganopolisiloxano, preferiblemente un polidimetilsiloxano, que tiene más preferiblemente uno o más grupos colgantes o terminales seleccionados del grupo que consiste en hidroxilo, vinilo, amina, fenilo y etilo.
6. El recipiente de la reivindicación 1, en el que dicho fluido de siloxano está presente en una cantidad de 0,05% a 1,5%.
- 30 7. El recipiente de la reivindicación 1, en el que dicho fluido de siloxano tiene una viscosidad de al menos 20 mPa.s (20 cSt), preferiblemente al menos 50 mPa.s (50 cSt), y más preferiblemente 1 Pa.s (1000 cSt).
- 35 8. El recipiente de la reivindicación 1, en el que dicho material termoplástico incluye un polímero seleccionado del grupo que consiste en tereftalato de polietileno reciclado tras el uso por un consumidor (PCR-PET), tereftalato de polietileno reciclado tras un uso industrial (PIR-PET), tereftalato de polietileno remolido y mezclas de estos.
9. El recipiente de la reivindicación 1, en el que dicho material termoplástico comprende un polímero biobasado, o un polímero hecho a partir de un monómero biobasado.
- 40 10. El recipiente de la reivindicación 1, que comprende menos del 9% de los ingredientes seleccionados del grupo que consiste en cargas, agentes de curación, antiestáticos, lubricantes, estabilizadores de UV, antioxidantes, agentes antibloqueo, estabilizadores de catalizadores, colorantes y mezclas de estos, y preferiblemente comprende menos del 1% de un colorante seleccionado del grupo que consiste en mica,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , fibra de vidrio y mezclas de estos.
- 45 11. El recipiente de la reivindicación 1, que es una botella, un tubo, un tapón, una jarra o una taza, y preferiblemente es reciclable.
- 50 12. El recipiente de la reivindicación 1 compuesto de dos o más capas de material, en el que al menos una capa comprende dicho fluido de siloxano.
13. Un recipiente perlescente que comprende según la reivindicación 1, en el que dicho recipiente se moldea por soplado.
- 55 14. El recipiente de la reivindicación 13, en el que dicho recipiente se moldea por inyección, soplado y estirado; por inyección y soplado, o por extrusión y soplado.