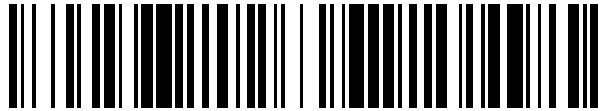


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 676 738**

51 Int. Cl.:

C08J 11/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **24.12.2013 PCT/FR2013/053264**

87 Fecha y número de publicación internacional: **03.07.2014 WO14102506**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.12.2013 E 13824633 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.02.2018 EP 2938665**

54 Título: **Procedimiento de reciclaje de polímeros y producto resultante de este procedimiento**

30 Prioridad:

28.12.2012 FR 1262919

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

24.07.2018

73 Titular/es:

**COMPAGNIE PLASTIC OMNIUM (100.0%)
19 Avenue Jules Carteret
69007 Lyon, FR**

72 Inventor/es:

**VIOT, FRÉDÉRIC;
LE BOT, PHILIPPE y
GUENERON, FRANÇOIS**

74 Agente/Representante:

ARIAS SANZ, Juan

ES 2 676 738 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

Procedimiento de reciclaje de polímeros y producto resultante de este procedimiento

5 La presente invención se refiere a un procedimiento de reciclaje de polímeros.

El documento WO-A-2005 21625 describe un procedimiento similar.

10 Se entiende por material "post-consumo" de acuerdo con la definición del artículo 7.8.1.1 de la norma ISO 14021 ("Etiquetas y declaraciones ambientales - Autodeclaraciones ambientales (Etiquetado de tipo II)"), un "material generado por los hogares o por las instalaciones comerciales, industriales o institucionales en su papel de usuario final del producto, y que ya no puede cumplir el uso para el que fue diseñado. Esto comprende los retornos de material de la cadena de distribución". Tal material se distingue de un material "pre-consumo" tal como se define en el mismo artículo de la norma, a saber, un "material desviado del flujo de residuos durante el procedimiento de fabricación".

Hasta ahora, los polímeros obtenidos a partir de materiales "post-consumo" no podían utilizarse para la fabricación de piezas recubiertas, no aceptando defectos de aspecto, o al menos no en altas concentraciones.

20 La invención permite resolver este problema.

A tal fin, la invención tiene por objeto un procedimiento de reciclaje de polímeros a partir de un fragmentado de materiales "post-consumo", de acuerdo con la reivindicación 1.

25 La etapa de extracción tiene lugar tras las etapas de clasificación, fragmentado, separación, lavado, secado, ya conocidas para el reciclaje de materiales de plástico.

30 Tal procedimiento permite disminuir, en los polímeros resultantes de materiales "post-consumo", la presencia de contaminantes que representan compuestos orgánicos volátiles (COV), los cuales los inventores han observado que son la causa de los defectos de aspecto de las piezas fabricadas en estos polímeros.

35 Se conoce al menos tres textos que definen los compuestos orgánicos volátiles. La directiva n.º 1999/13/CE del Consejo Europeo del 11/03/1999, sobre la limitación de emisiones de compuestos orgánicos volátiles debido al uso de disolventes orgánicos en determinadas actividades e instalaciones, define un compuesto volátil orgánico como "cualquier compuesto orgánico que tiene una presión de vapor de 0,01 kPa o más a una temperatura de 293,15 K o que tiene una volatilidad correspondiente en las condiciones de uso particulares".

40 El decreto n.º 2006-623 del 29/05/2006, sobre la reducción de las emisiones de compuestos orgánicos volátiles debido al uso de disolventes orgánicos en determinados barnices y pinturas y en los productos de renovación del acabado de vehículos, define un de ebullición inicial, medido a presión estándar de 101,3 kPa, es inferior o igual a 250 °C".

45 La norma NF ISO 16000-6 del 05/05/2005 define los compuestos orgánicos volátiles en función de su temperatura de ebullición y distingue, de acuerdo con la clasificación adoptada por la Organización Mundial de la Salud en 1989, los compuestos orgánicos semi-volátiles cuyo punto de ebullición se sitúa entre (240 °C a 260 °C) y (380 °C a 400 °C), los compuestos orgánicos volátiles cuyo punto de ebullición se sitúa entre (50 °C a 100 °C) y (240 °C a 260 °C) y los compuestos orgánicos muy volátiles cuyo punto de ebullición se sitúa entre <0 °C y (50 °C a 100 °C). Los compuestos orgánicos volátiles de la presente invención pueden ser uno u otro de los compuestos orgánicos semi-volátiles, compuestos orgánicos volátiles y compuestos orgánicos muy volátiles definidos en esta norma.

50 En la presente invención, se entiende por compuesto orgánico volátil un compuesto que entra en una definición de acuerdo con al menos uno de estos tres textos.

55 Estos contaminantes no están presentes en los polímeros vírgenes (es decir, los polímeros no resultantes del reciclaje), pero son fabricados durante la vida del polímero bajo la acción de la degradación debido al envejecimiento, a la temperatura, a la luz y a la contaminación externa, como los aceites de motor o la contaminación de toda clase. Pueden ser alcanos o alquenos y ésteres de ácidos grasos, o bien siliconas o aceites minerales procedentes de aceites de motor. Están presentes no solo en la superficie, sino también en el centro del polímero a reciclar, atrapados y/o disueltos en la maraña de las cadenas poliméricas. Por ello, un simple lavado del fragmentado no es suficiente para retirarlos y una extracción es necesaria.

60 Además, los inventores han descubierto que el paso, en las cadenas de pintura, de piezas que presentan una concentración importante de polímeros resultantes de materiales "post-consumo" provoca la contaminación de la cadena de pintura. De hecho, se observó que después del paso de tales piezas, cualquier pieza posterior de material virgen, que pasa por la cadena de pintura, presenta defectos de aspecto. La invención suprime este inconveniente mediante la preservación de la cadena de pintura de esta contaminación.

- La extracción de los compuestos orgánicos volátiles se efectúa poniendo en contacto el fragmentado con una solución que consta de al menos un agente humectante y/o un agente de solubilización de ésteres de ácidos grasos, a una temperatura al menos igual a 15 °C por debajo del punto de ebullición de la solución, o preferentemente entre 15 °C y 5 °C por debajo del punto de ebullición de la solución.
- 5 Los inventores han descubierto que la migración fuera de los polímeros de los compuestos orgánicos volátiles presentes en su centro se puede obtener bajo la influencia de tres factores.
- Bajo el efecto del calor, el plástico se ablanda, lo que permite la formación de espacios entre las largas cadenas enmarañadas de polímeros que constituyen el plástico, lo que facilita la movilidad de los compuestos orgánicos volátiles presentes entre las cadenas poliméricas.
- 10 Mediante su presencia, el agente humectante reduce la tensión superficial de la solución de extracción, que de este modo penetra más fácilmente entre las cadenas poliméricas. Los compuestos orgánicos volátiles pueden entonces ponerse en contacto con la solución y ser producidos.
- 15 Por último, la presencia de un agente de solubilización de ésteres de ácidos grasos permite disolver en la solución estos compuestos que constituyen una parte de los compuestos orgánicos volátiles presentes en los polímeros. Estos compuestos son entonces llevados fuera de los polímeros.
- 20 Es preferible que no se exceda de una temperatura superior a 5 °C por debajo del punto de ebullición ya que estas temperaturas elevadas están asociadas con una alta evaporación que obliga a renovar la solución más frecuentemente y es responsable de las emanaciones en cantidades más grandes.
- 25 Ventajosamente, el agente humectante es un alcohol.
- En el procedimiento de acuerdo con la invención, el alcohol presenta la ventaja de aumentar la solubilidad de los alcanos y de los alquenos en la solución.
- 30 Preferentemente, el agente humectante es un alcohol alifático C1 a C5, o preferentemente, C1 a C3, o incluso más preferentemente un alcohol desnaturalizado que contiene una mezcla de alcoholes C1, C2 y C3.
- Estos alcoholes presentan el interés de generar efluentes fáciles de tratar, requiriendo para su tratamiento solo una posible dilución. Sin embargo, en un modo de realización preferente, el alcohol utilizado como agente humectante deberá tener una cadena de no más de 5 átomos de carbono y presentar por consiguiente una buena solubilidad en agua.
- 35 Ventajosamente, el contenido de alcohol de la solución se comprende entre 4 y 25 % en volumen.
- 40 Es preferible que no exceda un contenido de alcohol del 25 % en volumen debido a las emanaciones generadas. Además, un contenido de alcohol superior tendría un impacto negativo en la vida de las instalaciones de producción, disminuyendo así la seguridad de estas instalaciones. Por último, el mantenimiento de un contenido bajo de alcohol permite limitar los costos asociados con la implementación del procedimiento.
- 45 El agente de solubilización de ésteres de ácidos grasos es un ácido añadido a la solución para que tenga un pH superior o igual a 2 e inferior o igual a 5 o preferentemente incluso entre 4 y 5.
- Es preferible mantener el pH de la solución a un valor al menos igual a 2 debido a las limitaciones industriales tales como la sostenibilidad y la seguridad de las instalaciones.
- 50 Opcionalmente, el ácido se selecciona entre el grupo de ácidos minerales, o preferentemente es ácido clorhídrico o ácido sulfúrico.
- Preferentemente, los fragmentos del fragmentado tienen un espesor inferior a 5 mm y tienen una superficie comprendida entre 1 y 4 cm².
- 55 De manera privilegiada, los compuestos orgánicos volátiles a extraer son moléculas de masa molar inferior a 400 g/mol.
- 60 Ventajosamente, los polímeros a reciclar son poliolefinas (homopolímeros o copolímeros de olefinas), y preferentemente polipropileno.
- Preferentemente, la extracción se efectúa bajo presión atmosférica.
- 65 De manera privilegiada, la solución está en estado líquido.

Opcionalmente, el polímero resultante del procedimiento es el mismo que el polímero contenido en el material "post-consumo" sometido a dicho procedimiento.

La invención también tiene por objeto un material resultante del procedimiento descrito anteriormente.

5

Otro objeto de la invención es una pieza fabricada en el material anterior.

La presente invención también se refiere a una pieza para vehículos de polímeros procedente del reciclaje de polímeros resultantes de materiales "post-consumo".

10

Se conoce del estado de la técnica piezas para vehículos fabricadas de polímeros resultantes de materiales "post-consumo". Sin embargo, convencionalmente, el uso de estos polímeros se limita a la fabricación de piezas estructurales, o al menos piezas ocultas, o sin revestimiento, o al menos no presentan requisitos de aspecto.

15

En cambio, el uso de tales polímeros para la fabricación de piezas visibles, visibles en el sentido de la definición de la Directiva 98/71/CE del Parlamento Europeo y del Consejo del 13/10/1998, sobre la protección jurídica de los dibujos o modelos, a saber, que "la pieza es visible durante un uso normal, es decir, el uso por parte del usuario final, a excepción del mantenimiento, servicio o reparación", dichas piezas que presentan requisitos de aspecto, se topa, en caso de uso a tasas elevadas, con problemas de defectos de aspecto cuando estas piezas se pintan o revisten con otro recubrimiento.

20

Sin embargo, tal uso de polímeros resultantes de materiales "post-consumo", si se incrementa, daría lugar a un menor costo de producción de estas piezas.

25

Además, este nuevo destino de polímeros reciclados permitiría aumentar los volúmenes globales de plásticos reciclados y por lo tanto sacar partido de manera más importante de las ventajas del reciclaje de materiales de plástico, a saber, la restricción del uso de los recursos naturales que son los combustibles fósiles y la reducción del volumen de residuos plásticos, poco degradables y responsables de la contaminación.

30

Un objeto de la presente invención es proporcionar por tanto piezas para vehículos, a partir de polímeros resultantes de materiales "post-consumo".

La invención permite obtener una pieza para automóviles que presenta, después del recubrimiento por la pintura, los siguientes requisitos de aspecto:

35

- brillo comprendido bajo un ángulo de incidencia de 20° entre 65 y 90 % de luz reflejada,
- como máximo 4 defectos de tipo granos, restos o partículas por m² de un tamaño superior a 50 µm,
- una resistencia a las agresiones externas definida por algún desprendimiento después de la prueba de adherencia en cada una de las siguientes condiciones:

40

después de que la pieza se haya sumergido en agua desmineralizada a 40 °C durante 10 días o 60 °C durante 3 días, la prueba de resistencia a las agresiones externas se efectúa 1 hora después de haber sacado y limpiado la pieza,

y después de la exposición a una temperatura de 85 °C durante 7 días, la prueba de resistencia a las agresiones externas se efectúa después de volver a temperatura ambiente, y

45

- un desprendimiento de la capa de pintura inferior a 2 cm² en el conjunto de la pieza, después de que la pieza se sometiera a un mínimo de cinco incisiones hasta el sustrato en forma de cruz inscrito cada uno en un cuadrado de 10 cm de lado y después se sometiera durante 30 segundos a un chorro de agua a 85 °C emitido bajo una presión de 65 bar por una boquilla de chorro plano de un limpiador de alta presión situada a 10 cm de la pieza, el desprendimiento de cada cruz no debe exceder 1 cm²,

50

la pieza está constituida por polímeros, algunos de los cuales son resultado de un fragmentado de materiales "post-consumo", caracterizado por que el porcentaje en masa de polímeros resultantes de un fragmentado de materiales "post-consumo" es superior o igual a 30, o preferentemente superior o igual a 50, o incluso más preferentemente igual a 100.

55

Los requisitos de aspecto se miden según se indica:

El brillo se mide utilizando un medidor de brillo tipo Microgloss 20° o Microtrigloss de Byk Gardner, REFO 3 de Labomat Essor o Multigloss 268 de Minolta, en las condiciones de empleo indicadas por el fabricante. El patrón de calibración es una placa de vidrio negro opaca cuya cara es plana y pulida, que debe tener al menos 5 mm de espesor, y se acompaña de sus propios valores de brillo para el ángulo de 20°, certificados por organismos tales como National Research Council (NRC Canadá) y Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM Alemania). La superficie a medir se prepara por lavado con agua jabonosa o con ayuda de un producto adecuado que no altera la superficie, se enjuaga, se limpia y se seca. La medición se realiza en un sitio fuera del alcance de iluminación directa. Se realiza en 4 puntos de la superficie y en diferentes direcciones; los puntos de medición más lejanos no deben estar separados más de 100 mm. En el caso de superficies curvadas, se hace pivotar ligeramente el medidor de brillo con el fin de obtener el valor máximo del punto considerado, que será el valor identificado para

65

este punto.

Se considera que el sustrato es la pieza desnuda de la carrocería sobre la que se aplica el recubrimiento y la capa que es la película continua resultante de la aplicación al sustrato de una o más capas de recubrimiento (por lo general la capa primaria, la base y el barniz). Para la evaluación de la resistencia a las agresiones externas, se hace una incisión a la capa de pintura hasta el sustrato para formar una cuadrícula y la adherencia de los cuadrados de la red se evalúa. Los ensayos se llevan a cabo en una pieza a una temperatura situada entre 21 °C y 25 °C. El ensayo se realizará en tres lugares diferentes de la muestra. Se practican seis incisiones paralelas, seguido de seis incisiones que solapan las incisiones iniciales a 90°. El espaciamiento de las incisiones debe ser el siguiente:

- 1 mm para una laca de una sola capa o sin imprimación,
- 2 mm para una pintura primaria, una base y un barniz,
- 1 mm para las piezas internas cuyo espesor del recubrimiento es inferior a 60 µm,
- 2 mm para las piezas internas cuyo espesor del recubrimiento es superior o igual a 60 µm.

La muestra es entonces ligeramente cepillada. Se utiliza entonces cinta adhesiva que presenta una adhesividad comprendida entre 600 g/cm y 750 g/cm (de acuerdo con la norma NF EN 1939). El centro de la cinta adhesiva se coloca en la cuadrícula, paralela a una de las direcciones de incisión, y se adhiere a la cuadrícula y alrededor sobre una longitud de al menos 20 mm, alisándola con el borde redondeado de una pieza de madera. El tiempo de adhesión es al menos de un minuto. Dentro de los cinco minutos después de la aplicación de la cinta adhesiva, ésta se retira tomando el extremo libre y arrancándola rápidamente, en 0,5 a 1 segundos, en un ángulo lo más cercano posible a 60°.

La fabricación de tales piezas permite aumentar la proporción de polímeros resultantes de materiales "post-consumo" en las piezas de automóviles.

De hecho, los inventores han comprobado que en las piezas recubiertas, utilizando polímeros resultantes de materiales "post-consumo" a razón de 30 % o más, se detecta defectos de aspecto debido a la presencia de cuerpos extraños, escamas y cuerpos sin fundir. En particular, los defectos de aspecto siguientes se definen como:

- los granos son defectos debido a pequeñas motas de polvo que se encuentran en la superficie del polímero inyectado que, o bien permanecen en la superficie del sustrato, o bien se depositan entre dos capas sucesivas de la película y crean un defecto de aspecto por deformación del mismo, o bien se depositan sobre la última capa de la película de pintura,
- los restos son defectos debido a una reducción local del espesor de la capa de pintura; esta disminución refleja una contaminación en la superficie del sustrato que cambia la tensión superficial del polímero y evita un buen esparcimiento de la pintura,
- las partículas son debido a la presencia de impurezas sólidas que son incompatibles con el polímero inyectado y crean defectos de aspecto por deformación de la superficie del sustrato y por lo tanto de la capa de pintura.

En particular, la densidad máxima de los defectos aceptada en las zonas de aspecto de las piezas visibles es de 3 defectos por m².

Las zonas de aspecto son las zonas de las caras visibles de las piezas visibles por un observador de tamaño adulto que se pone de pie al lado del vehículo que se caracterizan por el hecho de que tienen una superficie plana o convexa con un radio de curvatura superior a 500 mm.

Opcionalmente, la pieza es una pieza de carrocería.

La tabla 1 muestra la incidencia del porcentaje de polímeros resultantes de un fragmentado de materiales "post-consumo" en el aspecto de piezas para automóviles. También muestra la incidencia del tratamiento por el procedimiento de reciclaje en el aspecto de estas mismas piezas. Estos datos de aspecto representan la síntesis de los valores obtenidos en varios cientos de piezas para automóviles de polipropileno. Se llevaron a cabo todas las mediciones de datos de aspecto de acuerdo con los procedimientos descritos previamente.

Tabla 1

Material	Brillo (porcentaje de luz reflejada en un ángulo de incidencia de 20°)	Número de defectos (granos, restos, partículas) de superficie inferior a 1mm ² /m ²	Limpiador de alta presión		Estado inicial	Desprendimiento tras la prueba de adherencia		Contaminación de la cadena de pintura
			Superficie total desprendida en el conjunto de 5 cruces (cm ²)	Superficie más grande desprendida en una cruz (cm ²)		Inmersión en agua	Exposición al calor	
30 % de polipropileno reciclado, no tratado	65 a 80	5 a 6	2 a 3	1,5	no	no	no	sí
30 % de polipropileno reciclado, tratado	65 a 90	≤ 4	< 2	≤ 1	no	no	no	no
100 % de polipropileno reciclado, no tratado	65 a 70	5 a 8	2 a 4	1,5	no	sí, a veces	no	sí
100 % de polipropileno reciclado, tratado	65 a 90	≤ 4	< 2	≤ 1	no	no	no	no

En la primera línea se indican los datos de aspecto de las piezas que contienen 30 % de polipropileno reciclado, es decir, resultante de un fragmentado de materiales "post-consumo", que no se ha sometido a una extracción de contaminantes de acuerdo con la invención. En este ejemplo, los datos de brillo, resistencia a las agresiones externas (desprendimiento después de la prueba de adherencia) cumplen con los requisitos de aspecto que se busca conseguir gracias a la invención. En cambio, la densidad de defectos (granos, restos, o partículas) es superior a la densidad aceptada (superior a 4 defectos/m²) y el desprendimiento de la capa de pintura después de que la pieza se sometiera a un limpiador de alta presión es superior al desprendimiento aceptado, en una superficie desprendida en el conjunto de cruces y en una superficie desprendida en al menos una de las cruces. También se comprueba que la cadena de pintura está contaminada.

Estos resultados difieren de los obtenidos para otras piezas (línea 2) que también contienen 30 % de polipropileno reciclado que se ha sometido a una extracción de contaminantes de acuerdo con la invención. Los datos de aspecto determinados por estas piezas son acordes con los requisitos de aspecto que se están tratando de lograr gracias a la invención. Es más, el paso en la cadena de pintura de estas piezas no provocó la contaminación de la cadena.

En la tercera línea se indican los datos de aspecto de las piezas constituidas completamente de polipropileno reciclado que no se han sometido a una extracción de contaminantes de acuerdo con la invención. En este ejemplo, los datos de aspecto no son acordes con los requisitos de aspecto que se están tratando de lograr gracias a la invención. Por último, la cadena de pintura está contaminada después del paso de estas piezas.

En cambio, los datos de aspecto determinados para las piezas (línea 4) constituidas completamente de polipropileno reciclado que se han sometido a una extracción de contaminantes de acuerdo con la invención son acordes con los requisitos de aspecto buscados. Es más, el paso en la cadena de pintura de estas piezas no provocó la contaminación de la cadena.

La Tabla 2 muestra la incidencia de la temperatura durante la extracción de contaminantes de acuerdo con la invención sobre el aspecto de las piezas para automóviles. Estos datos de aspecto representan la síntesis de los valores obtenidos en varios cientos de piezas para automóviles de polipropileno. Se llevaron a cabo todas las mediciones de datos de aspecto de acuerdo con los métodos descritos previamente.

Tabla 2

Material	Brillo (porcentaje de luz reflejada en un ángulo de incidencia de 20°)	Número de defectos (granos, restos, partículas) de superficie inferior a 1mm ² /m ²	Limpiador de alta presión		Desprendimiento tras la prueba de adherencia			Contaminación de la cadena de pintura
			Superficie total desprendida en el conjunto de 5 cruces (cm ²)	Superficie más grande desprendida en una cruz (cm ²)	Estado inicial	Inmersión en agua	Exposición al calor	
30 % de polipropileno reciclado - extracción a 16 °C por debajo del punto de ebullición	65 a 80	5	> 2	1,5	no	no	no	sí
30 % de polipropileno reciclado - extracción a 15 °C por debajo del punto de ebullición	65 a 90	4	< 2	≤ 1	no	no	no	no
30 % de polipropileno reciclado - extracción a 5 °C por debajo del punto de ebullición	65 a 90	< 4	< 2	≤ 1	no	no	no	no

- Se determinaron los datos de aspecto de piezas para automóviles que comprenden 30 % de polipropileno reciclado. Los datos son diferentes en función de la temperatura durante la extracción de acuerdo con la invención. De hecho, en la línea 1, a 16 °C por debajo del punto de ebullición, no se logran los requisitos de aspecto en términos de densidad de defectos y de desprendimiento de la capa de pintura después de que la pieza se someta a un limpiador a alta presión. Además, se observa una contaminación de la cadena de pintura. En cambio, en las líneas 2 y 3, a temperaturas situadas respectivamente 15 °C y 5 °C por debajo del punto de ebullición, los datos de aspecto cumplen con los requisitos.
- 5
- La tabla 3 muestra la incidencia del contenido de alcohol de la solución de extracción en el aspecto de piezas para automóviles. Estos datos de aspecto representan la síntesis de los valores obtenidos en varios cientos de piezas para automóviles de polipropileno. Se llevaron a cabo todas las mediciones de datos de aspecto de acuerdo con los métodos descritos anteriormente.
- 10

Tabla 3

Material	Brillo (porcentaje de luz reflejada en un ángulo de incidencia de 20°)	Número de defectos (granos, restos, partículas) de superficie inferior a 1mm ² /m ²	Limpiador de alta presión		Desprendimiento tras la prueba de adherencia			Contaminación de la cadena de pintura
			Superficie total desprendida en el conjunto de 5 cruces (cm ²)	Superficie más grande desprendida en una cruz (cm ²)	Estado inicial	Inmersión en agua	Exposición al calor	
30 % de polipropileno reciclado con menos de 3 % de alcohol en volumen	65 a 80	5 a 6	> 2	1,5	no	no	no	sí
30 % de polipropileno reciclado con menos de 4 % de alcohol en volumen	65 a 90	4	< 2	≤ 1	no	no	no	no
30 % de polipropileno reciclado con menos de 25 % de alcohol en volumen	65 a 90	< 4	< 2	≤ 1	no	no	no	no

Se determinaron los datos de aspecto de piezas para automóviles que comprenden 30 % de polipropileno reciclado. Los datos son diferentes en función del contenido de alcohol de la solución de extracción. De hecho, en las líneas 2 y 3, a respectivamente 4 % y 25 % de alcohol en volumen, se cumplen los requisitos de aspecto. Cabe señalar sin embargo, que para el desprendimiento de la capa de pintura después de que la pieza se sometiera a un limpiador de alta presión, aunque permanece dentro de un valor aceptable en el 4 % y 25 % de alcohol, la superficie desprendida a 4 % de alcohol es más elevada que la de un 25 % de alcohol. En cambio, los requisitos de aspecto no se logran en materia de densidad de defectos y desprendimiento de la capa de pintura después de que la pieza se sometiera a un limpiador de alta presión cuando el contenido de alcohol es del 3 % (línea 1). En esta última condición, también se observa una contaminación de la cadena de pintura.

La tabla 4 muestra la incidencia del pH de la solución de extracción en el aspecto de piezas para automóviles. Estos datos de aspecto representan la síntesis de los valores obtenidos en varios cientos de piezas para automóviles de polipropileno. Se llevaron a cabo todas las mediciones de datos de aspecto de acuerdo con los métodos descritos anteriormente.

Tabla 4

Material	Brillo (porcentaje de luz reflejada en un ángulo de incidencia de 20°)	Número de defectos (granos, restos, partículas) de superficie inferior a 1mm ² /m ²	Limpiador de alta presión		Desprendimiento tras la prueba de adherencia			Contaminación de la cadena de pintura
			Superficie total desprendida en el conjunto de 5 cruces (cm ²)	Superficie más grande desprendida en una cruz (cm ²)	Estado inicial	Inmersión en agua	Exposición al calor	
30 % de polipropileno reciclado, pH=1,5	65 a 90	≤ 4	< 2	≤ 1	no	no	no	no
30 % de polipropileno reciclado, pH=2	65 a 90	≤ 4	< 2	≤ 1	no	no	no	no
30 % de polipropileno reciclado, pH=4	65 a 90	≤ 4	< 2	≤ 1	no	no	no	no
30 % de polipropileno reciclado, pH=5	65 a 90	≤ 4	< 2	≤ 1	no	no	no	no
30 % de polipropileno reciclado, pH=5,5	65 a 90	5 a 6	2 a 3	1,5	no	no	no	no

Se determinaron los datos de aspecto de piezas para automóviles que comprenden 30 % de polipropileno reciclado. Los datos son diferentes en función del pH de la solución de extracción. De hecho, en las líneas 1 a 3, a un pH igual a 2, 4 y 5 respectivamente, se cumplen los requisitos de aspecto. En cambio, no se logran en materia de densidad de defectos y desprendimiento de la capa de pintura después de que la pieza se sometiera a un limpiador de alta presión cuando el pH es igual a 5,5 (línea 4).

La invención se entenderá mejor a partir de la lectura de la siguiente descripción, dada únicamente a modo de ejemplo.

- La figura 1 es una vista esquemática de una instalación convencional de reciclaje de polímeros;

- la figura 2 es una vista frontal en perspectiva de un parachoques delantero de un vehículo;

- la figura 3 es una vista frontal en perspectiva de un parachoques delantero de un vehículo;

- la figura 4 es una vista frontal en perspectiva de un parachoques trasero de un vehículo;

- las figuras 5 a 7 son representaciones de defectos de aspecto;

- la figura 5 es una vista en sección ampliada de un defecto tipo resto;

- la figura 6 es una vista en sección ampliada de un defecto tipo partícula;

- la figura 7 es una vista en sección ampliada de un defecto tipo grano.

Se representa en la figura 1, una instalación convencional de reciclaje de polímeros que representa las etapas de reciclaje después de las cuales el procedimiento de extracción de acuerdo con la invención puede ser implementado. La instalación está designada por la referencia general 10.

La instalación 10 está destinada a recuperar los fragmentos de polietileno y polipropileno en la trituración de los materiales post-consumo 12. En el ejemplo descrito, la trituración de materiales post-consumo 12 proviene de un vehículo.

Una trituración de un vehículo es una mezcla de elementos triturados de un vehículo, una vez que la batería, neumáticos, metal, fueron recuperados.

En general, la trituración de materiales post-consumo 12 comprende fragmentos 14 de materiales metálicos, materiales minerales, materiales poliméricos y de madera.

En general, los fragmentos de madera tienen una densidad inferior a 1 debido a la estructura de madera que comprende espacios vacíos llenos de gas.

Además, la trituración de materiales post-consumo 12 puede comprender, además, fragmentos de materiales metálicos como cobre, este material también tiene una densidad superior a 1.

Para separar los fragmentos de polietileno y polipropileno de los otros fragmentos, la instalación 10 comprende un molino de martillos 16.

El fragmentado del triturado de los materiales provoca un fragmentado de los materiales 28. En este fragmentado, la mayoría de los fragmentos de polipropileno y polietileno tiene dimensiones superiores a 80 mm, mientras que los otros fragmentos tienen dimensiones inferiores a 80 mm.

Para separar los fragmentos de polietileno y polipropileno de un primer fragmentado 28, la instalación 10 también comprende un dispositivo de identificación sistemática 32 destinado a la identificación sistemática del primer fragmentado 28.

El dispositivo de identificación sistemática 32 comprende un tamiz 34 cuya malla tiene un motivo elemental de dimensión igual a 80 mm con el fin de recuperar un segundo fragmentado 36, que comprende esencialmente los fragmentos de polietileno y polipropileno de dimensiones superiores a 80 mm, y eliminar los fragmentos residuales de dimensiones inferiores a 80 mm.

El segundo fragmentado 36 comprende opcionalmente fragmentos de madera y polímeros residuales.

A fin de eliminar los fragmentos residuales de madera del segundo fragmentado 36 por densificación, la instalación 10 comprende un primer recipiente 38 que contiene un medio líquido 40 que comprende una solución básica.

Esta solución básica se destina, en particular, para densificar la madera por hidrólisis. El recipiente 38 que contiene el líquido 40 permite la separación de una parte sobrenadante que forma un tercer fragmentado 42 de una parte 44, que fluye, que contiene los fragmentos de madera densificados así como otros fragmentos de materiales pesados residuales, tales como, por ejemplo, polietileno y polipropileno.

La instalación 10 comprende también un segundo recipiente 46 que contiene un medio líquido 48, para la limpieza de los fragmentos del tercer fragmentado 42 obtenido anteriormente.

Además, a fin de eliminar los fragmentos de espuma y recuperar los fragmentos de polietileno y polipropileno en el

tercer fragmentado 42, la instalación 10 comprende además medios 50 de separación por ventilación.

Los medios de separación por ventilación 50 comprenden ventiladores 52.

- 5 La instalación 10 comprende, además, un tercer recipiente 54 de recuperación de un cuarto fragmentado 56 que comprende al menos los fragmentos de polietileno y polipropileno y en el que los fragmentos de espuma han sido eliminados.

Para enviar el fragmentado a los recipientes 38, 46 y 54, la instalación 10 también comprende:

- 10
- una cinta transportadora 58 aguas arriba destinada a enviar el segundo fragmentado 36 al primer recipiente,
 - una cinta transportadora 60 intermedia destinada a enviar el tercer fragmentado 42 al segundo recipiente 46, y
 - una cinta transportadora 62 aguas abajo destinada a enviar el cuarto fragmentado 56 al tercer recipiente 54.
- 15 El procedimiento de extracción de acuerdo con la invención se aplica preferentemente al cuarto fragmentado 56. También se puede aplicar a los fragmentados 28, 36 y 42. También se puede aplicar a los fragmentados resultantes de una instalación de reciclaje que comprende variantes de los equipos descritos con referencia a la figura 1. Algunos equipos pueden ser suprimidos y el orden de estos equipos se puede modificar.
- 20 En un modo de realización del procedimiento, el fragmentado se pone en contacto con la solución de extracción durante 15 minutos bajo agitación con el fin de homogeneizar la temperatura entre las fases líquida y sólida. El fragmentado se seca a continuación por centrifugación. El procedimiento de extracción se puede repetir en cubas sucesivas.
- 25 La figura 2 es una vista en perspectiva de un parachoques delantero 71 de un vehículo. Las zonas 72 y 73 corresponden a las zonas de aspecto del parachoques 71.
- La figura 3 es una vista en perspectiva de un parachoques delantero 74 de un vehículo. Las zonas 75 y 76 corresponden a las zonas de aspecto del parachoques 74.
- 30 La figura 4 es una vista en perspectiva de un parachoques trasero 77 de un vehículo. Las zonas 78 y 79 corresponden a las zonas de aspecto del parachoques 77.
- La figura 5 es una vista en sección ampliada a escala 30:1 de una parte exterior de una pieza de carrocería pintada 81a constituida de un sustrato 82a y de una capa de pintura 83a. El espesor de la capa de pintura 83a varía entre los puntos B y C en los que es igual a 100 μm . Es igual a 0 μm en el punto A. Sin embargo, en el exterior del segmento [BC], el espesor de la capa es constante. La parte de la capa de pintura situada entre los puntos B y C, que se extiende en una longitud de 0,6 mm, es una representación esquemática de un defecto tipo resto 84.
- 35 La figura 6 muestra una vista en sección ampliada a escala 30:1 de una parte exterior de una pieza de carrocería pintada 81b constituida de un sustrato 82b y de una capa de pintura 83b. El sustrato 82b de esta figura, a diferencia del de la figura 5, no es una superficie rectilínea. Su superficie aparece abombada en la parte que se extiende desde el punto D al punto E situada en recta con una impureza 85. La parte de la capa de pintura que se extiende desde el punto E al punto F, a una longitud de 1 8 mm, se deforma. Se trata de una representación esquemática de un defecto tipo partícula 6.
- 40 La figura 7 muestra una vista en sección ampliada a escala 75:1 de una parte exterior de una pieza de carrocería pintada 81c constituida de un sustrato 82c y de una capa de pintura 83c. La capa de pintura tiene un espesor constante de 93 μm . Una mota de polvo 87 se deposita sobre la última capa de la película de pintura. Este defecto, que se extiende desde los puntos F a G en una longitud de 0,2 mm, es una representación esquemática de un defecto tipo grano 8. Las otras causas de defecto de tipo grano, a saber, la presencia de un polvo en la superficie del sustrato o entre dos capas sucesivas de película de pintura, que crea un defecto de aspecto por la deformación de la capa de pintura, no se representan.
- 45 La invención no se limita a los modos de realización descritos anteriormente.
- De hecho, los compuestos orgánicos volátiles pueden ser extraídos gracias al empleo de otro agente humectante y otro agente de solubilización de ésteres de ácidos grasos.
- 50 Asimismo, el procedimiento de reciclaje se puede emplear en la fabricación de otras piezas como piezas de carrocería para vehículos e incluso piezas destinadas a otros campos como el de la industria automovilística.

Por último, el procedimiento de reciclaje se puede aplicar a otros polímeros como polipropileno.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento de reciclaje de polímeros a partir de un fragmentado de materiales "post-consumo" para proporcionar piezas para vehículos que presentan, tras un recubrimiento por pintura, los siguientes requisitos de aspecto:
- brillo comprendido bajo un ángulo de incidencia de 20° entre 65 y 90 % de luz reflejada,
 - 10 - como máximo 4 defectos de tipo granos, restos o partículas por m² de un tamaño superior a 50 μm,
 - una resistencia a las agresiones externas definida por algún desprendimiento después del prueba de adherencia en cada una de las siguientes condiciones:
 - 15 en el estado inicial,
 - después de que la pieza se haya sumergido en agua desmineralizada a 40 °C durante 10 días o 60 °C durante 3 días, la prueba de resistencia a las agresiones externas se efectúa 1 hora después de haber sacado y limpiado la pieza,
 - 20 y después de la exposición a una temperatura de 85 °C durante 7 días, la prueba de resistencia a las agresiones externas se efectúa después de volver a temperatura ambiente, y
 - un desprendimiento de la capa de pintura inferior a 2 cm² en el conjunto de la pieza, después de que la pieza se sometiera a un mínimo de cinco incisiones hasta el sustrato en forma de cruz inscrito cada uno en un cuadrado de
 - 25 10 cm de lado y después se sometiera durante 30 segundos a un chorro de agua a 85 °C emitido bajo una presión de 65 bar por una boquilla de chorro plano de un limpiador de alta presión situada a 10 cm de la pieza, el desprendimiento de cada cruz no debe exceder 1 cm²,
 - 30 las piezas están constituidas por polímeros, algunos de los cuales son resultado de un fragmentado de materiales "post-consumo", el porcentaje en masa de polímeros resultantes de un fragmentado de materiales "post-consumo" es superior o igual a 30, o preferentemente superior o igual a 50, o incluso más preferentemente igual a 100,
 - procedimiento que consta de una etapa de extracción de compuestos orgánicos volátiles presentes en el centro de los polímeros, **caracterizado por que** la extracción de los compuestos orgánicos volátiles se efectúa por una puesta
 - 35 en contacto del fragmentado con una solución que consta de al menos un agente humectante y un agente de solubilización de ésteres de ácidos grasos, bajo una temperatura entre 15 °C y 5 °C por debajo del punto de ebullición de la solución, procedimiento en el que el agente de solubilización de ésteres de ácido graso es un ácido añadido a la solución para que tenga un pH superior o igual a 2 e inferior o igual a 5, o preferentemente incluso entre
 - 40 4 y 5.
 - 2. Procedimiento de reciclaje de acuerdo con la reivindicación precedente, en el que el agente humectante es un alcohol.
 - 45 3. Procedimiento de reciclaje de acuerdo con la reivindicación precedente, en el que el agente humectante es un alcohol alifático C1-C5, o preferentemente C1 a C3, o incluso más preferentemente un alcohol desnaturalizado que contiene una mezcla de alcoholes C1, C2 y C3.
 - 4. Procedimiento de reciclaje de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 2 a 3, en el que el contenido de alcohol de la solución se comprende entre 4 y 25 % en volumen.
 - 50 5. Procedimiento de reciclaje de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el ácido se selecciona entre el grupo de ácidos minerales o preferentemente es ácido clorhídrico o ácido sulfúrico.
 - 6. Procedimiento de reciclaje de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que los fragmentos del fragmentado tienen un espesor inferior a 5 mm y tienen una superficie comprendida entre 1 y 4 cm².
 - 55 7. Procedimiento de reciclaje de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que los compuestos orgánicos volátiles a extraer son moléculas de masa molar inferior a 400 g/mol.
 - 60 8. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que los polímeros a reciclar son poliolefinas (homopolímeros o copolímeros de olefinas), y preferentemente polipropileno.
 - 9. Procedimiento de reciclaje de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la extracción se efectúa bajo presión atmosférica.
 - 65 10. Procedimiento de reciclaje de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la

solución está en estado líquido.

5 11. Procedimiento de reciclaje de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que el polímero resultante del procedimiento es el mismo que el polímero contenido en el material "post-consumo", sometido a dicho procedimiento.

12. Material resultante del procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes.

10 13. Pieza fabricada en un material de acuerdo con la reivindicación precedente.

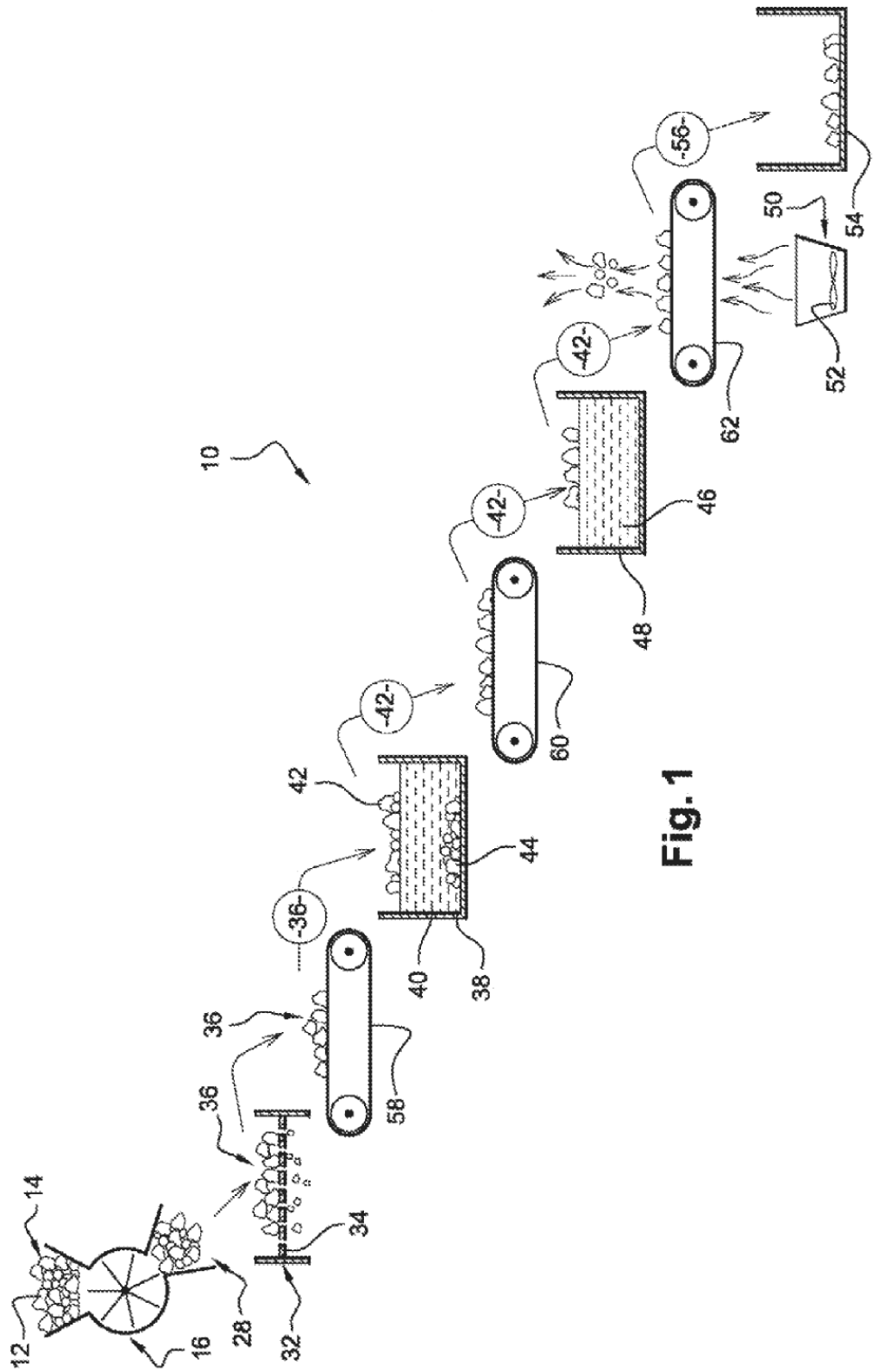


Fig. 1

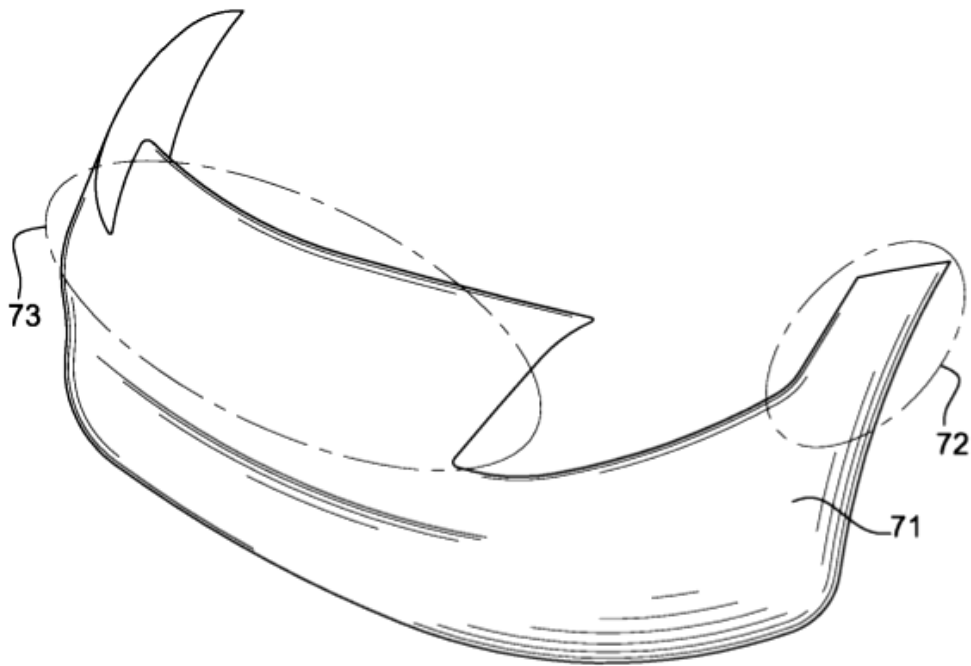
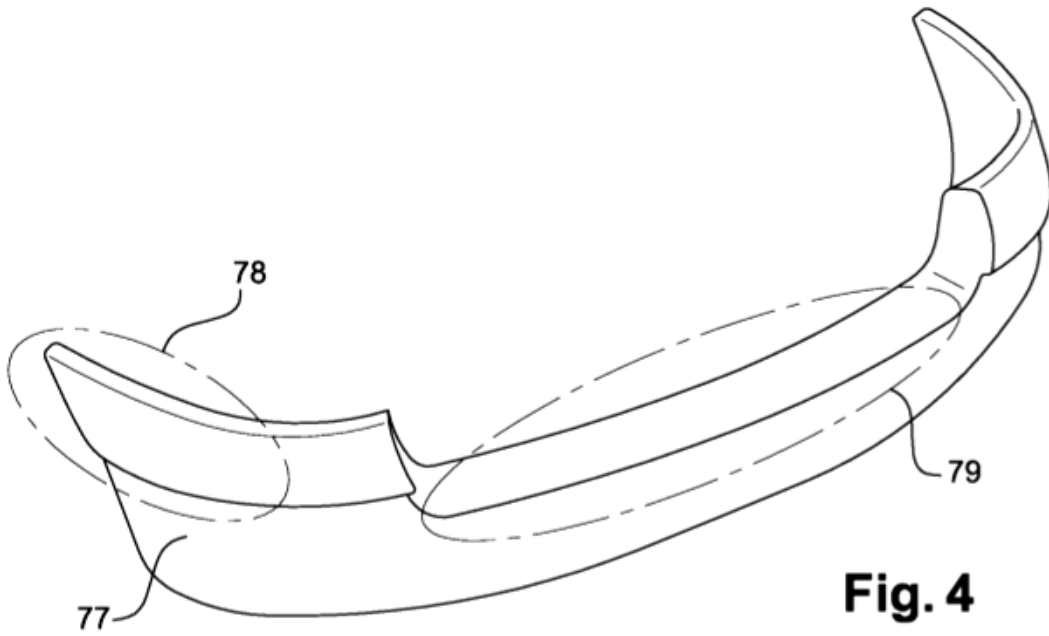
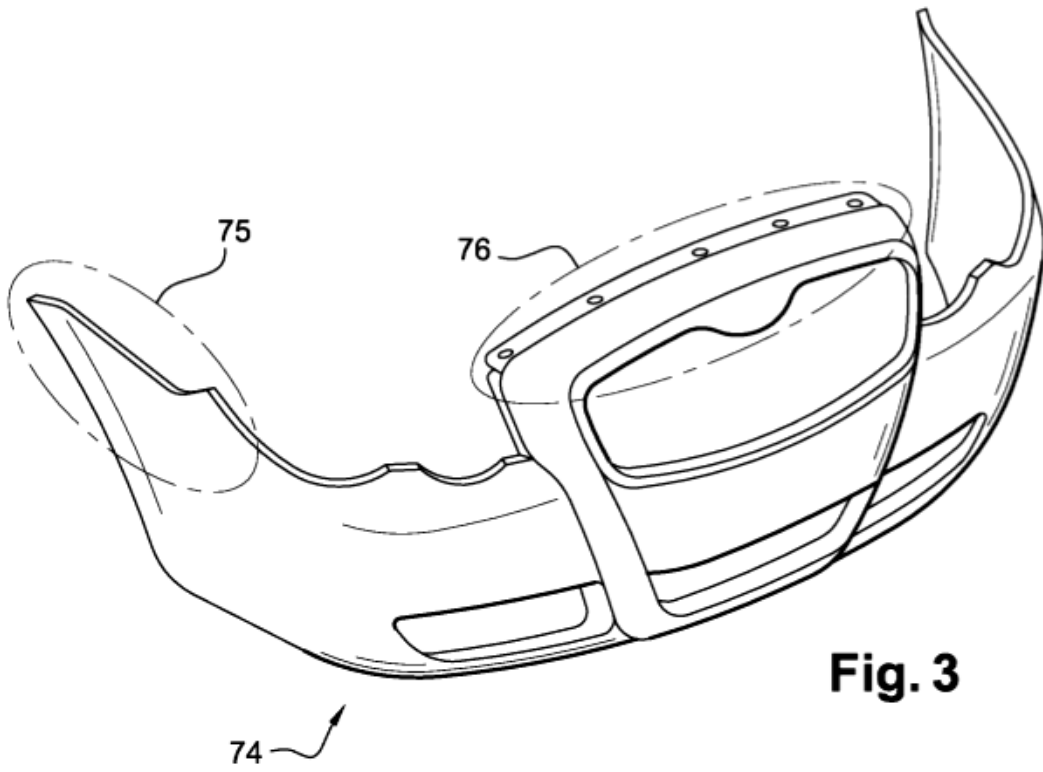


Fig. 2



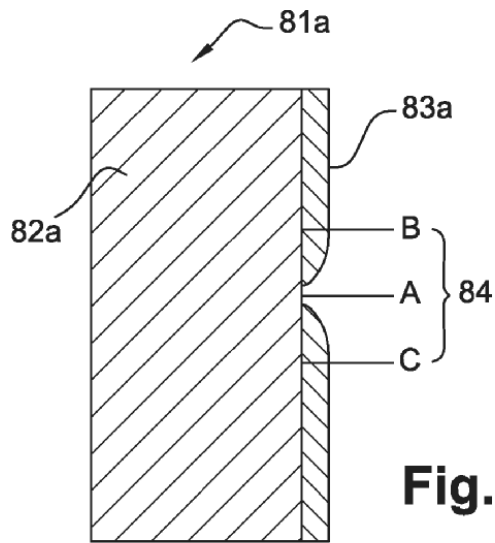


Fig. 5

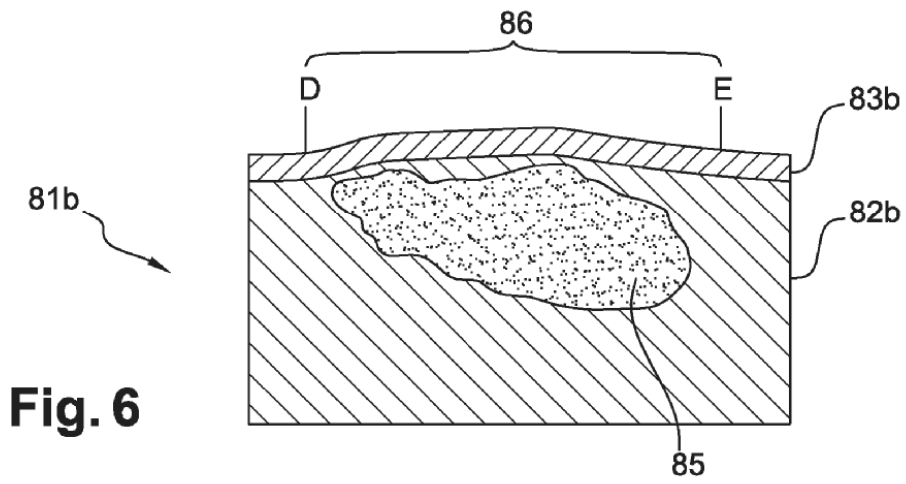


Fig. 6

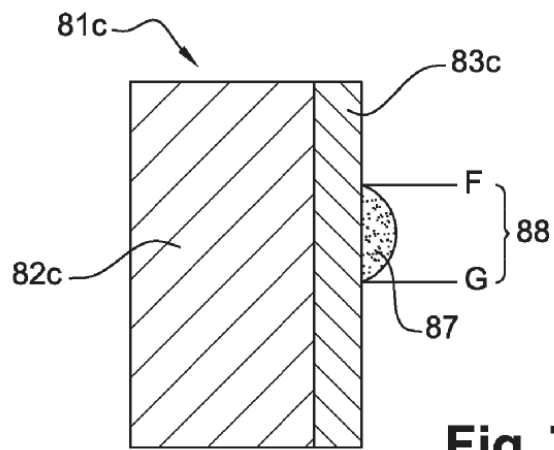


Fig. 7