

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 653 722**

51 Int. Cl.:

B32B 27/08 (2006.01)

B32B 27/30 (2006.01)

B32B 27/32 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **31.12.2014** **E 14382589 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.10.2017** **EP 3040199**

54 Título: **Embalaje de barrera autorreciclable**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
08.02.2018

73 Titular/es:

DOW GLOBAL TECHNOLOGIES LLC (100.0%)
2040 Dow Center
Midland, MI 48674, US

72 Inventor/es:

PARKINSON, SHAUN;
ONER-DELIORMANLI, DIDEM;
CHIRINOS, CAROLINA y
WALTHER, BRIAN W.

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

Observaciones :

Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

ES 2 653 722 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

Embalaje de barrera autorreciclable

Campo de la invención

La presente invención se refiere a estructuras multicapa y su reciclado.

5 Antecedentes

Cada año se elimina una cantidad considerable de película de barrera de embalaje flexible en vertederos o incineradoras debido a la dificultad de eliminar polímeros de barrera funcionales típicos tales como etilenoalcohol vinílico (EVOH, por sus siglas en inglés) o poliamida (PA) en una corriente de residuos de poliolefina (PO) más convencional para su posterior reciclado.

10 Típicamente, los convertidores de película flexible y los recicladores obtienen valor de los residuos postindustriales sometiendo al material a un procedimiento de compatibilidad, en el que se añade un compatibilizador de reciclado a la corriente de residuos para la conversión adicional del material en gránulos, permitiendo su reutilización. Sin embargo, cuando se recoge una estructura de película de barrera de posconsumo y se mezcla con una corriente de residuos de PO convencional, es muy difícil saber cuándo usar tales compatibilizadores y las cantidades requeridas.

15 Una estructura de película de todo PO puede facilitar el reciclado de residuos utilizando solamente esta familia de materia prima en su estructura, evitando por tanto la etapa de compatibilizante, sin embargo, cuando se requiere barrera de gas, el embalaje se verá comprometido. Por lo tanto, se desea una solución que permita la incorporación de un material de barrera de gas en una estructura de película mientras se siga permitiendo el reciclado sin necesidad de un procedimiento secundario.

20 Como tal, por ejemplo, el documento de patente internacional WO 2010/034456 describe una construcción de poliolefina que comprende al menos una capa de poliolefina (PO), una capa de barrera para la capa de poliolefina y un compatibilizador para la PO y la capa de barrera, compatibilizador que permite que la PO y la capa de barrera se adhieran entre sí, según lo cual la capa de barrera comprende compatibilizador; un polímero de capa de barrera mezclada y la capa de barrera formada a partir de ahí y un procedimiento para producir la construcción de poliolefina.

Sumario de la invención

La presente invención permite una compatibilización mejorada, cuando se compara con la adición de un componente compatibilizador como una corriente separada en un procedimiento de reciclado.

30 En una amplia realización de la presente invención, se describe una estructura multicapa que comprende, que consiste en, o que consiste esencialmente en: a) al menos una capa que comprende un componente de poliolefina que comprende i) el 60 a 94 por ciento en peso de un primer componente seleccionado del grupo constituido por homopolímero de etileno, copolímero de etileno, homopolímero de polipropileno, copolímero de polipropileno y combinaciones de los mismos ii) 0-35 por ciento en peso de un componente polimérico funcional y iii) 1-35 por ciento en peso de un componente compatibilizador que comprende un interpolímero de etileno/alfa-olefina con funciones anhídrido y/o ácido carboxílico que tiene una viscosidad en estado fundido (177 °C) menor que o igual a 200 Pa.s (200.000 cP) y una densidad de 0,855 a 0,94 g/cc; b) al menos una capa de unión que comprende polímero injertado con anhídrido maleico con un índice de fusión menor que 50 dg/min, en el que la capa de unión no contiene el componente compatibilizador y c) se describe al menos una capa polar que comprende un polímero polar.

40 En otra realización de la presente invención, se describe un método para fabricar una estructura reciclada que comprende a) convertir la estructura multicapa mencionada anteriormente en copos, b) convertir opcionalmente los copos en gránulos y c) formar la estructura reciclada a partir de los copos o los gránulos, en la que el método no implica el uso del componente compatibilizador.

Breve descripción de las figuras

La Fig. 1 muestra una realización de estructura de 3 capas.

45 Las Figs. 2a y 2b muestran realizaciones de estructuras de 5 capas.

Las Figs. 3a y 3b muestran realizaciones de estructuras de 7 capas.

Las Figs. 4a, 4b y 4c muestran realizaciones de estructuras de 9 capas.

Descripción detallada

50 En una amplia realización de la presente invención, se describe una estructura multicapa que comprende: a) al menos una capa que comprende un componente de poliolefina que comprende i) el 60 a 94 por ciento en peso de

- un primer componente seleccionado del grupo que consiste en homopolímero de etileno, copolímero de etileno, homopolímero de polipropileno, copolímero de polipropileno y combinaciones de los mismos, ii) 0-35 por ciento en peso de un componente polimérico funcional y iii) 1-35 por ciento en peso de un componente compatibilizador que comprende un interpolímero de etileno/alfa-olefina con funciones anhídrido y/o ácido carboxílico con una viscosidad en estado fundido (177 °C) menor que o igual a 200 Pa.s (200.000 cP) y una densidad de 0,855 a 0,94 g/cc; b) al menos una capa de unión que comprende polímero injertado con anhídrido maleico con un índice de fusión menor que 50 dg/min, en la que la capa de unión no contiene el componente compatibilizador y c) al menos una capa polar que comprende un polímero polar.

Capa de componentes de poliolefina

- 10 La capa de poliolefina comprende un primer componente seleccionado del grupo que consiste en homopolímero de etileno (por ej., DMDA-8007 NT 7 vendido por The Dow Chemical Company), copolímero de etileno (por ej., DOWLEX 2045 G vendido por The Dow Chemical Company), homopolímero de polipropileno (por ej., H110-02N comercializado por Braskem), copolímero de polipropileno (por ej., DS6D81 vendido por Braskem) y combinaciones de los mismos.
- 15 El primer componente está presente en la capa de poliolefina en el intervalo de desde 60 por ciento en peso a 94 por ciento en peso. Todos y cada uno de los intervalos comprendidos entre 60 y 94 por ciento en peso se incluyen en la presente memoria y se describen en la presente memoria, por ejemplo, el primer componente puede estar presente en el intervalo de desde 65 a 90 por ciento en peso, 70 a 87 por ciento en peso o 75 a 82 por ciento en peso.
- 20 El componente de poliolefina también puede contener un componente polimérico funcional. Ejemplos de polímeros que se pueden usar incluyen, pero no se limitan a, una poliolefina con funciones anhídrido maleico (por ej., AMPLIFY™ TY 1353 vendido por The Dow Chemical Company), copolímero de acrilato-etileno (por ej., AMPLIFY™ EA 101 vendido por The Dow Chemical Company), etileno y acetato de vinilo (por ej., ELVAX 450 vendido por DuPont) y mezclas de los mismos.
- 25 En una realización, el componente de poliolefina comprende una mezcla del 5 a 30 por ciento en peso de un polímero sellante y del 70 a 95 por ciento en peso de un homopolímero de etileno o copolímero de etileno y alfa-olefina.
- 30 El componente polimérico funcional puede estar presente en la capa de poliolefina en el intervalo de desde 0 a 35 por ciento en peso. Todos y cada uno de los intervalos entre 0 y 35 por ciento en peso se incluyen en la presente memoria y se describen en la presente memoria, por ejemplo, el componente polimérico funcional puede estar presente en el intervalo de desde 2 a 16 por ciento en peso, 4 a 12 por ciento en peso o 6 a 11 por ciento en peso.

Compatibilizador – interpolímero de etileno/alfa-olefina con funciones anhídrido y/o ácido carboxílico

- El componente de poliolefina comprende además un componente compatibilizador que es un interpolímero de etileno/alfa-olefina con funciones anhídrido y/o ácido carboxílico.
- 35 El término "interpolímero", tal como se utiliza en la presente memoria, se refiere a polímeros preparados por la polimerización de al menos dos tipos diferentes de monómeros. Por lo tanto, el término genérico interpolímero incluye copolímeros (empleado para referirse a polímeros preparados a partir de dos tipos diferentes de monómeros) y polímeros preparados a partir de más de dos tipos diferentes de monómeros.
- 40 El término "interpolímero de etileno/α-olefina", tal como se utiliza en la presente memoria, se refiere a un interpolímero que comprende, en forma polimerizada, una cantidad mayoritaria de monómero de etileno (basado en el peso del interpolímero) y al menos una α-olefina.
- El término "interpolímero de etileno/alfa-olefina con funciones anhídrido y/o ácido carboxílico", tal como se utiliza en la presente memoria, se refiere a un interpolímero de etileno/alfa-olefina que comprende al menos un grupo anhídrido y/o al menos un grupo ácido (por ejemplo, -COOH formado por la hidrólisis de un anhídrido) unido por un enlace covalente.
- 45 El compatibilizador está presente en la capa de poliolefina en el intervalo de desde 1 por ciento en peso a 35 por ciento en peso. Todos y cada uno de los intervalos de 1 a 35 por ciento en peso se incluyen en la presente memoria y se describen en la presente memoria, por ejemplo, el compatibilizador puede estar presente en la capa de poliolefina en el intervalo de desde 5 a 30 por ciento en peso, 10 a 25 por ciento en peso o 15 a 22 por ciento en peso.
- 50 El polímero de base utilizado para formar el interpolímero de etileno/α-olefina con funciones anhídrido y/o ácido carboxílico es un interpolímero de etileno/α-olefina. En diversas realizaciones, las alfa-olefinas son alfa (α)-olefinas C3-C20. Todos y cada uno de los intervalos entre C3 y C20 se incluyen en la presente memoria y se describen en la presente memoria, por ejemplo, las α-olefinas son α-olefinas C3-C10. Los ejemplos de α-olefinas que pueden usarse en la presente invención incluyen, pero no se limitan a, propileno, 1-buteno, 1-penteno, 1-hexeno, 1-hepteno y 1-octeno y más preferiblemente incluyen propileno, 1-buteno, 1-hexeno y 1-octeno.
- 55

En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina es un interpolímero lineal homogéneamente ramificado y además un copolímero o un interpolímero homogéneo ramificado, sustancialmente lineal, y además un copolímero.

En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina es un interpolímero lineal, homogéneamente ramificado, y además un copolímero.

- 5 En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina es un interpolímero sustancialmente lineal, ramificado homogéneamente.

Los términos "homogéneo" y "ramificado homogéneamente" se usan en referencia a un interpolímero de etileno/ α -olefina, en el que el comonomero de α -olefina está distribuido aleatoriamente dentro de una molécula de polímero determinada y todas las moléculas de polímero tienen la misma, o sustancialmente la misma, relación de comonomero a etileno.

Los interpolímeros de etileno lineales, homogéneamente ramificados, son polímeros de etileno que carecen de ramificación de cadena larga, pero que tienen ramificaciones de cadena corta, derivadas del comonomero polimerizado en el interpolímero y que están distribuidas homogéneamente tanto dentro de la misma cadena de polímero como entre diferentes cadenas de polímero. Estos interpolímeros de etileno/ α -olefina tienen una cadena principal polimérica lineal, no hay ramificación mensurable de cadena larga y hay una distribución de peso molecular estrecha. Esta clase de polímeros la describe, por ejemplo, Elston en la patente de EE. UU. n. ° 3.645.992 y se han desarrollado procedimientos subsiguientes para producir tales polímeros utilizando catalizadores de bismetalloceno, como se muestra, por ejemplo, en la patente europea EP 0.129.368; la patente europea EP.0.260.999; la patente de EE. UU. n. ° 4.701.432; la patente de EE. UU. n. ° 4.937.301; la patente de EE. UU. n. ° 4.935.397; La patente de EE. UU. n. ° 5.055.438 y la patente internacional WO 90/07526; cada una incorporada en la presente memoria por referencia. Como se ha comentado, los interpolímeros de etileno lineales, homogéneamente ramificados, carecen de ramificación de cadena larga, al igual que en el caso de los polímeros lineales de polietileno de baja densidad o los polímeros lineales de polietileno de alta densidad. Los ejemplos comerciales de interpolímeros de etileno/ α -olefina lineales, homogéneamente ramificados, incluyen polímeros TAFMER de Mitsui Chemical Company y polímeros EXACT y EXCEED de ExxonMobil Chemical Company.

Los interpolímeros de etileno/ α -olefina sustancialmente lineales homogéneamente ramificados se describen en las patentes de EE. UU. n. ° 5.272.236; 5.278.272; 6.054.544; 6.335.410 y 6.723.810; cada una incorporada en la presente memoria por referencia. Los interpolímeros de etileno/ α -olefina sustancialmente lineales tienen ramificación de cadena larga. Las ramificaciones de cadena larga tienen la misma distribución de comonomero que la cadena principal del polímero y pueden tener aproximadamente la misma longitud que la longitud de la cadena principal del polímero. "Sustancialmente lineal", típicamente, se refiere a un polímero que está sustituido, en promedio, con "0,01 ramas de cadena larga por 1000 carbonos" a "3 ramas de cadena larga por 1000 carbonos". La longitud de una rama de cadena larga es más larga que la longitud de carbono de una rama de cadena corta, formada a partir de la incorporación de un comonomero en la cadena principal del polímero.

35 Algunos polímeros pueden estar sustituidos con 0,01 ramificaciones de cadena larga por 1000 carbonos totales a 3 ramificaciones de cadena larga por 1000 carbonos totales, más de 0,01 ramificaciones de cadena larga por 1000 carbonos totales a 2 ramificaciones de cadena larga por 1000 carbonos totales y más de 0,01 ramas de cadena larga por 1000 carbonos totales a 1 rama de cadena larga por 1000 carbonos totales.

Los interpolímeros de etileno/alfa-olefina sustancialmente lineales forman una clase única de polímeros de etileno ramificados homogéneamente. Se diferencian sustancialmente de la clase conocida de interpolímeros de etileno/ α -olefina lineales convencionales, homogéneamente ramificados, como se ha discutido anteriormente, y, además, no están en la misma clase que los polímeros de etileno lineales "polimerizados por catalizador Ziegler-Natta" heterogéneos convencionales (por ejemplo (todos por sus siglas en inglés), polietileno de densidad ultra baja (ULDPE), polietileno lineal de baja densidad (LLDPE) o polietileno de alta densidad (HDPE), realizado, por ejemplo, utilizando la técnica descrita por Anderson et al., en la patente de EE. UU. n. ° 4.076.698); ni están en la misma clase que los polietilenos altamente ramificados de alta presión, iniciados por radicales libres, tales como, por ejemplo, polietileno de baja densidad (LDPE), copolímeros de etileno-ácido acrílico (EAA) y copolímeros de etileno-acetato de vinilo (EVA).

Los interpolímeros de etileno/ α -olefina sustancialmente lineales, homogéneamente ramificados, útiles en la invención tienen una procesabilidad excelente, aunque tengan una distribución de peso molecular relativamente estrecha. Sorprendentemente, la relación de flujo en estado fundido (I10/I2), según ASTM D 1238, de los interpolímeros de etileno sustancialmente lineales se puede variar ampliamente y esencialmente independientemente de la distribución de peso molecular (Mp/Mn o DPM). Este comportamiento sorprendente es contrario a los interpolímeros de etileno lineales homogéneamente ramificados, convencionales, tales como los descritos, por ejemplo, por Elston en la patente de EE. UU. n. ° 3.645.992 e interpolímeros de polietileno lineales, "polimerizados por Ziegler-Natta", convencionales, heterogéneamente ramificados, tales como los descritos, por ejemplo, por Anderson et al., en la patente de EE. UU. n. ° 4.076.698. A diferencia de los interpolímeros de etileno sustancialmente lineales, los interpolímeros lineales de etileno (ya sean homogéneamente o heterogéneamente

ramificados) tienen propiedades reológicas, de manera que, a medida que aumenta la distribución de peso molecular, el valor I10/I2 también aumenta.

La ramificación de cadena larga se puede determinar usando la espectroscopia de resonancia magnética nuclear (RMN) de ¹³C y se puede cuantificar usando el método de Randall (Rev. Macromol. Chem. Phys., C29 (2 & 3), 1989, pág. 285-297), cuya descripción se incorpora en la presente memoria como referencia. Otros dos métodos son cromatografía de permeación de gel, acoplada a un detector de dispersión de luz láser de ángulo bajo (GPCLALLS, por sus siglas en inglés) y cromatografía de permeación de gel acoplada a un detector de viscosidad diferencial (GPC-DV, por sus siglas en inglés). El uso de estas técnicas para la detección de ramificación de cadena larga, y las teorías subyacentes, han sido bien documentados en la bibliografía. Véase, por ejemplo, Zimm, B. H. y Stockmayer, W. H., J. Chem. Phys., 17, 1301 (1949.) y Rudin, A., Modern Methods of Polymer Characterization, John Wiley and Sons, Nueva York (1991), págs. 103-112.

En contraste con "polímero de etileno sustancialmente lineal", "polímero de etileno lineal" significa que el polímero carece de ramificaciones de cadena larga medibles o demostrables, es decir, el polímero está sustituido con un promedio de menos de 0,01 ramificación de cadena larga por 1000 carbonos.

Un ejemplo de un copolímero de etileno/ α -olefina es AFFINITY GA Polyolefin Plastomer disponible en The Dow Chemical Company y LICOCENE Performance Polymers de Clariant. Otros ejemplos de polímeros de etileno/ α -olefina adecuados para la invención incluyen los polímeros de etileno de peso molecular ultra bajo descritos en las patentes de EE. UU. n. ^{os} 6.335.410, 6.054.544 y 6.723.810, cada una de las cuales se incorpora por referencia en la presente memoria.

Un ejemplo de un copolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado es RETAIN 3000 disponible de The Dow Chemical Company.

En diversas realizaciones, la funcionalidad de anhídrido y/o ácido carboxílico es mayor o igual a 0,5 por ciento en peso, basado en el peso total del interpolímero de etileno/alfa-olefina con funciones anhídrido y/o ácido carboxílico. Todos y cada uno de los intervalos mayores que, o iguales a, 0,5 por ciento en peso se incluyen en la presente memoria y se describen en la presente memoria, por ejemplo, la funcionalidad anhídrido y/o ácido carboxílico puede ser mayor que, o igual a, 0,8 por ciento en peso, mayor que, o igual a, 0,9 por ciento en peso, mayor que, o igual a, 1,0 por ciento en peso, de 0,6 a 1,9 por ciento en peso, de 0,8 a 1,7 por ciento en peso o de 0,9 a 1,5 por ciento en peso basado en el peso total del interpolímero de etileno/alfa-olefina con funciones anhídrido y/o ácido carboxílico.

En una realización, el interpolímero de etileno/alfa-olefina con funciones anhídrido y/o ácido carboxílico se injerta en la poliolefina.

En varias realizaciones, el interpolímero de etileno/alfa-olefina con funciones anhídrido y/o ácido carboxílico tiene una viscosidad en estado fundido en el intervalo de 2000 cP a 50.000 cP a 177 °C (350 °F). Todos y cada uno de los intervalos entre 2000 cP y 50.000 cP se incluyen en la presente memoria y se describen en el presente documento, por ejemplo, la viscosidad en estado fundido puede estar en el intervalo de 3000 cP a 40.000 cP, de 4000 cP a 30.000 cP o de 5000 cP a, 20.000 cP, a 350 °F (177 °C).

En una realización, el interpolímero de etileno/alfa-olefina con funciones anhídrido y/o ácido carboxílico tiene una densidad de 0,855 g/cm³ a 0,940 g/cm³. Todos y cada uno de los intervalos de 0,855 g/cm³ a 0,940 g/cm³ se incluyen en la presente memoria y se describen en la presente memoria, por ejemplo, el interpolímero de etileno/alfa-olefina con funciones anhídrido y/o ácido carboxílico puede tener una densidad de 0,860 g/cm³ a 0,900 g/cm³, desde 0,860 g/cm³ a 0,895 g/cm³, desde 0,865 g/cm³ a 0,890 g/cm³ o desde 0,865 g/cm³ a 0,880 g/cm³.

En una realización, el interpolímero de etileno/alfa-olefina con funciones anhídrido y/o ácido carboxílico tiene una distribución de peso molecular (DPM) (Mp/Mn) de 1,1 a 5,0. Todos y cada uno de los intervalos de 1,1 a 5,0 se incluyen en la presente memoria y se describen en la presente memoria, por ejemplo, el interpolímero de etileno/alfa-olefina con funciones anhídrido y/o ácido carboxílico puede tener una DPM de 1,3 a 4,0, 1,5 a 2,8 o 2,0 a 2,5 o de 2,0 a 3,0.

En una realización, el interpolímero de etileno/alfa-olefina con funciones anhídrido y/o ácido carboxílico tiene un peso molecular medio ponderal (Mp) en el intervalo de 2000 g/mol a 50.000 g/mol. Todos y cada uno de los intervalos de 2000 g/mol a 50.000 g/mol se incluyen en la presente memoria y se describen en la presente memoria, por ejemplo, el interpolímero de etileno/alfa-olefina con funciones anhídrido y/o ácido carboxílico puede tener un Mp en el intervalo de 3000 g/mol a 40.000 g/mol o de 4000 g/mol a 30.000 g/mol.

En una realización, el interpolímero de etileno/alfa-olefina con funciones anhídrido y/o ácido carboxílico tiene un índice de fusión (I2), o índice de fusión calculado (I2) (2,16 kg, 190 °C), en el intervalo de 300 g/10 min a 1500 g/10 min. Todos y cada uno de los intervalos entre 300 g/10 min y 1500 g/10 min se incluyen en la presente memoria y se describen en la presente memoria, por ejemplo, el interpolímero de etileno/alfa-olefina con funciones anhídrido y/o ácido carboxílico puede tener un índice de fusión (I2) o índice de fusión calculado (I2) en el intervalo de 400 g/10 min a 1200 g/10 min o de 500 g/10 min a 1000 g/10 min.

5 En una realización, el interpolímero de etileno/alfa-olefina con funciones anhídrido y/o ácido carboxílico tiene un porcentaje de cristalinidad, según se determina por DSC, en el intervalo de desde 2 por ciento a 40 por ciento. Todos y cada uno de los intervalos de 2% a 40% se incluyen en la presente memoria y se describen en la presente memoria, por ejemplo, el interpolímero de etileno/alfa-olefina con funciones anhídrido y/o ácido carboxílico puede tener un porcentaje de cristalinidad en el intervalo de desde 5% a 30%, del 10% al 25% o del 15% al 20%.

Capa de unión

Polímero injertado de anhídrido maleico

10 La capa de unión comprende un polímero con una funcionalidad injertada con anhídrido maleico (AHM). En una realización adicional, el nivel de injerto de AHM es de 0,05 a 1,20 por ciento en peso, basado en el peso del polímero injertado con AHM. En una realización adicional, el nivel de injerto de AHM es de 0,07 a 1,00 por ciento en peso, basado en el peso del polímero injertado con AHM. En una realización adicional, el nivel de injerto de AHM es de 0,10 a 0,60 por ciento en peso, basado en el peso del polímero injertado con AHM.

15 En una realización, la capa de unión es un polímero a base de etileno injertado con AHM. En una realización adicional, el polímero a base de etileno injertado con AHM tiene un índice de fusión (I2) de 0,5 a 10 g/10 min o de 1 a 6 g/10 min.

En una realización, el polímero basado en etileno injertado con AHM funcionalizado comprende al menos un grupo funcional seleccionado entre los siguientes:



20 anhídrido y combinaciones de los mismos y en la que R es hidrógeno o alquilo, R' es hidrógeno o alquilo. En una realización adicional, cada grupo alquilo es, independientemente, metilo, etilo, propilo o butilo. En una realización, el polímero basado en etileno funcionalizado se selecciona entre un homopolímero de etileno funcionalizado o un interpolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado. En una realización adicional, el polímero basado en etileno funcionalizado es un homopolímero de etileno funcionalizado. En otra realización, el polímero basado en etileno funcionalizado es un interpolímero funcionalizado de etileno/alfa-olefina y además un copolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado. Las alfa-olefinas preferidas incluyen alfa-olefinas C3-C8 y además propileno, 1-buteno, 1-hexeno y 1-octeno.

La adición de niveles bajos de polímero injertado con anhídrido maleico en la capa de unión es conocida en la técnica. La adición de un nivel suficiente de polímero injertado con anhídrido maleico a la capa de unión para permitir la compatibilización puede disminuir las propiedades de adhesión de la capa de unión.

30 Capa polar

La estructura multicapa también comprende una capa polar o de barrera que comprende un polímero polar.

El término "polímero polar", tal como se utiliza en la presente memoria, se refiere a polímero formado a partir de al menos un monómero que comprende al menos un heteroátomo. Algunos ejemplos de heteroátomos incluyen O, N, P y S.

35 En varias realizaciones, el polímero polar tiene un índice de fusión (I2) (2,16 kg, 190 °C) de 0,1 a 40 g/10 min, además de 0,2 a 20 g/10 min y además de 0,5 a 10 g/10 min.

En varias realizaciones, el polímero polar tiene una densidad de 1,00 a 1,30 g/cc, además de 1,10 a 1,20 g/cc (1 cc = 1 cm³).

40 En diversas realizaciones, el polímero polar se selecciona de un polímero de etileno-alcohol vinílico (EVOH) (tal como Eval H171B vendido por Kuraray) o poliamida (PA) (tal como Nylon 6, Nylon 66 y Nylon 6/66 vendidos por DuPont) y combinaciones de los mismos.

En diversas realizaciones, al menos la capa polar comprende al menos una capa de EVOH.

En diversas realizaciones, al menos la capa polar comprende al menos una capa que comprende un nailon seleccionado del grupo que consiste en nylon 6, nylon 66, nylon 6/66 y combinaciones de los mismos.

45 En diversas realizaciones, la capa polar comprende al menos una capa de al menos uno de los compuestos de nailon mencionados anteriormente y al menos una capa de EVOH.

En diversas realizaciones, la capa polar puede comprender además hasta 15 por ciento en peso del compatibilizante descrito anteriormente. Todos y cada uno de los intervalos hasta el 15 por ciento en peso se incluyen en la presente memoria y se describen en la presente memoria, por ejemplo, la capa polar puede comprender 0,25 por ciento en

peso, 0,5 por ciento en peso, 1 por ciento en peso, 5 por ciento en peso, 6 por ciento en peso, 8 por ciento en peso o 10 por ciento en peso del componente compatibilizador.

5 Para un experto en la materia es sabido que se podría añadir la incorporación de un componente compatibilizador de reciclado a cualquier capa de la estructura multicapa. Sorprendentemente, se requiere la adición a capas específicas para conseguir el rendimiento de la película objetivo. La adición de niveles bajos de polímero injertado con anhídrido maleico en la capa polimérica polar se conoce en la técnica. La adición de un nivel suficiente de polímero injertado con anhídrido maleico a la capa polimérica polar para permitir la compatibilización puede disminuir las propiedades del polímero polar.

10 Las figuras muestran varias realizaciones de la presente invención. La figura 1 muestra una estructura de tres capas, con una capa de poliolefina que comprende un polietileno y componente compatibilizador, una capa de unión y una capa polar que comprende EVOH o PA.

15 Las figuras 2a y 2b muestran, cada una, estructuras de 5 capas. En la figura 2a, hay una capa de poliolefina que comprende un polietileno y un componente compatibilizador, una capa de unión, una capa polar que comprende EVOH o PA, una segunda capa de unión y una segunda capa de poliolefina que comprende EVOH o PA. La figura 2b muestra una estructura de 5 capas con una capa de poliolefina que comprende un polietileno, una capa de unión, una capa polar que comprende EVOH o PA, una segunda capa de unión y una capa de poliolefina que comprende un polietileno y un componente compatibilizador.

20 Las figuras 3a y 3b muestran estructuras de 7 capas. En la figura 3a, hay una capa de poliolefina que comprende un polietileno, una capa de poliolefina que comprende un polietileno y un componente compatibilizador, una capa de unión, una capa polar que comprende EVOH o PA, otra capa de unión, una capa de poliolefina que comprende un polietileno y un componente compatibilizador y una capa de poliolefina que comprende un polietileno. La figura 3b muestra una estructura de 7 capas con una capa de poliolefina que comprende un polietileno y un compatibilizador, una capa de unión, una capa polar que comprende PA, una capa polar que comprende EVOH, otra capa polar que comprende PA, otra capa de unión y otra capa de poliolefina que comprende un polietileno y un componente compatibilizador.

25 Las figuras 4a, 4b y 4c muestran realizaciones de estructura de 9 capas. En la figura 4a, hay una capa de poliolefina que comprende un polietileno, una capa de poliolefina que comprende un polietileno y un componente compatibilizador, una capa de unión, una capa polar que comprende PA, una capa polar que comprende EVOH, una segunda capa polar que comprende PA, una segunda capa de unión, una segunda capa de poliolefina que comprende un polietileno y un componente compatibilizador y una segunda capa de poliolefina que comprende un polietileno. La figura 4b muestra una estructura de 9 capas con una capa de poliolefina que comprende un polietileno, una segunda capa de poliolefina que comprende un polietileno, una capa de poliolefina que comprende un polietileno y un componente compatibilizador, una capa de unión, una capa polar que comprende EVOH o PA, una segunda capa de unión, una segunda capa de poliolefina que comprende polietileno y un componente compatibilizador, una tercera capa de poliolefina que comprende un polietileno y una cuarta capa de poliolefina que comprende un polietileno. La figura 4c muestra una estructura de nueve capas con una capa de poliolefina que comprende un polietileno, una capa de poliolefina que comprende un polietileno y un componente compatibilizador, una segunda capa de poliolefina que comprende un polietileno, una capa de unión, una capa polar que comprende EVOH o PA, una segunda capa de unión, una tercera capa de poliolefina que comprende un polietileno, una segunda capa de poliolefina que comprende un polietileno y un componente compatibilizador y una cuarta capa de poliolefina que comprende un polietileno.

30 Las estructuras multicapa pueden usarse para una variedad de aplicaciones incluyendo, pero sin limitación, aplicaciones de película tales como películas flexibles, películas semiflexibles, películas rígidas y películas semirígidas. Las películas se pueden preparar por cualquier método conocido por los expertos en la materia. Las estructuras multicapa o las películas autorreciclables descritas en la presente memoria pueden convertirse en películas, láminas o estructuras rígidas.

Método de reciclado

35 En varias realizaciones, esta invención describe un método para fabricar una estructura reciclada que comprende a) convertir la estructura multicapa de cualquier realización anterior en copos, b) convertir opcionalmente los copos en gránulos y c) formar la estructura reciclada a partir de los copos o los gránulos, en las que el método no implica la adición de un componente compatibilizador durante esta operación unitaria.

40 En otra realización, esta invención describe un método para fabricar una estructura reciclada que comprende: a) transferir continuamente el recorte de borde de un procedimiento de película soplada o fundida directamente de vuelta a la corriente de alimentación, b) opcionalmente combinar el recorte con otros polímeros para formar una capa en una estructura multicapa.

45 La estructura reciclada puede formarse a partir de los copos y/o los gránulos sometiéndolos a cualquier procedimiento útil conocido por los expertos en la materia. Estos procedimientos incluyen, pero no se limitan a, un

procedimiento de extrusión, un procedimiento de película soplada, un procedimiento de película fundida y combinaciones de los mismos.

Ejemplos

Materiales

5 Los materiales se muestran en la Tabla 1 a continuación.

Tabla 1. Materiales utilizados en los Ejemplos

Material	Densidad (g/cm ³)	Índice de fusión (g 10/min)	Comentarios
RETAIN 3000	0,87	660	Compatibilizador de reciclado (CR). Plastómero de etileno-octeno injertado con anhídrido maleico (AHM)
Dowlex 5056G	0,919	1,1	LLDPE
AMPLIFY™ TY 1353	0,921	2,0	Polímero injertado con AHM
Eval F171B	1,19	1,6	Copolímero de etileno-alcohol vinílico. Contenido de etileno de 32% en moles

Preparación de la muestra y procedimiento de reciclado

10 Una muestra de película multicapa de control que contenía EVOH, capas de unión y capas exteriores de poliolefina se compara con una estructura multicapa autorreciclable que contenía EVOH, capas de unión y una capa de poliolefina externa que era una mezcla de poliolefina y el compatibilizador de reciclado, Tabla 2. Ambas películas son estructuras A/B/C/B/A de 5 capas con un espesor total de 100 micrómetros, distribuidas como capas de 42,5/5/5/5/42,5 micrómetros. Estas estructuras se produjeron en una línea de película soplada de coextrusión de Collin. Estas muestras fueron designadas como "estructuras de película originales", puesto que se someterían

15 posteriormente a un procedimiento de reciclado y corresponden a la estructura representada en la figura 2a. La Tabla 2 muestra las estructuras diseñadas.

Tabla 2. Estructuras de película original diseñadas

Estructuras	Capa	Ejemplo Comparativo A	Ejemplo 1 inventivo
AB/C/B/A 100 μ 42,5/5/5/5/42,5μ (42,5/5/5/5/42,5%)	A	Dowlex 5056G	94% de Dowlex 5056G + 6% de RETAIN 3000
	B	Amplificar TY 1353	Amplify TY 1353
	C	Eval F171B	Eval F171B

20 La relación EVAL F171B: RETAIN 3000 para este estudio fue 1:1, lo que significa que la cantidad de EVOH dentro de estas estructuras fue del 5%, mientras que la cantidad de compatibilizador incorporado dentro de la estructura autorreciclable fue del 5% que se repartió uniformemente entre las dos capas exteriores.

Las estructuras originales de la película se trituraron en una máquina amoladora Mateu & Sole, una máquina compuesta de paletas rotativas diseñadas para reducir la película alimentada en copos de aproximadamente 0,5 x 0,5 cm, cortando y comprimiendo la película contra el tambor.

25 Una vez que las películas se convirtieron en copos, se procesaron a continuación en un amasador-mezclador Buss con el fin de convertir los copos en gránulos.

ES 2 653 722 T3

Se produjeron monocapa y estructuras de película de 3 capas en una línea de película soplada por coextrusión de Collin usando unaRS (relación de soplado) de 2,5 y una abertura de la matriz de 1,8 mm. Antes del procedimiento de extrusión, se secaron los gránulos durante la noche en un horno de laboratorio a 100 °C para eliminar cualquier humedad restante.

5 Las películas producidas se muestran en la Tabla 3.

Tabla 3. Monocapa reciclada y películas de 3 capas

Películas monocapa		3 Películas de capa (A/B/A)	
50 μ		50 μ (15/20/15 μ)	
Ejemplo Comparativo B	Ejemplo inventivo 2	Ejemplo comparativo C	Ejemplo inventivo3
100% reciclado Ejemplo Comparativo A	100% reciclado Ejemplo inventivo1	Capa A = Dowlex 5056 Capa B = Reciclado Ejemplo Comparativo A	Capa A = Dowlex 5056 Capa B = Reciclado Ejemplo Inventivo 1

Las condiciones de extrusión para estas muestras se muestran en la Tabla 4.

Cuadro 4. Condiciones de extrusión línea de película soplada por coextrusión de Collin

	Unidades	Ej. Comp.	Ej. Inv. 1	Ej. CompB	Ej. Inv. 2	Ej. CompC	Ej. Inv. 3
Amps-Ext. A	A	4	2,7	8	8,3	3,3	3,4
Amps-Ext. B	A	2,2	2,4	-	-	5,2	6,3
Amps-Ext. C	A	1	0,9	-	-	3,3	3,1
Amps-Ext. D	A	3,7	3,1	-	-	-	-
Porcentaje de capa-Ext. A	%	42	42	100	100	30	30
Porcentaje de capa-Ext. B	%	10	10	-	-	40	40
Porcentaje de capa-Ext. C	%	5	5	-	-	30	30
Porcentaje de capa-Ext. D	%	42	42	-	-	-	-
Presión en estado fundido - Ext. A	bar	213	179	278	273	203	208
Presión en estado fundido - Ext. B	bar	48	44	-	-	184	214
Presión en estado fundido- Ext. C	bar	52	46	-	-	162	165
Presión en estado fundido- Ext. D	bar	173	155		-	-	-

ES 2 653 722 T3

	Unidades	Ej. Comp.	Ej. Inv. 1	Ej. CompB	Ej. Inv, 2	Ej. CompC	Ej. Inv. 3
Temperatura de estado fundido -Ext. A	°C	248	248	221	223	235	234
Temperatura de estado fundido -Ext. B	°C	235	235	-	-	221	203
Temperatura de estado fundido -Ext. C	°C	225	226	-	-	228	228
Temperatura de estado fundido -Ext. D	°C	242	241	-	-	-	-
RPM-Ext. A	rpm	90	90	85	85	68	65
RPM-Ext. B	rpm	12	12	-	-	45	45
RPM-Ext. C	rpm	6	5	-	-	68	65
RPM-Ext. D	rpm	92	92	-	-	-	-
Velocidad de despegue	m/min	3,4	3,3	5,2	5,,2	6,8	6,8
Producción total	kg/h	10	10	8	8	10	10

La Tabla 5 muestra las condiciones de funcionamiento para el mezclador Buss.

Tabla 5. Condiciones de funcionamiento para el amasador-mezclador Buss

	Unidades	Gránulos derivados de Ej. Comp. A	Gránulos derivados de Ej. Inv. 1
Corriente del motor del amasador	A	13	13
Velocidad del amasador	Rpm	120	120
Corriente del motor	A	3	3
Tasa de producción	Kg/h	4	4
Velocidad del tornillo	Rpm	45	30
Termopar K1	°C	75	75
Termopar K2	°C	150	150
Termopar K3	°C	170	170
Termopar K5	°C	130	130
Termopar K4	°C	135	135

5 Las propiedades mecánicas y ópticas de las estructuras monocapa recicladas se presentan en la Tabla 6.

Tabla 6. Propiedades de las películas recicladas monocapa

Ensayo	Ejemplo comparativo B	Ejemplo inventivo 2
Impacto de caída de dardo (g)	342	305
Desgarro Elmendorf DT (g)	1.060	1.320
Desgarro Elmendorf DM (g)	893	1.050
Brillo 45 ° (Brillo)	30,4	64,5
Turbidez (%)	30,9	13,1

5 Se comparan las propiedades físicas para el Ejemplo B y el Ejemplo Inventivo 2. Se mejoran las propiedades de desgarro en la DT y la DM. Las propiedades ópticas medidas, Brillo y Turbidez, mejoran significativamente en el Ejemplo Inventivo 2 sin la inclusión de una etapa de operación unitaria distinta donde se añade el compatibilizante de reciclado.

La Tabla 7 muestra las propiedades mecánicas y ópticas de las estructuras de película de 3 capas con materiales reciclados en la capa de núcleo.

Tabla 7. Propiedades de las películas de 3 capas con material reciclado en la capa de núcleo.

Ensayo	Ejemplo comparativo C	Ejemplo Inventivo 3
	A/B/A	A/B/A
	A = Dowlex 5056	A = Dowlex 5056
	B = Ejemplo comparativo A reciclado	B = Ejemplo inventivo 1 reciclado
Impacto de caída de dardo (g)	377	319
Desgarro Elmendorf DT (g)	1.160	1.210
Desgarro Elmendorf DM (g)	984	1.020
Brillo 45 ° (Brillo)	78,4	76,9
Turbidez (%)	7,9	7,2

10 Cuando se compara la estructura de 3 capas con la muestra de control reciclado (Ejemplo comparativo A) y la estructura de 3 capas con el Ejemplo Inventivo 1 en la capa de núcleo, se puede observar una mejora en las propiedades mecánicas.

Otros métodos de ensayo utilizados en estos ejemplos se enumeran en la Tabla 8.

15

Tabla 8. Ensayos de propiedades mecánicas

Ensayo	Método
Impacto de caída de dardo	ASTM D 1709
Desgarro Elmendorf	ASTM D 1922
Brillo 45 °	ASTM D2457
Turbidez	ASTM D1003
Densidad	ASTM 792-08
Índice de fusión	ISO 1133

REIVINDICACIONES

1. Una estructura multicapa que comprende:
 - a) al menos una capa que comprende un componente de poliolefina que comprende:
 - 5 i) el 60 a 94 por ciento en peso de un primer componente seleccionado del grupo que consiste en homopolímero de etileno, copolímero de etileno, homopolímero de polipropileno, copolímero de polipropileno y combinaciones de los mismos,
 - ii) 0-35 por ciento en peso de un componente polimérico funcional y
 - 10 iii) 1-35 por ciento en peso de un componente compatibilizador que comprende un interpolímero de etileno/alfa-olefina con funciones anhídrido y/o ácido carboxílico que tiene una viscosidad en estado fundido (177 °C) menor que, o igual a, 200 Pa.s (200.000 cP) y una densidad de 0,855 a 0,94 g/cm³;
 - b) al menos una capa de unión que comprende polímero injertado con anhídrido maleico con un índice de fusión menor que 50 dg/min, en el que la capa de unión no contiene el componente compatibilizador y
 - c) al menos una capa polar que comprende un polímero polar.
- 15 2. La estructura multicapa de la reivindicación 1, en la que la relación del componente compatibilizador al polímero polar está en el intervalo de 0,2-4,0:1,0 en peso.
3. La estructura multicapa de las reivindicaciones 1 o 2, en la que la capa polar comprende una capa de EVOH.
4. La estructura multicapa de cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en la que la capa polar comprende una capa que comprende un nailon seleccionado del grupo que consiste en nylon 6, nylon 66, nylon 6/66 y combinaciones de los mismos.
- 20 5. La estructura multicapa de la reivindicación 1, en la que la capa polar comprende al menos una capa de EVOH y al menos una capa de un nailon seleccionado del grupo que consiste en nylon 6, nylon 66, nylon 6/66 y combinaciones de los mismos.
- 25 6. La estructura multicapa de cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en la que el homopolímero de etileno o copolímero de etileno y alfa-olefina se selecciona del grupo que consiste en polietileno homopolímero, copolímero de etileno y alfa-olefina, polipropileno, polipropileno aleatorio y mezclas de los mismos.
7. La estructura multicapa de la reivindicación 6, en la que el componente de poliolefina comprende una mezcla de 5 a 30 por ciento en peso de un polímero sellante y 70 a 95 por ciento en peso del homopolímero de etileno o copolímero de etileno y alfa-olefina.
- 30 8. La estructura multicapa según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en la que el componente polimérico funcional se selecciona del grupo que consiste en una poliolefina con funciones anhídrido maleico, copolímero de acrilato y etileno, etileno y acetato de vinilo y mezclas de los mismos.
9. Un artículo preparado a partir de la estructura multicapa de la reivindicación 1.
10. Un método para fabricar una estructura reciclada que comprende:
 - a) convertir la estructura multicapa de la reivindicación 1 en copos
 - 35 b) convertir opcionalmente los copos en gránulos
 - c) formar la estructura reciclada a partir de los copos o los gránulos
 en el que el método no implica el uso del componente compatibilizador.
- 40 11. El método de la reivindicación 10, en el que los copos y/o gránulos forman la estructura reciclada en la etapa c) mediante i) la transferencia continua del recorte del borde de un procedimiento de película soplada o fundida directamente de vuelta a la corriente de alimentación y ii) combinando opcionalmente el recorte con otros polímeros para formar una capa en una estructura multicapa.
12. Una película que tiene al menos una capa que comprende la estructura reciclada de la reivindicación 10.

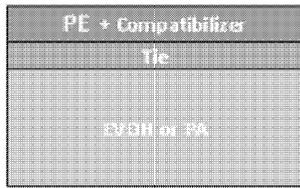


FIGURA 1

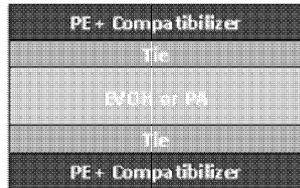


FIGURA 2a

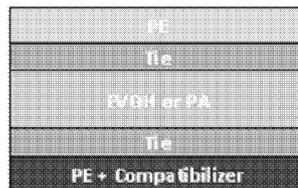


FIGURA 2b

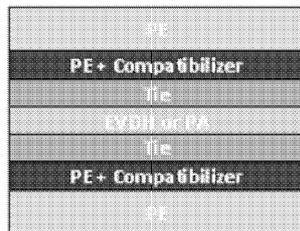


FIGURA 3a

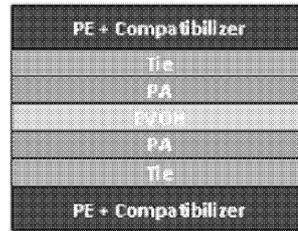


FIGURA 3b

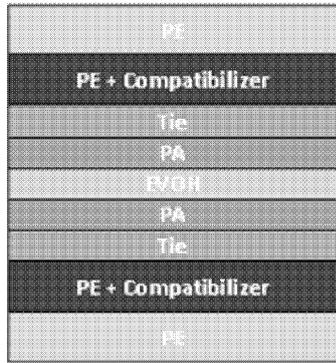


FIGURA 4a

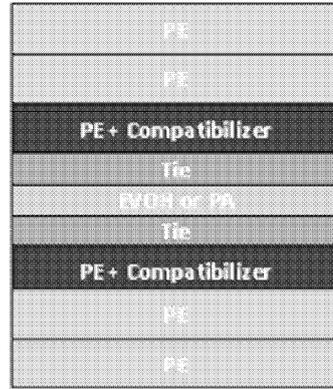


FIGURA 4b

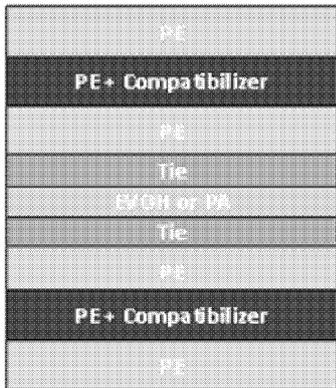


FIGURA 4c