

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 638 388**

51 Int. Cl.:

C11D 3/37 (2006.01)
C08K 5/42 (2006.01)
C11D 11/00 (2006.01)
B29C 47/08 (2006.01)
C11D 1/22 (2006.01)
C11D 17/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **21.02.2013 PCT/US2013/027127**

87 Fecha y número de publicación internacional: **06.09.2013 WO13130333**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.02.2013 E 13708010 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.07.2017 EP 2820113**

54 Título: **Procesos y composiciones para limpiar dispositivos de mezcla a fin de mejorar la producción de policarbonato**

30 Prioridad:

28.02.2012 US 201261604070 P
14.06.2012 US 201261659766 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
20.10.2017

73 Titular/es:

SABIC GLOBAL TECHNOLOGIES B.V. (100.0%)
Plasticslaan 1
4612 PX Bergen op Zoom, NL

72 Inventor/es:

EHRENSBECK, FRANKLIN J.

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 638 388 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

Procesos y composiciones para limpiar dispositivos de mezcla a fin de mejorar la producción de policarbonato

5 **Antecedentes**

La presente divulgación se refiere a procesos para limpiar dispositivos de mezcla que se usan en la fabricación de policarbonatos y mezclas de policarbonatos. Los procesos se dirigen a aumentar la velocidad del proceso de limpieza, a proporcionar una menor degradación de las resinas, y a permitir una mayor velocidad de extrusión total. La divulgación se refiere también a composiciones de purga útiles en tales procesos.

Las extrusoras que emplean un tornillo transportador de la masa fundida llevan a cabo una gran parte del procesamiento en estado fundido de las resinas termoplásticas. La extrusora se puede usar para componer, moldear, granular o formar películas, láminas o perfiles. Tales extrusoras tienen normalmente un tambor de extrusión calentado y uno o dos tornillos que rotan dentro del tambor para comprimir, fundir, y extruir la resina a través de un orificio de una boquilla de extrusión. El tambor se divide en varias zonas diferentes, tales como las zonas de alimentación, transición, mezcla, dispersión y dosificación. Cuando tales máquinas se dedican a la fabricación de un material único de un solo color pueden ser muy eficaces. Sin embargo, cuando se usa la misma máquina para fabricar varios materiales y/o colores, es necesario cambiar o conmutar entre los materiales (es decir, un proceso de cambio). De otro modo, las impurezas o residuos producidos durante la extrusión de la resina primera o precedente pueden contaminar la resina segunda o siguiente. Durante este proceso de cambio, la extrusora produce una combinación del material/color precedente y el material/color siguiente. Como resultado, la combinación puede que no cumpla las especificaciones deseadas, por ejemplo, diferencias en la composición, pérdida de transparencia, cambio del color o de la viscosidad, o algún otro defecto. Además, el proceso de cambio lleva a una pérdida de material y a una disminución de la eficacia de la fabricación.

Estas deficiencias se han abordado en cierto grado de diversas maneras. Por ejemplo, se ha usado una resina pegajosa o de alta viscosidad para expulsar el material anterior. Aunque esto puede ser eficaz, la resina de alta viscosidad puede ella misma ser expulsada de la máquina, llevando a una ineficacia. En otros casos, se usan resinas reforzadas con fibras de vidrio como compuesto de purga para limpiar la extrusora. Aunque eficaz en algunos sistemas, este proceso plantea de nuevo el problema de retirar la resina con fibras de vidrio.

En otros casos, se han usado sales de ácidos carboxílicos, jabones de ácidos grasos, sales de amonio, aminas, alcoholes, sales sulfato de alcoholes y otros compuestos químicos o mezclas a fin de ayudar a limpiar (purgar) la extrusora durante el cambio. Por ejemplo, detergentes de ropa comunes tal como el detergente WISK® y el detergente TIDE® (que contienen alcoholes y sales de ácidos carboxílicos) se usan habitualmente como compuestos de purga tanto en la combinación como en la extrusión de láminas. Estos detergentes pueden tener también un pH de 9 a 12.

Sin embargo, tales compuestos químicos no se pueden usar eficazmente cuando el material siguiente es una resina de policarbonato o una mezcla que contiene una resina de policarbonato. El policarbonato es muy susceptible a la degradación, tal como un cambio de color (es decir, formación de color), pérdida de peso molecular, reducción de las propiedades químicas y mecánicas, y/o defectos en el aspecto de la superficie (por ejemplo, separación en piezas moldeadas), debido a los efectos catalíticos del ácido o base. El uso de sales de ácidos carboxílicos, jabones de ácidos grasos, sales de amonio y aminas produce tal degradación en el material de policarbonato resultante. Incluso si una pequeña cantidad de tal material inadecuado, tal como un detergente de pH elevado (superior a 9,0), permanece en el alimentador o en la extrusora, la resina de policarbonato (PC) usada para limpiar la máquina así como el policarbonato nuevo serán degradados y la viscosidad en estado fundido disminuirá. También se puede producir una formación de espuma. Por tanto, además de la pérdida de tiempo de producción de la máquina durante una purga, existe una degradación del material de policarbonato nuevo que se va a fabricar, lo cual reduce su utilidad. En otras palabras, los detergentes que contienen tales materiales llegan a ser ellos mismos una fuente de contaminación del material de policarbonato siguiente además de degradar la resina de purga de PC.

Así pues, existe la necesidad de procesos y composiciones para cambiar rápidamente una máquina de procesamiento en estado fundido basada en tornillos de un material a un material que contiene policarbonato en un corto periodo de tiempo, sin degradación del polímero. De manera deseable, el proceso/composición debe ser aplicable para la limpieza de una amplia variedad de contaminantes, especialmente colorantes tales como negro de carbón, dióxido de titanio, pigmentos y colorantes basados en antraquinona y ftalocianina.

El documento DE 10 2007 015214 A1 describe una mezcla de limpieza acuosa que comprende un tensioactivo, un polímero tal como policarbonato, y agua. Este muestra además un proceso de limpieza de un equipo de procesamiento en estado fundido usado para procesar resinas que contienen policarbonato, comprendiendo dicho proceso las etapas de purgado del equipo de procesamiento en estado fundido con una mezcla de limpieza que comprende policarbonato y una solución acuosa que contiene un tensioactivo; calentar el equipo de procesamiento en estado fundido a una temperatura de 280 a 320 °C; y hacer funcionar el equipo para obtener una resina purgada mientras se limpia el equipo de procesamiento en estado fundido.

Breve descripción

La presente divulgación se refiere al descubrimiento de que el uso de una sal sulfonato de alquil arilo en una mezcla de limpieza en combinación con policarbonato granulado es eficaz en la limpieza del dispositivo de mezcla. El tiempo de limpieza es sorprendentemente más corto, hay menos degradación de la resina de policarbonato, y la extrusión se puede producir a una velocidad mayor.

En las realizaciones se divulga un proceso para limpiar un equipo de procesamiento en estado fundido usado para componer, moldear o extruir resinas que contienen policarbonato tal como se define en la reivindicación 1. El equipo de procesamiento en estado fundido se purga con una mezcla de limpieza (mezcla de purga) que comprende de un 50 a un 99,5 por ciento en peso (% p/p) de gránulos de resina de policarbonato y de un 0,5 a un 50 % p/p de un líquido o solución acuosa que contiene una sal sulfonato de alquil arilo. La mezcla de limpieza/purga tiene un pH de 6,0 a 7,9. En otros casos, el pH puede ser de 6,5 a 7,5, o en otros casos adicionales el pH puede ser ligeramente ácido de 6,0 a 6,9. El equipo de procesamiento en estado fundido se calienta a una temperatura de 250 a 380 grados Celsius (°C). La mezcla de limpieza se hace circular después a través del equipo. La resina de purga de PC resultante tras la extrusión (formada a partir de los gránulos en la mezcla de limpieza) puede tener un peso molecular promedio en peso (Mw) dentro del 30 % de los gránulos de resina de policarbonato antes de purgar y un contenido de grupos terminales fenólicos de 100 partes por millón en peso (ppm) o inferior. Tras la circulación de la mezcla de purga a través del equipo, el equipo se puede limpiar adicionalmente con una resina de limpieza que comprende una resina de policarbonato pero que no contiene el aditivo de sal sulfonato de alquil arilo.

También se divulga una mezcla de limpieza tal como se define en la reivindicación 15 que comprende una sal sulfonato de alquil arilo, gránulos de resina de policarbonato, y agua.

Estas características limitantes y otras no limitantes se describen más en particular a continuación.

Descripción detallada

La presente divulgación se puede comprender más fácilmente con referencia a la siguiente descripción detallada de las realizaciones deseadas y los ejemplos incluidos en las mismas. En la siguiente memoria descriptiva y las reivindicaciones que siguen, se hará referencia a una serie de términos que se definirán para que tengan los siguientes significados.

Las formas en singular "un", "una", "el" y "la" incluyen las referencias a las formas en plural, a menos que el contexto dicte claramente lo contrario.

Tal como se usa en la memoria descriptiva y en las reivindicaciones, el término "comprende" puede incluir las realizaciones "consiste en" y "consiste esencialmente en".

Los valores numéricos en la memoria descriptiva y las reivindicaciones de esta solicitud, particularmente cuando se refieren a polímeros y composiciones de polímeros, reflejan valores promedio para una composición que puede contener polímeros individuales de características diferentes. Asimismo, a menos que se indique lo contrario, los valores numéricos se debe entender que incluyen valores numéricos que son los mismos cuando se reducen al mismo número de cifras significativas y valores numéricos que difieren del valor establecido en menos del error experimental de la técnica de medición convencional del tipo descrito en la presente solicitud para determinar el valor.

Todos los intervalos divulgados en el presente documento incluyen el punto extremo enumerado y se pueden combinar independientemente (por ejemplo, el intervalo "de 2 gramos a 10 gramos" incluye los puntos extremos, 2 gramos y 10 gramos, y todos los valores intermedios). Los puntos extremos de los intervalos y cualquier valor divulgado en el presente documento no están limitados al intervalo o valor preciso; son lo suficientemente imprecisos como para incluir valores que se aproximan a estos intervalos y/o valores.

Tal como se usa en el presente documento, se puede aplicar un lenguaje aproximativo para modificar cualquier representación cuantitativa que pueda variar sin dar como resultado un cambio de la función básica con la que están relacionados. De acuerdo con esto, un valor modificado por un término o términos, tal como "sustancialmente", puede no estar limitado al valor preciso especificado, en algunos casos. En al menos otros casos, el lenguaje aproximativo puede corresponder a la precisión de un instrumento para medir el valor.

Los compuestos se describen usando la nomenclatura convencional. Por ejemplo, cualquier posición no sustituida por un grupo indicado se entiende que tiene su valencia completa por un enlace, tal como se indica, o un átomo de hidrógeno. Se usa una raya ("-") que no está entre dos letras o símbolos para indicar un punto de unión para un sustituyente. Por ejemplo, el grupo aldehído -CHO está unido a través del carbono del grupo carbonilo.

El término "alquilo" se refiere a una disposición de átomos, lineal o ramificada, que está compuesta exclusivamente por carbono e hidrógeno. La disposición de átomos puede incluir enlaces sencillos, enlaces dobles, o enlaces triples

(denominados normalmente alcanos, alqueno o alquino). Los grupos alquilo pueden ser sustituidos (es decir, uno o más átomos de hidrógeno están remplazados) o no sustituidos. Ejemplos de grupos alquilo incluyen, si bien no se limitan a los mismos, metilo, etilo e isopropilo.

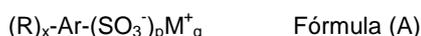
- 5 El término "arilo" se refiere a una disposición de átomos que tienen una valencia de al menos uno y que comprenden al menos un grupo aromático. La disposición de átomos puede incluir heteroátomos tales como azufre y oxígeno, o puede estar compuesta exclusivamente por carbono e hidrógeno. Los grupos aromáticos son no sustituidos. Grupos aromáticos ilustrativos incluyen, si bien no se limitan a los mismos, fenilo, naftilo, bifenilo, y difenil éter.
- 10 En las definiciones anteriores, el término "sustituido" se refiere a que al menos un átomo de hidrógeno del radical mencionado está sustituido por otro grupo funcional, tal como alquilo, halógeno, -OH, -CN, -NO₂, -COOH, etc.

- Se ha descubierto que se puede usar una sal sulfonato de alquil arilo para limpiar o purgar dispositivos de mezcla. Tales dispositivos se usan normalmente para componer, moldear o extruir resina. Tras la limpieza/purga, el dispositivo se puede usar para procesar una resina de policarbonato posterior sin degradar la resina de policarbonato.
- 15

- La mezcla de limpieza/purga usada para limpiar/purgar comprende la sal sulfonato de alquil arilo, al menos un gránulo de resina de policarbonato, y agua. La mezcla de limpieza tiene un pH de 6,0 a 7,9. La mezcla de limpieza debe carecer (es decir, contener menos de 50 ppm) de sales de ácidos carboxílicos, sales de ácidos grasos, sales de amonio, aminas, sales carbonato y sales bicarbonato. La mezcla de limpieza se puede hacer circular a través del dispositivo de mezcla a fin de eliminar el residuo polimérico, contaminantes o colorantes presentes en el dispositivo.
- 20

- La mezcla de limpieza que contiene líquido y gránulos descrita en el presente documento se puede usar como solución de purga para cualquier tipo de dispositivo de mezcla, incluyendo extrusoras de composición, extrusoras de lámina y película, máquinas de moldeo, y cualquier otro dispositivo que se puede usar para policarbonatos de procesamiento en estado fundido. Los procesos de purga de esta divulgación son especialmente útiles en equipos de procesamiento en estado fundido continuo con transportador de tornillo tales como extrusoras, incluyendo equipo de composición, bombas de masa fundida, máquinas de moldeo por inyección, máquinas extrusoras (tales como extrusoras de película, de lámina y de perfiles) y de moldeo por soplado. La mezcla de limpieza es especialmente eficaz en extrusoras de doble tornillo engranado. La expresión "dispositivo de mezcla" se usa en el presente documento para referirse a cualquier dispositivo que se puede usar en el procesamiento de policarbonatos. En algunos casos, el dispositivo de procesamiento en estado fundido es una extrusora de un solo tornillo o una extrusora de doble tornillo con una relación longitud/diámetro (L/D) del tornillo de 20:1 a 40:1 y un diámetro de tornillo de 12,7 a 203 mm (0,5 a 8,0 pulgadas). En otros casos, el dispositivo de procesamiento en estado fundido es una extrusora de un solo tornillo que tiene un diámetro de tornillo de 12,7 a 203 mm (0,5 a 8,0 pulgadas) que es parte de una máquina de moldeo de termoplásticos. En otros casos, el dispositivo de procesamiento en estado fundido de un solo tornillo es una máquina de moldeo que es al menos una de las siguientes: una máquina de moldeo por inyección, una máquina de moldeo por soplado, una máquina de moldeo por soplado-inyección, una máquina de moldeo por soplado-extrusión, una máquina de moldeo por soplado-estirado, una máquina de moldeo asistida por gas, una máquina de moldeo hidráulica, una máquina de moldeo mecánica, y una máquina de moldeo eléctrica.
- 25
- 30
- 35
- 40

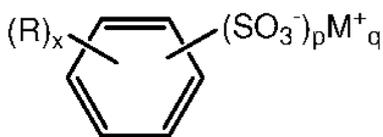
- La sal sulfonato de alquil arilo puede tener la estructura general de fórmula (A):
- 45



- en la que cada R es independientemente alquilo que tiene de 1 a 36 átomos de carbono; x es un número entero que indica el número de grupos R, y es de 1 a 10; M es un catión de un metal alcalino o de un metal alcalino-térreo; p es el número de grupos sulfonato; y q es el número de cationes requeridos para neutralizar los grupos sulfonato. En determinadas realizaciones, p es de 1 a 3, y q es también de 1 a 3. El grupo sal sulfonato está unido directamente a un anillo aromático. Al menos un grupo alquilo está presente en la sal sulfonato de alquil arilo. En realizaciones más particulares, el al menos un grupo alquilo contiene de 6 a 36 átomos de carbono.
- 50

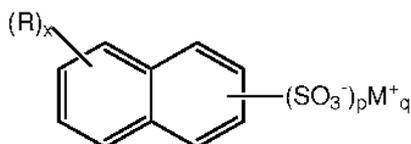
- La sal sulfonato de alquil arilo contiene por lo general uno o más cationes de metales alcalinos o de metales alcalino-térreos. Cationes ilustrativos incluyen sodio (Na⁺), potasio (K⁺), magnesio (Mg²⁺), calcio (Ca²⁺), y mezclas de los mismos. Análogamente, la sal sulfonato puede contener uno, dos, tres o más grupos sulfonato..
- 55

- En realizaciones, el grupo arilo de la sal sulfonato es un grupo fenilo, naftilo, bifenilo o difenil éter. Las sales que tienen estos grupos arilo se muestran a continuación como las Fórmulas (B), (C), (D) y (E):
- 60



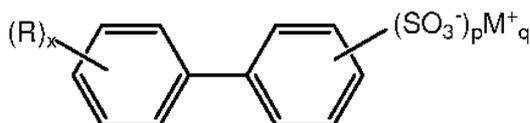
Fórmula (B)

sal sulfonato de alquil benceno



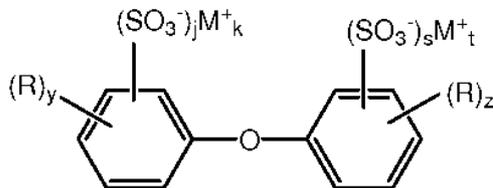
Fórmula (C)

5 sal sulfonato de alquil naftaleno



Fórmula (D)

sal sulfonato de alquil bifenilo



Fórmula (E)

10

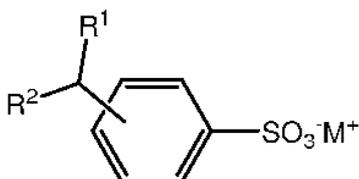
sal sulfonato de alquil difenil éter

15 en las que R, M, p y q son tal como se han descrito previamente; y + z es de 1 a 5; y j + s es de 1 a 3. En determinadas realizaciones, y = 0 y s = 0, es decir, los grupos alquilo y sulfonato están en anillos separados en la Fórmula (E).

En realizaciones específicas de la Fórmula (B), p = q = 1. En realizaciones específicas de la Fórmula (E), j = k = s = t = 1 e y = z.

20

En realizaciones específicas, la sal sulfonato de alquil arilo es una sal sulfonato de alquil benceno. La sal sulfonato puede tener la estructura de la Fórmula (F):



Fórmula (F)

25 en la que M es un catión de un metal alcalino o de un metal alcalino-térreo; R¹ es un grupo alquilo que contiene de 5 a 35 átomos de carbono; y R² es hidrógeno o un grupo alquilo con de 1 a 12 átomos de carbono, teniendo R¹ y R² no

más de 36 átomos de carbono en total. Este tipo de sal sulfonato de alquil ramificado arilo es preferente en algunos casos ya que el alquilo ramificado permite una degradación biológica más fácil si el componente de la solución de limpieza de la purga es enviado a instalaciones de tratamiento de aguas residuales convencionales. En realizaciones específicas, la sal sulfonato de alquil arilo es sulfonato de dodecil benceno sódico.

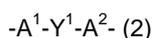
5 La sal sulfonato de alquil arilo se añade normalmente a la mezcla de limpieza en forma de solución acuosa que contiene de un 0,2 a un 50 % p/p de la sal sulfonato (basado en el peso de la solución acuosa), específicamente de un 0,5 a un 50 % p/p, más específicamente de un 5 a un 50 % p/p, incluso más específicamente de un 10 a un 40 % p/p, aún más específicamente de un 20 a un 35 % p/p. La solución acuosa puede tener un pH de 6,0 a 7,9, en otros
10 casos de 6,0 a 7,0 o de 6,0 a 6,9 (es decir, ligeramente ácido). La sal sulfonato de alquil arilo se puede añadir a la mezcla de limpieza en forma de solución acuosa que contiene de un 0,005 a un 12 % p/p de la sal sulfonato (basada en el peso de la solución acuosa). En la preparación de la sal sulfonato de alquil arilo se ha de tener cuidado para evitar una neutralización excesiva. La neutralización excesiva puede dar como resultado un pH superior a 7,0, en algunos casos superior a 7,9. En algunos casos, la cantidad de base usada para formar la sal para la neutralización del ácido alquil aril sulfónico debe ser estequiométricamente inferior a la del ácido alquil aril sulfónico. Por ejemplo, el
15 ácido alquil aril sulfónico se debe neutralizar en de un 85,0 a un 99,5 %.

La mezcla de limpieza (purga) incluye también al menos un gránulo de resina de policarbonato. Para los fines de la presente solicitud, el término "gránulo" se debe interpretar que se refiere a un material sólido que tiene una longitud
20 mínima en al menos una dimensión de al menos 2 milímetros (mm). Por el contrario, un "polvo" tiene una longitud máxima en cualquier dimensión de 2 mm. El tamaño de los gránulos se puede medir mediante cualquier método convencional incluyendo la medición física de un grupo representativo de gránulos usando una regla o un calibrador. El tamaño de los gránulos se puede medir también cribando los gránulos a través de una malla o tamiz de
25 dimensiones conocidas usando, por ejemplo, el método de la norma ASTM D1921. Cuando se refiere a una mezcla de sólidos de policarbonato de tamaños variables, se debe considerar que la mezcla está constituida por gránulos si al menos un 90 % de la mezcla queda retenida en un tamiz de 10 mallas (2,0 mm), mientras que el polvo no quedará retenido en el mismo grado. Los gránulos de policarbonato tendrán una alta densidad aparente que es superior a la del polvo. En algunos casos, la densidad aparente de los gránulos de PC será de 0,5 a 0,9 gramos por centímetro
30 cúbico (g/cm³). La densidad aparente se puede medir en cualquiera de los diversos métodos conocidos en la técnica, por ejemplo, los métodos de ensayo B y C de la norma ASTM D1895. El gránulo o gránulos pueden ser de cualquier forma o figura. Por ejemplo, los gránulos pueden estar en forma de cilindros, cubos, semiesferas, ovoides, bloques, rectángulos, pirámides, paralelogramos o formas angulares irregulares. En algunos casos, los gránulos pueden ser cilindros que, en promedio, tienen de 2 a 6 mm de longitud y de 0,5 mm a 4 mm de diámetro. En otros casos, los gránulos pueden estar hechos de piezas moldeadas molidas de nuevo o de láminas trituradas de nuevo
35 (incluyendo láminas y piezas molidas de nuevo tras el consumo) con una dimensión máxima de 10 mm. En algunos casos puede ser ventajoso mezclar conjuntamente gránulos pequeños y grandes. En otros casos adicionales, puede ser ventajoso tener gránulos con al menos una cara angular afilada, por ejemplo, cubos y cilindros, en lugar de esferas u ovoides. En otro caso, el material de purga tendrá al menos una cara angular en el que las superficies que definen la cara angular forman un ángulo de 60 a 120 grados. En otros casos, el material de purga tendrá una cara angular en el que las superficies forman un ángulo de 80 a 100 grados.
40

Tal como se usa en el presente documento, el término "policarbonato" y la expresión "resina de policarbonato" significan un polímero que tiene unidades estructurales repetitivas de carbonato de fórmula (1):



en la que al menos un 60 por ciento del número total de grupos R¹ son radicales orgánicos aromáticos, y el resto de los mismos son radicales alifáticos, alicíclicos o aromáticos. Una unidad de éster (-COO-) no se considera una unidad de carbonato, y una unidad de carbonato no se considera una unidad de éster. En una realización, cada R¹
50 es un radical orgánico aromático, por ejemplo, un radical de fórmula (2):

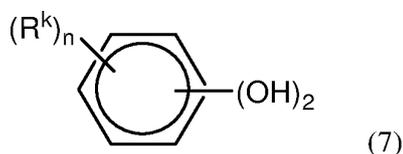


en la que cada uno de A¹ y A² es un radical arilo monocíclico divalente e Y¹ es un radical puente que tiene uno o dos
55 átomos que separan A¹ de A². En una realización ilustrativa, un átomo separa A¹ de A². Ejemplos ilustrativos no limitantes de radicales de este tipo son -O-, -S-, -S(O)-, -S(O₂)-, -C(O)-, metileno, ciclohexil-metileno, 2-[2.2.1]-bicycloheptilideno, etilideno, isopropilideno, neopentilideno, ciclohexilideno, ciclopentadecilideno, ciclododecilideno, y adamantilideno. El radical puente Y¹ puede ser un grupo hidrocarburo o un grupo hidrocarburo saturado tal como metileno, ciclohexilideno o isopropilideno.
60

Los policarbonatos se pueden producir mediante la reacción interfacial de compuestos dihidroxi que tienen la fórmula HO-R¹-OH, en la que R¹ es tal como se ha definido anteriormente. Compuestos dihidroxi adecuados en una reacción interfacial incluyen los compuestos dihidroxi de fórmula (A) así como los compuestos dihidroxi de fórmula

derivado de un ácido dicarboxílico, y puede ser, por ejemplo, un radical alquileo C_{2-10} , un radical alicíclico C_{6-20} , un radical alquil aromático C_{6-20} , o un radical aromático C_{6-20} .

5 En una realización, D es un radical alquileo C_{2-6} . En otra realización, D se deriva de un compuesto dihidroxi aromático de fórmula (7):



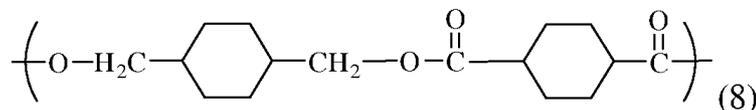
10 en la que R^k es independientemente un grupo hidrocarburo C_{1-10} , y n es de 0 a 4. El halógeno es normalmente bromo. Ejemplos de compuestos que pueden estar representados por la fórmula (7) incluyen resorcinol, compuestos de resorcinol sustituido tales como 5-metil resorcinol, 5-fenil resorcinol, 5-cumil resorcinol, o similares; catecol; hidroquinona; hidroquinonas sustituidas tales como 2-metil hidroquinona, 2-t-butil hidroquinona, 2-fenil hidroquinona, 2-cumil hidroquinona, 2,3,5,6-tetrametil hidroquinona, o similares; o combinaciones que comprenden al menos uno de los compuestos anteriores.

15 Ejemplos de ácidos dicarboxílicos aromáticos que se pueden usar para preparar los poliésteres incluyen ácido isoftálico o tereftálico, 1,2-di(p-carboxifenil)etano, 4,4'-dicarboxidifenil éter, ácido 4,4'-bisbenzoico, y mezclas que comprenden al menos uno de los ácidos anteriores. También pueden estar presentes ácidos que contienen anillos condensados, tales como en los ácidos 1,4-, 1,5-, o 2,6-naftalenodicarboxílicos. Ácidos dicarboxílicos específicos son ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido naftaleno dicarboxílico, ácido ciclohexano dicarboxílico, ácido sebáico o mezclas de los mismos.

20 En otras realizaciones, se pueden usar poli(tereftalatos de alquileo) en una mezcla con policarbonato. Ejemplos específicos de poli(tereftalatos de alquileo) adecuados son poli(tereftalato de etileno) (PET), poli(tereftalato de 1,4-butileno) (PBT), poli(naftanoato de etileno) (PEN), poli(naftanoato de butileno) (PBN), poli(tereftalato de propileno) (PPT), poli(tereftalato de ciclohexanodimetanol) (PCT), y combinaciones que comprenden al menos uno de los poliésteres anteriores. Se contemplan también los poliésteres anteriores con una cantidad pequeña, por ejemplo, de un 0,5 a un 10 por ciento en peso, de unidades derivadas de un diácido alifático y/o un poliol alifático para preparar copoliésteres.

30 También pueden ser útiles copolímeros que comprenden unidades éster de repetición de tereftalato de alquileo con otros grupos éster. Unidades éster útiles pueden incluir diferentes unidades de tereftalato de alquileo, que pueden estar presentes en la cadena polimérica como unidades individuales, o como bloques de poli(tereftalatos de alquileo). Ejemplos específicos de tales copolímeros incluyen poli(tereftalato de ciclohexanodimetileno)-co-poli(tereftalato de etileno), abreviado como PETG cuando el polímero comprende una cantidad superior o igual al 50 % molar de poli(tereftalato de etileno), y abreviado como PCTG cuando el polímero comprende una cantidad superior o igual al 50 % molar de poli(tereftalato de 1,4-ciclohexanodimetileno).

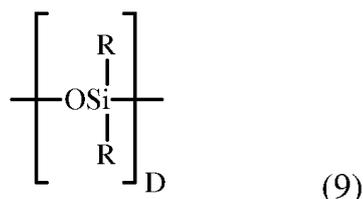
40 El polímero o polímeros poli(diéster de cicloalquileo) pueden incluir también un polímero o polímeros poli(ciclohexanodicarboxilato de alquileo). Entre ellos, un ejemplo específico es el poli(1,4-ciclohexanodicarboxilato de 1,4-ciclohexanodimetanol) (PCCD), que tiene unidades recurrentes de fórmula (8):



45 en la que, tal como se ha descrito usando la fórmula (6), R^2 es un grupo 1,4-ciclohexanodimetileno derivado del 1,4-ciclohexanodimetanol, y T es un anillo de ciclohexano derivado de un ciclohexanodicarboxilato o un equivalente químico del mismo, y puede comprender el isómero cis-, el isómero trans-, o una combinación que comprende al menos uno de los isómeros anteriores.

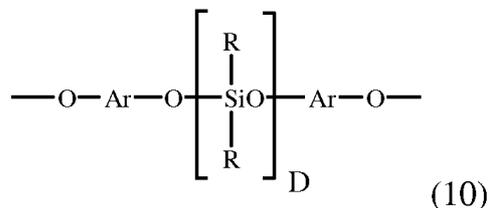
50 Otro copolímero ilustrativo comprende bloques de policarbonato y bloques de polidiorganosiloxano, conocido también como copolímero policarbonato-polisiloxano. Los bloques de policarbonato en el copolímero comprenden unidades estructurales de repetición de fórmula (1) tal como se ha descrito anteriormente, por ejemplo, en la que R^1 es un radical de fórmula (2) tal como se ha descrito anteriormente. Estas unidades pueden derivar de la reacción de compuestos dihidroxi de fórmula (3) tal como se ha descrito anteriormente.

55 Los bloques de polidiorganosiloxano comprenden unidades estructurales de repetición de fórmula (9) (denominados a veces "siloxano" en el presente documento):



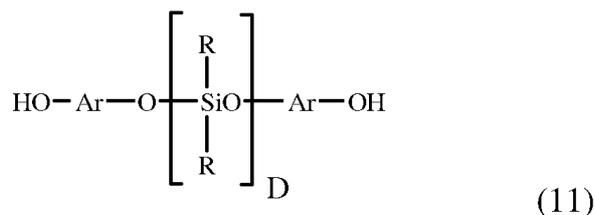
5 en la que, cada vez que aparece, R es igual o diferente, y es un radical orgánico monovalente C₁₋₁₃. Por ejemplo, R puede ser un grupo alquilo C₁₋₁₃, un grupo alcoxi C₁₋₁₃, un grupo alqueno C₂₋₁₃, un grupo alqueno C₂₋₁₃, un grupo cicloalquilo C₃₋₆, un grupo cicloalcoxi C₃₋₆, un grupo arilo C₆₋₁₀, un grupo arilo C₆₋₁₀, un grupo aralquilo C₇₋₁₃, un grupo aralcoxi C₇₋₁₃, un grupo alquil C₇₋₁₃-arilo, un grupo alquil C₇₋₁₃-arilo. Combinaciones de los grupos R anteriores se pueden usar en el mismo copolímero. Generalmente, D puede tener un valor promedio de 2 a 1000, específicamente de 2 a 500, más específicamente de 10 a 75. Cuando D tiene un valor menor, por ejemplo, inferior a 40, puede ser deseable usar una cantidad relativamente mayor del copolímero policarbonato-polisiloxano. A la inversa, cuando D tiene un valor mayor, por ejemplo, superior a 40, puede ser necesario usar una cantidad relativamente menor del copolímero policarbonato-polisiloxano.

15 En una realización, los bloques de polidiorganosiloxano se proporcionan mediante unidades estructurales de repetición de fórmula (10):



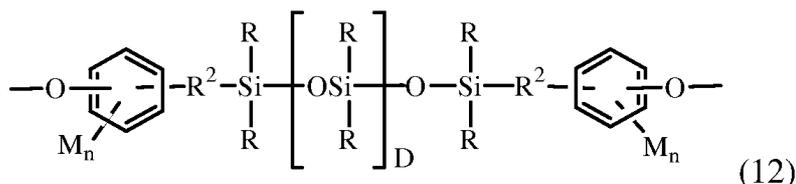
20 en la que D es tal como se ha definido anteriormente; cada R puede ser el mismo o diferente, y es tal como se ha definido anteriormente; y Ar puede ser igual o diferente, y es un radical arileno C_{6-C30}, sustituido o no sustituido, en el que los enlaces están conectados directamente a un resto aromático. Grupos Ar adecuados en la fórmula (10) se pueden derivar de un compuesto dihidroxi-arileno C_{6-C30}, por ejemplo, un compuesto dihidroxi-arileno de fórmula (3), (4), o (7) anterior. También se pueden usar combinaciones que comprenden al menos uno de los compuestos dihidroxi-arilenos anteriores.

25 Tales unidades se pueden derivar del compuesto dihidroxi correspondiente de la fórmula (11) siguiente:



30 en la que Ar y D son tal como se han descrito anteriormente. Compuestos de esta fórmula se pueden obtener mediante la reacción de un compuesto dihidroxi-arileno con, por ejemplo, un alfa, omega-bisacetoxi-polidiorganosiloxano en condiciones de transferencia de fase.

35 En otra realización, los bloques de polidiorganosiloxano comprenden unidades estructurales de repetición de fórmula (12):

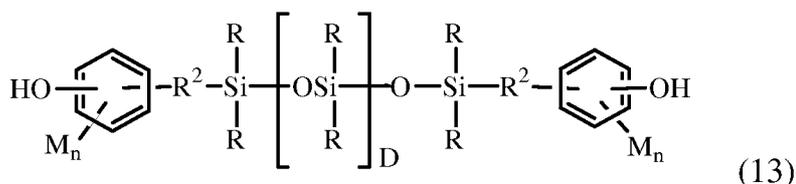


40 en la que R y D son tal como se han descrito anteriormente. R² en la fórmula (12) es un grupo alifático C_{2-C8} divalente; Cada M de la fórmula (12) puede ser igual o diferente, y puede ser ciano, nitro, alquil C_{1-C8}-tio, alquilo C_{1-C8}, alcoxi C_{1-C8}, alqueno C_{2-C8}, alqueno C_{2-C8}, cicloalquilo C_{3-C8}, cicloalcoxi C_{3-C8}, arilo C_{6-C10}, arilo C_{6-C10}, aralquilo C_{7-C12}, aralcoxi C_{7-C12}, alquil C_{7-C12}-arilo, alquil C_{7-C12}-arilo, en la que cada n es independientemente 0,

1, 2, 3 o 4.

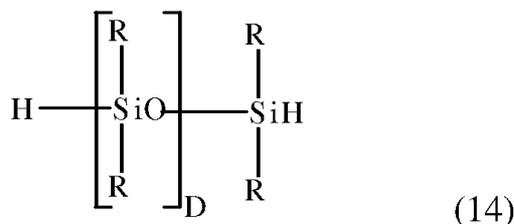
En una realización, M es un grupo alquilo, tal como metilo, etilo o propilo, un grupo alcoxi tal como metoxi, etoxi o propoxi, o un grupo arilo tal como fenilo o toliilo; R² es un grupo dimetileno, trimetileno o tetrametileno; y R es un alquilo C₁-C₈, haloalquilo C₁-C₈ tal como trifluoropropilo, cianoalquilo, o arilo tal como fenilo o toliilo. En otra realización, R es metilo, o una mezcla de metilo y fenilo. En otra realización adicional, M es metoxi, n es uno, R² es un grupo alifático C₁-C₃ divalente, y R es metilo.

Estas unidades se pueden derivar del correspondiente dihidroxi polidiorganosiloxano (13):



en la que R, D, M, R², y n son tal como se han descrito anteriormente.

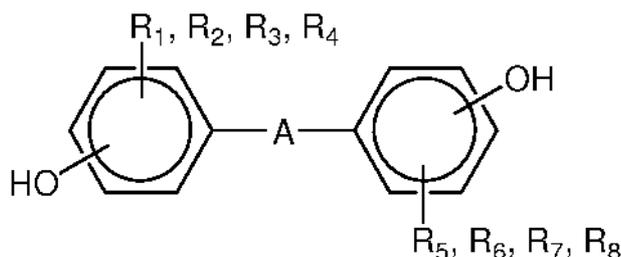
Tales dihidroxi polisiloxanos se pueden preparar llevando a cabo una adición catalizada con platino entre un hidruro de siloxano de fórmula (14),



en la que R y D son tal como se han definido previamente, y un fenol monohídrico alifáticamente insaturado. Fenoles monohídricos alifáticamente insaturados adecuados incluían, por ejemplo, eugenol, 2-alquilfenol, 4-alil-2-metilfenol, 4-alil-2-fenilfenol, 4-alil-2-t-butoxifenol, 4-fenil-2-fenilfenol, 2-metil-4-propilfenol, 2-alil-4,6-dimetilfenol, 2-alil-6-metoxi-4-metilfenol y 2-alil-4,6-dimetilfenol. También se pueden usar mezclas que comprenden al menos uno de los compuestos anteriores.

Se pueden fabricar folicarbonatos adecuados mediante procesos conocidos en la técnica, tales como la polimerización interfacial y la polimerización en estado fundido. Aunque las condiciones de reacción para la polimerización interfacial pueden variar, un proceso ilustrativo implica por lo general disolver o dispersar un reactante de fenol dihidrico en sosa o potasa cáustica, añadir la mezcla resultante a un medio disolvente inmisible con agua adecuado, y poner en contacto los reactantes con un precursor de carbonato en presencia de un catalizador adecuado tal como trietilamina o un catalizador de transferencia de fase, en condiciones de pH controladas, por ejemplo, de 8 a 10. Generalmente, en el proceso de polimerización en estado fundido, los policarbonatos se pueden preparar co-reaccionando, en estado fundido, el reactante o reactantes de dihidroxi y un éster carbonato de diarilo, tal como carbonato de difenilo, en presencia de un catalizador de transesterificación en una mezcladora Banbury®, una extrusora de doble tornillo, o similares, para formar una dispersión uniforme. El fenol monohídrico volátil se elimina de los reactantes fundidos mediante destilación y el polímero se aísla en forma de un residuo fundido.

En realizaciones específicas, la resina de policarbonato se deriva de un compuesto dihidroxi que tiene la estructura de fórmula (I):



Fórmula (I)

en la que R¹ a R⁸ se seleccionan cada uno independientemente entre hidrógeno, nitro, ciano, alquilo C₁-C₂₀, cicloalquilo C₄-C₂₀, y arilo C₆-C₂₀; y A se selecciona entre un enlace, -O-, -S-, -SO₂-, alquilo C₁-C₁₂, aromático C₆-C₂₀

y cicloalifático C₆-C₂₀.

En realizaciones específicas, el compuesto dihidroxi de fórmula (I) es 2,2-bis(4-hidroxifenil) propano (es decir, bisfenol A o BPA). Otros compuestos ilustrativos de fórmula (I) incluyen: 2,2-bis(4-hidroxifenil) propano; 2,2-bis(3-t-butil-4-hidroxifenil) propano; 2,2-bis(3-fenil-4-hidroxifenil) propano; 1,1-bis(4-hidroxifenil) ciclohexano; 4,4'-dihidroxi-1,1-bifenilo; 4,4'-dihidroxi-3,3'-dimetil-1,1-bifenilo; 4,4'-dihidroxi-3,3'-dioctil-1,1-bifenilo; 4,4'-dihidroxidifeniléter; 4,4'-dihidroxidifeniltioéter; y 1,3-bis(2-(4-hidroxifenil)-2-propil)benzeno.

En realizaciones más específicas, la resina de policarbonato es un homopolímero de bisfenol A. La resina de policarbonato puede tener un peso molecular promedio en peso (Mw) de 15 000 a 80 000 daltons (Da), de acuerdo con los patrones para policarbonato, incluyendo un intervalo de 20 000 a 50 000 daltons. El peso molecular se puede medir mediante cromatografía de permeación en gel (GPC), por ejemplo como en el método ASTM D5296. La resina de policarbonato puede ser un policarbonato lineal o ramificado.

Tal como se ha explicado previamente, la mezcla de limpieza comprende la sal sulfonato de alquil arilo, la resina de policarbonato, y agua. En algunos casos, la mezcla de limpieza contiene de un 70 % p/p a un 99,5 % p/p de gránulos de resina de policarbonato (PC) con de un 0,5 a un 30 % p/p de una solución acuosa que comprende de un 10 a un 40 % p/p de al menos una sal sulfonato de alquil arilo. Así, en algunos casos, cuando se usa una solución de sal sulfonato de alquil arilo al 10 % p/p, la mezcla de limpieza puede comprender un 99,5 % p/p de gránulos de policarbonato, un 0,05 % p/p de sal sulfonato de alquil arilo y un 0,45 % p/p de agua (una mezcla de un 99,5 % p/p de gránulos de PC con de un 0,5 % p/p a un 10 % p/p de solución de sal sulfonato de alquil arilo en agua). Cuando se usa una solución de sal sulfonato de alquil arilo acuosa al 10 % p/p con un 70 % p/p de gránulos de policarbonato, la mezcla de limpieza puede comprender un 70 % p/p de gránulos de PC, un 3 % p/p de sal sulfonato y un 27 % p/p de agua. Cuando la mezcla de limpieza comprende una solución de sal sulfonato acuosa al 40 % p/p, la mezcla de limpieza con un 99,5 % p/p de gránulos de PC puede comprender un 99,5 % p/p de gránulos de PC, un 0,2 % p/p de sal sulfonato y un 0,3 % p/p de agua. En los casos en los que se usa una solución de sal sulfonato acuosa al 40 % p/p, la mezcla de limpieza con un 70 % p/p de gránulos de PC puede comprender un 70 % p/p de gránulos de PC, un 12 % p/p de sal sulfonato y un 18 % p/p de agua. Así, en algunos casos, la composición de la mezcla de limpieza que usa de un 10 a un 40 % p/p de solución de sal sulfonato acuosa, puede variar en una cantidad de un 99,5 a un 70 % p/p de gránulos de policarbonato, de un 0,05 a un 12 % p/p de sal sulfonato de alquil arilo y de un 0,3 a un 27 % p/p de agua. En otros casos adicionales, usando de un 20 a un 30 % p/p de solución de sal sulfonato de alquil arilo acuosa, la composición de la mezcla de limpieza puede variar en una cantidad de un 99 a un 90 % p/p de gránulos de policarbonato, de un 0,2 a un 3 % p/p de sal sulfonato de alquil arilo y de un 0,7 a un 8 % p/p de agua.

En realizaciones particulares, la mezcla de limpieza consiste esencialmente en la sal sulfonato de alquil arilo, los gránulos de resina de policarbonato y agua. Algunas impurezas (por ejemplo, sales de ácidos carboxílicos, sales de ácidos grasos, aminas, sales de amonio, sales carbonato, sales bicarbonato) están presentes en una cantidad de 50 ppm o inferior.

Cabe señalar que la mezcla de limpieza (purga) se puede formar fuera del dispositivo de mezcla o bien dentro del dispositivo de mezcla. Por ejemplo, en algunas realizaciones, la resina de policarbonato se añade al dispositivo de mezcla en forma de gránulos. La sal sulfonato de alquil arilo se puede añadir por separado al dispositivo de mezcla, en las proximidades o en la garganta de la extrusora, en forma de solución acuosa.

En el caso en el que la mezcla de purga se forma fuera de la extrusora, los gránulos de policarbonato se pueden mezclar con la solución de sal sulfonato de alquil arilo acuosa en un dispositivo de mezcla convencional. Por ejemplo, se pueden usar agitadores de pintura, mezcladores en V, mezcladores de tambor, tales como cilindros mezcladores, mezcladores de cinta, mezcladores de rejillas, mezcladores de palas, mezcladores de doble cono, mezcladores de tornillo cónico vertical, mezcladores estáticos, mezcladores de alta intensidad no fundente, tal como un mezclador Henschel, o similares, para formar la mezcla de purga. Los gránulos de PC se deben recubrir uniformemente por todos los lados con la solución de sal sulfonato de alquil arilo. En algunos casos específicos, el contenido de gránulos de PC será de un 60 % p/p a un 95 % p/p de la mezcla de purga, y la solución de sal sulfonato de alquil arilo será de un 5 % p/p a un 40 % p/p de la mezcla de purga.

El uso de una solución de sal sulfonato de alquil arilo acuosa potencia la eficacia de la purga proporcionando a la vez la ventaja de usar un disolvente inflamable en el equipo de procesamiento en estado fundido caliente. El agua usada en la preparación de la solución de jabón líquido es un disolvente seguro y no perjudicial para el medio ambiente.

La mezcla de limpieza se usa para limpiar o purgar dispositivos de mezcla que pueden contener una primera resina, antes de usar el dispositivo para preparar una segunda resina diferente. Por ejemplo, el dispositivo de mezcla puede haber sido usado en primer lugar para preparar un policarbonato de un primer color, y después se conmuta para preparar un policarbonato de un segundo color diferente. Cualquier residuo polimérico en el dispositivo de mezcla que tiene el primer color puede contaminar el policarbonato que tiene el segundo color.

El dispositivo de mezcla se pone en contacto con la mezcla de limpieza (purga). La mezcla de limpieza se hace circular entonces a través del dispositivo de mezcla a fin de eliminar el residuo polimérico. Por lo general, el dispositivo de mezcla se calienta a una temperatura de 250 °C a 380 °C mientras se hace circular la mezcla de limpieza. El dispositivo de mezcla se puede hacer funcionar a una velocidad de 50 a 300 revoluciones por minuto (r.p.m.) durante la limpieza. En algunos casos, el dispositivo de mezcla se hace funcionar con la mezcla de purga durante un tiempo de 1 minuto a 20 minutos o, en otros casos, de 5 minutos a 15 minutos. Si se desea, la circulación de limpieza que usa la mezcla de limpieza puede ir seguida de la circulación de una resina de limpieza a través del dispositivo de mezcla. La resina de limpieza contiene una resina de policarbonato sin el aditivo de sal sulfonato de alquil arilo. La mezcla de limpieza se hace circular entonces con la resina de limpieza hasta que no quedan contaminantes (por ejemplo, colorantes, etc.). La resina de limpieza puede tener cualquier tamaño, forma y origen, por ejemplo, puede ser polvo, gránulos, bloques, material molido de nuevo, o cualquier mezcla de los mismos. La mezcla de purga líquida que contiene gránulos de policarbonato y sal sulfonato de alquil arilo efectúa una limpieza de las extrusoras en un tiempo mucho más corto que un detergente líquido comercial de pH elevado (pH superior a 9,0), tal como WISK, depositado como un recubrimiento sobre gránulos de PC, y consigue esta limpieza sin una descomposición significativa de la resina de purga de PC. Esto permite el reciclado de la resina de purga.

En algunos casos, la solución tensioactiva de sal sulfonato de alquil arilo líquida (sin gránulos) se añade al equipo de procesamiento en estado fundido, con frecuencia una extrusora de un solo tornillo o de doble tornillo, seguida de gránulos de policarbonato recubiertos con de un 0,5 a un 10 % p/p de la solución tensioactiva de sal sulfonato de alquil arilo acuosa y la extrusora se hace funcionar a una velocidad de 50 a 300 r.p.m. a fin de efectuar una limpieza eficaz. En otros casos adicionales, la solución tensioactiva de sal sulfonato de arilo líquida se añade a una extrusora a una velocidad de 25 a 150 r.p.m., seguida de gránulos recubiertos con de un 0,5 a un 10 % p/p de la solución de sal sulfonato de alquil arilo acuosa y la extrusora se hace funcionar a una velocidad de 150 a 500 r.p.m.

En algunos casos, el equipo de transporte en estado fundido, por ejemplo, una extrusora de composición, puede tener más de una entrada de alimentación. En determinados casos, dichas entradas está situadas en el primer tercio de la extrusora más alejado de la boquilla de salida. En estas situaciones, a fin de conseguir una limpieza más eficaz, es ventajoso que la entrada (o entradas) más próxima a la boquilla de salida esté taponada, o cerrada de otro modo, cuando se alimentan los gránulos recubiertos con el tensioactivo de sulfonato de arilo por la entrada más alejada de la boquilla de salida. En otros casos, con extrusoras que tienen múltiples entradas (puertos) de alimentación en el 1/3 del tornillo de la extrusora más alejado de la boquilla, se pueden añadir los gránulos a la zona de alimentación más próxima a la boquilla cuando no hay disponibles tapones. En otros casos adicionales, la purga con gránulos recubiertos se puede añadir ventajosamente a la entrada de alimentación (puerto de alimentación) en la que se añaden los colorantes. Cualquier entrada aguas abajo (más próxima a la boquilla) y aún en la sección seca de alimentación/ transporte del tornillo de la extrusora (habitualmente el primer 1/3 del tornillo de la extrusora) más alejada de la boquilla se puede taponar para evitar la formación excesiva de espuma de la purga fuera del puerto de alimentación cercano. Los respiraderos en la extrusora dentro de la porción del tornillo más próxima a la boquilla, en la que se ha establecido la fusión del polímero, no necesitan normalmente ser taponados. Nótese que el taponado es una práctica opcional, la extrusora puede ser purgada sin ningún tapón en su sitio. La formación de espuma es solo una inconveniencia que hace que la purga de gránulos recubiertos con líquido sea menos eficaz.

En otra versión adicional del proceso de purga (limpieza) para un equipo de transporte en estado fundido, una primera porción de gránulos recubiertos con sal sulfonato de alquil arilo se alimenta a la extrusora y se hace funcionar a una velocidad menor de 25 a 150 r.p.m. y seguidamente una segunda porción de gránulos recubiertos con tensioactivo de sulfonato de arilo se alimenta a la extrusora y se hace funcionar a una velocidad mayor de 150 a 500 r.p.m. En algunos casos, los gránulos recubiertos comprenderán de un 0,5 a un 10 % p/p de una solución de sal sulfonato acuosa que tiene un pH de 6,0 a 7,9 y una concentración de un 10 a un 40 % p/p de sal sulfonato de alquil arilo, teniendo la solución acuosa una viscosidad a 23 °C de 0,02 a 1 Pa.s (20 a 1000 centipoises), tal como se mide mediante el método ASTM D445.

En otros casos, el equipo de procesamiento en estado fundido se puede purgar (limpiar) usando una primera porción de una solución de sal sulfonato acuosa tal como se ha descrito anteriormente sin gránulos de resina, seguida de una segunda porción de purga en la que la solución de sal sulfonato está depositada como recubrimiento sobre los gránulos de resina. En algunos casos, los gránulos recubiertos comprenderán de un 1 a un 10 % p/p de una solución de sal sulfonato acuosa que tiene un pH de 6,0 a 7,9, una concentración de un 10 a un 40 % p/p de sal sulfonato de alquil arilo, teniendo la solución acuosa una viscosidad a 23 °C de 20 a 1000 Pa.s (20 a 1000 centipoises), tal como se mide mediante el método ASTM D445.

En algunos casos, por ejemplo, con una extrusora de un solo tornillo o una máquina de moldeo por inyección que usa un solo tornillo para el transporte en estado fundido, si la purga de gránulos recubiertos está demasiado húmeda (demasiado resbaladiza), los gránulos de purga recubiertos pueden tender a moverse en molinete (girar en la zona de alimentación sin ser transportados por el tornillo hacia la parte baja del tambor). En otros casos, puede haber también una formación excesiva de espuma. Estas ocasiones ocurren más frecuentemente en extrusoras de un solo tornillo cuando la purga de gránulos se prepara con más de un 10 % p/p de la solución de sal sulfonato de alquil arilo. En estos casos, la purga de gránulos no era transportada eficazmente por la extrusora de un solo tornillo de la máquina de moldeo. Se descubrió de modo sorprendente que un nivel bajo de un 0,2 a un 5 % p/p, específicamente

de un 0,5 a un 5 % p/p, más específicamente de un 1 a un 3 % p/p de solución de sal sulfonato acuosa que recubre los gránulos era más eficaz en extrusoras de un solo tornillo. Análogamente, para su uso en una extrusora de un solo tornillo, una solución de sal sulfonato al 20 % que comprende solamente de un 0,2 a un 0,6 % p/p de sal sulfonato de alquil arilo puede estar presente en la mezcla de limpieza. Es muy sorprendente que este nivel tan bajo

5 de sal sulfonato de alquil arilo en combinación con gránulos de policarbonato pueda ser tan eficaz en cuanto a mejorar la limpieza de un equipo de procesamiento en estado fundido.

Se ha considerado previamente que se podían preparar cuatro combinaciones diferentes de policarbonato con sal sulfonato de alquil arilo: (1) solución de sal sulfonato de alquil arilo depositada como recubrimiento sobre gránulos de PC, (2) solución de sal sulfonato de alquil arilo depositada como recubrimiento sobre polvo de PC, (3) polvo de sal sulfonato de alquil arilo sólida sobre gránulos de PC; y (4) polvo de sal sulfonato de alquil arilo sólida sobre polvo de PC. Sin embargo, la combinación de solución de sal sulfonato de alquil arilo depositada como recubrimiento sobre gránulos de PC era sorprendentemente más eficaz que las otras opciones como compuesto de purga o de limpieza para un equipo de procesamiento en estado fundido con transportador de tornillo. La mezcla líquida, particularmente a un pH de 6,0 a 7,9, produce una eliminación mucho más rápida de los residuos de la resina extruida previamente y de los contaminantes que las otras tres opciones enumeradas anteriormente. Una sal sulfonato de alquil arilo relativamente más densa depositada como recubrimiento sobre los gránulos puede ser tan eficaz como una solución acuosa. No obstante, la solución de sal sulfonato de alquil arilo acuosa no debe ser muy viscosa, lo que puede impedir su mezcla con los gránulos. La solución de sal sulfonato de alquil arilo puede tener una viscosidad a 23 °C de 0,02 a 1 Pa.s (20 a 1000 centipoises), tal como se mide mediante el método ASTM D445.

10
15
20

Este proceso de purgar rápidamente mezclas de policarbonato sin producir una degradación de la resina es especialmente útil en el cambio del equipo de procesamiento en estado fundido de un color a otro. Los colorantes que se pueden purgar en el proceso de la presente divulgación incluyen: verde disolvente 3, verde disolvente 28, verde disolvente 38, verde pigmento 50, verde pigmento 36, rojo disolvente 52, rojo disolvente 101, rojo disolvente 111, rojo disolvente 135, rojo disolvente 169, rojo disolvente 179, rojo disolvente 207, rojo pigmento 101, rojo disperso 22, rojo cuba 41, naranja disolvente 60, naranja disolvente 63, naranja disperso 47, violeta disolvente 13, violeta disolvente 14, violeta disolvente 36, violeta disperso 26/31, azul pigmento 29, azul pigmento 60, azul pigmento 15.4 ftalocianina de cobre, azul disperso 73, azul disolvente 97, azul disolvente 101, azul disolvente 104, azul disolvente 122, azul disolvente 138, amarillo pigmento 53, amarillo pigmento 138, amarillo pigmento 139, amarillo disperso 201, amarillo disolvente 33, amarillo disolvente 114, amarillo disolvente 93, amarillo disolvente 98, amarillo disolvente 163, amarillo disolvente 160:1, amarillo disolvente 188, marrón pigmento 24, negro amino cetona, óxidos de cromo, negro de carbón, negro de canal, negro pigmento 6, sulfuro de zinc, óxido de zinc, dióxido de titanio (TiO₂), y mezclas de los mismos. También se pueden eliminar colorantes que tienen una alta afinidad por las superficies metálicas tales como pigmentos y colorantes basados en ftalocianina y antraquinona, negro de carbón, negro de canal y mezclas de los mismos.

25
30
35

En algunos casos, el colorante TiO₂ estará encapsulado por una cubierta inorgánica que comprende sílice, alúmina, sílice alúmina, o una mezcla de los mismos, estando la cubierta inorgánica además pasivada con un compuesto de silicio, por ejemplo, un silano (funcionalidad Si-H) o un compuesto alcoxi silano o una mezcla de los mismos. El TiO₂ puede tener un tamaño de partícula de 0,05 a 10 micrómetros. En otros casos, el tamaño de partícula del TiO₂ será de 0,1 a 1,0 micrómetros.

40

El gránulo o gránulos de resina de policarbonato que forman parte de la mezcla de limpieza se hacen circular a través del dispositivo de mezcla como parte del proceso de limpieza. Tras salir del dispositivo, esta resina de policarbonato se puede denominar "resina purgada". Esta resina purgada puede ser recuperada para otros usos o reciclada. En realizaciones, la resina purgada tendrá un peso molecular promedio en peso (Mw) que está dentro del 30 % del Mw de los gránulos de resina de policarbonato (antes de purgar). En otras palabras, el Mw de la resina purgada es al menos un 70 % del Mw del gránulo o gránulos de resina de policarbonato que se usaron en la mezcla de limpieza. La resina purgada puede tener también un contenido de grupos terminales fenólicos de 100 ppm o inferior, y/o un contenido de halógeno de 100 ppm o inferior. En algunas realizaciones, el gránulo o gránulos de resina de policarbonato iniciales usados en la mezcla de limpieza tiene un Mw inicial de 10 000 a 80 000 daltons tal como se determina mediante el método ASTM D5296 usando patrones de calibración para policarbonato. En otros casos, el Mw del PC inicial será de 20 000 a 50 000 daltons.

45
50
55

El contenido de halógeno, específicamente el contenido de bromo y cloro, se puede determinar mediante diversos métodos conocidos en la técnica, tal como, por ejemplo, análisis de combustión, espectroscopía de masas, espectroscopía de emisión atómica, absorción atómica, plasma de acoplamiento inductivo (ICP) y métodos de rayos x tales como fluorescencia de rayos x (XRF). Ejemplos de tales métodos son los métodos ASTM D808, D6247 y D6349.

60

En realizaciones particulares de este proceso, la mezcla de limpieza se usa para limpiar un dispositivo de mezcla que contiene residuos de un polímero anterior. Los gránulos de resina de purga de policarbonato tienen deseablemente un Mw que es al menos un 10 % mayor que el del polímero anterior. En realizaciones particulares, el polímero anterior es un policarbonato también.

65

En una descripción más detallada, la operación de purga se efectúa normalmente llevando a cabo las siguientes etapas. La producción de extrusión por la extrusora se detiene, es decir, se detiene la alimentación a la extrusora y el tornillo de la extrusora se hace funcionar hasta que la extrusora parece vacía de la resina precedente (que puede ser un policarbonato u otra resina polimérica que contiene policarbonato). La boquilla de la extrusora (cabezal de extrusión) que contiene el troquel y el filtro de extrusión, si lo hay, puede no ser necesario retirarla de la extrusora. La temperatura de la extrusora se puede mantener generalmente a la temperatura de operación elevada. La mezcla de limpieza líquida que comprende gránulos de resina de policarbonato y la sal sulfonato de alquil arilo se puede alimentar a la tolva de alimentación y la entrada del tornillo. El tornillo se hace funcionar para alimentar y compactar la mezcla de limpieza a medida que atraviesa el tambor de la extrusora, formando prácticamente un flujo pistón de la mezcla de limpieza según sale de la extrusora, eliminando cualquier residuo polimérico (contaminantes tales como residuos de colorante, resinas degradadas, geles y puntos negros, carbón) y transportándolo junto con la resina purgada que sale. La cantidad de mezcla de limpieza necesaria se puede juzgar visualmente por la ausencia de contaminantes y residuos de la extrusora. Al compuesto de purga le sigue normalmente una resina de limpieza para transportar todos los contaminantes de la extrusora. El policarbonato siguiente se puede procesar entonces a través del dispositivo de mezcla.

Aunque sin limitarse a ningún mecanismo o modo de acción, se cree que los gránulos recubiertos con la solución de sal sulfonato de alquil arilo se deslizan hacia abajo del tornillo de la extrusora más lejos que otros tipos de materiales de limpieza hasta alcanzar la zona de transición del equipo de procesamiento en estado fundido en donde están frecuentemente los niveles más elevados de depósito. Los gránulos no están completamente fundidos sino que están en forma sólida o semisólida o parcialmente fundida permitiendo una acción abrasiva. La sal sulfonato de alquil arilo permite además la limpieza y el despegado de colorantes de las superficies metálicas, pero con la pureza y pH apropiados de modo que no produce una degradación (pérdida de peso molecular) de los gránulos de resina de policarbonato. La pérdida de peso molecular del PC reduce la viscosidad en estado fundido e impide la limpieza y el transporte para eliminar los contaminantes del tornillo y el tambor de la máquina.

Los procesos de la presente divulgación son útiles para prevenir o reducir la degradación de policarbonatos que se procesan posteriormente en el dispositivo de mezcla. Los procesos son también útiles para mezclas de policarbonatos, por ejemplo, aquellas que contienen modificadores elastoméricos tales como MBS y ABS y polímeros de adición vinílica tales como SAN y PMMA. Ejemplos de modificadores elastoméricos son metacrilato butadieno estireno (MBS), butadieno injertado con SAN, copolímeros de bloque estireno butadieno (SBS), copolímeros de bloque estireno butadieno hidrogenados (SEBS), así como caucho acrílico y caucho de acrilato estireno acrilonitrilo (ASA). En otros casos adicionales, la mezcla que contiene policarbonato puede comprender también mezclas con poliésteres termoplásticos tales como PET (poli(tereftalato de etileno)), PBT (poli(tereftalato de butileno)), poli(tereftalato de propileno) (PPT), PCT (poli(tereftalato de ciclohexano dimetanol)), PEN (poli(naftanoato de etileno)), y PLA (ácido poliláctico), combinaciones que comprenden al menos uno de los poliésteres anteriores. Las mezclas policarbonato poliéster pueden comprender adicionalmente modificadores elastoméricos tales como MBS, ABS o mezclas de los mismos.

La mezcla de limpieza (solución o líquido de sal sulfonato de alquil arilo y gránulos de PC) y la resina de limpieza se pueden usar tras cualquier resina o mezcla de resina coloreada que contiene policarbonato a fin de limpiar un dispositivo de mezcla. La mezcla de limpieza y la resina de limpieza se pueden usar también tras un cambio de especie molecular, por ejemplo, limpiando un polímero o copolímero que contiene bromo, cloro o fosfato o mezclas que contienen un aditivo bromado, clorado o de fosfato antes de hacer circular un polímero posterior a través del dispositivo de mezcla. Por ejemplo, la mezcla de limpieza se puede usar para limpiar un dispositivo de mezcla tras la extrusión de un copolímero de policarbonato bromado o una mezcla PC-ABS con fosfato de triarilo. La limpieza y el cambio también pueden ser tras hacer circular carbonatos de poliéster o copolímeros de silicona policarbonato, o un homopolímero de policarbonato de BPA convencional o mezclas a través del dispositivo de mezcla.

Las mezclas de limpieza de la presente divulgación ofrecen algunas ventajas con respecto a los detergentes líquidos usados comúnmente. Se necesita menos resina para purgar el dispositivo de mezcla. La resina que se usa para el proceso de purga se degrada menos y, por tanto, se puede recuperar o reciclar para otros usos. El dispositivo de mezcla se puede hacer funcionar a una velocidad de extrusión más elevada. La limpieza y el cambio conllevan menos tiempo y la mayoría de las veces se pueden efectuar sin desmontar el equipo y retirar el tornillo. Esto permite que el dispositivo de mezcla, que representa una gran inversión de capital, tenga mayor disponibilidad para la fabricación y la producción. La temperatura del dispositivo de mezcla también se mantiene y no hay formación de espuma. Al tener las operaciones de purga más eficaces descritas en el presente documento, es menos necesario sacar (retirar) el tornillo transportador de la masa fundida del equipo de procesado, esto no solo ahorra tiempo (haciendo más eficaz la operación de fabricación) sino que también reduce el posible daño del equipo durante la retirada del tornillo. Asimismo una disminución de las retiradas del tornillo mejora la seguridad al reducir la exposición del operador al plástico fundido, y a los posibles gases allí generados, durante la retirada y posterior limpieza del tornillo.

La resina de PC purgada muestra generalmente una buena conservación del Mw y una degradación limitada tras la extrusión, tal como se evidencia por la baja concentración de grupos terminales fenólicos. En algunos casos, la resina purgada tiene un contenido de OH fenólico inferior a 100 ppm. La concentración de grupos terminales

fenólicos se puede analizar mediante varios métodos espectroscópicos y de valoración conocidos en la técnica. Los métodos espectroscópicos incluyen infrarrojos y resonancia magnética nuclear. Puede ser ventajoso preparar derivados de los grupos terminales del polímero para potenciar la sensibilidad de la medición usando variaciones de los métodos tal como describen K. P. Chan et al., *Macromolecules*, vol. 27, pág. 6731 (1994) y J. S. Chao, *Polymer Bull.*, vol. 17, pág. 397 (1987).

A continuación se exponen algunas realizaciones del proceso y la mezcla de limpieza divulgados en el presente documento.

10 Realización 1: Un proceso para limpiar el equipo de procesamiento en estado fundido usado para componer, moldear o extruir resinas que contienen policarbonato, que comprende:

15 purgar el equipo de procesamiento en estado fundido con una mezcla de limpieza (purga) que comprende de un 50 a un 99,5 % p/p de gránulos de resina de policarbonato y de un 0,5 a un 50 % p/p de una solución acuosa que contiene una sal sulfonato de alquil arilo, en el que la sal sulfonato de alquil arilo está presente en la solución en una cantidad de un 0,2 a un 50 % p/p de la solución, teniendo la solución un pH de 6,0 a 7,9; calentar el equipo de procesamiento en estado fundido a una temperatura de 250 a 380 °C; y hacer funcionar el equipo para obtener una resina purgada mientras se limpia el equipo de procesamiento en estado fundido.

20 Realización 2: El proceso de la realización 1, en el que la sal sulfonato de alquil arilo está presente en la solución en una cantidad de un 5 a un 50 % p/p de la solución.

25 Realización 3: El proceso de cualquiera de las realizaciones 1-2, que comprende adicionalmente: alimentar una primera porción de gránulos recubiertos con tensioactivo de sulfonato de arilo al equipo de procesamiento en estado fundido, haciendo funcionar el equipo de procesamiento en estado fundido a una velocidad de 25 a 150 r.p.m.; y alimentar una segunda porción de gránulos recubiertos con tensioactivo de sulfonato de arilo al equipo de procesamiento en estado fundido, haciendo funcionar el equipo de procesamiento en estado fundido a una velocidad de 150 a 500 r.p.m. Los gránulos recubiertos comprenden de un 1 a un 10 % p/p de una solución de sal sulfonato acuosa que tiene un pH de 6,0 a 7,9, una concentración de un 10 a un 40 % p/p de sal sulfonato de alquilarilo, teniendo la solución acuosa una viscosidad a 23 °C de 0,02 a 1 Pa.s (20 a 1000 centipoises), tal como se mide mediante el método ASTM D445.

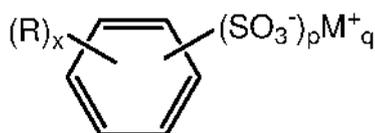
35 Realización 4: El proceso de cualquiera de las realizaciones 1-3, en el que la sal sulfonato de alquil arilo se añade a la mezcla de limpieza como solución acuosa con un pH de 6,0 a 7,0 y que contiene de un 10 a un 40 % p/p de sal sulfonato de aril alquilo.

40 Realización 5: El proceso de la realización 1, en el que la sal sulfonato de alquil arilo está presente en la solución en una cantidad de un 0,005 a un 12 % p/p de la solución.

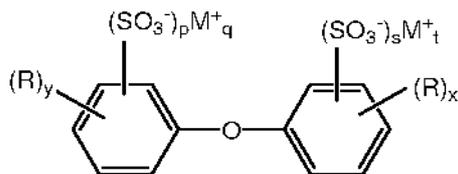
Realización 6: El proceso de la realización 5, en el que la sal sulfonato de alquil arilo está presente en la solución en una cantidad de un 0,2 a un 5 % p/p de la solución.

45 Realización 7: El proceso de cualquiera de las realizaciones 5-6, en el que la sal sulfonato de alquil arilo está presente en la solución en una cantidad de un 0,5 a un 5 % p/p de la solución.

Realización 8: El proceso de cualquiera de las realizaciones 1-7, en el que la sal sulfonato de alquil arilo tiene una de las siguientes estructuras:



Fórmula (B)

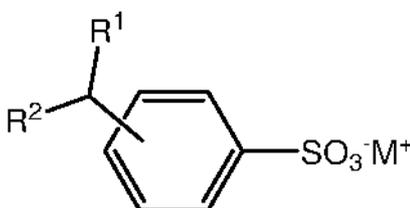


Fórmula (E)

5 en la que cada M es un catión de un metal alcalino o de un metal alcalino-térreo, cada R es independientemente alquilo que tiene de 1 a 36 átomos de carbono; x es de 1 a 5; y es de 0 a 5; p es de 1 a 3; q es de 1 a 3; s es de 0 a 3; y t es de 0 a 3.

Realización 9: El proceso de la realización 8, en el que $x = 1$ e $y = 1$.

10 Realización 10: El proceso de la realización 8, en el que la sal sulfonato de alquil arilo tiene la estructura de la fórmula (B) y en el que la fórmula (B) tiene la siguiente estructura:



Fórmula (F)

15 en la que M es un catión de un metal alcalino o de un metal alcalino-térreo; R^1 es un grupo alquilo que contiene de 5 a 35 átomos de carbono; y R^2 es hidrógeno o un grupo alquilo con de 1 a 12 átomos de carbono, teniendo R^1 y R^2 no más de 36 átomos de carbono en total.

20 Realización 11: El proceso de cualquiera de la realizaciones 1-10, en el que la sal sulfonato de alquil arilo es una sal sulfonato de alquil benceno.

Realización 12: El proceso de cualquiera de la realizaciones 1-11, en el que la resina purgada tienen un peso molecular promedio en peso (Mw) dentro del 30 % de la resina de policarbonato antes de purgar y un contenido de grupos terminales fenólicos de 100 ppm o inferior.

25 Realización 13: El proceso de cualquiera de la realizaciones 1-12, en el que la solución de sal sulfonato de alquil arilo tiene 50 ppm o menos de sales de ácidos carboxílicos, sales de ácidos grasos, sales de amonio, aminas, sales carbonato, sales bicarbonato, o una mezcla de los mismos.

30 Realización 14: El proceso de cualquiera de la realizaciones 1-13, en el que el equipo de procesamiento en estado fundido está contaminado con un colorante de al menos uno de los siguientes: verde disolvente 3, verde disolvente 28, verde disolvente 38, verde pigmento 50, verde pigmento 36, rojo disolvente 52, rojo disolvente 101, rojo disolvente 111, rojo disolvente 135, rojo disolvente 169, rojo disolvente 179, rojo disolvente 207, rojo pigmento 101, rojo disperso 22, rojo cuba 41, naranja disolvente 60, naranja disolvente 63, naranja disperso 47, violeta disolvente 13, violeta disolvente 14, violeta disolvente 36, violeta disolvente 50, violeta disperso 26/31, azul pigmento 29, azul pigmento 60, azul pigmento 15.4 ftalocianina de cobre, azul disperso 73, azul disolvente 97, azul disolvente 101, azul disolvente 104, azul disolvente 122, azul disolvente 138, amarillo pigmento 53, amarillo pigmento 138, amarillo pigmento 139, amarillo disperso 201, amarillo disolvente 33, amarillo disolvente 114, amarillo disolvente 93, amarillo disolvente 98, amarillo disolvente 163, amarillo disolvente 160:1, amarillo disolvente 188, marrón pigmento 24, negro amino cetona, óxidos de cromo, negro de carbón, negro de canal, negro pigmento 6, sulfuro de zinc, óxido de zinc, dióxido de titanio, y mezclas de los mismos.

45 Realización 15: El proceso de la realización 14, en el que el colorante comprende dióxido de titanio, y el dióxido de titanio está pasivado con un compuesto que contiene silicón y tiene un tamaño de partícula de 0,1 a 3,0 micrómetros.

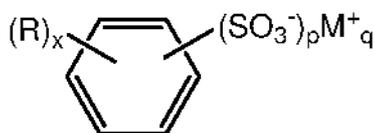
Realización 16: El proceso de cualquiera de las realizaciones 1-15, en el que el equipo de procesamiento en estado fundido es una extrusora con una relación longitud/diámetro (L/D) de 20:1 a 40:1 y un diámetro de tornillo de 12,7 a 203 mm (0,5 a 8,0 pulgadas) y se hace funcionar a una velocidad de 50 a 500 r.p.m. a una temperatura de 250 a

380 °C.

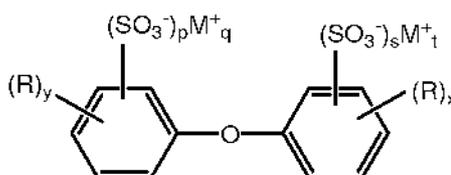
- 5 Realización 17: El proceso de cualquiera de las realizaciones 1-16, en el que la resina purgada tiene 100 ppm o menos de halógeno.
- 10 Realización 18: El proceso de cualquiera de las realizaciones 1-17, en el que los gránulos de resina de policarbonato en la mezcla de limpieza tienen un peso molecular promedio en peso (Mw) al menos un 10 % mayor que una resina de policarbonato que se ha hecho circular previamente en el equipo de procesamiento en estado fundido, en el que el Mw se determina mediante el método ASTM D5296 usando patrones para policarbonato.
- 15 Realización 19: El proceso de cualquiera de las realizaciones 1-18, en el que la solución de sal sulfonato de alquil arilo acuosa tiene una viscosidad a 23 °C de 0,02 a 1 Pa.s (20 a 1000 centipoises), tal como se mide mediante el método ASTM D445.
- 20 Realización 20: El proceso de cualquiera de las realizaciones 1-19, en el que los gránulos de resina de policarbonato son cilindros con una longitud promedio de 2,0 a 6,0 mm y un diámetro promedio de 0,5 a 4,0 mm.
- Realización 21: El proceso de cualquiera de las realizaciones 1-21, en el que los gránulos de resina de policarbonato tienen al menos una cara angular.
- 25 Realización 22: El proceso de la realización 20, y en el que las superficies que definen la cara angular forman un ángulo de 60 a 120 grados.
- Realización 23: El proceso de cualquiera de las realizaciones 1-22, en el que los gránulos de resina de policarbonato tienen al menos una cara angular y en el que las superficies que definen la cara angular forman un ángulo de 80 a 100 grados.
- 30 Realización 24: El proceso de cualquiera de las realizaciones 1-23, en el que los gránulos de resina de policarbonato tienen una densidad aparente, tal como se mide mediante el método ASTM D1895, de 0,5 a 0,9 g/cm³.
- Realización 25: El proceso de cualquiera de las realizaciones 1-24, en el que los gránulos de resina de policarbonato son un homopolímero de bisfenol A.
- 35 Realización 26: El proceso de cualquiera de las realizaciones 1-10 o 12-25, en el que la sal sulfonato de alquil arilo contiene más de un grupo sulfonato.
- Realización 27: El proceso de cualquiera de las realizaciones 1-26, en el que un grupo arilo de la sal sulfonato de alquil arilo es un grupo fenilo, naftilo, bifenilo o difenil éter.
- 40 Realización 28: El proceso de cualquiera de las realizaciones 1-27, en el que la sal sulfonato de alquil arilo contiene un metal alcalino o un metal alcalino-térreo.
- Realización 29: El proceso de cualquiera de las realizaciones 1-28, en el que el dispositivo de mezcla tiene un solo tornillo para el transporte en estado fundido.
- 45 Realización 30: El proceso de cualquiera de las realizaciones 1-29, en el que el dispositivo de mezcla es una extrusora de un solo tornillo que tiene un diámetro de tornillo de 12,7 a 203 mm (0,5 a 8,0 pulgadas) que es parte de una máquina de moldeo de termoplásticos.
- 50 Realización 31: El proceso de cualquiera de las realizaciones 29-30, en el que la extrusora de un solo tornillo es parte de una máquina de moldeo y es al menos uno de los siguientes; una máquina de moldeo por inyección, una máquina de moldeo por soplado, una máquina de moldeo por soplado-inyección, una máquina de moldeo por soplado-extrusión, una máquina de moldeo por soplado-estirado, una máquina de moldeo asistida por gas, una máquina de moldeo hidráulica, una máquina de moldeo mecánica, y una máquina de moldeo eléctrica.
- 55 Realización 32: El proceso de cualquiera de las realizaciones 1-31, en el que el dispositivo de mezcla es una extrusora de doble tornillo engranado.
- 60 Realización 33: El proceso de cualquiera de las realizaciones 1-32, en el que la solución acuosa se añade al equipo de procesamiento en estado fundido seguida de los gránulos de policarbonato recubiertos con de un 0,5 a un 10 % de la solución acuosa tensioactiva y la extrusora se hace funcionar a una velocidad de 50 a 500 r.p.m.
- 65 Realización 34: El proceso de cualquiera de las realizaciones 1-33, en el que la solución acuosa se añade al equipo de procesamiento en estado fundido a una velocidad de 25 a 150 r.p.m., seguida de los gránulos de policarbonato recubiertos con un 0,5 a un 10 % de la solución de sal sulfonato de alquil arilo acuosa y la extrusora se hace funcionar a una velocidad de 150 a 300 r.p.m.

- 5 Realización 35: El proceso de cualquiera de las realizaciones 1-34, en el que el equipo de procesamiento en estado fundido tiene más de una entrada de alimentación y las entradas están situadas en el primer tercio de la extrusora más alejado de la boquilla de salida, en el que las entradas más próximas a la boquilla de salida están cerradas cuando se alimentan los gránulos recubiertos con el tensioactivo de sulfonato de arilo por la entrada más alejada de la boquilla de salida.
- 10 Realización 36: El proceso de cualquiera de las realizaciones 1-35, en el que el equipo de procesamiento en estado fundido tiene más de una entrada de alimentación y en el que los gránulos de policarbonato recubiertos con la solución acuosa tensioactiva se alimentan por al menos una entrada de alimentación en la que se añade al menos un colorante.
- 15 Realización 37: El proceso de cualquiera de las realizaciones 1-36, en el que los gránulos tienen una forma distinta a una forma esférica u ovoide
- 20 Realización 38: El proceso de cualquiera de las realizaciones 1-37, en el que los gránulos de resina de policarbonato tienen al menos una cara angular y en el que las superficies que definen la cara angular forman un ángulo de 80 a 100 grados.
- Realización 39: Una mezcla de limpieza que comprende: una sal sulfonato de alquil arilo, gránulos de resina de policarbonato, y agua, teniendo la mezcla un pH de 6,0 a 7,9.
- 25 Realización 40: La mezcla de limpieza de la realización 39, en la que la sal sulfonato de alquil arilo es sulfonato de dodecil benceno sódico.
- Realización 41: La mezcla de limpieza de cualquiera de las realizaciones 39-40, en la que la sal sulfonato de alquil arilo está presente en la solución en una cantidad de un 5 a un 50 % p/p de la solución.
- 30 Realización 42: La mezcla de limpieza de cualquiera de las realizaciones 39-41, en la que los gránulos de resina de policarbonato son de un 70,0 a un 99,5 % p/p de la mezcla de limpieza.
- Realización 43: La mezcla de limpieza de cualquiera de las realizaciones 39-42, en la que el agua está presente en una cantidad de un 0,3 a un 27,0 % p/p de la mezcla de limpieza.
- 35 Realización 44: La mezcla de limpieza de cualquiera de las realizaciones 39-43, en la que el pH es de 6,0 a 7,0.
- Realización 45: La mezcla de limpieza de cualquiera de las realizaciones 39-44, en la que la sal sulfonato de alquil arilo y el agua forman una solución acuosa que tiene una viscosidad a 23 °C de 0,02 a 1 Pa.s (20 a 100 centipoises), tal como se mide mediante el método ASTM D445.
- 40 Realización 46: La mezcla de limpieza de cualquiera de las realizaciones 39-45, en la que los gránulos de resina de policarbonato son cilindros con una longitud promedio de 2,0 a 6,0 mm y un diámetro promedio de 0,5 a 4,0 mm.
- 45 Realización 47: La mezcla de limpieza de cualquiera de las realizaciones 39-46, en la que los gránulos de resina de policarbonato tienen una densidad aparente, tal como se mide mediante el método ASTM D1895, de 0,5 a 0,9 g/cm³.
- Realización 48: La mezcla de limpieza de cualquiera de las realizaciones 39-47, en la que los gránulos de resina de policarbonato tienen al menos una cara angular.
- 50 Realización 49: La mezcla de limpieza de la realización 48, en la que las superficies que definen la cara angular forman un ángulo de 60 a 120 grados.
- Realización 50: La mezcla de limpieza de cualquiera de las realizaciones 48-49, en la que las superficies que definen la cara angular forman un ángulo de 80 a 100 grados.
- 55 Realización 51: La mezcla de limpieza de cualquiera de las realizaciones 39-50, en la que la sal sulfonato de alquil arilo está presente en una cantidad de un 0,005 % p/p a un 12 % p/p de la mezcla de limpieza.
- Realización 52: La mezcla de limpieza de cualquiera de las realizaciones 39-51, en la que la sal sulfonato de alquil arilo está presente en la solución en una cantidad de un 0,2 a un 5 % p/p de la solución.
- 60 Realización 53: La mezcla de limpieza de cualquiera de las realizaciones 39-52, en la que la sal sulfonato de alquil arilo está presente en la solución en una cantidad de un 0,5 a un 5 % p/p de la solución.
- 65 Realización 54: La mezcla de limpieza de cualquiera de las realizaciones 39-50, en la que la sal sulfonato de alquil arilo se añade a la mezcla de limpieza en forma de una solución acuosa con un pH de 6,0 a 7,0 y que contiene de un 10 a un 40 % p/p de la sal sulfonato de alquil arilo.

Realización 55: La mezcla de limpieza de cualquiera de la realizaciones 39-53, en la que la sal sulfonato de alquil arilo tiene una de las siguientes estructuras:



Fórmula (B)

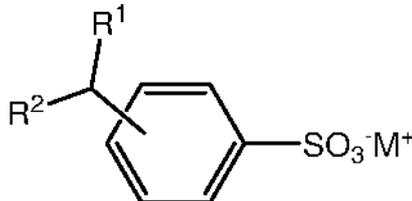


Fórmula (E)

5 en la que cada M es un catión de un metal alcalino o de un metal alcalino-térreo, cada R es independientemente alquilo que tiene de 1 a 36 átomos de carbono; x es de 1 a 5; y es de 0 a 5; p es de 1 a 3; q es de 1 a 3; s es de 0 a 3; y t es de 0 a 3.

10 Realización 56: La mezcla de limpieza de la realización 55, en la que $x = 1$ e $y = 1$.

Realización 57: La mezcla de limpieza de la realización 55, en la que la sal sulfonato de alquil arilo tiene la estructura de la fórmula (B) y en la que la fórmula (B) tiene la siguiente estructura:



Fórmula (F)

15 en la que M es un catión de un metal alcalino o de un metal alcalino-térreo; R^1 es un grupo alquilo que contiene de 5 a 35 átomos de carbono; y R^2 es hidrógeno o un grupo alquilo con de 1 a 12 átomos de carbono, teniendo R^1 y R^2 no más de 36 átomos de carbono en total.

20 Realización 58: La mezcla de limpieza de cualquiera de la realizaciones 39-57, en la que la sal sulfonato de alquill arilo es una sal sulfonato de alquil benceno.

Realización 59: La mezcla de limpieza de cualquiera de la realizaciones 39-58, en la que la solución de sal sulfonato de alquil arilo tiene 50 ppm o menos de sales de ácidos carboxílicos, sales de ácidos grasos, sales de amonio, aminas, sales carbonato, sales bicarbonato, o una mezcla de los mismos.

25 Realización 60: La mezcla de limpieza de cualquiera de la realizaciones 39-59, en la que el equipo de procesamiento en estado fundido está contaminado con un colorante de al menos uno de los siguientes: verde disolvente 3, verde disolvente 28, verde disolvente 38, verde pigmento 50, verde pigmento 36, rojo disolvente 52, rojo disolvente 101, rojo disolvente 111, rojo disolvente 135, rojo disolvente 169, rojo disolvente 179, rojo disolvente 207, rojo pigmento 101, rojo disperso 22, rojo cuba 41, naranja disolvente 60, naranja disolvente 63, naranja disperso 47, violeta disolvente 13, violeta disolvente 14, violeta disolvente 36, violeta disolvente 50, violeta disperso 26/31, azul pigmento 29, azul pigmento 60, azul pigmento 15.4 ftalocianina de cobre, azul disperso 73, azul disolvente 97, azul disolvente 101, azul disolvente 104, azul disolvente 122, azul disolvente 138, amarillo pigmento 53, amarillo pigmento 138, amarillo pigmento 139, amarillo disperso 201, amarillo disolvente 33, amarillo disolvente 114, amarillo disolvente 93, amarillo disolvente 98, amarillo disolvente 163, amarillo disolvente 160:1, amarillo disolvente 188, marrón pigmento 24, negro amino cetona, óxidos de cromo, negro de carbón, negro de canal, negro pigmento 6, sulfuro de zinc, óxido de zinc, dióxido de titanio, y mezclas de los mismos.

Realización 61: La mezcla de limpieza de la realización 60, en la que el colorante comprende dióxido de titanio, y el dióxido de titanio está pasivado con un compuesto que contiene silicona y tiene un tamaño de partícula de 0,1 a 3,0 micrómetros.

5 Realización 62: La mezcla de limpieza de cualquiera de las realizaciones 39-61, en la que la solución de sal sulfonato de alquil arilo acuosa tiene una viscosidad a 23 °C de 0,02 a 1 Pa.s (20 a 1000 centipoises) , tal como se mide mediante el método ASTM D445.

10 Realización 63: La mezcla de limpieza de cualquiera de las realizaciones 39-62, en la que los gránulos de resina de policarbonato son cilindros con una longitud promedio de 2,0 a 6,0 mm y un diámetro promedio de 0,5 a 4,0 mm.

Realización 64: La mezcla de limpieza de cualquiera de las realizaciones 39-63, en la que los gránulos de resina de policarbonato tienen una densidad aparente, tal como se mide mediante el método ASTM D1895, de 0,5 a 0,9 g/cm³.

15 Realización 65: La mezcla de limpieza de cualquiera de las realizaciones 39-64, en la que los gránulos de resina de policarbonato son un homopolímero de bisfenol A.

20 Realización 66: La mezcla de limpieza de cualquiera de las realizaciones 39-57 o 59-65, en la que la sal sulfonato de alquil arilo contiene más de un grupo sulfonato.

Realización 67: La mezcla de limpieza de cualquiera de las realizaciones 39-66, en la que un grupo arilo de la sal sulfonato de alquil arilo es un grupo fenilo, naftilo, bifenilo o difenil éter.

25 Realización 68: La mezcla de limpieza de cualquiera de las realizaciones 39-67, en la que la sal sulfonato de alquil arilo contiene un metal alcalino o un metal alcalino-térreo.

30 Los siguientes ejemplos se proporcionan para ilustrar los procesos de la presente divulgación. Los ejemplos son meramente ilustrativos y no pretenden limitar la divulgación a los materiales, condiciones, o parámetros de la mezcla de limpieza expuestos en los mismos. Los ejemplos de la invención se designan por números y los ejemplos comparativos se indican mediante letras.

Ejemplos

Ejemplo comparativo A

35 Se extruyeron cuatro kilogramos (kg) de una mezcla de policarbonato de color granate en una extrusora de doble tornillo engranado de 30 mm a una temperatura de 260 a 299 °C (500 a 570 grados Fahrenheit (°F)) a 450 r.p.m. Este policarbonato sirvió como polímero anterior que deja residuos en la extrusora. La formulación del policarbonato se proporciona a continuación en la tabla 1, la composición se presenta en partes por cien (pph). El TiO₂ (CAS #
40 13463-67-7) tenía un tamaño de partícula promedio de 0,2 micrómetros y tenía aproximadamente un 1,5 % p/p de una cubierta de sílice alúmina pasivada con aproximadamente un 1,5 % p/p de un líquido de silicio hidrógeno (DF1040 de Momentive Co.).

Ingrediente	pph
Mw del policarbonato aprox, 23 000 Da	100
Dióxido de titanio	0,3
Rojo disolvente 135	0,5
Amarillo disolvente 163	0,0025
Naranja disolvente 60	0,165
Azul pigmento 15:4	0,075

45 Tras el funcionamiento, se preparó una mezcla de purga a partir de 2000 gramos (g) de gránulos de policarbonato LEXAN 101 (Mw de aproximadamente 28 000 Da) recubiertos con 300 gramos de un detergente líquido comercial (WISK de Procter & Gamble Co.). El detergente tenía un pH de 10. La extrusora se purgó entonces con aproximadamente 2300 gramos de la mezcla de gránulos recubiertos con WISK y después se limpió con un polvo de resina de policarbonato Lexan HF (Mw de aproximadamente 21 000 Da) sin aditivo. Después de haber hecho
50 circular la purga a través de la extrusora, se recogieron muestras de la resina de limpieza a lo largo de los siguientes 10 minutos (min).

Cuando se hizo circular la mezcla de purga que contenía detergente comercial, se obtuvo una pieza extruida y un

pegote de resina degradada esponjosa. El pegote tenía un peso molecular tan bajo que podía romperse en pedazos. El rendimiento fue aproximadamente un 30 % inferior al del policarbonato granate que se había hecho circular previamente y la temperatura de la extrusora se redujo en de -6,7 a 10 °C (20 a 50 °F). La extrusora se consideró que no estaba bastante limpia para proceder a la operación siguiente. Cuando le siguió un polvo LEXAN HF (resina de limpieza), solo después de 30 minutos todo este color de la resina se eliminó finalmente y se consideró que la máquina estaba suficientemente limpia para proceder a la operación siguiente.

Ejemplo 1

- Se hicieron circular otros 4 kg de la resina coloreada de la tabla 1 en condiciones idénticas a las descritas en el ejemplo comparativo A. La extrusora se cargó entonces con 2000 gramos de gránulos de policarbonato LEXAN 101 recubiertos en un agitador de pintura con 300 gramos de una mezcla de 100 gramos de sulfonato de dodecil benceno sódico (conocido también como sodio sulfo 2-etil hexil benceno, número CAS 25155-30-0 de Acros Chemical, neutralizado en un 88 %) que se había disuelto en 200 mililitros (ml) de agua desionizada (aproximadamente un 33 % p/p). La solución de sulfonato de dodecil benceno sódico (SDBS) tenía un pH de 6,5 y una viscosidad a 25 °C de aproximadamente $7.10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}$ (70 centistokes). Los gránulos de PC tenían una longitud promedio de aproximadamente 4 mm y un diámetro promedio de 1,5 mm y una densidad aparente de $0,70 \text{ g/cm}^3$ antes del recubrimiento. Los gránulos de purga cilíndricos tenían una cara angular de aproximadamente 80 a 100 grados. Cuando se hizo circular la mezcla de gránulos de PC y SDBS acuoso, no se produjo formación de espuma, no disminuyó el rendimiento, y no hubo reducción de la temperatura de la extrusora. Los pegotes eran duros y no se podían romper, lo que era indicativo de una conservación del Mw del PC. Cuando le siguió una resina de limpieza de polvo de policarbonato LEXAN HF, al cabo de tan solo aproximadamente 10 minutos se eliminó todo el color de la resina y se consideró que la máquina estaba preparada para proceder a la operación siguiente.
- La purga de PC y SDBS del ejemplo 1 tenía la máquina lista para operar en menos de la mitad de tiempo del ejemplo comparativo A. La resina purgada recuperada era de alta calidad y se podía recuperar para otros usos. La tabla 2 muestra el Mw de la resina purgada y de la resina LEXAN HF que se hizo circular inmediatamente después de la purga. Como se puede observar, el Mw de los gránulos de resina de policarbonato en el ejemplo comparativo A cayó de 28 000 a 14 975 Da. Por el contrario, la resina de purga del ejemplo 1 casi no experimentó una caída del Mw (el Mw era de 27 697 Da).

Tanto en el ejemplo comparativo A como en el ejemplo 1, la extrusora se hizo funcionar entonces con una resina de limpieza (LEXAN® HF). La resina de limpieza tenía un Mw de aproximadamente 21 000 Da antes de la extrusión. Cuando comenzó la resina de limpieza tras la purga de WISK (ejemplo comparativo A), esta mostró un Mw inferior de 17 954 Da. Como se puede observar en la tabla 2, fueron necesarios 9 minutos para alcanzar el Mw de 21 000 Da, lo que era indicativo de que ya no había más descomposición. Sin embargo, aunque la caída de Mw se había estabilizado, la resina permanecía aún demasiado coloreada como para considerar que la extrusora estaba limpia. Por otro lado, el ejemplo 1 no mostraba una caída significativa del Mw ni en la resina purgada (Mw = 27 697 Da) ni en la resina de limpieza justo después de la purga. La muestra después de 1 min tenía un Mw de 21 261 Da.

	Ejemplo comparativo A - Mw (Da) de PC y Wisk	Ejemplo 1- Mw (Da) de PC y SBDS
Purga	14 975	27 697
Comienzo de limpieza		
1 min	17 954	21 261
2 min	17 285	21 162
3 min	17 773	21 141
4 min	17 706	21 157
5 min	18 501	21 148
7 min	19 713	21 412
9 min	21 459	21 676
12 min	21 636	21 522

Las muestras recogidas en la tabla 2 se analizaron adicionalmente disolviendo una muestra de 0,1 gramos en 5,0 ml de cloruro de metileno y midiendo la absorbancia en el espectro visible a 470 nanómetros (nm). Tal como se puede observar en la tabla 3, la purga de SDBS del ejemplo 1 tenía un color de purga mayor (0,885 unidades de absorbancia (abs)), lo que indicaba una mayor eliminación del colorante de la extrusora que el detergente comercial comparativo del ejemplo comparativo A (0,657 abs). Nada más comenzar la limpieza con PC HF, la purga de SDBS

(ejemplo 1) mostraba una caída más rápida de la absorbancia a 470 nm que el ejemplo comparativo A. Al cabo de 4 minutos, la absorción del SDBS (ejemplo 1) era tan solo de 0,008. Esto apoyaba la observación visual de que la purga con gránulos de PC-SDBS del ejemplo 1 limpiaba la extrusora más rápido que la purga del ejemplo comparativo A.

5

	Purga	1 min PC HF	2 min PC HF	3 min PC HF	4 min PC HF
Ejemplo comparativo A - Purga con WISK	0,657	0,393	0,089	0,102	0,018
Ejemplo 1 - Purga con SDBS	0,885	0,108	0,053	0,052	0,008

La resina de limpieza se hizo circular durante 1, 2 y 3 minutos tras la purga del ejemplo 1 y el ejemplo comparativo A y se analizaron adicionalmente para determinar los grupos terminales OH fenólicos. Se usó la funcionalización con fósforo de los grupos terminales del policarbonato para caracterizar las resinas. Se disolvió una muestra en CDCl_3 (deutero cloroformo) con piridina y AcAc (acetilacetato) de cromo (III); se usó triclorofenol como patrón. El agente de fosforilación activo, que derivatizó la funcionalidad de los grupos OH fenólicos a especies que contenían fósforo, era fosforocloridito de o-fenileno (CAS# 1641-40-3). Las soluciones de resina se dejaron reaccionar durante al menos 15 minutos, se convirtieron en derivados de fósforo y se analizaron mediante RMN (resonancia magnética nuclear). Se observaron las señales del isótopo fósforo 31 y se cuantificaron frente a un patrón de triclorofenol. Las absorciones de los derivados de los grupos terminales fenólicos eran a aproximadamente 125,8 ppm.

10

15

La tabla 4 muestra que las muestras tras la purga con detergente comercial (WISK) (ejemplo comparativo A) tenían grupos terminales OH por encima de 1000 ppm mientras que la purga con SBDS (ejemplo 1) tenía muchos menos grupos terminales OH fenólicos, por debajo de 100 ppm, y tan solo ligeramente por encima del valor de aproximadamente 30 ppm del polvo de resina de limpieza PC HF sin extruir.

20

OH totales en ppm	Ejemplo 1 - Purga con SDBS	Ejemplo comparativo A - Purga con WISK
1 min	55	> 1000
2 min	42	> 1000
3 min	52	> 1000
Polvo PC HF	30	

Ejemplo comparativo B

Se hicieron circular 4 kg de la resina coloreada de la tabla 1 en condiciones idénticas a las descritas en el ejemplo comparativo A. Se depositaron como recubrimiento 300 gramos de una solución acuosa de SDBS al 33 % p/p sobre 2000 gramos de polvo de policarbonato LEXAN 101 en vez de gránulos. En esta combinación, aunque no hubo degradación del Mw del polvo de PC, la mezcla de solución de SDBS con el polvo de PC no fue tan eficaz en la limpieza de los colorantes de la extrusora como la solución de SDBS mezclada con gránulos de PC (ejemplo 1), necesitando más del doble de tiempo para considerar que la máquina estaba suficientemente limpia para proceder a la operación siguiente.

25

30

Ejemplo comparativo C

Se hicieron circular 4 kg de la resina coloreada de la tabla 1 en condiciones idénticas a las descritas en el ejemplo comparativo A. Se agitaron 100 gramos de polvo de SDBS con 2000 gramos de gránulos de policarbonato LEXAN 101 y se hicieron circular como mezcla de purga, a la que siguió un polvo de PC HF como resina de limpieza. No hubo degradación de la resina purgada, la cual conservaba su Mw, pero la mezcla polvo/gránulos era mucho menos eficaz en la eliminación de residuos de colorante de la extrusora, necesitando más del doble de tiempo para eliminar todas las trazas visuales de color que la combinación de una solución de SBDS acuosa depositada como recubrimiento sobre gránulos de PC del ejemplo 1.

35

40

Ejemplo comparativo D y Ejemplo 2

Se hizo circular una formulación de policarbonato marrón, que tenía la composición mostrada en la tabla 5, en las mismas condiciones de operación que las del ejemplo comparativo A, en una extrusora de doble tornillo engranado de 30 mm. Además de los colorantes, esta formulación tenía un abrillantador óptico y empleaba un policarbonato de mayor Mw en el que kDa es kilodaltons.

45

Ingrediente	pph
Policarbonato Mw 29 kDa	100,00
TiO ₂ pasivado	1,00
Verde disolvente 3	0,50
Rojo disolvente 135	0,50
Negro de carbón	0,50
Abrillantador óptico Uvitex OB1	0,01

Las dos mezclas de purga se compararon para determinar la limpieza de esta formulación de PC de color marrón.

El ejemplo comparativo D usó 300 gramos de un detergente líquido comercial (WISK) depositado como recubrimiento sobre 2000 gramos de gránulos de policarbonato LEXAN 101. El ejemplo 2 usó 300 gramos de una solución acuosa de SDBS al 33 % p/p depositada como recubrimiento sobre 2000 gramos de gránulos de policarbonato LEXAN 101. Los gránulos de PC tenían una longitud promedio de aproximadamente 4 mm y un diámetro promedio de 1,5 mm y una densidad aparente de 0,70 g/cm³ antes del recubrimiento. Los gránulos de purga cilíndricos tenían una cara angular de aproximadamente 80 a 100 grados.

Tras haber hecho circular los aproximadamente 2300 g de mezcla de purga a través de la extrusora, se hizo circular una resina de limpieza con polvo de policarbonato LEXAN 100 que no contenía aditivo. El nivel de titanio residual (ppm de Ti) y sodio (ppm de Na) en la resina de limpieza se midió mediante espectrometría de masas con plasma de acoplamiento inductivo (ICP-MS) sobre muestras que se habían digerido con una mezcla de ácido nítrico y fluorhídrico en un dispositivo de microondas. El contenido de Ti y Na reflejaba cuánto colorante quedaba en la resina. Tal como se puede observar en la tabla 6, la mezcla de purga de gránulos con SDBS (ejemplo 2) era mucho más eficaz en la limpieza de la extrusora que la mezcla de purga de gránulos recubiertos con detergente comercial (ejemplo comparativo D) al reducir el nivel (ppm) de titanio y sodio más rápido que la mezcla de purga de gránulos con detergente comercial.

Ejemplo	Metal	2 min. tras la purga (ppm)	6 min. tras la purga (ppm)	10 min. tras la purga (ppm)
Ejemplo comparativo D	Ti	62,3	20,0	3,8
Ejemplo 2	Ti	5,5	1,6	0,9
Ejemplo comparativo D	Na	69,4	21,9	12,3
Ejemplo 2	Na	18,3	3,8	0,8

Las muestras tomadas durante los primeros diez minutos de la circulación de la resina de limpieza de PC tras la purga se analizaron también para determinar el contenido de abrillantador óptico (OB = UVITEX OB, un bis benzoxazolil tiofeno de Ciba Co) mediante disolución de las muestras de gránulos en cloruro de metileno y análisis usando un método de GPC-fluorescencia con excitación (Ex) a 250 nm, y emisión (Em) a 410 nm. El contenido de OB se midió en ppm. La tabla 7 muestra que con la mezcla de purga de gránulos con SDBS del ejemplo 2, el contenido de OB es inferior al inicio y cae mucho más rápido con el tiempo que la muestra del ejemplo comparativo D.

Tres minutos después de haber iniciado la circulación de la resina de limpieza, el contenido de OB es inferior a 1 ppm con la mezcla de purga de gránulos con SDBS (ejemplo 2). Al cabo de 9 minutos el OB, que es muy sensible a la detección debido a su elevada fluorescencia, no es detectable (nd) en absoluto en el ejemplo 2.

	Ejemplo comparativo D (ppm de OB)	Ejemplo 2 (ppm de OB)
Comienzo de limpieza	1912	1285
2 min	15,7	1,1
3 min	11,6	0,8
4 min	9,5	0,7

5 min	5,5	0,6
6 min	3,4	0,3
7 min	1,8	0,2
8 min	1,7	0,1
9 min	1,1	nd
10 min	0,5	nd

Ejemplos 3 & 4 y Ejemplos comparativos E & F

- 5 El siguiente conjunto de experimentos se dirigió a la limpieza de una extrusora de doble tornillo engranado Werner Pfleiderer (WP) de 58 mm tras haber extruido un copolímero de carbonato de poliéster de color negro (ITR 20/80) que se mezcló con un homopolímero de policarbonato de bisfenol A (BPA). El copolímero de carbonato de poliéster contenía un 20 % molar de enlaces ITR y un 80 % molar de enlaces carbonato de BPA. Los enlaces ITR se formaron a partir de resorcinol y una relación molar 1:1 de isoftalato y tereftalato. Las dos formulaciones se muestran en las tablas 8 y 9. Además de los diferentes colorantes, ambas tenían un absorbente de UV de benzotriazol (UVA = TINUVIN 234 de Ciba Co.) junto con un agente de desmoldeo de tetraestearato de pentaeritritol (PETS), un estabilizante de fosfonato (PEPQ), un diepóxido de ciclohexilo y un sal retardante de la llama de sulfona sulfonato de potasio.
- 10

Ingrediente	pph
ITR 20/80	45,00
Policarbonato Mw 21 kDa	54,38
Fosfonito PEPQ	0,06
Epóxido ERL	0,03
Sulfona sulfonato de potasio	0,03
PETS	0,30
Benzotriazol UVA	0,20
TiO ₂ pasivado	0,0025
Negro de carbón	0,00006
Marrón pigmento 24	0,35
Verde pigmento 36, ftalocianina	0,1401
Amarillo disolvente 163	0,022

15

Ingrediente	pph
ITR 20/80	45,00
Policarbonato	54,38
Fosfonito PEPQ	0,06
Epóxido ERL	0,03
Sulfona sulfonato de potasio	0,03
PETS	0,30
Benzotriazol UVA	0,20
Verde disolvente 3	0,13
Rojo disolvente 135	0,13

5 Se preparó una mezcla de purga que comprendía 4000 gramos de gránulos de policarbonato LEXAN 101 recubiertos con 500 gramos de una solución acuosa al 33 % de sulfonato de dodecil benceno sódico con un pH de 6,5. Los gránulos de PC tenían una longitud promedio de aproximadamente 3 a 6 mm y un diámetro promedio de 1 a 3 mm y una densidad aparente de 0,75 g/cm³ antes del recubrimiento. Los gránulos de purga cilíndricos tenían una cara angular de aproximadamente 80 a 100 grados.

10 En el ejemplo 3, los aproximadamente 4500 gramos de mezcla de purga se hicieron circular tras haber extruido la resina negra de la tabla 9, seguido de una limpieza con polvo de PC (Mw de aproximadamente 25 000 Da) operada a 100-300 r.p.m. y 304 °C (580 °F). La extrusora se limpió en menos de 15 minutos. Tras haber hecho circular 84 kg (185 libras (lb)) de resina de limpieza no había trazas visibles del color negro original.

15 En el ejemplo 4, los aproximadamente 4500 gramos de mezcla de purga se hicieron circular tras haber extruido la resina verde de la tabla 8, seguido de una limpieza con polvo de PC (Mw de aproximadamente 25 000 Da) operada a 100-300 r.p.m. y 304 °C (580 °F). La extrusora se limpió en menos de 15 minutos. Tras haber hecho circular 84 kg (185 lb) de resina de limpieza no había trazas visibles del color verde original.

Para los ejemplos comparativos, se preparó una mezcla de purga usando un detergente alcalino comercial (pH 10) con polvo de PC (Mw de 25 000 Da).

20 En el ejemplo comparativo E, la mezcla de purga de control se hizo circular tras haber extruido la resina negra de la tabla 9, seguido de una limpieza con polvo de policarbonato LEXAN 100. Se necesitaron 3 horas (h) y aproximadamente 272 Kg (600 lb) de resina de limpieza de PC para alcanzar el mismo nivel de limpieza que en el ejemplo 3.

25 En el ejemplo comparativo F, la mezcla de purga de control se hizo circular tras haber extruido la resina verde de la tabla 8, seguido de una limpieza con polvo de policarbonato LEXAN 100. Se necesitaron 3 horas y aproximadamente 272 Kg (600 lb) de resina de limpieza de PC para alcanzar el mismo nivel de limpieza que en el ejemplo 4.

30 **Ejemplo 5 y Ejemplo comparativo G**

35 Una mezcla de caucho de metacrilato butadieno estireno (MBS), de policarbonato y poli(tereftalato de butileno) (PBT), con un embalaje de color marrón se extruyó en una extrusora de doble tornillo engranado de 92 mm. La formulación se muestra en la tabla 10. Además de los diversos colorantes, la formulación contenía adicionalmente antioxidantes tioéster y un fenol con impedimento estérico, un estabilizante frente a UV de benzotriazol, y un 45 % p/p de estabilizante de la masa fundida de ácido fosforoso acuoso para evitar la transesterificación del PC y el PBT.

Tabla 10: PC-PBT-MBS marrón	
Ingrediente	pph
Policarbonato Mw 25 kDa	55,25
PBT 315	35,80
Caucho MBS	8,00
Fenol con impedimento estérico	0,20
Tioéster	0,20
Benzotriazol UVA	0,50
H ₃ PO ₃ ac. al 45 %	0,05
TiO ₂ pasivado	0,015
Verde pigmento 50, titanato de cobalto	0,418
Marrón pigmento 24	0,209
Rojo pigmento 10, óxido de hierro	0,213
Pigmento óxido de cromo	0,437

40 Tras haber extruido la mezcla PC-PBT-MBS marrón, la extrusora se hizo funcionar hasta que ya no salió más resina.

Para el ejemplo 5, la extrusora se purgó con 15 000 gramos de gránulos de policarbonato LEXAN 101 recubiertos con 2000 gramos de una solución acuosa al 33 % de sulfonato de dodecil benceno sódico (SDBS). A 150 r.p.m. con una temperatura de 299 °C (570 °F) la purga se hizo circular a través de la extrusora eliminando mucho de los

colorantes, aditivos, poliéster PBT y caucho MBS remanentes de la extrusora. La extrusora se hizo funcionar entonces con una resina de limpieza de polvo de PC. En menos de 30 minutos, la extrusora estaba limpia y preparada para operar un material diferente.

- 5 Para el ejemplo comparativo G, la mezcla de purga era un compuesto de purga de poli(metracrilato de metilo), al que siguió una limpieza con polvo de PC. La mezcla de limpieza necesitó más de 6 horas, y con este color específico, con frecuencia no proporcionó una máquina aceptablemente limpia, requiriendo la extracción de la boquilla y el tornillo de la extrusora para su limpieza manual. Esta mezcla de limpieza manual llevó a al menos 4 horas adicionales sin producción. Además, la purga de poli(metracrilato de metilo) produjo humos inaceptables a la temperatura de procesamiento en estado fundido de 300 °C a 350 °C.

Ejemplo 6

- 15 Se mezcló un copolímero de alta temperatura de N-fenil fenoltaleína policarbonato de bis fenol BPA con policarbonatos de BPA lineales, un embalaje de color blanco que comprendía un dióxido de titanio recubierto con sílice alúmina y pasivado con silano líquido, un fenol con impedimento estérico, una combinación de estabilizante de fosfito de triarilo con un agente de desmoldeo de tetraestearato de pentaeritritol (PETS), y un absorbente de UV de benzotriazol, y se extruyó en una extrusora de un solo tornillo STERLING de 44,5 mm (1,75 pulgadas) purgada al vacío a una temperatura de 299 a 338 °C (570 a 640 °F), 120 r.p.m., a una velocidad de 27 kg/h (60 lb/h). La formulación se muestra en la tabla 11.

Tabla 11: PC de alta temperatura UVA blanco	
Ingrediente	pph
Polvo de policarbonato de BPA Mw 22 kDa	9,00
Polvo de policarbonato de BPA Mw 30 kDa	9,00
35 % molar N-fenol fenoltaleína PC de bisfenol BPA Mw 25 kDa	82,00
Fenol con impedimento estérico (IRGANOX 1076)	0,04
Estabilizante de fosfito de triarilo (IRGAPHOS 168)	0,08
Agente de desmoldeo PETS	0,27
Absorbente de UV (TINUVIN 234)	0,27
TiO ₂ pasivado	1,90
Negro de carbón	0,00019
Verde disolvente 38	0,00007
Rojo disolvente 52	0,00015
Azul disolvente 104	0,00028

- 25 Para el ejemplo 6, la extrusora se purgó con 2000 gramos de gránulos de policarbonato LEXAN 131 de alto Mw (aproximadamente 37 kDa) recubiertos con 150 gramos de una solución acuosa (pH = 6,5) al 33 % p/p de sulfonato de dodecil benceno sódico (SDBS) a 20 r.p.m. con una temperatura de 299 a 338 °C (570 a 640 °F). Los gránulos de policarbonato tenían una densidad aparente de 0,72 g/cm³ antes del recubrimiento. Los gránulos de purga cilíndricos tenían una cara angular de aproximadamente 80 a 100 grados. Los gránulos de PC tenían una longitud promedio de aproximadamente 4 a 6 mm y un diámetro promedio de 2 a 3 mm y una densidad aparente de 0,70 g/cm³ antes del recubrimiento. La mezcla de purga se hizo circular a través de la extrusora eliminando mucho de los colorantes y aditivos remanentes de la extrusora. Tras la alimentación de los aproximadamente 2150 gramos de mezcla de purga a través de la garganta de la extrusora, se hizo funcionar la extrusora con una resina de limpieza de polvo de PC (Mw de 30 kDa) a 27 kg/h (60 lb/h). En menos de 10 minutos, la extrusora estaba limpia y preparada para operar un material diferente. Por el contrario, un funcionamiento normal usando solamente la resina de limpieza de polvo de PC necesitaría de 2 a 4 horas para limpiar la extrusora de un solo tornillo.

- 35 La mezcla de purga del ejemplo 6 contenía aproximadamente un 7 % p/p de la solución acuosa (es decir, 150/2150). Se descubrió que usando un nivel bajo de la solución acuosa depositada como recubrimiento sobre los gránulos de PC (es decir, de aproximadamente un 3 a un 8 % p/p de solución acuosa) era más eficaz en la alimentación de la purga a la extrusora de un solo tornillo. Un nivel mayor (superior al 10 % p/p de solución acuosa) de líquido sobre los gránulos daba una mezcla que se asentaba en la garganta de la extrusora y no era transportada hacia abajo por el tornillo (una situación denominada a veces "movimiento en molinete"). En este caso, la solución acuosa contenía un 33 % p/p de SDBS. La solución tenía un pH de 6,5.

Ejemplo 7

Un policarbonato FR no bromado se mezcló con una carga muy pesada (25 % p/p) de un dióxido de titanio recubierto con sílice alúmina y pasivado con silano líquido, un estabilizante de fosfito de triarilo, un agente de desmoldeo de tetraestearato de pentaeritritol (PETS), un retardante de la llama de sal perfluorobutano sulfonato de potasio, y un agente antigoteo (TSAN) de poli(tetrafluoroetano) (PTFE) encapsulado con poli(estireno-acrilonitrilo) (SAN), y se extruyó en una extrusora de doble tornillo engranado Werner Pfleiderer (WP) de 30 mm purgada al vacío a una temperatura de 288 a 302 °C (550 a 575 °F), a 400 r.p.m., a una velocidad de 27 kg/h (60 lb/h). La formulación se muestra en la tabla 12.

Ingrediente	pph
Polvo de policarbonato de BPA Mw 22 kDa	63,00
Polvo de policarbonato de BPA Mw 30 kDa	11,00
Estabilizante de fosfito de triarilo (IRGAPHOS 168)	0,06
Agente de desmoldeo PETS	0,70
Perfluorobutano sulfonato de potasio (sal FR)	0,60
PTFE encapsulado con SAN (antigoteo TSAN FR)	0,50
TiO ₂ pasivado	25,00

Para el ejemplo 7, la extrusora se purgó con 2000 gramos de gránulos de policarbonato LEXAN 131 de alto Mw (aproximadamente 37 kDa) recubiertos con 300 gramos de una solución acuosa (pH = 6,5) al 33 % p/p de sulfonato de dodecil benceno sódico (SDBS). Los gránulos de PC tenían una longitud promedio de aproximadamente 4 mm y un diámetro promedio de 1,5 mm y una densidad aparente de 0,70 g/cm³ antes del recubrimiento. Los gránulos de purga cilíndricos tenían una cara angular de aproximadamente 80 a 100 grados. Los aproximadamente 2300 gramos de mezcla de purga se hicieron circular a través de la extrusora a 100 r.p.m. con una temperatura de 288 a 302 °C (550 a 575 °F), eliminando mucho del dióxido de titanio y de los retardantes de la llama remanentes de la extrusora. La extrusora se hizo funcionar entonces con una resina de limpieza de polvo de PC (Mw de 30 kDa) a 27 kg/h (60 lb/h), 450 r.p.m. En menos de 10 minutos, la extrusora estaba limpia y preparada para operar un material diferente. Se había eliminado incluso la carga muy pesada (25 % p/p) de dióxido de titanio. Un funcionamiento normal usando solamente la resina de limpieza de polvo de PC necesitaría de 2 a 4 horas para limpiar la extrusora de un solo tornillo.

Ejemplo 8 y Ejemplo comparativo H

Una extrusora de doble tornillo engranado corrotante de 133 mm con un L/D de 35 se usó para preparar una mezcla PC-ABS incolora de bajo brillo de un 61,35 % p/p de policarbonato, un 17,0 % p/p de estireno acrilonitrilo (SAN), un 15,9 % p/p de un caucho de estireno butadieno injertado con SAN (BLENDX 360), un 5,0 % p/p de un agente reductor del brillo preparado a partir de SAN, un ácido sulfónico y un poliepóxido tal como dicitohexilo epóxido ERL4221 (CAS # 37042-87-8) tal como se describe en la patente de Estados Unidos US 5 536 780, un 0,3 % p/p de un fosfito de triarilo, un 0,3 % p/p de di-terc-butyl fenol con impedimento estérico y un 0,15 % p/p de un agente de desmoldeo de tetraestearato de pentaeritritol. El procedimiento convencional (ejemplo comparativo H) para preparar la extrusora para la producción de una mezcla PC-ABS fue la purga con un polvo de PC con un Mw de 30 000 Da durante 1 hora. Tras este tipo de limpieza/purga la resina de PC-ABS resultante presentaba una contaminación de puntos negros. La resina de PC-ABS resultante se recogió en cajas de 907 kg (2000 lb), un 52% de las cajas se rechazaron debido a la presencia de al menos 10 gránulos que mostraban puntos negros seleccionados de 0,9 kg (2 lb) de resina (de cada caja) inspeccionados durante 2 minutos en una cajeta de iluminación empleando una lupa. Esta prueba se denomina prueba de valoración mediante inspección visual (VIR).

En un segundo experimento (ejemplo 8) se preparó la misma extrusora para procesar la misma mezcla PC-ABS usando 27 kg (60 lb) de un compuesto de purga preparado mediante recubrimiento de 22 kg (48 lb) de gránulos de policarbonato (Mw = 36 500 Da) en un agitador de pintura durante 1 minuto con de un 10 % p/p a un 20 % p/p de solución acuosa de la sal sódica de un ácido alquil C₁₀ a C₁₆ benceno sulfónico (CAS # 68081-81-2). Los gránulos de purga cilíndricos tenían una cara angular de aproximadamente 80 a 100 grados con una longitud promedio de aproximadamente 4 mm y un diámetro promedio de 1,5 mm y una densidad aparente de 0,70 g/cm³ antes del recubrimiento. La purga de gránulos de PC recubiertos con la solución de sal sulfonato de alquil arilo se hizo circular a través de la extrusora a 100 r.p.m. a una temperatura de 260 a 293 °C (500 a 560 °F), seguida de un polvo de PC durante solamente 10 minutos. La producción de la mezcla PC-ABS anteriormente mencionada se llevó a cabo en las mismas condiciones usadas previamente. En este caso, los rechazos debidos a puntos negros usando la prueba VIR fueron de tan solo un 7 %, una mejora de más del 45 % con respecto a la purga de polvo de PC. Esto mejoraba

la calidad de la mezcla PC-ABS al igual que el uso de la máquina. Con un rendimiento de un 93 % de resina sin puntos negros no fue necesario retirar, limpiar y pulir el tornillo, lo que habría llevado al menos tres horas durante las cuales la máquina habría estado inactiva. La purga de gránulos de PC recubiertos con solución de sal sulfonato de alquil arilo proporcionó una mejora de la calidad, así como un ahorro tanto de resina (menos purgado) y de tiempo de producción de la máquina.

Ejemplo 9 y Ejemplo comparativo I

Una extrusora de un solo tornillo de 165 mm (6,5 pulgadas) con un L/D de 30 se usó para preparar un policarbonato gris que contenía un 20 % p/p de fibras de vidrio (PC-GF) con un 0,05 % p/p de un fosfito de triarilo, y un 0,3 % p/p de un agente de desmoldeo de tetraestearato de pentaeritritol. Los colorantes eran un 0,0033 % p/p de un TiO_2 de 0,26 micrómetros, encapsulado con sílice y pasivado con silano, un 0,0018 % p/p de negro de carbón, un 0,0009 % p/p de rojo pigmento 101, un 0,0009 % p/p de azul disolvente 104, y un 0,0003 % p/p de marrón pigmento 24. El procedimiento convencional (ejemplo comparativo I) para preparar la extrusora para la producción de la mezcla PC-GF siguiente fue la purga con un polvo de PC con un Mw de 30 000 Da durante 2 horas hasta que la extrusora estuvo suficientemente limpia para conmutar a un PC-10 % GF de color blanco que comprendía un 1,76 % p/p de TiO_2 , un 0,0016 % p/p de negro de carbón, un 0,00044 % p/p de azul pigmento 27, un 0,00084 % p/p de violeta disolvente 36 y un 0,05 % p/p de fosfito de difenil dodecilo. En un segundo experimento (ejemplo 9) la misma extrusora se preparó tras el procesamiento de la misma mezcla PC-10 % GF gris descrita en el ejemplo comparativo I y se limpió usando 23 kg (50 lb) de un compuesto de purga preparado mediante recubrimiento de 20 kg (45 lb) de gránulos de policarbonato incoloro (Mw = 30 000 Da) que contenían un 10 % de fibras de vidrio en un agitador de pintura durante 1 minuto con de un 5 % p/p a un 25 % p/p de una solución acuosa de la sal sulfonato de dodecil benceno sódico (CAS # 25155-30-0). Los gránulos de PC-GF de los compuestos de purga comprenden un 10 % p/p de fibras de vidrio en los que las fibras de vidrio E tenían un diámetro de 14 micrómetros y estaban recubiertas con una poliolefina de apresto que tenía una mala adhesión a la matriz de resina de PC (un vidrio no adherente). La purga de gránulos de PC-GF recubiertos con la solución de sal sulfonato de alquil arilo se hizo circular a través de la extrusora a 80 r.p.m. a una temperatura de 260 a 293 °C (500 a 560 °F), seguida de un polvo de PC durante solamente 10 minutos. La extrusora se usó entonces para preparar la resina de PC-10 % GF. La conmutación de la resina PC-GF gris a la blanca fue mucho más rápida (en menos de la mitad de tiempo) que la purga sin gránulos de PC-GF recubiertos con tensioactivo de sulfonato de alquil arilo acuoso, y no se produjo degradación de la resina de PC.

Ejemplos 10, 11 y Ejemplo comparativo J

Una máquina de moldeo por inyección hidráulica con un solo tornillo Van Dorn de 85 toneladas que tenía un tornillo con una relación L/D de 20 y un diámetro de 35 mm se usó para moldear una resina de policarbonato que comprendía los ingredientes siguientes (% p/p): 98,9 % p/p de PC-BPA, un 0,6 % de PC bromado (copolímero 50 % TBr-BPA- 50 % PC-BPA), un 0,15 % de sal FR de sulfona sulfonato de potasio; un 0,1 % de estabilizante de fosfito de triarilo (IRGAPHOS 168), un 0,15 % de un agente de desmoldeo de tetraestearato de pentaeritritol, y colorantes que comprenden: un 0,012 % p/p de negro de carbón, un 0,02 % p/p de dióxido de titanio con un tamaño de partícula de 2,5 micrómetros encapsulado en una cubierta con un 1,5 % de sílice y pasivado con un 1,0 % de hidruro de silicio líquido DF1040, un 0,015 % p/p de verde pigmento 36, un 0,035 % p/p de violeta disolvente 36, un 0,015 % p/p de azul disolvente 104 y un 0,002 % p/p de amarillo disolvente 163. La resina se secó durante 4 h a 125 °C y las piezas de ensayo ASTM se moldearon a una temperatura de 285 a 300 °C usando un ciclo de 35 segundos (s) que comprendía una inyección de 6 s con un tiempo de espera de 10 s. La temperatura del molde era de 85 °C. En el ejemplo comparativo J una vez finalizado el moldeo la máquina se hizo funcionar hasta que ya no hubo más resina para transportar desde el tambor, y se purgó entonces con gránulos de un policarbonato incoloro transparente (LEXAN 141) (aproximadamente 5 kg). El PC incoloro transparente se hizo circular durante aproximadamente 45 minutos para moldear piezas transparentes sin turbidez o residuos del material coloreado que se había hecho circular previamente. La máquina de moldeo por inyección se consideró que estaba limpia y preparada para operar el siguiente material.

En el ejemplo 10 se moldearon otro conjunto de piezas en la misma máquina usando el mismo material y los mismos ajustes que en el ejemplo comparativo J. La máquina de moldeo por inyección se purgó con 1000 g de gránulos de un PC de alto peso molecular (36 5000 Da) (LEXAN 135) recubiertos con un 1 % p/p (10 g) de una solución acuosa al 20 % p/p de sulfonato de alquil benceno sódico (pH de aproximadamente 6,5). Los gránulos eran cilíndricos con un diámetro de aproximadamente 2 a 3 mm y una longitud de aproximadamente 4 a 6 mm. La cara de corte tenía un ángulo de aproximadamente 80 a 100 grados. Los gránulos tenían una densidad aparente de 0,70 g/cm³ antes del recubrimiento. Al cabo de tan solo 15 minutos, la purga de gránulos recubiertos con la sal sulfonato de alquil benceno era muy eficaz en la limpieza de la máquina de moldeo eliminando el material coloreado que se había hecho circular previamente, así como puntos negros y geles que se habían acumulado sobre el tornillo. Esto supuso una reducción del 67 % del tiempo de limpieza de la máquina de moldeo y una reducción del 80 % de la cantidad de resina de purga necesaria para limpiar la máquina de moldeo por inyección.

Cabe señalar que si la purga de gránulos recubiertos estaba demasiado húmeda, que se prepara con más de un 10 % p/p de la solución de sales sulfonato de alquil benceno, los gránulos de purga tendían a moverse en molinete

(girar en la zona de alimentación sin ser transportados por el tornillo hacia la parte baja del tambor), a veces con una formación de espuma excesiva, y no eran transportados de forma eficaz hacia la parte baja del tambor por la extrusora de un solo tornillo de la máquina de moldeo. Un recubrimiento de solución de sal sulfonato acuosa de bajo nivel (de un 0,5 a 3 % p/p) era el más eficaz en las extrusoras de un solo tornillo.

5 En otro experimento (ejemplo 11) posterior la misma máquina de moldeo, haciendo circular el mismo PC coloreado, se purgó usando los gránulos de Lexan 141 transparente sin recubrir del ejemplo comparativo J. La máquina de moldeo, la cual se consideró que estaba "limpia", se hizo funcionar con 1000 g de los gránulos de PC recubiertos con la sal sulfonato de alquil benceno acuosa al 1 % p/p del ejemplo 10 (10 g de solución depositada como recubrimiento sobre 1000 g de gránulos en un agitador de pintura). Durante la purga (limpieza) de 15 min, la purga de gránulos recubiertos de la máquina de moldeo por inyección que se había considerado "limpia" mediante inspección visual de las piezas moldeadas, mostró un purgado adicional de los puntos negros y otros contaminantes que no habían sido eliminados del tornillo por la limpieza del ejemplo comparativo J. Por tanto, la purga de gránulos recubiertos con la sal sulfonato de alquil benceno acuosa había eliminado contaminantes que se podrían haber descompuesto posteriormente durante ciclos de moldeo posteriores dando piezas contaminadas que se rechazarían y se descartarían.

20 La presente divulgación se ha descrito con referencia a realizaciones ilustrativas. Obviamente, a otros se les ocurrirán modificaciones y alteraciones tras la lectura y comprensión de la descripción detallada previamente. Se pretende que la presente divulgación sea interpretada de modo que incluya todas estas modificaciones y alteraciones siempre que caigan dentro del ámbito de las reivindicaciones adjuntas o los equivalentes de las mismas.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para limpiar el equipo de procesamiento en estado fundido usado para componer, moldear o extruir resinas que contienen policarbonato, que comprende:

5 purgar el equipo de procesamiento en estado fundido con una mezcla de limpieza (purga) que comprende de un 50 a un 99,5 % p/p de gránulos de resina de policarbonato y de un 0,5 a un 50 % p/p de una solución acuosa que contiene una sal sulfonato de alquil arilo, estando presente la sal sulfonato de alquil arilo en la solución en una cantidad de un 0,2 a un 50 % p/p de la solución, teniendo la solución un pH de 6,0 a 7,9;
 10 calentar el equipo de procesamiento en estado fundido a una temperatura de 250 a 380 °C; y hacer funcionar el equipo para obtener una resina purgada mientras se limpia el equipo de procesamiento en estado fundido.

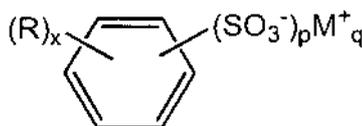
2. El proceso de la reivindicación 1, en el que la sal sulfonato de alquil arilo está presente en la solución en una cantidad de un 5 a un 50 % p/p de la solución o de un 0,1 a un 9 % p/p de la solución o de un 0,2 a un 5 % p/p de la solución.

3. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1-2, que comprende adicionalmente

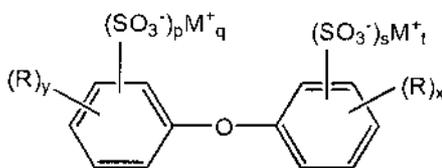
20 alimentar una primera porción de gránulos recubiertos con sal sulfonato de alquil arilo tensioactivo al equipo de procesamiento en estado fundido, haciendo funcionar el equipo de procesamiento en estado fundido a una velocidad de 25 a 150 r.p.m.; y alimentar una segunda porción de gránulos recubiertos con sal sulfonato de alquil arilo tensioactivo al equipo de procesamiento en estado fundido, haciendo funcionar el equipo de procesamiento en estado fundido a una
 25 velocidad de 150 a 500 r.p.m.; en el que los gránulos recubiertos comprenden de un 1 a un 10 % p/p de una solución de sal sulfonato acuosa que tiene un pH de 6,0 a 7,9, una concentración de un 10 a un 40 % p/p de sal sulfonato de alquil arilo, teniendo la solución acuosa una viscosidad a 23 °C de 20 a 1 000 centipoises, tal como se mide mediante el método ASTM D445.

4. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en la que la sal sulfonato de alquil arilo se añade a la mezcla de limpieza en forma de una solución acuosa con un pH de 6,0 a 7,0 y que contiene de un 10 a un 40 % p/p de la sal sulfonato de alquil arilo.

5. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1-4, en el que la sal sulfonato de alquil arilo tiene una de las siguientes estructuras:



Fórmula (B)



Fórmula (E)

en las que cada M es un catión de un metal alcalino o de un metal alcalino-térreo, cada R es independientemente alquilo que tiene de 1 a 36 átomos de carbono; x es de 1 a 5; y es de 0 a 5; p es de 1 a 3; q es de 1 a 3; s es de 0 a 3; y t es de 0 a 3.

6. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1-5, en el que la resina purgada tiene un peso molecular promedio en peso (Mw) dentro del 30 % de la resina de policarbonato antes de purgar y un contenido de grupos terminales fenólicos de 100 ppm o inferior; y/o en el que la resina purgada tiene 100 ppm o menos de halógeno.

7. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1-6, en el que la solución de sal sulfonato de alquil arilo tiene

50 ppm o menos de sales de ácidos carboxílicos, sales de ácidos grasos, sales de amonio, aminas, sales carbonato, sales bicarbonato o una mezcla de los mismos.

5 8. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1-7, en el que el equipo de procesamiento en estado fundido está contaminado con un colorante de al menos uno de los siguientes: verde disolvente 3, verde disolvente 28, verde disolvente 38, verde pigmento 50, verde pigmento 36, rojo disolvente 52, rojo disolvente 101, rojo disolvente 111, rojo disolvente 135, rojo disolvente 169, rojo disolvente 179, rojo disolvente 207, rojo pigmento 101, rojo disperso 22, rojo cuba 41, naranja disolvente 60, naranja disolvente 63, naranja disperso 47, violeta disolvente 13, violeta disolvente 14, violeta disolvente 36, violeta disolvente 50, violeta disperso 26/31, azul pigmento 29, azul pigmento 10
10 60, azul pigmento ftalocianina de cobre 15.4, azul disperso 73, azul disolvente 97, azul disolvente 101, azul disolvente 104, azul disolvente 122, azul disolvente 138, amarillo pigmento 53, amarillo pigmento 138, amarillo pigmento 139, amarillo disperso 201, amarillo disolvente 33, amarillo disolvente 114, amarillo disolvente 93, amarillo disolvente 98, amarillo disolvente 163, amarillo disolvente 160:1, amarillo disolvente 188, marrón pigmento 24, negro amino cetona, óxidos de cromo, negro de carbón, negro de canal, negro pigmento 6, sulfuro de zinc, óxido de zinc,
15 dióxido de titanio y mezclas de los mismos.

20 9. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1-8, en el que el equipo de procesamiento en estado fundido es una extrusora con una relación longitud/diámetro (L/D) de 20:1 a 40:1 y un diámetro de tornillo de 0,5 a 8,0 pulgadas y se hace funcionar a una velocidad de 50 a 500 r.p.m. a una temperatura de 250 a 380 °C.

25 10. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1-9, en el que los gránulos de resina de policarbonato en la mezcla de limpieza tienen un peso molecular promedio en peso (Mw) al menos un 10 % mayor que una resina de policarbonato que se ha hecho circular previamente en el equipo de procesamiento en estado fundido, en el que el Mw se determina mediante el método ASTM D5296 usando patrones para policarbonato; y/o en el que los gránulos de resina de policarbonato son cilindros con una longitud promedio de 2,0 a 6,0 mm y un diámetro promedio de 0,5 a 4,0 mm; y/o en el que los gránulos de resina de policarbonato tienen al menos una cara angular y en el que las superficies que definen la cara angular forman opcionalmente un ángulo de 60 a 120 grados.

30 11. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1-10, en el que los gránulos de resina de policarbonato tienen una densidad aparente, tal como se mide mediante el método ASTM D1895, de 0,5 a 0,9 g/cm³; y/o en el que los gránulos de resina de policarbonato son un homopolímero de bisfenol A.

35 12. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1-11, en el que un grupo arilo de la sal sulfonato de alquil arilo es un grupo fenilo, naftilo, bifenilo o difenil éter.

13. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1-12, en el que la sal sulfonato de alquil arilo contiene un metal alcalino o un metal alcalino-térreo.

40 14. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1-13, en el que la solución acuosa se añade al equipo de procesamiento en estado fundido seguida de los gránulos de policarbonato recubiertos de entre un 0,5 y un 10 % de la solución acuosa tensioactiva y la extrusora se hace funcionar a una velocidad de 50 a 500 r.p.m.

45 15. Una mezcla de limpieza que comprende: una sal sulfonato de alquil arilo, gránulos de resina de policarbonato y agua, teniendo la mezcla un pH de 6,0 a 7,9.

50 16. La mezcla de limpieza de la reivindicación 15, en la que la sal sulfonato de alquil arilo está presente en una cantidad de un 0,005 % p/p a un 12 % p/p de la mezcla de limpieza; y/o en la que los gránulos de resina de policarbonato son de un 70,0 a un 99,5 % p/p de la mezcla de limpieza; y/o en la que el agua está presente en una cantidad de un 0,3 a un 27,0 % p/p de la mezcla de limpieza; y/o en la que el pH es de 6,0 a 7,0.

55 17. La mezcla de limpieza de cualquiera de las reivindicaciones 15-16, en la que los gránulos de resina de policarbonato son cilindros con una longitud promedio de 2,0 a 6,0 mm y un diámetro promedio de 0,5 a 4,0 mm; y/o en la que los gránulos de resina de policarbonato tienen una densidad aparente, tal como se mide mediante el método ASTM D1895, de 0,5 a 0,9 g/cm³; y/o en la que los gránulos de resina de policarbonato tienen al menos una cara angular.