

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 994 795**

51 Int. Cl.:

B29B 17/02

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **19.03.2021** **PCT/EP2021/057040**

87 Fecha y número de publicación internacional: **30.09.2021** **WO21191059**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.03.2021** **E 21712521 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.08.2024** **EP 4126488**

54 Título: **Uso de mezclas de agua y aceite esencial para la separación de compuestos multicapa para el reciclado sin mezcla de las láminas de polímero y de metal**

30 Prioridad:

23.03.2020 EP 20164800

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

31.01.2025

73 Titular/es:

COVESTRO DEUTSCHLAND AG (100.00%)
Kaiser-Wilhelm-Allee 60
51373 Leverkusen, DE

72 Inventor/es:

BUECHNER, JOERG;
THIEBES, CHRISTOPH;
FAIT, THOMAS y
KIRSTEIN, OLIVER

74 Agente/Representante:

GONZÁLEZ PECES, Gustavo Adolfo

ES 2 994 795 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

Uso de mezclas de agua y aceite esencial para la separación de compuestos multicapa para el reciclado sin mezcla de las láminas de polímero y de metal

Los compuestos multicapa usados para envasar alimentos, por ejemplo, constan de al menos dos capas de lámina unidas entre sí en toda su superficie. Las láminas son, por ejemplo, láminas poliméricas de polietileno, polipropileno, poliéster y poliamida. Las láminas poliméricas también pueden ser láminas de poliolefina coextruidas con una capa interior de alcohol vinílico de etileno.

Los compuestos multicapa también pueden contener como una de las capas papel de aluminio o láminas de polipropileno o de poliéster vaporizadas con aluminio o con óxido de silicio. Los compuestos multicapa también pueden contener una capa de papel. Los materiales compuestos multicapa suelen contener una capa de tinta de impresión, que puede aplicarse mediante impresión frontal o como impresión inversa(<https://roempp.thieme.de/roempp4.0/do/data/RD-06-01930>).

Por regla general, para el envasado de alimentos se usan 2 capas (materiales compuestos dobles) o 3 capas (materiales compuestos triples). Sin embargo, también son posibles los compuestos multicapa con más de tres capas.

En muchos casos, las distintas capas se unen entre sí sobre toda su superficie usando un polímero adhesivo. Para ello, se usan generalmente polímeros adhesivos de poliuretano de 1 o 2 componentes, que se aplican como adhesivo sin disolvente, con disolvente o acuoso a al menos una de las capas que se van a unir antes de unir las capas que se van a unir. El peso de aplicación de los polímeros adhesivos entre dos capas a unir oscila entre 0,5 g/m² y 5 g/m² dependiendo del tipo de adhesivo. Esto no incluye ningún disolvente o agua presente en el adhesivo. Los promotores de adherencia, por ejemplo, a base de poliuretano, también se pueden usar de forma similar. Este suele ser el caso de los polímeros coextruidos, por ejemplo, tales como las láminas de poliolefina coextruidas con una capa interior de alcohol vinílico de etileno mencionadas anteriormente. El adhesivo o el agente adhesivo no se considera una capa.

Las ventajas de los materiales compuestos multicapa para el envasado de alimentos -en comparación con otros tipos de envases tales como los de vidrio o metal- no son sólo los bajos costes y el poco peso, sino también el poco espacio que ocupan los alimentos envasados.

Los materiales compuestos multicapa para el envasado de alimentos deben cumplir requisitos muy exigentes. Por ejemplo, la barrera de los compuestos multicapa debe ser lo suficientemente alta para evitar que los alimentos entren en contacto con el oxígeno. La barrera también es necesaria para proteger los sabores y las vitaminas de los alimentos. Ocasionalmente, también se introducen gases protectores (por ejemplo, nitrógeno) en el envase. Estos gases protectores deben permanecer en el envase durante toda la vida útil del alimento. El efecto barrera del envase es, por lo tanto, necesario para garantizar la mayor duración posible de los alimentos. Las propiedades de barrera de un compuesto multicapa se pueden garantizar seleccionando las capas de lámina o su combinación.

Además de las propiedades de barrera de los compuestos multicapa, también se debe garantizar una unión fiable entre las distintas láminas. Esto es especialmente importante en el caso de los materiales compuestos multicapa que se exponen al proceso de esterilización por vapor una vez envasados los alimentos. La esterilización por vapor se lleva a cabo a temperaturas de hasta 134 °C durante un periodo de hasta 60 minutos. Las capas de lámina no deben separarse entre sí. Para cumplir este requisito, el polímero adhesivo usado debe ser muy resistente. Este requisito sólo lo cumplen los polímeros adhesivos reticulados.

Sin embargo, los materiales compuestos multicapa tienen la desventaja de que son difíciles de volver a separar en las capas de lámina individuales una vez consumido el alimento. Sin embargo, tiene sentido separar las capas individuales para que los polímeros o el aluminio puedan devolverse al ciclo de los materiales en estado puro.

La Ley alemana de envases establece una tasa de reciclaje del 63 % para los envases de plástico a partir de 2022. Es lógico que el reciclado dé como resultado, plásticos de la mayor calidad y pureza posibles. Para poder clasificar las distintas capas de lámina por tipos, las capas deben estar separadas entre sí. Sin embargo, separar las capas no es trivial porque los polímeros adhesivos reticulados poseen sólo una solubilidad reducida.

Por lo tanto, debe encontrarse una forma de debilitar la capa de adhesivo o la capa promotora de la adhesión entre las capas de lámina hasta tal punto que las capas puedan ser separadas entre sí.

Entretanto, se han desarrollado procedimientos especiales de separación que se pueden usar para cada una de las combinaciones de láminas o los plásticos.

Por ejemplo, la patente EP 0 543 302 B1 divulga un procedimiento para separar papel de aluminio y lámina de polietileno o de poliéster bajo la acción de ácidos grasos y en un recipiente cerrado a una temperatura de 100 °C a 122 °C.

Una desventaja de esta invención es el hecho de que sólo se pueden separar combinaciones de láminas seleccionadas. Este procedimiento no se puede usar para separar todos los materiales compuestos multicapa que se usan para envasar alimentos.

El documento WO 2015/000681 A1 describe un procedimiento de reciclado de plásticos basado en disolventes con el que se pueden recuperar los polímeros a partir de residuos de plásticos. El procedimiento se basa en el uso conjunto de termoestabilizadores en una mezcla de hidrocarburos paraafínicos. El polímero disuelto en la mezcla de hidrocarburos a temperaturas elevadas precipita al enfriarse. El polímero es separado mecánicamente y la mezcla de hidrocarburos presente en el polímero es eliminada aplicando vacío, por ejemplo, en una extrusora desgasificadora. El termoestabilizador evita la degradación del polímero disuelto. El polímero obtenido contiene 50 – 1000 ppm de la mezcla de hidrocarburos.

Una desventaja de este modo de trabajo es que el polímero recuperado aún contiene cantidades residuales del hidrocarburo usado para la separación.

El documento EP 2 668 226 B1 divulga un medio de separación para sistemas multicapa, que consiste en una dispersión a nanoescala que contiene un componente orgánico, un componente acuoso y un tensioactivo. El procedimiento tiene por objeto reciclar módulos fotovoltaicos.

El documento US 2017/0080603 A1 describe un procedimiento para separar materiales de envasado, en el que el líquido separador comprende un ácido carboxílico y un agente de hinchamiento, siendo este último un disolvente hidrocarbonado, tal como tolueno, xileno, etilbenceno, ciclohexano o decalina, tal como olefinas, terpenos, cetonas, éteres o ésteres. El documento DE 43 40 087 enseña cómo separar residuos plásticos de diferentes composiciones. Para ello, los materiales plásticos se disuelven en diversos aceites esenciales naturales. Como ejemplo de residuos plásticos se citan los envases.

El documento JP 2000 331384 A enseña a separar los CD, es decir, un compuesto multicapa mantenido unido por policarbonatos, usando aceite de árbol de té.

Por lo tanto, existe la necesidad de un procedimiento para separar materiales compuestos multicapa, en particular materiales compuestos multicapa usados para envasar productos alimenticios. El procedimiento tiene por objeto debilitar la capa de adhesivo o la capa de agente promotor de la adherencia entre las capas de lámina de los materiales compuestos multicapa hasta tal punto que sea posible separar los materiales compuestos multicapa en las capas individuales.

El proceso debe ser posible sin el uso de sustancias peligrosas o altamente inflamables.

El objetico se logró usando un medio de separación según la reivindicación 1.

Es un objeto de la presente invención el uso de un medio de separación que comprende al menos un aceite esencial o que consiste en al menos un aceite esencial seleccionado del grupo que consiste en fenilpropanoides para separar al menos dos capas de un material compuesto multicapa, que están unidas entre sí por al menos un promotor de la adherencia a base de poliuretano y/o al menos un polímero adhesivo a base de poliuretano.

Otro objeto de la presente invención es un procedimiento según la reivindicación 2 para separar al menos dos capas de materiales compuestos multicapa que están unidas entre sí en toda su superficie por medio de al menos un promotor de la adherencia a base de poliuretano y/o al menos un polímero adhesivo a base de poliuretano, caracterizado porque se trata el material compuesto multicapa con un medio de separación que comprende al menos un aceite esencial o que consiste en al menos un aceite esencial seleccionado del grupo que consiste en fenilpropanoides.

Un adhesivo es una sustancia no metálica capaz de unir materiales mediante la adhesión superficial (adherencia) y su fuerza interna (cohesión). Por lo tanto, es un material de proceso que sólo desarrolla su resistencia mecánica mediante una reacción de fraguado (física o química) durante la fabricación y se usa en el proceso de unión por adhesión (documento **EN 923:2015**) para unir diferentes piezas. Por piezas de unión se entienden dos o más piezas de trabajo (con una forma geométrica definida o materiales sin forma) que están unidas de manera permanente, como por ejemplo las capas individuales en materiales compuestos multicapa. Un proceso de unión es, por lo tanto, un procedimiento que se usa para unir piezas de manera permanente.

En el contexto de la presente invención, se entiende por promotor de la adherencia un polímero que se coloca entre dos capas de un material compuesto multicapa en un proceso de coextrusión, por ejemplo, para mejorar la adherencia. Las clases típicas de polímeros usados como promotores de la adherencia son polietilvinilcarbano, poliolefinas modificadas, poliésteres, poliuretanos. Los poliésteres y poliuretanos son particularmente preferentes, los poliuretanos son particularmente preferentes, los poliuretanos de poliéster son particularmente preferentes.

En el contexto de la presente invención, se entiende que los promotores de la adherencia a base de poliuretano y/o los polímeros adhesivos a base de poliuretano son polímeros que, después del fraguado, tienen al menos una característica estructural en la cadena polimérica que se forma por reacción de un grupo isocianato con un compuesto reactivo al isocianato. Ejemplos de características estructurales generadas por la reacción de grupos isocianato con compuestos isocianato-reactivos son los grupos uretano, alofano, biuret y urea.

En la siguiente descripción, promotor de la adherencia se refiere tanto al estado antes como al estado después del fraguado (proceso en el que un adhesivo adquiere su fuerza cohesiva y la unión desarrolla sus propiedades físicas y químicas).

Como medio de separación se puede usar el propio aceite esencial o la mezcla de aceites esenciales, una mezcla monofásica del aceite esencial o la mezcla de aceites esenciales con otras sustancias o una composición multifásica que contenga el aceite esencial, por ejemplo, una emulsión acuosa del aceite esencial o la mezcla de aceites esenciales.

Preferentemente, el medio de separación consiste en una emulsión acuosa del al menos un aceite esencial.

En otra forma de realización preferente, el medio de separación comprende una emulsión acuosa del al menos un aceite esencial. Preferentemente, el medio de separación en esta forma de realización no contiene ningún ácido carboxílico.

Preferentemente, se usa en el procedimiento una emulsión acuosa que contiene $> 0,1$ % en volumen, de manera particularmente preferente $\geq 0,5$ % en volumen, muy de manera particularmente preferente ≥ 1 % en volumen, aún más preferentemente ≥ 10 % en volumen del al menos un aceite esencial, basado en el volumen de agua usado.

Ejemplos de aceites esenciales del grupo de los fenoles, fenilpropanoides y furanocumarinas son carveol, carvacrol, timol, apiol, éster metílico del ácido trans-cinámico, cis- y trans-anetol, dillapiol, estragol, eugenol y coriandrina.

Los aceites esenciales pueden ser de origen natural, es decir, obtenidos de plantas o partes de plantas, o producidos sintéticamente.

El aceite esencial también puede ser modificado químicamente por oxidación, esterificación o alquilación.

De los grupos de sustancias mencionados anteriormente, el de los fenilpropanoides es particularmente adecuado para su uso en el procedimiento según la invención.

El compuesto eugenol es particularmente adecuado.

Los aceites esenciales antes mencionados del grupo de los fenoles, fenilpropanoides y furanocumarinas o mezclas de estos aceites también se pueden usar en el procedimiento según la invención en una mezcla con aceites esenciales de los grupos de sustancias de mono- y sesquiterpenos acíclicos y cilíndricos. Ejemplos de mono- y sesquiterpenos acíclicos y cilíndricos son ocimeno, mirceno, limoneno, α -terpineno, felandreno, α -pineno, canfeno, linalol, geraniol, mentol, sabinol, borneol, neral, citronelal, carvone, mentone, alcanfor, fenchone, mentofurano, cineole, anetofurano, acetato de geraniol, acetato de linalilo, éster bórico de ácido acético, acetato de isobornilo, farnesol, farnesene, α -bisabolol, α -cariofileno, chamazulene y β -cariofileno. Sin embargo, se prefiere el uso de aceites esenciales y mezclas de aceites esenciales seleccionados exclusivamente del grupo de los fenilpropanoides.

En una forma de realización preferente, la emulsión acuosa contiene $\geq 0,5$ % en volumen, preferentemente $\geq 0,9$ % en volumen de una mezcla de aceites esenciales, basado en el volumen de agua usada, en la que la fracción volumétrica de eugenol en la mezcla de aceites esenciales es al menos $(\geq) 1/3$.

La eficacia del procedimiento puede aumentarse añadiendo sustancias tensioactivas, por ejemplo, tensioactivos, emulgentes, a la mezcla de agua y aceite(s) esencial(es).

Un material compuesto multicapa en el sentido de la invención consiste en al menos dos capas unidas entre sí en toda su superficie, que pueden estar hechas del mismo material o de materiales diferentes.

Las capas son capas poliméricas, preferentemente producidas a partir de polietileno, polipropileno, poliéster o poliamida. Puede tratarse de capas poliméricas coextruidas, por ejemplo, láminas de poliolefina con una capa interior de alcohol vinílico de etileno. Las superficies de las capas poliméricas pueden tratarse, es decir, recubrirse con aluminio o SiOx, por ejemplo, o imprimirse con tinta. En este caso, la capa de polímero que incluye la capa producida por el tratamiento de superficie debe considerarse como una sola capa del compuesto multicapa.

Por el contrario, una lámina de aluminio unida a una capa del material compuesto mediante un promotor de la adherencia o un polímero adhesivo se considera una capa independiente. Esto también se aplica a una capa de aluminio que primero se deposita mediante vapor sobre un sustrato y después se une a una capa del material

compuesto mediante un revestimiento de transferencia usando un promotor de la adherencia o un polímero adhesivo. Una capa del material compuesto también puede ser una capa de papel o de cartón, o una capa que contenga fibras vegetales.

- 5 Los promotores de la adherencia o los polímeros adhesivos a base de poliuretano, con los que se unen las capas sobre toda la superficie, se describen detalladamente en el estado de la técnica, por ejemplo, en Manufacturing Flexible Packaging, Thomas Dunn, ISBN 978-0-323-264-36-5, Ulrich Meier Westhues; Polyurethanes, Coatings, Adhesives and Sealants, ISBN 978-3-86630-896-1. Esta lista no debe considerarse restrictiva. Por supuesto, los materiales compuestos multicapa cuyas capas están unidas con promotores de la adherencia a base de poliuretano o polímeros adhesivos que no se describen en los documentos mencionados también pueden ser separados usando el procedimiento según la invención.

Descripción del procedimiento:

- 15 Opcionalmente se tritura el material compuesto multicapa y se le trata con el medio de separación que contiene al menos un aceite esencial seleccionado del grupo formado por fenoles, fenilpropanoides y furanocumarinas a reflujo. El tratamiento también se puede realizar a una presión > presión normal (1013 mPas), por ejemplo, en un autoclave, y por lo tanto a una temperatura de ebullición más elevada. La dependencia del punto de ebullición de una sustancia de la presión ambiente es bien conocida por los expertos en la materia. Por lo tanto, la temperatura que debe fijarse en función de la presión durante el tratamiento la determina el especialista basándose en sus conocimientos.

20 Durante el tratamiento, la capa de adhesivo o la capa promotora de adhesión se debilita hasta tal punto que el compuesto multicapa puede ser separado en las capas individuales mediante una ligera tensión mecánica (por ejemplo, tensión de cizallamiento).

- 25 Para aumentar la eficacia del procedimiento, se trituran los materiales compuestos multicapa, por ejemplo, usando un granulador o una trituradora. Un material compuesto multicapa tiene 2 superficies formadas por las capas superior e inferior y que están orientadas en sentido contrario a las otras capas del material compuesto multicapa, las llamadas superficies superiores, y varias superficies laterales, cada una de las cuales corresponde a una sección a través de las capas desde la superficie superior a la superficie superior inferior. El aplastamiento del material compuesto multicapa aumenta la superficie total formada por las superficies laterales y, por tanto, también la superficie de contacto del medio de desmoldeo con el polímero adhesivo o el agente adhesivo. De este modo, se mejora el efecto de penetración del agente desmoldeante en la capa de adhesivo o de agente adhesivo y se puede conseguir más rápidamente el debilitamiento de la capa de adhesivo o de agente promotor de la adherencia.

- 35 En el contexto de la presente invención, se entiende por partículas multicapa todas las piezas producidas a partir del material compuesto multicapa por trituración mecánica, por ejemplo, por corte, molienda, desgarrar, etc.

- 40 El material compuesto multicapa se tritura de tal manera que la expansión de las partículas multicapa a lo largo de los ejes que discurren paralelos a las superficies superiores de las partículas multicapa es en promedio $\leq 400 \text{ mm}^2$ para todas las partículas multicapa, preferentemente $\leq 400 \text{ mm}^2$ y de manera particularmente preferente $\leq 100 \text{ mm}^2$.

- 45 En el contexto de la presente invención, se entiende que el término superficies superiores de una partícula multicapa se refiere a las dos superficies de las capas superior e inferior del artículo multicapa orientadas hacia fuera de las otras capas del artículo multicapa.

Cuanto más tiempo se realice el tratamiento a reflujo, mayor será el debilitamiento de la capa de adhesivo o de la capa promotora de adherencia.

- 50 En función de la concentración del/de los aceite(s) esencial(es) en la emulsión acuosa y con una granulometría multicapa como la indicada anteriormente, el tratamiento a reflujo debería, pues, preferentemente, o de manera particularmente preferente, durar lo siguiente
 $\geq 0,5 \%$ en volumen (basado en el volumen de agua usado): preferentemente más de 2 horas, de manera particularmente preferente al menos 3 horas, de manera especialmente preferente al menos 4 horas,
55 $\geq 1 \%$ en volumen (basado en el volumen de agua usado): preferentemente al menos 1,5 horas, de manera particularmente preferente al menos 2 horas, de manera especialmente preferente al menos 3 horas,
 $\geq 10 \%$ en volumen (basado en el volumen de agua usado): preferentemente al menos 0,5 horas, de manera particularmente preferente al menos 1 hora, de manera particularmente muy preferente al menos 2 horas.

- 60 Antes o después de la trituración -y antes de que las partículas multicapa se introduzcan en el medio de separación- los materiales compuestos multicapa o las partículas multicapa pueden ser liberadas (limpiadas) de alimentos adheridos, etc. mediante un proceso de lavado. Para ello se pueden usar soluciones acuosas de, por ejemplo, tensioactivos, sustancias tensoactivas, ácidos o bases.

El medio de separación puede ser calentado hasta la temperatura de ebullición antes o después de introducir las partículas multicapa en el medio de separación. Se puede acelerar la velocidad de separación de las partículas multicapa en las capas individuales generando un movimiento/flujo laminar o turbulento en el medio de separación.

5 Este modo de trabajo es posible en un proceso por lotes o en un proceso continuo.

Tras el tratamiento con el medio de separación, se separan las partículas de las capas individuales del medio de separación mediante tamizado, filtración o centrifugación. Las capas que aún se adhieren entre sí, es decir, las capas que aún no están completamente separadas tras el tratamiento con el agente desmoldeante, pueden ser separadas mecánicamente, por ejemplo, mediante un par de rodillos de cizallamiento.

La separación de las partículas en clases de polímeros puros y en partículas de aluminio, es decir, la separación según los materiales de las partículas, se puede realizar mediante los procesos de separación conocidos, p. ej., flotación, comportamiento de flotación o sedimentación, por corrientes de Foucault (separación de aluminio).

15 Las tintas de impresión pueden ser eliminadas posteriormente de las partículas de polímero o de aluminio mediante procesos de lavado adecuados. La patente EP 2 832 459 A1 debe mencionarse aquí como ejemplo.

20 El aceite esencial adherido puede lavarse de las partículas poliméricas o de las partículas de aluminio mediante un proceso de lavado con tensioactivos adecuados, o se pueden eliminar las partículas poliméricas o las partículas de aluminio mediante destilación al vapor.

Después de secar las partículas de polímero o de aluminio separadas y limpias, que pueden haberse liberado de las tintas de impresión, pueden ser devueltas al ciclo de los materiales.

25 La fracción volumétrica de aceite esencial en el medio de separación se puede determinar durante el tratamiento de los materiales compuestos multicapa en el proceso discontinuo o continuo. En caso necesario, la proporción de volumen en el medio de separación puede mantenerse constante o aumentarse añadiendo aceite esencial.

30 Durante el tratamiento de los materiales compuestos multicapa con el medio de desmoldeo, el polímero de poliuretano se transfiere al medio de desmoldeo. El polímero de poliuretano puede pasar al medio de separación en forma de partículas de polímero no disueltas, por ejemplo, hinchadas, o disueltas. Las partículas de poliuretano pueden ser separadas del medio de separación por métodos adecuados, por ejemplo, filtración, centrifugación.

35 **Ejemplos**

Materiales compuestos multicapa:

Material multicapa 1:	compuesto	Poliéster/tinta de imprenta//aluminio//polietileno
		Envase de Eduscho Espresso (etiqueta: 29.06.2020 L9031 H57/2 08:56)
Material multicapa 2:	compuesto	Poliéster / tinta de impresión// polietileno
		Pienso seco para perros "Minivita" de Josera

40 El poliéster y la tinta de impresión se consideran juntos como una capa.
// significa una capa de adhesivo basada en un adhesivo de poliuretano.

Aceites esenciales:

45 Fuente de suministro de todos los aceites mencionados a continuación: Sigma-Aldrich, Múnich)
Eugenol(CAS# 97-53-0) - Fenilpropanoide
Trans-anetol(CAS# 104-46-1) (fenilpropanoide)
Éster metílico del ácido transcinámico(CAS#: 1754-62-7) (derivado fenilpropanodínico)
Linalool(CAS# 78-70-6) -monoterpeno
50 Citronelal(CAS# 106-23-0) -monoterpeno

Determinación de la fuerza de adherencia:

55 La resistencia de adhesión de las capas de lámina se determina con la máquina de ensayo de sobremesa Zwick 5kN Allround según DIN 55533-5 en un ensayo de pelado a 180°. Los valores indicados son los valores medios de cinco mediciones individuales.

Ensayo 1: Inspección visual de la separación (Tabla 1)

Se cortan con unas tijeras los materiales compuestos multicapa en cuadrados de aproximadamente 1 cm². se colocan 10 trozos de los compuestos multicapa de aproximadamente 1 cm² en un matraz de varios cuellos de 250 ml calentado con un baño de aceite y equipado con un agitador, un termómetro y un refrigerante de reflujo.

Se llenan 100 ml de agua o 100 ml de agua con 0,1 ml, 0,5 ml, 1 ml, 10 ml de los aceites esenciales en el aparato de agitación y se calienta hasta la temperatura de ebullición. Se hierve el contenido del matraz hasta 20 horas a reflujo a unos 100 °C. Se inspeccionan visualmente a intervalos de 1 hora los materiales compuestos multicapa en busca de separación.

Compuesto multicapa 1

Cuadro 1

	1 h.		2 horas		3 horas		20 horas	
	Aluminio//P E T	Aluminio// P E	Aluminio//P E T	Aluminio// P E	Aluminio//P E T	Aluminio// P E	Aluminio//P E T	Aluminio// P E
100 ml de agua	-	-	-	-	-	-	-	-
+0,1 % Eugenol	-	-	-	-	-	-	-	-
+ 0,5 % de eugenol	-	-	-	-	-+	-+	0	0
+1 % de eugenol	-+	-+	+	+	++	++	0	0
+10 % Eugenol	+	+	++	++	0	0	0	0
+ 1 % trans-anetol	0	0	0	0	-	++	0	0
+ 1 % éster metílico del ácido trans-cinámico	0	0	0	0	++	+	0	0
+ 1 % linalool	0	0	0	0	-	-+	0	0
1 % Citronela l	0	0	0	0	-	+	0	0
+ 0,33 % de eugenol	0	0	0	0	+	++	0	0
+ 0,33 % trans-anetol								
+ 0,33 % éster metílico del ácido trans-cinámico								
+ 1 % de eugenol	0	0	0	0	++	++	0	0
+ 1 % trans-anetol								

	1 h.		2 horas		3 horas		20 horas	
	Aluminio//P E T	Aluminio// P E	Aluminio//P E T	Aluminio// P E	Aluminio//P E T	Aluminio// P E	Aluminio//P E T	Aluminio// P E
+ 1 % éster metílico del ácido trans- cinámico								
- : ningún cambio en la adherencia / ningún efecto de desprendimiento visible -+ : separación de las capas en los bordes de corte + : delaminación ya visible en toda la superficie ++: delaminación completa 0 : no probado % = por ciento volumen								

Tanto los terpenos como los fenilpropanoides tienen un efecto separador, siendo el efecto de los fenilpropanoides incluso mayor que el de los terpenos. La adición de un 1 % de eugenol provoca la disolución completa del compuesto al cabo de sólo 3 horas. En agua pura, los compuestos no se separan ni siquiera después de 20 horas.

Ensayo 2: Determinación de la disminución de la fuerza de adherencia de las capas de la lámina (Tabla 2)

Se cortan tiras de 15 mm de ancho y 20 cm de largo de material compuesto multicapa del embalaje. Se hirvieron las tiras en 100 ml de agua o en 100 ml de agua mezclada con 1 ml de eugenol o trans-anetol durante 3 horas a reflujo (p ~ 1 bar) en un aparato de matraz de varios cuellos de 250 ml con condensador de reflujo. Tras la ebullición, se retiraron las tiras del aparato y se midió la fuerza de adherencia en 30 minutos. La fuerza de adherencia de las capas de lámina se determinó con la máquina de ensayo de sobremesa Zwick 5kN Allround según DIN 55533-5 en un ensayo de pelado a 180°. Los extremos sueltos de tiras de 15 mm de ancho de los laminados de lámina se sujetan en las pinzas de sujeción de la máquina de ensayos Zwick. Durante la medición, las pinzas de prueba se separan a una velocidad de 100 mm/min. Los valores indicados son los valores medios de cinco mediciones individuales.

Cuadro 2

después de 3 horas	Material compuesto 1		Material compuesto 2
	Aluminio//PET	Aluminio//PE	PET//PE
100 ml de agua	1,6	F*	2,2
+1 % de eugenol	0,7	1,0	0,4
+ 1 % trans-anetol	0,4	0,6	0,5
+ 0,33 % de eugenol	0,4	0,2	/
+ 0,33 % trans-anetol			
+ 0,33 % éster metílico del ácido trans-cinámico			
+ 1 % de eugenol	< 0,1	0,6	/
+ 1 % trans-anetol			
+ 1 % éster metílico del ácido trans-cinámico			
% = porcentaje en volumen			
*: El compuesto de lámina no podía separarse. Se arranca una lámina inmediatamente durante el intento			

El debilitamiento de la capa de adhesivo por los fenilpropanoides es evidente. La fuerza de adhesión de los materiales compuestos multicapa tras el tratamiento con la mezcla acuosa es significativamente inferior a la del material compuesto multicapa tratado sólo con agua.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Uso de un medio de separación que contiene al menos un aceite esencial o que consiste en al menos un aceite esencial para separar al menos dos capas de un compuesto multicapa que están unidas entre sí en toda su superficie por al menos un promotor de la adherencia a base de poliuretano y/o al menos un polímero adhesivo a base de poliuretano, en donde el aceite esencial se selecciona del grupo que consiste en fenilpropanoides.
- 10 2. Procedimiento para separar al menos dos capas de materiales compuestos multicapa que están unidas entre sí en toda su superficie por al menos un promotor de la adherencia a base de poliuretano y/o al menos un polímero adhesivo a base de poliuretano, **caracterizado porque** se trata el material compuesto multicapa con un medio de separación que contiene al menos un aceite esencial o que consiste en al menos un aceite esencial, en donde el aceite esencial se selecciona del grupo que consiste en fenilpropanoides.
- 15 3. Uso según la reivindicación 1 o procedimiento según la reivindicación 2, **caracterizados porque** el medio de separación contiene al menos un aceite esencial seleccionado del grupo que consiste en fenilpropanoides, y está presente
 - a) como mezcla monofásica del al menos un aceite esencial con al menos otra sustancia,
 - o
 - 20 b) como composición multifásica del al menos un aceite esencial con al menos otra sustancia, preferentemente como emulsión acuosa del al menos un aceite esencial.
- 25 4. Uso o procedimiento según la reivindicación 3 b), **caracterizados porque** la emulsión acuosa contiene $> 0,1 \%$ en volumen, de manera particularmente preferente $\geq 0,5 \%$ en volumen del al menos un aceite esencial, con respecto al volumen de agua usado.
- 30 5. Uso según una de las reivindicaciones 1, 3 o 4 o procedimiento según una de las reivindicaciones 2 a 4, **caracterizados porque** se añaden sustancias tensioactivas al medio de separación.
- 35 6. Uso según una de las reivindicaciones 1 o 3 a 5 o procedimiento según una de las reivindicaciones 2 a 5, **caracterizados porque** las al menos dos capas del material compuesto multicapa que están unidas entre sí en toda su superficie contienen al menos un material seleccionado del grupo formado por polietileno, polipropileno, poliéster o poliamida, aluminio, papel, cartón y mezclas de los mismos, estando además formado preferentemente por al menos uno de dichos materiales.
- 40 7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 2 a 6, **caracterizado porque** se introduce el material compuesto multicapa en el medio de separación, se calienta el medio de separación hasta la temperatura de ebullición antes o después de la introducción del compuesto multicapa y se trata el material compuesto multicapa bajo reflujo del medio de separación a presión normal (1013 mPas) o a una presión > 1013 mPas.
- 45 8. Procedimiento según una de las reivindicaciones 2 a 7, **caracterizado porque** se lleva a cabo el procedimiento en funcionamiento continuo o en funcionamiento discontinuo.
- 50 9. Procedimiento según una de las reivindicaciones 2 a 8, **caracterizado porque** se tritura mecánicamente en partículas multicapa el material compuesto multicapa antes de introducirlo en el medio de separación.
- 55 10. Procedimiento según la reivindicación 9, **caracterizado porque** la extensión de las partículas multicapa a lo largo de los ejes que discurren paralelos a las superficies superiores de las partículas multicapa es, en promedio de todas las partículas multicapa, ≤ 400 mm² y preferentemente ≤ 100 mm², entendiéndose por superficies superiores de una partícula multicapa las dos superficies de la capa superior e inferior de la partícula multicapa orientadas en sentidos opuestos unas de las otras capas de la partícula multicapa.
- 60 11. Procedimiento según una de las reivindicaciones 8 a 10, **caracterizado porque**, tras el tratamiento con el medio de separación, se separan mecánicamente unas de otras las capas de las partículas multicapa aún adheridas entre sí.
12. Procedimiento según una de las reivindicaciones 8 a 10, **caracterizado porque** después del tratamiento con el medio de separación, se separa el medio de separación de las capas separadas de las partículas multicapa.
13. Procedimiento según la reivindicación 11, **caracterizado porque** tras el tratamiento con el medio de separación y la separación mecánica de las capas de las partículas multicapa aún adheridas entre sí, se separa el medio de separación de las capas separadas de las partículas multicapa.
14. Procedimiento según las reivindicaciones 12 o 13, **caracterizado porque** se separa según los materiales de las partículas la mezcla de capas de partículas obtenida tras la separación del medio de separación.