

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 745 033**

51 Int. Cl.:

C08G 63/60 (2006.01)

C09J 167/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **18.02.2014 PCT/US2014/016921**

87 Fecha y número de publicación internacional: **21.08.2014 WO14127362**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.02.2014 E 14751869 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **31.07.2019 EP 2956518**

54 Título: **Composición adhesiva y método**

30 Prioridad:

18.02.2013 US 201361766000 P

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

27.02.2020

73 Titular/es:

**DANIMER SCIENTIFIC LLC (100.0%)
1301 Colquitt Highway
Bainbridge, GA 39817, US**

72 Inventor/es:

WANN, STEVEN, R.

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 745 033 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

Composición adhesiva y método

5 **Campo**

La presente invención se refiere a composiciones adhesivas para unir etiquetas a superficies de plástico, especialmente etiquetas de OPP unidas a superficies externas de plásticos a base de PET utilizados para fabricar botellas de bebidas de plástico modernas.

10

Antecedentes

Cada año, se utilizan millones de libras de tereftalato de polietileno (PET) como plástico de elección para los recipientes y materiales de embalaje termoformados y moldeados para el consumidor, como botellas de plástico para bebidas y similares. Debido a la rápida disminución de los suministros de petróleo y otros recursos no renovables utilizados convencionalmente para proporcionar la composición polimérica de la mayoría de los plásticos, junto con una demanda cada vez mayor de dichos materiales y los aumentos asociados en el precio de los mismos, ha comenzado un enorme esfuerzo mundial para alcanzar el máximo porcentaje posible de recuperación/reciclaje de todos los plásticos post-consumo, especialmente aquellos derivados de recursos no renovables.

15

20

Desafortunadamente, una porción considerable del plástico post-consumo contiene una gama de diferentes sustancias contaminantes que pueden afectar significativamente el valor y/o la utilidad del reciclado de plástico. Estos contaminantes incluyen, entre otros, colorante embebido, tintes de impresión directa, trozos de plástico y/o etiquetas de papel u otras sustancias, y adhesivo, este último a menudo presente en asociación con material de etiqueta previamente adherido a la superficie del sustrato plástico por el adhesivo. En las operaciones de recuperación/reciclaje, los contaminantes anteriores y otros, si no están completamente separados o erradicados del reciclado plástico, pueden ingresar y volver a introducirse en la masa total de material plástico reciclado utilizado para fabricar productos terminados. Con el tiempo, dichos niveles de contaminantes pueden crecer hasta una proporción relativamente alta de la masa total de plástico disponible para hacer el producto. En consecuencia, incluso porcentajes muy pequeños de dicho material "contaminante", si, en esencia, se permite reintroducirse continuamente, en y/o con corrientes de reciclado, pueden representar una amenaza grave e intolerable para la viabilidad del suministro mundial de material disponible para la fabricación de plástico.

25

30

Por lo tanto, si bien se deben superar muchos otros problemas en los esfuerzos mundiales para diseñar un sistema de recuperación/reciclaje de plástico de PET efectivo consistentemente, un desafío principal radica en el diseño de un sistema efectivo para asegurar una separación esencialmente completa de cualquiera o todas las etiquetas con adhesivo y el adhesivo asociado del reciclado de PET, que algunos estiman, con los diseños actuales de envasado/producto, que están presentes en dicho reciclado más del 50 % del tiempo.

35

40

En consecuencia, el problema de prevenir la introducción y esencialmente la reintroducción de cualquier cantidad significativa de adhesivo y otro contaminante con reciclado incorporado en el suministro mundial de plástico ahora es, o en un futuro muy cercano se convertirá, en un imperativo mundial absoluto de la máxima importancia.

45

En general, los sistemas actuales para la recuperación de material plástico post-consumo destinado al reciclaje generalmente primero someten los suministros a granel de material plástico a diversas operaciones de separación/clasificación. Estas operaciones incluyen, entre otras cosas, el aislamiento de artículos de plástico a base de PET y una subdivisión adicional de los artículos de PET en función de diversos criterios, como el grado/naturaleza de la coloración y similares. A continuación, después de una o más operaciones preliminares adicionales, los artículos generalmente se someten a una o más operaciones de desgarro, picado y/u otras operaciones de trituración con el objetivo de preparar un suministro de sustrato de PET reciclable en fragmentos de un tamaño/forma muy pequeño relativamente uniforme de unas pocas pulgadas de tamaño, algunos de los cuales pueden tener unos trozos pequeños por una cantidad aún más pequeña de fundido en caliente interpuesto u otro material adhesivo. En algunos casos, la totalidad o la mayor parte de cualquier material de etiqueta anteriormente asociado con un fragmento de plástico ya puede haberse separado, dejando un pequeño residuo de adhesivo en una superficie del fragmento de PET.

50

55

En un esfuerzo por eliminar por completo cualquier/toda etiqueta, adhesivo u otro material contaminante unido, estos fragmentos de PET generalmente se ponen en contacto con una solución cáustica acuosa caliente bajo la acción de una mezcla relativamente suave durante un tiempo suficiente para permitir que los agentes químicos actúen sobre el adhesivo para causar lo que es, en esencia, una descomposición química del adhesivo u otro efecto perjudicial sobre el mismo, de modo que el adhesivo se elimine por completo de las superficies de los fragmentos de plástico, y ningún material adhesivo pueda volver a adherirse al plástico después de la liberación del mismo. En general, las condiciones para el baño cáustico son el mantenimiento de una temperatura en el intervalo de aproximadamente 60 a 80 °C y aproximadamente el 1-4 % en peso de sosa cáustica para proporcionar un pH de al menos aproximadamente 11. Se dice que el tiempo de tratamiento es de aproximadamente 15 a 30 minutos. Tras la separación de la etiqueta/adhesivo del sustrato de PET, este último según se informa se separa por gravedad (o

60

65

densidad/flotabilidad) como una capa distinta en el baño, lo que permite la recuperación del PET para su posterior procesamiento hacia el reciclado final. Los adhesivos a base de agua que comprenden poliésteres que se pueden disolver fácilmente en sosa cáustica se conocen por la patente JP2002-371259.

5 En teoría, el proceso parece ser bastante adecuado para la separación/aislamiento efectivo del material de PET para el reciclado final. Pero hay informes que indican lo contrario. Muchos consideran que el proceso básico está lejos de ser completamente satisfactorio debido, al menos en parte, a la aparición de un adhesivo residual inaceptablemente alto en las superficies de los fragmentos de PET (y en algunos casos, trozos asociados de material de etiquetas, tinta de impresión y similares que quedan en el plástico), lo que lleva a niveles de contaminantes cada vez más destructivos en la porción cada vez mayor de la cantidad total de PET recolectado para su reutilización/reciclado que se compone de reciclado, que puede estar en su 1ª, 2ª, 3ª, etc. iteración a través del ciclo de reciclado. A este respecto, los niveles nominales de contaminantes en el reciclado son superiores al 0,1 % en peso, esencialmente permitido para que ingrese continuamente al suministro mundial de PET para la fabricación de nuevos recipientes/botellas, pueden ser inaceptables a largo plazo debido a la eventual degradación inaceptable de la calidad general del material de PET, según la EFBW/UNESDA.

En consecuencia, es evidente que los adhesivos utilizados para pegar etiquetas en las superficies de PET subyacentes de las botellas de plástico pueden tener un impacto negativo en las operaciones de reciclado/recuperación de PET post-consumo. Según los informes, los adhesivos convencionales no se liberan fácil o sistemáticamente de las superficies inferiores del sustrato de PET ni se desintegran, disuelven o se rompen de otra manera para separarlos del material de la botella de plástico con los procesos de tratamiento cáustico descritos anteriormente. Por ejemplo, los residuos de adhesivo que quedan en la superficie del sustrato de plástico pueden acumularse como goma o afectar negativamente a la maquinaria de recuperación/reciclado de plástico, y también pueden reaccionar y/o carbonizarse durante la fusión o el reformado del plástico en las operaciones de reciclado, causando, entre otras cosas, turbidez o decoloración del plástico y también formando trozos antiestéticos de depósitos de carbón, que puede afectar la estética, la funcionalidad, la higiene y otras propiedades/características importantes del material plástico reciclado. Una consecuencia de ello ha sido que, a pesar de que el PET se considera uno de los plásticos más fácilmente reciclables, las tasas de recuperación del PET post-consumo se han mantenido relativamente bajas, según se informa, no más del 20-25 % en los EE.UU. Y, por supuesto, a medida que el porcentaje total de reciclado, como parte de la cantidad total de PET en circulación, en todo el mundo continúa aumentando inevitablemente, el problema de la descontaminación sin duda se intensificará, lo que lo convierte en un problema cada vez más importante, que, como se ha mencionado anteriormente, debe ser resuelto.

Sumario

En general, la invención se refiere a composiciones adhesivas útiles para unir etiquetas a superficies plásticas, especialmente etiquetas de OPP unidas a superficies externas de plásticos a base de PET utilizados para fabricar botellas de bebidas plásticas modernas, y en donde las composiciones exhiben, entre otras cosas, unas características mejoradas de solubilidad y/o liberación bajo las condiciones de lavado alcalino acuoso usadas habitualmente para limpiar e higienizar y preparar material plástico recuperado de recipientes de PET para reciclar/reutilizar, coherente con los esfuerzos globales para asegurar que el reciclado de PET esencialmente libre de contaminantes ingrese al suministro global de plástico de PET, compuesto cada vez más por material reciclado que ingresa y se vuelve a introducir al suministro un número indefinido de veces.

Las composiciones de acuerdo con una realización preferida de la invención comprenden composiciones adhesivas (a las que también se hace referencia en este documento, a veces, como "formulación(es)" o "formulación(es) adhesiva(s)") caracterizadas por la presencia de un nuevo bio-derivado o poliéster de base biológica que comprende un succinato de polipropileno (PPS) y, en particular, un PPS que se ha demostrado que presenta propiedades sorprendentemente beneficiosas, particularmente cuando está presente en composiciones adhesivas formuladas para unir etiquetas de OPP a sustratos de PET tales como botellas de plástico a base de PET y similares. Se sabe que produce PPS a partir de materiales renovables a través de la reacción de condensación del ácido succínico con 1,3-propanodiol. Si bien se sabe que el PPS compuesto de material de base biológica está disponible para su uso en formulaciones adhesivas de etiquetas, dichos materiales exhiben ciertos inconvenientes cuando se exponen a los medios de lavado alcalinos usados habitualmente en el procesamiento de reciclado/higienización de materiales plásticos basados en PET post-consumo que tienen etiquetas fijadas a los mismos. Por consiguiente, un aspecto de la invención es incluir, en la mezcla de reacción, un 3-dimetilol propano adecuado en lugar de todo o una porción sustancial del 1,3-propanodiol como monómero diol, en una cantidad que comprende al menos aproximadamente el 4-25 % molar, basado en la cantidad total de monómero diol usado en la mezcla de reacción. Se cree que esto provoca la formación de un copolímero o terpolímero de PSS de base biológica de acuerdo con la presente invención para su inclusión en una composición adhesiva que exhibe propiedades sustancialmente mejoradas bajo las condiciones de la etapa de lavado del proceso cáustico en caliente utilizada para tratar e higienizar formas trituradas u otras de material plástico post-consumo para la recuperación/reciclado del material. Se cree que el material de sustrato plástico recuperado está sustancialmente libre de cualquier/todo adhesivo y material de etiqueta asociado previamente unido a sus superficies. Por consiguiente, la invención permite una recuperación considerablemente más rápida, más completa y más uniforme del material plástico de sustrato de PET reutilizable con cantidades sustancialmente reducidas o eliminadas por completo de la contaminación medible asociada a la

etiqueta/adhesivo.

Los aspectos anteriores y otros de la invención se describirán ahora con más detalle en la siguiente descripción detallada de una o más realizaciones preferidas de la misma junto con sus atributos conocidos que recomiendan su aplicación beneficiosa para ayudar a alcanzar el objetivo de una recuperación más completa del sustrato de botella de plástico.

Descripción detallada

Con respecto a los problemas anteriores y otros, las composiciones adhesivas de acuerdo con la presente invención contribuyen positivamente a aplicaciones que implican la fijación de etiquetas de OPP y otros materiales similares a las superficies de PET, especialmente cuando la liberación, separación y/o desintegración del material adhesivo de la superficie de PET asociada en condiciones acuosas alcalinas es un atributo esencial; y en aplicaciones donde es esencial que ningún adhesivo residual significativo ingrese a las operaciones de procesamiento posteriores junto con el reciclado de PET después del lavado, burbujeo y operaciones de recuperación post-consumo, lo que facilita el objetivo de un reciclaje esencialmente ilimitado y las iteraciones definitivas de reutilización de artículos de plástico a base de PET y otros materiales plásticos reciclables similares, como en el caso del plástico de una o varias capas de calidad alimentaria, materiales moldeables utilizados convencionalmente para botellas de plástico, recipientes y otros productos similares. Las ventajas adicionales de la invención son que los componentes poliméricos primarios de realizaciones preferidas de composiciones adhesivas de acuerdo con la invención están hechos preferiblemente de materiales derivados/derivables de recursos renovables no derivados del petróleo; y que las propiedades de estos componentes poliméricos son tales que se pueden aplicar como parte de una composición adhesiva para etiquetar el material y/u otras superficies destinadas a unirse a las superficies de PET en un estado fluido/extruíble a alta temperatura utilizando equipos y procedimientos comerciales convencionales de fusión/extrusión en caliente. Otras ventajas son que, si bien confieren una liberación materialmente mejorada de las superficies de PET de los artículos post-consumo en las etapas actuales de lavado/burbujeo cáustico en caliente utilizadas en operaciones de reciclaje junto con las características "verdes" asociadas, las composiciones adhesivas según la invención también exhiben una buena compatibilidad con la gama de materiales/aditivos adicionales utilizados convencionalmente en dichas composiciones y buenos atributos de caducidad/manipulación que incluyen, entre otros, la no toxicidad como material de calidad alimentaria, estabilidad y durabilidad en los rangos esperados de almacenamiento y condiciones de envío y manipulación física asociada, envío y ciclos de temperatura/humedad ambiente, resistencia a las condiciones de almacenamiento con temperaturas frías/cálidas y rangos asociados de ciclos externos de condensación/evaporación de humedad de la superficie del producto, contacto con el contenido derramado, y similares.

La presente invención se refiere a composiciones adhesivas útiles para unir etiquetas a superficies plásticas, especialmente etiquetas de OPP unidas a superficies externas de plásticos a base de PET utilizadas para fabricar botellas de bebidas plásticas modernas, y en donde las composiciones exhiben, entre otras cosas, unas características mejoradas de solubilidad y/o liberación bajo las condiciones de lavado alcalino acuoso utilizadas habitualmente para limpiar e higienizar y preparar material plástico recuperado de recipientes de PET para reciclado/reutilización, de acuerdo con los esfuerzos globales para asegurar que el reciclado de PET esencialmente libre de contaminantes ingrese al suministro global de plástico de PET, compuesto cada vez más de material reciclado que ingresa y se vuelve a introducir al suministro un número indefinido de veces.

Las composiciones de acuerdo con una realización preferida de la invención comprenden composiciones adhesivas (a las que también se hace referencia en este documento, a veces, como "formulación(es)" o "formulación(es) adhesiva(s)") caracterizadas por la presencia de un nuevo bio-derivado o poliéster de base biológica que comprende un succinato de polipropileno (PPS) y, en particular, un PPS que se ha demostrado que presenta propiedades sorprendentemente beneficiosas, particularmente cuando está presente en composiciones adhesivas formuladas para unir etiquetas de OPP a sustratos de PET tales como botellas de plástico a base de PET y similares. En términos generales, el PPS es un polímero de condensación obtenido convencionalmente de la polimerización de una mezcla de reacción que comprende un diácido, ácido succínico y un diol, el 1,3-propanodiol, junto con un catalizador ácido. Se informa que el PPS fue descrito por primera vez por Carothers en 1929.

Se sabe que se produce PPS a partir de materiales renovables a través de la reacción de condensación de ácido succínico, como material de ácido succínico disponible en Myriant Corporation de Quincy, Massachusetts, bajo la designación comercial de ácido bio-succínico, con 1,3-propanodiol, como el derivado biológico de trimetilenglicol disponible en DuPont Late y Lyle Bio Products de Wilmington, Delaware, bajo el nombre comercial Susterra. Como se usa en el presente documento, "de base biológica" y "derivado biológico" se refiere al hecho de que el material está compuesto sustancialmente por completo de materiales no derivados del petróleo que también son renovables u obtenidos o producidos principalmente a partir de recursos renovables como plantas, bacterias, y similares. Si bien se sabe que el PPS compuesto de material de base biológica está disponible para su uso en formulaciones adhesivas y dichos materiales son, hasta cierto punto, biodegradables, se ha comprobado que las formas conocidas de dicho material exhiben una solubilidad subóptima y otras características importantes en los medios de lavado alcalino utilizados habitualmente en el procesamiento de reciclado/higienificación de materiales plásticos basados en PET post-consumo que tienen etiquetas pegadas a ellos usando dichas formulaciones adhesivas, lo que dificulta los

esfuerzos para permitir la recuperación de mayores proporciones de material PET que se ha liberado suficientemente de todas las etiquetas/adhesivos asociados y otro material no deseable para lograr el objetivo estratégico crítico de mantener un reciclado global de PET sustancialmente puro de acuerdo con los objetivos de la UNESDA, EFBW y otras iniciativas gubernamentales/industriales.

5 A la luz de las necesidades y objetivos anteriores y otros, es una característica de la presente invención incluir, en el medio de reacción para la polimerización de PPS, una cantidad apropiada de un 3-dimetilolpropano adecuado o ácido dimetilolpropiónico (conocido como "DMPA"), tal como el material de DMPA disponible en Perstorp de Toledo, Ohio, bajo el nombre comercial Bis-MPA, en lugar de una porción sustancial del 1,3-propanodiol, como monómero diol adicional en la reacción mezcla. El DMPA comprende al menos aproximadamente el 4-25 % molar, basado en la cantidad total de monómero diol usado en la mezcla de reacción, para provocar la formación de un copolímero o terpolímero de PSS de base biológica de acuerdo con la presente invención para su inclusión en una composición adhesiva según la invención y para proporcionar, en la composición, características de solubilidad, desintegración y/o liberación sustancialmente mejoradas del material adhesivo/etiqueta en las condiciones de la etapa de lavado del proceso cáustico en caliente utilizada para tratar e higienizar formas trituradas u otras formas de material plástico post-consumo para la recuperación/reciclaje del material, sustancialmente liberado de cualquier/todo adhesivo y material de etiqueta asociado previamente adherido a sus superficies debido, al menos en parte, al uso de una composición adhesiva que contiene el material polimérico de PSS de la invención descrito en el presente documento para un desprendimiento sustancialmente mejorado de la composición adhesiva y el material de etiqueta asociado de la superficie de PET en el medio cáustico caliente para una recuperación considerablemente más rápida, más completa y más uniforme del material plástico de sustrato de PET reutilizable con cantidades sustancialmente reducidas o eliminadas por completo de contaminación medible asociada a la etiqueta/adhesivo.

25 Tras la reacción con otros materiales en la polimerización por condensación, se cree que el reactivo de DMPA causa la formación de grupos carboxilo colgantes en el polímero, grupos que a su vez se cree que se activan más fácilmente (por ejemplo, "se ionizan") en el medio de lavado cáustico acuoso caliente para formar una sal de carboxilato del polímero con solubilidad mejorada u otras características de liberación en el medio cáustico acuoso. Además de esta solubilidad/liberación mejorada en la solución cáustica y otras ventajas, los nuevos ter- y/o copolímeros de acuerdo con la invención exhiben tendencias sorprendentemente disminuidas a cristalizar, un inconveniente de los materiales de PPS convencionales (como los que tienen puntos de fusión en torno a aproximadamente 52 °C), y con pegajosidad mejorada y otras propiedades deseables junto con otros ingredientes de la composición, como efectos adicionales sorprendentes.

35 Se cree que las mezclas y/o mixturas de nuevos PPS-co-bis MPA de base biológica (50-80 % en peso) de acuerdo con la invención con otros polímeros solubles en agua sustancialmente alcalinos y/o acuosos que contienen hidroxilo (por ejemplo, LM 10 HD), carboxilo (C305), amido (K30) y/u otras funcionalidades reactivas producen una nueva familia de composiciones adhesivas (ver Tabla 1) con propiedades beneficiosas para su uso en la fijación de etiquetas de polipropileno u OPP orientadas populares a nivel comercial a superficies de PET con una tenacidad mejorada en/a través de los entornos de uso esperados, y en una disolución mejorada en los medios alcalinos acuosos utilizados en el reciclaje post-consumo y otros procesos de recuperación para una eliminación mejor y más completa de la composición adhesiva y las etiquetas asociadas de las superficies del recipiente de plástico de PET en dichos ambientes. Se observa que las composiciones adhesivas que contienen componentes poliméricos de acuerdo con la invención exhiben velocidades de disolución del orden del 50-100 % en condiciones de lavado alcalino acuoso usadas habitualmente para promover la eliminación y el desprendimiento de etiquetas de OPP con adhesivo de sustratos de PET. Además, las composiciones adhesivas de acuerdo con la invención exhiben >12 h de resistencia a la disminución significativa de las propiedades después de la inmersión en agua helada y la exposición al calentamiento a 60 °C. Las formulaciones inventivas de acuerdo con la invención también exhiben una caducidad y duración particularmente buenas en comparación con los adhesivos de etiquetas de OPP existentes.

50 Otros aspectos de la invención se refieren a métodos para preparar los nuevos polímeros de PPS de base biológica descritos anteriormente para su uso en el suministro de composiciones adhesivas mejoradas de acuerdo con la invención, métodos para proporcionar y aplicar dichas composiciones adhesivas que contienen dichos polímeros de PPS a etiquetas y para fijar etiquetas que contiene las composiciones adhesivas a superficies de plástico a base de PET, incluidas las superficies externas de botellas de plástico y similares que comprenden PET como componente plástico principal, y a métodos para tratar etiquetas post-consumo y/o botellas de plástico a base de PET con adhesivo asociado y otros recipientes similares en los que la composición adhesiva unida a los mismos contiene una o más realizaciones de polímeros de PSS de base biológica según la presente invención, y en donde el tratamiento comprende poner en contacto los recipientes con un medio de lavado alcalino acuoso a alta temperatura suficiente para causar al menos un desprendimiento sustancialmente completo de esencialmente todo el material adhesivo de sustancialmente todas las superficies de PET en el recipiente.

65 Se cree que las composiciones adhesivas de acuerdo con la invención pueden formularse de manera similar a las composiciones adhesivas convencionales usadas para etiquetas de OPP con refuerzo adhesivo siempre que los aditivos y otros componentes no interfieran con las propiedades y la funcionalidad deseadas de la composición, incluyendo, en particular, su reología, estabilidad y propiedades relacionadas con su aplicación preferida como material adhesivo de fusión en caliente a OPP y otras etiquetas similares destinadas a la fijación a botellas a base

de PET y otros recipientes. Por consiguiente, se cree que las composiciones adhesivas según la invención pueden comprender, en intervalos convencionales de porcentajes en peso, además del constituyente polimérico de PSS de base biológica de la invención.

5 Los siguientes ejemplos proporcionan información adicional relativa a la presente invención.

Tabla 1. Composiciones adhesivas de etiquetas de base biológica para fijar etiquetas a PET. (El porcentaje de disolución se refiere al porcentaje en peso de adhesivo eliminado usando un procedimiento de lavado de PET alcalino acuoso).

Componente	Composición				
	92721	92496L	92496	92466	92744
PPS-co-DMPA, 4 % molar	55	80			
PPS-co-DMPA, 25 % molar			80	70	54
C305	45				34
PVP		15	15		
LMHD10		5	5		
B60				30	12
Disolución en lavado cáustico, %	100	100	100	50	ND
C305 y B60 (Wacker); PVP, K30 (BASF); LM 10HD (Kuraray); para PPS-co-DMPA.					

10 Síntesis del terpolímero de PPS-co-DMPA (4 % molar de DMPA en una base de diol): Se cargó un reactor DeDietrich con revestimiento de vidrio de 455 l (100 galones) (equipado con un calentador de aceite, agitador, condensador enfriado por agua y bomba de vacío) con 76,0 kg (167,5 lb) de ácido succínico (1,42 mol, Myriant), 48,0 kg (105,9 lb) de 1,3-propanodiol (1,39 mol, Sussterra™; DuPont Tate and Lyle), 3,4 kg (7,6 lb) de bis-MPA (0,056 mol, Perstorp) y 0,13 kg (0,28 lb) de octoato de estaño (II) (0,1 % en peso de material de partida, Alfa Aesar). El reactor se calentó a un punto de ajuste del calentador de aceite a 160 °C, y el agitador se ajustó a 50-75 rpm. Bajo presión atmosférica, cuando la temperatura de reacción alcanzó los 254 °C, el agua comenzó a condensarse en el reactor a una velocidad de 120 ml/min. Cuando la velocidad de condensación había caído a 80 ml/min, el punto de ajuste del calentador de aceite se incrementó a 163 °C durante 30 minutos y a continuación el punto de ajuste del calentador de aceite se incrementó 2-3 °C cada 30 minutos hasta alcanzar 171 °C. En este punto, se recogieron aproximadamente 17 kg (38 lb) de agua (cantidad teórica del 75 %).

25 Aproximadamente 5 horas en la reacción y cuando se había eliminado el 75 % del agua, se aplicó vacío a la mezcla de reacción. La presión se redujo gradualmente por etapas (aproximadamente 50 torr cada 30 min) durante un período de 3-4 horas. Durante este tiempo, el punto de ajuste del calentador del aceite se mantuvo constante a 171 °C y se recogieron 5 kg (11 lb) adicionales de agua (90 % del teórico). Cuando se logró un vacío de aproximadamente 4 MPa (30 torr), la mezcla de reacción se calentó durante cinco horas adicionales (aproximadamente 14 horas de tiempo total de reacción) hasta que el producto tuvo las siguientes propiedades: (1) una viscosidad de fusión de 200 cP a 127 °C y (2) un contenido volátil (según lo determinado por la pérdida gravimétrica de una muestra calentada a 180 °C durante 3 min) del 0,05-0,09 %. En este momento, se vaciaron 104 kg (230 lb) (82 % de rendimiento) de un material pegajoso, semi-líquido, de color ámbar en un tambor de 208 l (55 galones).

35 Preparación de la muestra y evaluación de la disolución del adhesivo: Se construyó un recipiente de PET etiquetado simulado a partir de secciones de 6 x 9 cm de película de OPP (para representar la etiqueta) y una sección de película de PET de tamaño similar para representar la botella. Se registró la masa de cada capa de película. Se aplicó una película delgada de adhesivo (aproximadamente 20 g/m²) estirando el adhesivo fundido (150 °C) con una varilla de vidrio a través de la superficie de la película de PET. Inmediatamente después de que se aplicó el adhesivo, se presionó una pieza de película de OPP de tamaño comparable sobre el adhesivo para formar una estructura compuesta del adhesivo intercalada entre las dos capas de película. La cantidad de adhesivo aplicado se determinó restando el peso de las películas del peso de la estructura compuesta.

45 Después de 12-18 horas para que se fijase, el material compuesto de película/adhesivo se cortó en secciones cuadradas de 5 x 5 mm para simular la trituración de los recipientes de PET antes del lavado. A continuación, las piezas fueron sometidas a un tratamiento de lavado que siguió el protocolo desarrollado por la Asociación de Recicladores de Plástico para el reciclado de PET. Brevemente, las piezas (1 % en peso, la concentración aproximada del PET cubierto con adhesivo en un recipiente típico de bebidas carbonatadas de 2 l) se colocaron en una solución acuosa a 88 °C del 1 % en peso de hidróxido de sodio y el 0,3 % de Triton X-100 y se agitó vigorosamente (1000 rpm) durante 15 min. Después de dos lavados en agua del grifo con una etiqueta del 1 %:agua de lavado a temperatura ambiente, todas las piezas de la etiqueta se recogieron por filtración, se secaron a 40 °C y se volvieron a pesar. En la Tabla 1, se expresa la cantidad de adhesivo que permaneció asociado a las piezas de película como porcentaje disuelto (1 – cantidad retenida/100).

55 El análisis de la superficie de la película por FT-IR también se realizó sobre las piezas de la película para buscar rastros de residuos de adhesivo. El PPS-co-DMPA tiene un pico de carbonilo único (1720 cm⁻¹) que lo diferencia de

otros componentes que contienen carbonilo de la película y el adhesivo. No se encontraron residuos asociados con el OPP. Cualquier adhesivo detectado siempre estuvo asociado con el PET. El análisis de la superficie indicó que la cantidad de adhesivo que queda en asociación con el PET es extremadamente pequeña y está muy por debajo de los niveles que se pueden detectar gravimétricamente.

5

REIVINDICACIONES

1. Una composición adhesiva que comprende un copoliéster de origen biológico que comprende al menos un monómero diol que incluye una unidad de ácido dimetilolpropiónico y al menos un monómero diácido que incluye una unidad de ácido succínico, junto con uno o más constituyentes seleccionados del grupo que consiste en un agente adhesivo, un plastificante, un agente formador de película, un agente antibloqueante, agua, un extensor, una carga, un estabilizador y un colorante, en donde el al menos un monómero diol comprende del 4 % molar al 25 % molar, basado en los moles totales de monómero diol, del ácido dimetilolpropiónico.
2. Una composición adhesiva de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el copoliéster comprende succinato de polipropileno.
3. Un recipiente plástico de PET que lleva una etiqueta unida al mismo por una composición adhesiva que comprende un copoliéster de origen biológico que comprende al menos un monómero diol que incluye una unidad de ácido dimetilolpropiónico y al menos un monómero diácido que incluye una unidad de ácido succínico, junto con uno o más constituyentes seleccionados del grupo que consiste en un agente adhesivo, un plastificante, un agente formador de película, un agente antibloqueante, agua, un extensor, una carga, un estabilizador y un colorante, en donde el al menos un monómero diol comprende del 4 % molar al 25 % molar, basado en los moles totales de monómero diol, del ácido dimetilolpropiónico.
4. Un método para tratar un recipiente plástico de PET residual con un propósito que incluye reciclar al menos el material plástico de PET en el mismo, en donde el recipiente plástico de PET residual lleva al menos una porción de una etiqueta unida al mismo por una composición adhesiva que comprende un copoliéster de origen biológico que comprende al menos un monómero diol que incluye una unidad de ácido dimetilolpropiónico y al menos un monómero diácido que incluye una unidad de ácido succínico, junto con uno o más constituyentes seleccionados del grupo que consiste en un agente adhesivo, un plastificante, un agente formador de película, un agente antibloqueante, agua, un extensor, una carga, un estabilizador y un colorante, en donde el método comprende triturar el recipiente en una pluralidad de piezas subdivididas, al menos una parte del cual contiene piezas del material de etiqueta anteriormente mencionado y el adhesivo asociado unido al mismo, y lavar las piezas subdivididas trituradas, incluida dicha porción de las mismas, en al menos un ciclo de lavado con un lavado que comprende una solución acuosa caliente que incluye un agente cáustico para provocar la disolución completa de todo el adhesivo en dicha porción de piezas para proporcionar reciclado de plástico de PET completamente libre de toda etiqueta asociada y adhesivo asociado.