

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 383 701**

51 Int. Cl.:  
**C08G 63/85** (2006.01)  
**C08G 63/12** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **06767872 .2**  
96 Fecha de presentación: **28.06.2006**  
97 Número de publicación de la solicitud: **1972650**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **24.09.2008**

54 Título: **Catalizador de policondensación para producción de poliéster y producción de poliéster**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**25.06.2012**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**25.06.2012**

73 Titular/es:  
**SAKAI CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD.**  
**5-2, Ebisujima-cho Sakai-ku, Sakai-shi**  
**Osaka 590-8502, JP**

72 Inventor/es:  
**UMABA, Toshikatsu;**  
**SHIMIZU, Hiromitsu;**  
**MORI, Kenji y**  
**TABATA, Keiichi**

74 Agente/Representante:  
**Ungría López, Javier**

ES 2 383 701 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

Catalizador de policondensación para producción de poliéster y producción de poliéster

5 **Campo técnico**

La presente invención se refiere a catalizadores de policondensación para producir poliéster y a métodos de producción de poliéster usando dichos catalizadores de policondensación.

10 **Técnica anterior**

Los poliésteres tipificados por polietilentereftalato, polibutilentereftalato y polietilennaftalato tienen propiedades mecánicas y propiedades químicas superiores y se usan en una amplia diversidad de campos, incluyendo fibras para ropas y materiales industriales, películas o láminas para materiales de envasado o cintas magnéticas, frascos, que son artículos moldeados huecos, carcasas de aparatos eléctricos o electrónicos, y otros tipos de artículos o componentes moldeados.

Ciertos poliésteres representativos, en concreto poliésteres compuestos de componentes de ácido dicarboxílico aromático y componentes de alquilenglicol como constituyentes principales, tales como polietilentereftalato, se producen preparando en primer lugar bis(2-hidroxiethyl)tereftalato (BHET) y un oligómero que contiene el mismo mediante una reacción de esterificación entre ácido tereftálico y etilenglicol o transesterificación de dimetiltereftalato y etilenglicol, y después sometiéndolos a policondensación en estado fundido al vacío a altas temperaturas en presencia de un catalizador de policondensación.

Como dicho catalizador de policondensación para producir poliéster, el trióxido de antimonio hasta ahora se ha usado ampliamente como se desvela en el documento JP 46-3395 B. El trióxido de antimonio es un catalizador que es barato y tiene actividades catalíticas excelentes, sin embargo tiene algunos problemas. Por ejemplo, se forma antimonio metálico mientras se usa en policondensación, haciendo de esta manera que el poliéster resultante se oscurezca, o el poliéster resultante esté contaminado con sustancias extrañas. Además, el trióxido de antimonio es inherentemente venenoso. En los últimos años, por lo tanto, se ha esperado el desarrollo de catalizadores sin antimonio.

Por ejemplo, un catalizador compuesto de un compuesto de germanio se conoce como un catalizador que tiene una actividad catalítica excelente y que puede proporcionar un poliéster de excelente tonalidad y estabilidad térmica. Este catalizador, sin embargo, es problemático en tanto que es muy caro y que el contenido de catalizador en un sistema de reacción cambia con el tiempo, y se hace difícil controlar la polimerización, porque el catalizador se retira por destilación fácilmente del sistema de reacción durante la polimerización.

Por otro lado, como se desvela en los documentos JP 46-3395 B y JP 49-57092 A, ya se sabe que los compuestos de titanio tales como titanato de glicol y alcóxido de titanio pueden usarse también como un catalizador de policondensación para producir poliéster por transesterificación de dimetiltereftalato y etilenglicol. Por ejemplo, de acuerdo con la patente de Estados Unidos N° 5596069, se conocen los catalizadores de policondensación que comprenden tetraalcoxi titanato. Sin embargo, tienen problemas en tanto que el poliéster resultante es susceptible de colorearse debido a degradación térmica durante el moldeo en estado fundido del mismo.

En los últimos años, se han propuesto muchos métodos para producir poliéster de alta calidad con una alta productividad usando un compuesto de titanio como un catalizador de policondensación. Por ejemplo, como se desvela en los documentos JP 2001-064377 A y JP 2001-114885 A, un compuesto de titanio sólido obtenido preparando en primer lugar un hidróxido de titanio por hidrólisis de haluro de titanio o alcóxido de titanio y después deshidratando y secando el hidróxido calentándolo a una temperatura de 30 a 350 °C se ha propuesto como un catalizador de policondensación.

Algunos de los catalizadores de policondensación conocidos hasta ahora compuestos de ácido titánico, incluyendo los compuestos de titanio mencionados anteriormente, tienen altas actividades de polimerización por peso unitario de metal. Sin embargo, en muchos casos, hay una tendencia a que dicho catalizador presente una actividad de polimerización alta, pero el poliéster resultante es susceptible de colorearse debido a degradación térmica durante su moldeo en estado fundido. También hay una tendencia a que el poliéster resultante tenga una mala transparencia.

60 **Descripción de la invención**

Los presentes inventores han estudiado intensivamente para resolver los problemas mencionados anteriormente implicados en los catalizadores de policondensación convencionales para producir poliéster. Como resultado, han alcanzado la presente invención descubriendo que, cuando se forma una capa de recubrimiento de ácido titánico sobre la superficie de partículas básicas de hidróxido de magnesio o hidrotalcita, y dicho producto se usa como un catalizador de policondensación para producir poliéster, la descomposición del poliéster se controla durante la

producción del poliéster y se forma un poliéster de alto peso molecular con una alta actividad de polimerización, y el poliéster apenas sufre coloración debido a degradación térmica durante su moldeo en estado fundido.

5 Por lo tanto, un objeto de la invención es proporcionar un nuevo catalizador de policondensación para producir poliéster que presente altas actividades catalíticas y proporcione un poliéster con excelente tonalidad o tono de color y transparencia, incluso en ausencia de antimonio. También es un objeto de la invención proporcionar un método para producir poliéster usando dicho catalizador de policondensación.

10 La invención proporciona un catalizador de policondensación para producir poliéster mediante una reacción de esterificación o una reacción de transesterificación entre un ácido dicarboxílico, o un derivado formador de éster del mismo, y glicol, comprendiendo el catalizador de policondensación partículas de base sólida que tienen sobre sus superficies una capa de recubrimiento de ácido titánico en una cantidad de 0,1 a 50 partes en peso, en términos de  $TiO_2$  por 100 partes de la base sólida, y en las que la base sólida es hidróxido de magnesio o hidrotalcita.

15 El catalizador de policondensación puede obtenerse por un método que comprende añadir una solución acuosa de haluro de titanio y una solución acuosa alcalina a una suspensión acuosa de partículas de la base sólida a una temperatura de 25 a 40 °C de manera que la suspensión acuosa tenga un pH de 5 a 12, formando de esta manera un recubrimiento superficial que comprende ácido titánico sobre la superficie de las partículas de la base sólida, secar las partículas de la base sólida con el recubrimiento superficial y pulverizar las partículas.

20 La invención proporciona adicionalmente un catalizador de policondensación para producir poliéster mediante una reacción de esterificación o una reacción de transesterificación entre un ácido dicarboxílico, o un derivado formador de éster del mismo, y un glicol, comprendiendo el catalizador de policondensación partículas de una base sólida que tienen sobre sus superficies una capa de recubrimiento interna de un óxido de al menos un elemento seleccionado entre silicio, aluminio y zirconio o un óxido compuesto de al menos dos elementos seleccionados entre silicio, aluminio y zirconio en una cantidad de 1 a 20 partes en peso por 100 partes en peso de la base sólida, y una capa de recubrimiento externa de ácido titánico en una cantidad de 0,1 a 50 partes en peso, en términos de  $TiO_2$  por 100 partes en peso de la base sólida, y en el que la base sólida es hidróxido de magnesio o hidrotalcita.

30 Entre los catalizadores mencionados anteriormente, un catalizador que tiene una capa de recubrimiento interna de un óxido de al menos un elemento seleccionado entre silicio y aluminio o un óxido compuesto de silicio y aluminio y una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la superficie de las partículas de la base sólida puede obtenerse por un método que comprende, mientras se mantiene una suspensión acuosa de las partículas de la base sólida a una temperatura de 5 a 100 °C, añadir a la suspensión acuosa un silicato soluble en agua en una cantidad de 1 a 20 partes en peso, en términos de  $SiO_2$  por 100 partes en peso de la base sólida y/o un aluminato soluble en agua en una cantidad de 1 a 20 partes en peso, en términos de  $Al_2O_3$  por 100 partes en peso de la base sólida y un ácido, formando de esta manera una capa de recubrimiento interna de un óxido de al menos un elemento seleccionado entre silicio y aluminio o un óxido compuesto de silicio y aluminio sobre la superficie de las partículas de la base sólida; añadir una solución acuosa de haluro de titanio y una solución acuosa alcalina a la suspensión acuosa resultante de las partículas de la base sólida a una temperatura de 25 a 40 °C, de manera que la suspensión acuosa tenga un pH de 5 a 12, formando de esta manera una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la capa de recubrimiento interna; y secar y pulverizar las partículas de la base sólida con las capas de recubrimiento interna y externa.

45 Entre los catalizadores mencionados anteriormente, un catalizador que tiene una capa de recubrimiento interna de un óxido de zirconio y una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la superficie de las partículas de la base sólida puede obtenerse por un método que comprende, mientras se mantiene una suspensión acuosa de las partículas de la base sólida a una temperatura de 5 a 100 °C, añadir a la suspensión acuosa una sal de zirconio soluble en agua en una cantidad de 1 a 20 partes en peso, en términos de  $ZrO_2$  por 100 partes en peso de la base sólida y un álcali, formando de esta manera una capa de recubrimiento interna de un óxido de zirconio sobre la superficie de las partículas de la base sólida; añadir una solución acuosa de haluro de titanio y una solución acuosa alcalina a la suspensión acuosa resultante de las partículas de la base sólida a una temperatura de 25 a 40 °C, de manera que la suspensión acuosa tiene un pH de 5 a 12, formando de esta manera una capa de recubrimiento externa del ácido titánico sobre la capa de recubrimiento interna; y secar y pulverizar las partículas de la base sólida con las capas de recubrimiento interna y externa.

60 Entre los catalizadores mencionados anteriormente, un catalizador que tiene una capa de recubrimiento interna de un óxido compuesto de zirconio y al menos un elemento seleccionado entre silicio y aluminio y una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la superficie de las partículas de la base sólida puede obtenerse por un método que comprende, mientras se mantiene una suspensión acuosa de las partículas de la base sólida a una temperatura de 5 a 100 °C, añadir a la suspensión acuosa un silicato soluble en agua en una cantidad de 1 a 20 partes en peso, en términos de  $SiO_2$  por 100 partes en peso de la base sólida y/o un aluminato soluble en agua en una cantidad de 1 a 20 partes en peso, en términos de  $Al_2O_3$  por 100 partes en peso de la base sólida y además una sal de zirconio soluble en agua en una cantidad de 1 a 20 partes en peso por 100 partes en peso de la base sólida, formando de esta manera una capa de recubrimiento interna de un óxido compuesto de zirconio y al menos un elemento seleccionado entre silicio y aluminio sobre la superficie de las partículas de la base sólida; añadir una

5 solución acuosa de haluro de titanio y una solución acuosa alcalina a la suspensión acuosa resultante de las partículas de la base sólida a una temperatura de 25 a 40 °C, de manera que el pH de la suspensión acuosa sea de 5 a 12, formando de esta manera una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la capa de recubrimiento interna; y secar y pulverizar las partículas de la base sólida con las capas de recubrimiento interna y externa.

De acuerdo con la invención, la base sólida en los catalizadores de policondensación mencionados anteriormente es hidróxido de magnesio o hidrotalcita.

10 La invención proporciona adicionalmente un método para producir poliéster que comprende someter un ácido dicarboxílico, o un derivado formador de éster del mismo, y un glicol, a una reacción de esterificación o una reacción de transesterificación en presencia de dicho catalizador de policondensación mencionado anteriormente.

15 En particular, la invención proporciona, como una realización preferida, un método para producir poliéster que comprende preparar un oligómero que comprende bis(hidroxi)alquil éster de un ácido dicarboxílico aromático mediante una reacción de esterificación o una reacción de transesterificación de un ácido dicarboxílico aromático, o un derivado formador de éster del mismo, y un alquilenglicol, y posteriormente policondensar en estado fundido el oligómero a alto vacío a una alta temperatura en presencia de dicho catalizador de policondensación mencionado anteriormente.

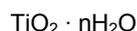
20 Adicionalmente, el haluro de titanio usado en la preparación del catalizador de policondensación de acuerdo con la invención mencionado anteriormente es preferentemente tetracloruro de titanio.

#### Mejor modo para realizar la invención

25 Un primer catalizador de policondensación para producir poliéster mediante una reacción de esterificación o una reacción de transesterificación entre un ácido dicarboxílico, o un derivado formador de éster del mismo, y un glicol de acuerdo con la invención es tal que comprende partículas de una base sólida (hidróxido de magnesio o hidrotalcita) que tienen sobre sus superficies una capa de recubrimiento de ácido titánico con una cantidad de 0,1 a 50 partes en peso, en términos de TiO<sub>2</sub> por 100 partes de la base sólida.

30 Un segundo catalizador de policondensación para producir poliéster mediante una reacción de esterificación o una reacción de transesterificación entre un ácido dicarboxílico, o un derivado formador de éster del mismo, y un glicol de acuerdo con la invención es tal que comprende partículas de la base sólida que tienen sobre sus superficies una capa de recubrimiento interna de un óxido de al menos un elemento seleccionado entre silicio, aluminio y zirconio o un óxido compuesto de al menos dos elementos seleccionados entre silicio, aluminio y zirconio en una cantidad de 1 a 20 partes en peso por 100 partes en peso de la base sólida y una capa de recubrimiento externa de ácido titánico con una cantidad de 0,1 a 50 partes en peso, en términos de TiO<sub>2</sub> por 100 partes de la base sólida.

40 En la invención, el ácido titánico es un óxido de titanio hidratado representado por la fórmula general



45 en la que n es un número que satisface  $0 < n \leq 2$ . Dicho ácido titánico puede obtenerse, por ejemplo, por hidrólisis alcalina de una cierta clase de compuesto de titanio, como se describirá posteriormente.

50 En primer lugar, se describe el primer catalizador de policondensación de acuerdo con la invención. En el primer catalizador de policondensación de acuerdo con la invención, cuando la cantidad de la capa de recubrimiento de ácido titánico es menor de 0,1 partes en peso, en términos de TiO<sub>2</sub> por 100 partes en peso de la base sólida, el catalizador de policondensación resultante presenta una actividad de polimerización baja y falla a la hora de proporcionar un poliéster de alto peso molecular con productividad satisfactoria. Por otro lado, cuando la cantidad de la capa de recubrimiento de ácido titánico es mayor de 50 partes en peso, en términos de TiO<sub>2</sub>, por 100 partes en peso de la base sólida, la descomposición del poliéster ocurre fácilmente durante la producción del poliéster y la coloración del poliéster resultante debido a su degradación térmica ocurre fácilmente durante el moldeo en estado fundido del poliéster.

55 Dicho primer catalizador de policondensación de acuerdo con la invención puede obtenerse, mientras se mantiene una suspensión acuosa de las partículas de la base sólida a una temperatura de 5 a 100 °C, preferentemente de 25 a 40 °C, añadiendo a la suspensión acuosa un compuesto de titanio en una cantidad de 0,1 a 50 partes en peso, en términos de TiO<sub>2</sub> por 100 partes en peso de la base sólida, y después añadiendo un álcali a la mezcla resultante para hidrolizar el compuesto de titanio a un pH de 5 a 12, preferentemente a un pH de 7 a 10, formando de esta manera una capa de recubrimiento de ácido titánico y después secando y pulverizando las partículas de la base sólida con la capa de recubrimiento. La temperatura para el secado, preferentemente, está dentro del intervalo de 60 a 180 °C, y particularmente preferentemente dentro del intervalo de 100 a 130 °C.

65

El primer catalizador de policondensación de acuerdo con la invención puede obtenerse también por otro método. Puede obtenerse, mientras se mantiene una suspensión acuosa de la base sólida a una temperatura de 5 a 100 °C, preferentemente de 25 a 40 °C, añadiendo a la suspensión acuosa un compuesto de titanio en una cantidad de 0,1 a 50 partes en peso, en términos de TiO<sub>2</sub> por 100 partes en peso de la base sólida y un álcali en una cantidad casi  
 5 equivalente a la del compuesto de titanio y, si fuera necesario, añadiendo álcali adicional para hidrolizar el compuesto de titanio a un pH de 5 a 12, preferentemente a un pH de 7 a 10, formando de esta manera una capa de recubrimiento de ácido titánico y después secando a una temperatura de 60 a 180 °C y pulverizando las partículas de la base sólida con la capa de recubrimiento.

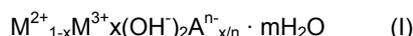
10 En la preparación del catalizador de policondensación de la invención, los ejemplos del compuesto titánico que puede formar un recubrimiento de ácido titánico mediante la hidrólisis alcalina incluyen haluros de titanio tales como tetracloruro de titanio, titanatos tales como oxalato de titanilamonio y alcóxidos de titanilamonio y alcóxidos de titanio tales como tetraisopropóxido de titanio. El compuesto titánico, sin embargo, no está limitado a estos ejemplos. Los ejemplos del álcali usado para la hidrólisis incluyen amoníaco e hidróxido sódico, aunque el álcali tampoco está  
 15 limitado a estos ejemplos.

En el primer catalizador de policondensación de acuerdo con la invención, la base sólida es hidróxido de magnesio o hidrotalcita. Por lo tanto, uno de los primeros catalizadores de policondensación de acuerdo con la invención es tal que comprende partículas de hidróxido de magnesio que tienen sobre sus superficies una capa de recubrimiento de  
 20 ácido titánico en una cantidad de 0,1 a 50 partes en peso, en términos de TiO<sub>2</sub> por 100 partes en peso de hidróxido de magnesio. Otro del primer catalizador de policondensación de acuerdo con la invención es tal que comprende partículas de hidrotalcita que tienen sobre sus superficies una capa de recubrimiento de ácido titánico en una cantidad de 0,1 a 50 partes en peso, en términos de TiO<sub>2</sub>, por 100 partes en peso de hidrotalcita.

25 La suspensión de hidróxido de magnesio usada para la preparación del catalizador de policondensación que comprende partículas de hidróxido de magnesio que tienen sobre sus superficies una capa de recubrimiento de ácido titánico entre los primeros catalizadores de policondensación mencionadas anteriormente se refiere, por ejemplo, a una suspensión obtenida neutralizando una solución acuosa de una sal de magnesio soluble en agua, tal como cloruro de magnesio y nitrato de magnesio, con un álcali, tal como hidróxido sódico y amoníaco, para hacer  
 30 precipitar hidróxido de magnesio, o una suspensión obtenida dispersando partículas de hidróxido de magnesio en un medio acuoso. Cuando una suspensión acuosa de hidróxido de magnesio se obtiene neutralizando una solución acuosa de sal de magnesio soluble en agua con un álcali, la solución acuosa de la sal de magnesio soluble en agua y el álcali pueden someterse a neutralización simultánea, o puede realizarse una neutralización alternativa añadiendo uno al otro.

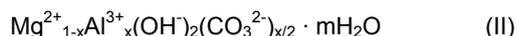
35 Las partículas de hidróxido de magnesio mencionadas anteriormente pueden proceder de cualquier fuente. Por ejemplo, pueden ser un polvo obtenido pulverizando mena natural o un polvo obtenido neutralizando una solución de sal de magnesio acuosa con un álcali.

40 La hidrotalcita usada para la preparación del catalizador de policondensación que comprende partículas de hidrotalcita que tienen sobre sus superficies una capa de recubrimiento de ácido titánico entre los primeros catalizadores de policondensación preferidos se representa preferentemente mediante la siguiente fórmula general (I):



45 en la que M<sup>2+</sup> denota al menos un ión metálico divalente seleccionado entre Mg<sup>2+</sup>, Zn<sup>2+</sup> y Cu<sup>2+</sup>; M<sup>3+</sup> denota al menos un ión metálico trivalente seleccionado entre Al<sup>3+</sup>, Fe<sup>3+</sup> y Ti<sup>3+</sup>; A<sup>n-</sup> denota al menos un anión seleccionado entre SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, Cl<sup>-</sup>, CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> y OH<sup>-</sup>; n denota la valencia del anión; x es un número que satisface 0 < x < 0,5; y m es un número que satisface 0 ≤ m < 2.

50 En particular, en la invención, se usa preferentemente una hidrotalcita en la que M<sup>2+</sup> es Mg<sup>2+</sup>, M<sup>3+</sup> es Al<sup>3+</sup> y A<sup>n-</sup> es CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, es decir, una representada por la fórmula general (II):



55 en la que x y m tienen los mismos significados que los mencionados anteriormente. Aunque dicha hidrotalcita puede obtenerse fácilmente como un producto en el mercado puede producirse también, si fuera necesario, por un método conocido convencionalmente, por ejemplo un método hidrotérmico, usando los materiales apropiados.

60 En la invención, por ejemplo, la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio o hidrotalcita significa una solución acuosa en la que el medio de dispersión de la suspensión es agua o una solución acuosa que contiene una pequeña cantidad de disolvente orgánico soluble en agua; la solución acuosa significa una solución acuosa en la que el disolvente de la solución es agua, o una solución acuosa que contiene una pequeña cantidad de disolvente orgánico soluble en agua; y medio acuoso significa agua o una solución acuosa que contiene una pequeña cantidad de  
 65 disolvente orgánico soluble en agua.

En la invención, la suspensión acuosa de hidrotalcita significa una suspensión obtenida dispersando la hidrotalcita mencionada anteriormente en el medio acuoso mencionado anteriormente.

5 A continuación, se describe el segundo catalizador de policondensación de acuerdo con la invención. En el segundo catalizador de policondensación de acuerdo con la invención, cuando la cantidad de la capa de recubrimiento interna de un óxido de al menos un elemento seleccionado entre silicio, aluminio y zirconio o un óxido compuesto de al menos dos elementos seleccionados entre silicio, aluminio y zirconio es menor de 1 parte en peso por 100 partes en peso de la base sólida, el catalizador de policondensación resultante tiene una alta actividad de polimerización, pero la tonalidad del poliéster resultante no mejora. Por otro lado, cuando la cantidad de la capa de recubrimiento interna es mayor de 20 partes en peso, en términos de un óxido por 100 partes en peso de la base sólida, la actividad de polimerización del catalizador de policondensación resultante disminuye indeseablemente.

15 Cuando la cantidad de la capa de recubrimiento externa de ácido titánico es menor de 0,1 partes en peso, en términos de  $\text{TiO}_2$  por 100 partes en peso de la base sólida, el catalizador de policondensación resultante presenta una baja actividad de polimerización y falla a la hora de proporcionar un poliéster de alto peso molecular con productividad satisfactoria. Por otro lado, cuando la cantidad de la capa de recubrimiento externa de ácido titánico es mayor de 50 partes en peso, en términos de  $\text{TiO}_2$  por 100 partes en peso de la base sólida, la descomposición del poliéster ocurre fácilmente durante la producción del poliéster y la coloración del poliéster resultante debido a su degradación térmica ocurre fácilmente durante el moldeo en estado fundido del poliéster.

20 Entre dichos segundos catalizadores de policondensación de acuerdo con la invención, un catalizador de policondensación que tiene una capa de recubrimiento interna de un óxido de al menos un elemento seleccionado entre silicio y aluminio o un óxido compuesto de silicio y aluminio sobre la superficie de las partículas de la base sólida y una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la capa de recubrimiento interna puede obtenerse mientras se mantiene una suspensión acuosa de las partículas de la base sólida a una temperatura de 5 a 100 °C, preferentemente de 30 a 60 °C, añadiendo a la suspensión acuosa un silicato soluble en agua en una cantidad de 1 a 20 partes en peso, en términos de  $\text{SiO}_2$  por 100 partes en peso de la base sólida y/o un aluminato soluble en agua en una cantidad de 1 a 20 partes en peso, en términos de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  por 100 partes en peso de la base sólida, añadiendo adicionalmente un ácido para neutralizar la suspensión de manera que tenga un pH de 7 a 12, preferentemente un pH de 8 a 9, y lavando con agua, formando de esta manera una capa de recubrimiento interna de un óxido de al menos un elemento seleccionado entre silicio y aluminio o un óxido compuesto de silicio y aluminio sobre la superficie de las partículas de la base sólida y, después, mientras se mantiene la suspensión acuosa obtenida de esta manera de las partículas de la base sólida a una temperatura de 5 a 100 °C, preferentemente de 25 a 40 °C, añadir a la suspensión acuosa un compuesto de titanio en una cantidad de 0,1 a 50 partes en peso, en términos de  $\text{TiO}_2$  por 100 partes en peso de la base sólida, y añadir un álcali a la mezcla resultante para hidrolizar la suspensión a un pH de 5 a 12, preferentemente un pH de 7 a 10, formando de esta manera una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la capa de recubrimiento interna; y después secar y pulverizar las partículas de la base sólida que tiene una capa de recubrimiento interna y la capa de recubrimiento externa.

40 Un catalizador de policondensación que tiene una capa de recubrimiento interna de un óxido de zirconio sobre la superficie de partículas de una base sólida y una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la capa de recubrimiento interna puede obtenerse por un método similar al anterior. En concreto, el método comprende, mientras se mantiene una suspensión acuosa de las partículas de la base sólida a una temperatura de 5 a 100 °C, preferentemente de 30 a 60 °C, añadir a la suspensión acuosa una sal de zirconio soluble en agua en una cantidad de 1 a 20 partes en peso, en términos de  $\text{ZrO}_2$  por 100 partes en peso de la base sólida y un álcali para neutralizar la suspensión de manera que tenga un pH de 7 a 12, preferentemente un pH de 8 a 9, y lavar con agua, formando de esta manera una capa de recubrimiento interna de un óxido de zirconio sobre la superficie de las partículas de la base sólida; después, tratar la suspensión acuosa obtenida de esta manera de las partículas de la base sólida de una manera similar a la anterior, formando de esta manera una capa de recubrimiento interna de ácido titánico sobre la capa de recubrimiento interna; y secar y pulverizar la suspensión.

55 Adicionalmente, un catalizador de policondensación que tiene una capa de recubrimiento interna de un óxido compuesto de zirconio y al menos un elemento seleccionado entre silicio y aluminio sobre la superficie de las partículas de una base sólida y una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la capa de recubrimiento interna puede obtenerse de una manera similar a la anterior. En concreto, el método comprende, mientras se mantiene una suspensión acuosa de las partículas de la base sólida a una temperatura de 5 a 100 °C, preferentemente de 30 a 60 °C, añadir a la suspensión acuosa un silicato soluble en agua en una cantidad de 1 a 20 partes en peso, en términos de  $\text{SiO}_2$  por 100 partes en peso de la base sólida, y/o un aluminato soluble en agua en una cantidad de 1 a 20 partes en peso, en términos de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  por 100 partes en peso de la base sólida y una sal de zirconio soluble en agua en una cantidad de 1 a 20 partes en peso por 100 partes en peso de la base sólida para neutralizar la suspensión resultante, de manera que tenga un pH de 7 a 12, preferentemente un pH de 8 a 9; lavar la suspensión con agua, formando de esta manera una capa de recubrimiento interna de un óxido complejo de zirconio y al menos un elemento seleccionado entre silicio y aluminio sobre la superficie de las partículas de la base sólida; después tratar la suspensión acuosa obtenida de esta manera de las partículas de la base sólida de una manera similar a la anterior, formando de esta manera una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la capa de recubrimiento interna; y secar y pulverizar la suspensión.

En la preparación del catalizador de policondensación mencionado anteriormente de acuerdo con la invención, la temperatura a la que una capa de recubrimiento externa de ácido titánico se seca después de su formación sobre una capa de recubrimiento interna preferentemente está dentro del intervalo de 60 a 180 °C, y particularmente preferentemente dentro del intervalo de 100 a 130 °C.

5 El segundo catalizador de policondensación de acuerdo con la invención puede prepararse por otro método. Es decir, puede obtenerse formando una capa de recubrimiento interna de un óxido de al menos un elemento seleccionado entre silicio, aluminio y zirconio, o un óxido compuesto de al menos dos elementos seleccionados entre silicio, aluminio y zirconio sobre la superficie de las partículas de la base sólida y después, mientras se mantiene una  
10 suspensión acuosa de dichas partículas de la base sólida a 5 a 100 °C, preferentemente de 25 a 40 °C, añadir a la suspensión acuosa el compuesto de titanio mencionado anteriormente en una cantidad de 0,1 a 50 partes en peso, en términos de TiO<sub>2</sub> por 100 partes en peso de la base sólida y un álcali en una cantidad casi equivalente a la del compuesto de titanio y, si fuera necesario, añadir adicionalmente un álcali para realizar la hidrólisis a un pH de 5 a 12, preferentemente a un pH de 7 a 10, formando de esta manera una capa de recubrimiento externa de ácido  
15 titánico sobre la capa de recubrimiento mencionada anteriormente y posteriormente secar y pulverizar las partículas de 60 a 180 °C.

Los ejemplos del silicato soluble en agua para formar la capa de recubrimiento interna mencionada anteriormente incluyen silicato sódico y silicato potásico. Los ejemplos de aluminato soluble en agua para formar la capa de recubrimiento interna mencionada anteriormente incluyen aluminato sódico y aluminato potásico. Los ejemplos de la sal de zirconio soluble en agua para formar la capa de recubrimiento interna mencionada anteriormente incluyen oxiclورو de zirconio y tricloruro de zirconio. Sin embargo, no están limitados a los ejemplos indicados anteriormente.

25 Los ejemplos del compuesto titánico para formar un recubrimiento de recubrimiento de ácido titánico como una capa de recubrimiento externa incluyen haluros de titanio tales como tetracloruro de titanio, titanatos tales como oxalato de titanilamonio y alcóxidos de titanio tales como tetraisopropóxido de titanio. El compuesto titánico, sin embargo, no está limitado a estos ejemplos.

30 Los ejemplos del álcali para su uso en la hidrólisis incluyen amoniaco e hidróxido sódico, aunque el álcali tampoco está limitado a estos ejemplos.

El método para producir poliéster de acuerdo con la invención comprende someter un ácido dicarboxílico, o un derivado formador de éster del mismo, y un glicol a una reacción de esterificación o una reacción de transesterificación en presencia del primer o segundo catalizadores de policondensación descritos anteriormente.

35 En la invención, los ejemplos del ácido dicarboxílico incluyen ácidos dicarboxílicos alifáticos ejemplificados por ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico y ácido dodecanodicarboxílico y sus derivados formadores de éster, tales como dialquilésteres; y ácidos dicarboxílicos aromáticos ejemplificados por ácido tereftálico, ácido isoftálico y ácido naftaleno dicarboxílico y sus derivados formadores de éster, tales como dialquilésteres. En la presente invención, los ejemplos del glicol incluyen etilenglicol, propilenglicol, dietilenglicol, trietilenglicol, butilenglicol y 1,4-ciclohexanodimetanol.

45 Entre los ejemplos proporcionados anteriormente, por ejemplo, ácidos dicarboxílicos aromáticos tales como ácido tereftálico, ácido isoftálico y ácido naftaleno dicarboxílico se usan preferentemente como el ácido dicarboxílico; y alquilenglicoles tales como etilenglicol, propilenglicol y butilenglicol se usan preferentemente como el glicol.

50 Por lo tanto, en la invención, los ejemplos específicos de poliésteres preferidos incluyen polietilentereftalato, polibutilentereftalato, polipropilentereftalato, polietilennaftalato, polibutilennaftalato, polipropilennaftalato y poli(1,4-ciclohexano dimetilentereftalato).

En la presente invención, sin embargo, ni el ácido carboxílico ni su derivado formador de éster ni el glicol o su derivado formador de éster están limitados a los ejemplos indicados anteriormente. Adicionalmente, el poliéster resultante no está limitado a los ejemplos mostrados anteriormente.

55 En general, un poliéster representado por polietilentereftalato se ha producido por cualquiera de los siguientes métodos; un método que comprende producir un oligómero de bajo peso molecular que contiene BHET mencionado anteriormente por una esterificación directa de un ácido dicarboxílico representado por ácido tereftálico y un glicol representado por etilenglicol, y someter el oligómero a policondensación en estado fundido en presencia de un catalizador de policondensación a alto vacío y una alta temperatura para producir poliéster con el peso molecular deseado; y un método que comprende producir, como en el método anterior, un oligómero de bajo peso molecular que contiene el BHET mencionado anteriormente por transesterificación de un dialquiltereftalato representado por dimetilentereftalato y un glicol representado por etilenglicol, y someter el oligómero a una policondensación en estado fundido en presencia de un catalizador de policondensación a alto vacío, a una alta temperatura, para producir un  
60 poliéster con el peso molecular deseado.  
65

También en la invención, el poliéster que tiene un peso molecular deseado puede obtenerse produciendo un oligómero de bajo peso molecular que contiene el BHET anterior por la reacción de esterificación o reacción de transesterificación directa mencionadas anteriormente, y después someter en el oligómero a policondensación en estado fundido en presencia del primer o el segundo catalizador de policondensación de la invención a alto vacío, a una alta temperatura, de la manera conocida convencionalmente como se ha descrito anteriormente.

Por ejemplo, el polietilentereftalato se produce como sigue. De acuerdo con un método ordinario, como se sabe convencionalmente, un oligómero de bajo peso molecular que contiene BHET puede obtenerse alimentando dimetiltereftalato y etilenglicol juntos, junto con un catalizador tal como acetato de calcio, en un reactor, calentándolos a una presión normal para hacerles reaccionar juntos a una temperatura de reflujo mientras el metanol se retira por destilación del sistema de reacción. El grado de polimerización del oligómero normalmente es de hasta aproximadamente 10. Si fuera necesario, la reacción puede realizarse a presión. La reacción puede trazarse midiendo la cantidad de metanol destilado. La proporción de esterificación normalmente es de aproximadamente el 95%.

Cuando se emplea una reacción de esterificación directa, puede obtenerse un oligómero de bajo peso molecular que contiene BHET alimentando ácido tereftálico y etilenglicol en un reactor y calentándolos, si fuera necesario, a presión o mientras se retira por destilación el agua formada. En la reacción de esterificación directa, es preferible añadir un oligómero de bajo peso molecular preparado previamente que contiene BHET, junto con las materias primas, a un reactor y realizar la reacción de esterificación directa en presencia del oligómero de bajo peso molecular.

Posteriormente, el oligómero de bajo peso molecular obtenido de esta manera se transfiere a un reactor de polimerización y se calienta a presión reducida, a una temperatura no menor que el punto de fusión del polietilentereftalato (típicamente 240 a 280 °C). De esta manera, el oligómero se somete a policondensación en estado fundido mientras que el etilenglicol no reaccionado y el etilenglicol resultante de la reacción se retiran por destilación del sistema de reacción, controlando la viscosidad de los reactantes fundidos. Según las necesidades, la reacción de policondensación puede realizarse usando una pluralidad de reactores y cambiando la temperatura de reacción y presión óptimamente en cada reactor. Cuando la viscosidad de la mezcla de reacción alcanza un valor predeterminado, la reducción de presión se detiene y la presión en el reactor de polimerización se vuelve a la presión normal con gas nitrógeno. Después, el poliéster resultante se descarga del reactor, por ejemplo en forma de hebra, se enfría en agua y se corta para formar gránulos. De acuerdo con la invención, el poliéster que tiene una viscosidad intrínseca  $[\eta]$  de 0,4 a 1,0 dl/g puede obtenerse de esta manera.

El primer o segundo catalizadores de policondensación para producir poliéster de la invención puede añadirse a un sistema de reacción cuando se realiza la reacción de esterificación o reacción de transesterificación directa para la producción del oligómero que contiene BHET o, como alternativa, puede añadirse el sistema de reacción cuando un oligómero de bajo peso molecular se somete adicionalmente a una reacción de policondensación después de que el oligómero se obtenga. El catalizador de policondensación de la invención puede añadirse en forma de polvo a un sistema de reacción o, como alternativa, puede añadirse a un sistema de reacción después de dispersarlo en glicol que se usa como una de las materias primas. Sin embargo, puesto que los catalizadores de policondensación de la invención pueden dispersarse fácilmente en glicol, especialmente en etilenglicol, preferentemente se añade a un sistema de reacción cuando se realiza la reacción de esterificación directa o reacción de transesterificación para la producción del oligómero que contiene BHET.

Se usa cualquiera del primer o el segundo catalizador de policondensación de la invención, normalmente en una cantidad dentro del intervalo de  $1 \times 10^{-5}$  a  $1 \times 10^{-1}$  partes en mol por 100 partes en mol del ácido dicarboxílico usado, o su derivado formador de éster. Cuando la cantidad del catalizador de policondensación de la invención es menor de  $1 \times 10^{-5}$  partes en mol por 100 partes en mol del ácido dicarboxílico usado, o su derivado formador de éster, la actividad catalítica no es suficientemente alta y, por lo tanto, puede ser imposible obtener un poliéster de alto peso molecular deseado. Por otro lado, cuando es mayor de  $1 \times 10^{-1}$  partes en mol, el poliéster resultante puede tener una mala estabilidad térmica.

El catalizador de policondensación de la invención presenta una actividad catalítica de polimerización en estado sólido y polimerización en solución, así como polimerización en estado fundido. En cada caso, por lo tanto, el catalizador puede usarse para la producción de poliéster.

Los catalizadores de policondensación de la invención no contienen antimonio como un ingrediente. Por lo tanto, no hacen que los poliésteres resultantes se oscurezcan o no contaminan los poliésteres resultantes como sustancias extrañas. Además, tiene una actividad catalítica igual a o mayor que aquella de los catalizadores que contienen antimonio como un ingrediente y puede proporcionar poliésteres con excelente tonalidad y transparencia. Además, el catalizador de policondensación de la invención no es venenoso y, por lo tanto, es seguro.

En la producción de poliéster mediante una reacción de esterificación o una reacción de transesterificación de un ácido dicarboxílico o su derivado formador de éster y un glicol, se supone que la catálisis ácida de ácido tánico es para coordinar, como un ácido de Lewis, a un grupo carbonilo de un ácido carboxílico o su derivado formador de

éster, para hacer que el ataque del glicol al carbono del carbonilo acelere fácil y simultáneamente la disociación del glicol para aumentar la nucleofilia del mismo. Sin embargo, cuando la catálisis ácida es demasiado fuerte, probablemente ocurren reacciones secundarias indeseables que provocan una reacción de descomposición o coloración del polímero resultante.

5 Se supone que mediante el uso del primer catalizador de policondensación de la invención, se forma una capa de recubrimiento de ácido titánico sobre la superficie de las partículas de la base sólida para hacer que la catálisis ácida del ácido titánico sea moderada y, como resultado, se obtiene un poliéster de alto peso molecular de excelente tonalidad y transparencia.

10 Cuando se usa el segundo catalizador de policondensación de la invención, una catálisis básica excesiva de la base sólida se suprime formando una capa de recubrimiento interna de un óxido de al menos un elemento seleccionado entre silicio, aluminio y zirconio, o un óxido compuesto de al menos dos elementos seleccionados entre silicio, aluminio y zirconio, y una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la superficie de las partículas de la base sólida. Además, se supone que la catálisis ácida de ácido titánico mejora adicionalmente y, como resultado, se proporciona un poliéster de alto peso molecular con tonalidad y transparencia excelentes.

15 De acuerdo con la invención, sin embargo, en la producción de poliéster, los catalizadores de policondensación conocidos convencionalmente, por ejemplo aquellos comprendidos de compuestos de antimonio, germanio y titanio estaño, aluminio y similares pueden usarse juntos a menos que la calidad de uso del catalizador de policondensación de la invención se vea afectada. Además, los compuestos de metal alcalino, según la demanda, pueden usarse juntos, y los compuestos de ácido fosfórico pueden usarse también juntos para mejorar la estabilidad térmica.

## 25 **Aplicabilidad industrial**

En la producción de poliéster mediante una reacción de esterificación o una reacción de transesterificación de un ácido dicarboxílico, o su derivado formador de éster, y un glicol, el uso de un catalizador de policondensación para producir poliéster de acuerdo con la invención hace posible obtener un poliéster de alto peso molecular con excelente tonalidad y transparencia a una alta actividad de polimerización, sin hacer que el poliéster se oscurezca ni contaminar el poliéster con sustancias extrañas o provocar descomposición del poliéster durante la producción del poliéster.

## 35 **Ejemplos**

En los siguientes Ejemplos y Ejemplos Comparativos, la viscosidad intrínseca del poliéster obtenido se midió de acuerdo con ISO 1628-1, y la tonalidad se midió usando un medidor de la diferencia de color tipo difusión a 45° (SC2-CH, fabricado por Suga Test Instruments Co., Ltd.). El valor de turbidez del poliéster obtenido se midió de acuerdo con JIS K-7136 usando una placa de 5 mm de grosor. La placa era una placa rectangular con capas preparadas calentando y fundiendo poliéster a 280 °C y moldeando.

Producción de Hidróxido de Magnesio e Hidrotalcita

Ejemplo de referencia 1

45 (Preparación de una suspensión acuosa de hidróxido de magnesio)

Se pusieron 5 l de agua en un reactor, y después 16,7 l de una solución acuosa de 4 mol/l de cloruro de magnesio y 8,4 l de una solución acuosa de 14,3 mol/l de hidróxido sódico se añadieron simultáneamente al mismo con agitación. Posteriormente, se realizó una reacción hidrotérmica a 170 °C durante 0,5 horas.

50 El hidróxido de magnesio obtenido de esta manera se recogió por filtración y se lavó con agua. La torta resultante se resuspendió en agua para producir una suspensión acuosa de hidróxido de magnesio (123 g/l).

55 Ejemplo de referencia 2

(Preparación de una suspensión acuosa de hidrotalcita)

60 Una solución mixta de 2,6 l de una solución acuosa de 3,8 mol/l de sulfato de magnesio y 2,6 l de una solución acuosa de 0,85 mol/l de sulfato de aluminio y una solución mixta de 2,8 l de una solución acuosa de 9,3 mol/l de hidróxido sódico y 2,6 l de una solución acuosa de 2,54 mol/l de carbonato sódico se añadieron simultáneamente a un reactor con agitación. Posteriormente, se realizó una reacción hidrotérmica a 180 °C durante 2 horas. Después de completarse la reacción, la suspensión resultante se filtró, se lavó con agua, se secó y se pulverizó. De esta manera, se obtuvo la hidrotalcita que tenía una composición  $Mg_{0,7}Al_{0,3}(OH)_2(CO_3)_{0,15} \cdot 0,48H_2O$ . La hidrotalcita se suspendió en agua para producir una suspensión acuosa de hidrotalcita (100 g/l).

## Preparación del Primer Catalizador de Policondensación y Ejemplos de Producción de Poliéster Usando el Catalizador

## Ejemplo 1

5

(Preparación del catalizador de policondensación A)

10 Se prepararon 0,016 l de una solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,2 g/l en términos de  $\text{TiO}_2$ ) y 0,016 l de una solución acuosa de hidróxido sódico (99,6 g/l en términos de NaOH). Se pusieron 9,0 l de la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio (123 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 1 en un reactor de 25 l de capacidad. Después, la solución acuosa de tetracloruro de titanio y la solución acuosa de hidróxido sódico se añadieron gota a gota simultáneamente a la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio durante 0,02 horas, de manera que la suspensión acuosa tenía un pH de 10,0. Después de completarse la adición, se realizó el envejecimiento durante 1 hora y, de esta manera, se formó una capa de recubrimiento de ácido titánico sobre la superficie de las partículas de hidróxido de magnesio.

15

20 La suspensión acuosa obtenida de esta manera de partículas de hidróxido de magnesio que tenían sobre sus superficies una capa de recubrimiento de ácido titánico se filtró, se lavó con agua, se secó y después se pulverizó. De esta manera, se obtuvo el catalizador de policondensación A de la invención. El contenido de recubrimiento de ácido titánico en el catalizador de policondensación, en términos de  $\text{TiO}_2$ , era de 0,1 partes en peso por 100 partes en peso de hidróxido de magnesio.

20

(Producción del poliéster a)

25 Se pusieron 13,6 g (0,070 mol) de dimetil tereftalato, 10,0 g (0,16 mol) de etilenglicol, 0,022 g de acetato de calcio dihidrato y 0,0012 g ( $2,1 \times 10^{-5}$  mol; 0,03 partes en mol por 100 partes en mol de dimetil tereftalato) en un reactor de vidrio con una tubería lateral. Después, una parte del reactor se puso en remojo en un baño de aceite a 197 °C, de manera que el dimetil tereftalato se disolvió en el etilenglicol. Se insertó un capilar en un tubo de reacción, de manera que alcanzó el fondo del reactor. Mientras se destilaba la mayor parte del metanol resultante con soplado de nitrógeno al interior del reactor durante 1 hora usando este capilar, el calentamiento continuó durante 2 horas para producir un oligómero que contenía BHET.

30

35 Posteriormente, cuando el calentamiento a 222 °C continuó durante 15 minutos, el etilenglicol empezó a destilarse y empezó la policondensación. Posteriormente, la temperatura se aumentó a 283 °C. Cuando esta temperatura se mantuvo, el etilenglicol se destiló adicionalmente y la policondensación progresó. Diez minutos después, la reducción de presión empezó y la presión se redujo a 27 Pa o menor durante 15 minutos. Después de la policondensación se terminó en 3 horas. Después de la terminación de la reacción de policondensación, la presión en el reactor volvió a la presión normal con gas nitrógeno. El poliéster resultante se descargó en una forma de hebra a través de una abertura de salida en la parte inferior del reactor. La hebra se enfrió y se cortó, produciendo gránulos de poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 1.

40

## Ejemplo 2

45 (Producción del poliéster b)

50 Se pusieron 43 g (0,26 mol) de ácido tereftálico y 19 g (0,31 mol) de etilenglicol en un reactor y se agitaron en una atmósfera de nitrógeno para preparar una suspensión. Se realizó una reacción de esterificación durante 4 horas mientras que la temperatura en el reactor se mantenía a 250 °C y la presión relativa, basada en la presión atmosférica, se mantuvo a  $1,2 \times 10^5$  Pa. Se transfirieron 50 g del oligómero de bajo peso molecular obtenido de esta manera a un reactor de policondensación mantenido a 250 °C y una presión normal en una atmósfera de gas nitrógeno.

50

55 Se preparó una suspensión dispersando 0,0022 g ( $3,9 \times 10^{-5}$  mol, 0,015 partes por mol por 100 partes en mol del componente de ácido tereftálico sometido a la policondensación) en etilenglicol. Después, la suspensión se añadió al reactor de policondensación. Posteriormente, la temperatura en el reactor se aumentó de 250 °C a 280 °C durante 3 horas. Esta temperatura se mantuvo y la presión se redujo de presión normal a una presión absoluta de 40 Pa. Aunque se mantuvo esta presión, el calentamiento continuó durante 2 horas más. De esta manera, se realizó una reacción de policondensación. Después de la terminación de la reacción de policondensación, la presión en el reactor se volvió a la presión normal con gas nitrógeno. El poliéster resultante se descargó en una forma de hebra a través de una abertura de salida en la parte inferior del reactor. La hebra se enfrió y cortó, proporcionando gránulos de poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 1.

60

65

Ejemplo 3

(Preparación del catalizador de policondensación B)

5 Se prepararon 0,16 l de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,2 g/l en términos de  $\text{TiO}_2$ ) y 0,16 l de una solución acuosa de hidróxido sódico (99,6 g/l en términos de NaOH). Se pusieron 9,0 l de la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio (123 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 1 en un reactor de 25 l de capacidad. Después, la solución acuosa de tetracloruro de titanio y la solución acuosa de hidróxido sódico se añadieron gota a gota simultáneamente a la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio durante 0,2 horas, de manera que la  
10 suspensión acuosa tuviera un pH de 10,0. Después de completarse la adición, el envejecimiento se realizó durante 1 hora y, de esta manera, se formó una capa de recubrimiento de ácido titánico sobre la superficie de las partículas de hidróxido de magnesio.

15 La suspensión acuosa obtenida de esta manera de partículas de hidróxido de magnesio que tienen sobre sus superficies una capa de recubrimiento de ácido titánico se filtró, se lavó con agua, se secó y después se pulverizó. De esta manera, se obtuvo el catalizador de policondensación B de la invención. El contenido de recubrimiento de ácido titánico en el catalizador de policondensación en términos de  $\text{TiO}_2$ , era 1,0 partes en peso por 100 partes en peso de hidróxido de magnesio.

20 (Producción del poliéster c)

Se usó el catalizador de policondensación B y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 1.

25 Ejemplo 4

(Producción del poliéster d)

30 Se usó el catalizador de policondensación B y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 2, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 1.

35 Ejemplo 5

(Preparación del catalizador de policondensación C)

40 Se prepararon 1,6 l de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,2 g/l en términos de  $\text{TiO}_2$ ) y 1,6 l de solución acuosa de hidróxido sódico (99,6 g/l en términos de NaOH). Se pusieron 9,0 l de la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio (123 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 1 en un reactor de 25 l de capacidad. Después, la solución acuosa de tetracloruro de titanio y la solución acuosa de hidróxido sódico se añadieron gota a gota simultáneamente a la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio durante 2 horas, de manera que la suspensión tuviera un pH de 10,0. Después de completarse la adición, se realizó el envejecimiento durante 1 hora y, de esta manera, se formó una capa de recubrimiento de ácido titánico sobre la superficie de las partículas de hidróxido de  
45 magnesio.

50 La suspensión acuosa obtenida de esta manera de partículas de hidróxido de magnesio que tenían sobre sus superficies una capa de recubrimiento de ácido titánico se filtró, se lavó con agua, se secó y después se pulverizó. De esta manera, se obtuvo el catalizador de policondensación C de la invención. El contenido de recubrimiento de ácido titánico en el catalizador de policondensación, en términos de  $\text{TiO}_2$ , era de 10 partes en peso por 100 partes en peso de hidróxido de magnesio.

(Producción del poliéster e)

55 Se usó el catalizador de policondensación C y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 1.

60 Ejemplo 6

(Producción del poliéster f)

65 Se usó el catalizador de policondensación C y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 2, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo 7

(Preparación del catalizador de policondensación D)

5 Se prepararon 3,2 l de una solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,2 g/l en términos de  $TiO_2$ ) y 3,2 l de solución acuosa de hidróxido sódico (99,6 g/l en términos de NaOH). Se pusieron 9,0 l de la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio (123 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 1 en un reactor de 25 l de capacidad. Después, la solución acuosa de tetracloruro de titanio y la solución acuosa de hidróxido sódico se añadieron gota a gota simultáneamente a la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio durante 4 horas, de manera que la  
10 suspensión acuosa tuviera un pH de 10,0. Después de completarse la adición, se realizó el envejecimiento durante 1 hora y, de esta manera, se formó una capa de recubrimiento de ácido titánico sobre la superficie de las partículas de hidróxido de magnesio.

15 La suspensión acuosa obtenida de esta manera de partículas de hidróxido de magnesio que tenían sobre sus superficies una capa de recubrimiento de ácido titánico se filtró, se lavó con agua, se secó y después se pulverizó. De esta manera, se obtuvo el catalizador de policondensación D de la invención. El contenido de recubrimiento de ácido titánico en el catalizador de policondensación en términos de  $TiO_2$ , era 20 partes en peso por 100 partes en peso de hidróxido de magnesio.

20 (Producción del poliéster g)

Se usó el catalizador de policondensación D y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 1.

25 Ejemplo 8

(Producción del poliéster h)

30 Se usó el catalizador de policondensación D y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 2, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 1.

35 Ejemplo 9

(Preparación del catalizador de policondensación E)

40 Se prepararon 8,0 l de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,2 g/l en términos de  $TiO_2$ ) y 8,0 l de solución acuosa de hidróxido sódico (99,6 g/l en términos de NaOH). Se pusieron 9,0 l de la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio (123 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 1 en un reactor de 40 l de capacidad. Después, la solución acuosa de tetracloruro de titanio y la solución acuosa de hidróxido sódico se añadieron gota a gota simultáneamente a la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio durante 10 horas, de manera que la suspensión acuosa tenía un pH de 10,0. Después de completarse la adición, el envejecimiento se realizó durante 1 hora y, de esta manera, se formó una capa de recubrimiento de ácido titánico sobre la superficie de las partículas de hidróxido  
45 de magnesio.

50 La suspensión acuosa obtenida de esta manera de partículas de hidróxido de magnesio que tenían sobre sus superficies una capa de recubrimiento de ácido titánico se filtró, se lavó con agua, se secó y después se pulverizó. De esta manera, se obtuvo el catalizador de policondensación E de la invención. El contenido de recubrimiento de ácido titánico en el catalizador de policondensación en términos de  $TiO_2$ , era de 50 partes en peso por 100 partes en peso de hidróxido de magnesio.

(Producción del poliéster i)

55 Se usó el catalizador de policondensación E y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 1.

60 Ejemplo 10

(Producción del poliéster j)

65 Se usó el catalizador de policondensación D y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 2, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo 11

(Preparación del catalizador de policondensación F)

- 5 Se prepararon 0,07 l de una solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,4 g/l en términos de  $\text{TiO}_2$ ) y 0,07 l de solución acuosa de hidróxido sódico (100 g/l en términos de NaOH). Se pusieron 5,0 l de la suspensión acuosa de hidrotalcita (100 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 2 en un reactor de 25 l de capacidad. Después, la solución acuosa de tetracloruro de titanio y la solución acuosa de hidróxido sódico se añadieron gota a gota simultáneamente a la suspensión acuosa de hidrotalcita durante 0,2 horas, de manera que la suspensión acuosa  
 10 tuviera un pH de 9,0. Después de completarse la adición, el envejecimiento se realizó durante 1 hora y, de esta manera, se formó una capa de recubrimiento de ácido titánico sobre la superficie de las partículas de hidrotalcita. La suspensión acuosa obtenida de esta manera de partículas de hidrotalcita que tenían sobre sus superficies una capa de recubrimiento de ácido titánico se filtró, se lavó con agua, se secó y después se pulverizó. De esta manera, se obtuvo el catalizador de policondensación F de la invención. El contenido de recubrimiento de ácido titánico en el  
 15 catalizador de policondensación en términos de  $\text{TiO}_2$ , era 1,0 partes en peso por 100 partes en peso de hidrotalcita.

(Producción del poliéster k)

- 20 Se usó el catalizador de policondensación F y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo 12

- 25 (Producción del poliéster l)

Se usó el catalizador de policondensación F y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 2, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 1.

30

Ejemplo 13

(Preparación del catalizador de policondensación G)

- 35 Se prepararon 0,72 l de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,4 g/l en términos de  $\text{TiO}_2$ ) y 0,72 l de solución acuosa de hidróxido sódico (100 g/l en términos de NaOH). Se pusieron 5,0 l de la suspensión acuosa de hidrotalcita (100 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 2 en un reactor de 25 l de capacidad. Después, la solución acuosa de tetracloruro de titanio y la solución acuosa de hidróxido sódico se añadieron gota a gota simultáneamente a la suspensión acuosa de hidrotalcita durante 2 horas, de manera que la suspensión acuosa tuviera un pH de 9,0.  
 40 Después de completarse la adición, el envejecimiento se realizó durante 1 hora y, de esta manera, se formó una capa de recubrimiento de ácido titánico sobre la superficie de las partículas de hidrotalcita. La suspensión acuosa obtenida de esta manera de partículas de hidrotalcita que tenían sobre sus superficies una capa de recubrimiento de ácido titánico se filtró, se lavó con agua, se secó y después se pulverizó. De esta manera, se obtuvo el catalizador de policondensación G de la invención. El contenido de recubrimiento de ácido titánico en el catalizador de  
 45 policondensación, en términos de  $\text{TiO}_2$ , era de 10 partes en peso por 100 partes en peso de hidrotalcita.

(Producción del poliéster m)

- 50 Se usó el catalizador de policondensación G y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo 14

- 55 (Producción del poliéster n)

Se usó el catalizador de policondensación G y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 2, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 1.

60

Ejemplo 15

(Preparación del catalizador de policondensación H)

- 65 Se prepararon 3,6 l de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,4 g/l en términos de  $\text{TiO}_2$ ) y 3,6 l de solución acuosa de hidróxido sódico (100 g/l en términos de NaOH). Se pusieron 5,0 l de la suspensión acuosa de hidrotalcita

(100 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 2 en un reactor de 25 l de capacidad. Después, la solución acuosa de tetracloruro de titanio y la solución acuosa de hidróxido sódico se añadieron gota a gota simultáneamente a la suspensión acuosa de hidrotalcita durante 10 horas, de manera que la suspensión acuosa tuviera un pH de 9,0. Después de completarse la adición, el envejecimiento se realizó durante 1 hora y, de esta manera, se formó una

5 capa de recubrimiento de ácido titánico sobre la superficie de las partículas de hidrotalcita. La suspensión acuosa obtenida de esta manera de partículas de hidrotalcita que tenían sobre sus superficies una capa de recubrimiento de ácido titánico se filtró, se lavó con agua, se secó y después se pulverizó. De esta manera, se obtuvo el catalizador de policondensación H de la invención. El contenido de recubrimiento de ácido titánico en el catalizador de policondensación, en términos de  $\text{TiO}_2$ , era de 50 partes en peso por 100 partes en peso de hidrotalcita.

10 (Producción del poliéster o)

Se usó el catalizador de policondensación H y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se

15 muestran en la Tabla 1.

Ejemplo 16

20 (Producción del poliéster p)

Se usó el catalizador de policondensación H y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 2, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 1.

25 Ejemplo Comparativo 1

(Producción del poliéster q)

El poliéster se obtuvo de la misma manera que en el Ejemplo 1 excepto porque se usaron 0,0061 g ( $2,1 \times 10^{-5}$  mol, 0,03 partes en mol por 100 partes en mol de dimetil tereftalato) de trióxido de antimonio en lugar del catalizador de policondensación A. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 1.

30

Ejemplo Comparativo 2

35 (Producción del poliéster r)

El poliéster se obtuvo de la misma manera que en el Ejemplo 2 excepto porque se usaron 0,0114 g ( $3,9 \times 10^{-5}$  mol, 0,015 partes en mol por 100 partes en mol del componente de ácido tereftálico sometido a policondensación) de trióxido de antimonio en lugar del catalizador de policondensación A. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 1.

40

Ejemplo Comparativo 3

45 (Preparación de ácido titánico)

Se prepararon 7,2 l de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,4 g/l en términos de  $\text{TiO}_2$ ). Después de que la solución acuosa de tetracloruro de titanio se pusiera en un reactor de 25 l de capacidad, una solución acuosa de hidróxido sódico se añadió gota a gota a la solución acuosa de tetracloruro de titanio con agitación, de manera que la solución resultante tuviera un pH de 7,0. Después de completarse la adición, se recogió ácido titánico de la suspensión por filtración, se lavó con agua, y se volvió a filtrar. De esta manera, se obtuvo una torta de ácido titánico (33% en peso en términos de  $\text{TiO}_2$ ).

50

(Producción del poliéster s)

El poliéster se obtuvo de la misma manera que en el Ejemplo 1 excepto porque se usaron 0,0051 g ( $2,1 \times 10^{-5}$  mol en términos de  $\text{TiO}_2$ , 0,03 partes en mol por 100 partes en mol de dimetil tereftalato) de la torta de ácido titánico anterior en lugar del catalizador de policondensación A. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 1.

60

Ejemplo Comparativo 4

(Producción del poliéster t)

El poliéster se obtuvo de la misma manera que en el Ejemplo 2 excepto porque se usaron 0,0093 g ( $3,9 \times 10^{-5}$  mol en términos de  $\text{TiO}_2$ , 0,015 partes en mol por 100 partes en mol del componente de ácido tereftálico sometido a

65

policondensación) de la torta de ácido titánico obtenida en el Ejemplo Comparativo 3 en lugar del catalizador de policondensación A. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 1.

#### 5 Ejemplo Comparativo 5

(Preparación de la mezcla de ácido titánico e hidróxido de magnesio)

10 Se pusieron 9,0 l de la suspensión de hidróxido de magnesio (123 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 1 en un reactor de 25 l de capacidad. Después, 335 g de la torta de ácido titánico obtenida en el Ejemplo Comparativo 3 (33% en peso en términos de  $\text{TiO}_2$ ) se añadieron al mismo y la mezcla resultante se agitó durante 2 horas. Después de completarse la agitación, el envejecimiento se realizó durante 1 hora. Una mezcla se recogió de la suspensión por filtración, se lavó con agua, se secó y se pulverizó. De esta manera, se obtuvo una mezcla de ácido titánico e hidróxido de magnesio. El contenido de ácido titánico en esta mezcla, en términos de  $\text{TiO}_2$ , era de 10 partes en peso por 100 partes en peso de hidróxido de magnesio.

(Producción del poliéster u)

20 El poliéster se obtuvo de la misma manera que en el Ejemplo 1 excepto porque se usaron 0,0013 g ( $2,1 \times 10^{-5}$  mol, 0,03 partes en mol por 100 partes en mol de dimetil tereftalato) de la mezcla anterior de ácido titánico e hidróxido de magnesio en lugar del catalizador de policondensación A. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 1.

#### 25 Ejemplo Comparativo 6

(Producción del poliéster v)

30 El poliéster se obtuvo de la misma manera que en el Ejemplo 2 excepto porque se usaron 0,0024 g ( $3,9 \times 10^{-5}$  mol, 0,015 partes en mol por 100 partes en mol del componente de ácido tereftálico sometido a policondensación) de la mezcla de ácido titánico e hidróxido de magnesio obtenida en el Ejemplo Comparativo 5 en lugar del catalizador de policondensación A. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 1.

#### 35 Ejemplo Comparativo 7

(Preparación de la mezcla de ácido titánico e hidrotalcita)

40 Se pusieron 11,0 l de la suspensión acuosa de hidrotalcita (100 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 2 en un reactor de 25 l de capacidad. Después, 334 g de la torta de ácido titánico obtenida en el Ejemplo Comparativo 3 (33% en peso en términos de  $\text{TiO}_2$ ) se añadieron al mismo y la mezcla resultante se agitó durante 2 horas. Después de completarse la agitación, el envejecimiento se realizó durante 1 hora. Una mezcla se recogió de la suspensión por filtración, se lavó con agua, se secó y se pulverizó. De esta manera, se obtuvo una mezcla de ácido titánico e hidrotalcita. El contenido de ácido titánico en esta mezcla, en términos de  $\text{TiO}_2$ , era de 10 partes en peso por 100 partes en peso de hidrotalcita.

45 (Producción del poliéster w)

50 El poliéster se obtuvo de la misma manera que en el Ejemplo 1 excepto porque se usaron 0,012 g ( $2,1 \times 10^{-5}$  mol, 0,030 partes en mol por 100 partes en mol del componente de ácido tereftálico sometido a policondensación) de la mezcla de ácido titánico e hidrotalcita en lugar del catalizador de policondensación A. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 1.

#### Ejemplo Comparativo 8

55 (Producción del poliéster x)

60 El poliéster se obtuvo de la misma manera que en el Ejemplo 2 excepto porque se usaron 0,022 g ( $3,9 \times 10^{-5}$  mol, 0,015 partes en mol por 100 partes en mol del componente de ácido tereftálico sometido a policondensación) de la mezcla de ácido titánico e hidrotalcita obtenida en el Ejemplo Comparativo 7 en lugar del catalizador de policondensación A. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 1.

TABLA 1

	Poliéster	Catalizador de Policondensación	Viscosidad Intrínseca (dl/g)	Tonalidad			Valor de turbidez (%)
				valor L	valor a	valor b	
Ejemplo 1	a	A	0,65	90,2	-2,6	+1,8	4,5
Ejemplo 2	b	A	0,60	92,1	-2,1	+1,6	4,3
Ejemplo 3	c	B	0,62	89,4	-2,8	+1,9	4,4
Ejemplo 4	d	B	0,66	89,7	-2,5	+1,6	4,6
Ejemplo 5	e	C	0,68	94,4	-2,0	+1,4	4,2
Ejemplo 6	f	C	0,66	94,0	-2,2	+1,8	4,1
Ejemplo 7	g	D	0,62	91,4	-2,7	+1,9	4,5
Ejemplo 8	h	D	0,63	92,2	-2,4	+1,2	4,4
Ejemplo 9	i	E	0,59	89,1	-3,1	+1,9	4,9
Ejemplo 10	j	E	0,58	89,6	-2,9	+1,7	4,8
Ejemplo 11	k	F	0,70	93,7	-2,0	+1,1	3,6
Ejemplo 12	l	F	0,71	89,4	-2,1	+1,4	4,0
Ejemplo 13	m	G	0,72	91,3	-1,9	+1,1	3,8
Ejemplo 14	n	G	0,69	89,8	-2,0	+1,2	3,8
Ejemplo 15	o	H	0,68	90,3	-2,2	+1,3	4,2
Ejemplo 16	p	H	0,67	88,8	-2,3	+1,4	3,9
Comparativo 1	q	Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,72	91,0	-2,2	+1,9	4,0
Comparativo 2	r	Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,69	90,3	-2,3	+1,9	4,3
Comparativo 3	s	ácido titánico	0,38	64,7	-3,1	+12,5	19,3
Comparativo 4	t	ácido titánico	0,41	64,8	-3,5	+13,0	18,3
Comparativo 5	u	*1)	0,35	51,7	-2,9	+10,5	13,3
Comparativo 6	v	*1)	0,40	51,3	-2,4	+10,2	12,7
Comparativo 7	w	*2)	0,65	72,3	-2,7	+9,5	9,9
Comparativo 8	x	*2)	0,59	75,3	-3,1	+9,2	10,6
(Notas) *1) Mezcla de ácido titánico e hidróxido de magnesio							
*2) Mezcla de ácido titánico e hidrotalcita							

5 Como queda claro a partir de los resultados mostrados en la Tabla 1, los poliésteres que tienen valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez casi comparables con aquellos obtenidos usando trióxido de antimonio como catalizador de policondensación pueden obtenerse de acuerdo con la invención. Por otro lado, cuando se usa ácido titánico únicamente como catalizador de policondensación, solo se obtienen poliésteres que tienen bajas viscosidades intrínsecas y que también tienen un peor valor de tonalidad y turbidez. Incluso aunque se use una  
10 mezcla de ácido titánico con hidróxido de magnesio o hidrotalcita como catalizador de policondensación, los poliésteres resultantes tienen bajas viscosidades intrínsecas y también tienen valores de tonalidad y turbidez que no son satisfactorios.

15 Preparación de los Segundos Catalizadores de Policondensación y Ejemplos de Producción de Poliéster Usando los Catalizadores

En los catalizadores de policondensación obtenidos en los siguientes Ejemplos, las cantidades, en partes en peso por 100 partes en peso de una base sólida, de óxidos de silicio, óxidos de aluminio y óxidos de zirconio son en términos de SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y ZrO<sub>2</sub>, respectivamente. En el caso de un óxido complejo, cuando los elementos contenidos en su interior incluyen silicio, aluminio y zirconio, las cantidades de los mismos se calculan en términos de SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y ZrO<sub>2</sub>.  
20

Ejemplo 1

25 (Preparación del catalizador de policondensación A)

Se pusieron 9,0 l de la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio (123 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 1 en un reactor de 25 l de capacidad y después la temperatura se aumentó a 60 °C. Mientras se mantenía la temperatura, se añadieron 190,9 g de la solución acuosa de silicato sódico (29% en peso en términos de SiO<sub>2</sub>). Adicionalmente, se añadió ácido sulfúrico hasta que el pH alcanzó 8,5, seguido de envejecimiento durante 1 hora. La suspensión resultante se filtró y se lavó con agua, formando de esta manera una capa de recubrimiento interna de óxido de silicio sobre la superficie de las partículas de hidróxido de magnesio.  
30

A la suspensión de las partículas de hidróxido de magnesio que tenían una capa de recubrimiento interna sobre las mismas, se les añadió gota a gota 0,016 l de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,2 g/l en términos de TiO<sub>2</sub>) y 0,016 l de solución acuosa de hidróxido sódico (99,6 g/l en términos de NaOH) simultáneamente durante 0,02 horas, de manera que el pH de la suspensión alcanzó 10,0. Después de completarse la adición, el envejecimiento se realizó durante 1 hora y, de esta manera, se formó una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la  
35

capa de recubrimiento interna.

La suspensión acuosa obtenida de esta manera de las partículas de hidróxido de magnesio que tenían una capa de recubrimiento interna y externa se filtró, se lavó con agua, se secó y después se pulverizó. De esta manera, se obtuvo el catalizador de policondensación A de la invención, que tenía una capa de recubrimiento interna de óxido de silicio en una cantidad de 5 partes en peso y una capa de recubrimiento externa de ácido titánico en una cantidad de 0,1 partes en peso, por 100 partes en peso de hidróxido de magnesio, respectivamente.

(Producción del poliéster a)

En un reactor de vidrio con una tubería lateral, se pusieron 13,6 g (0,070 mol) de dimetil tereftalato, 10,0 g (0,16 mol) de etilenglicol, 0,022 g de acetato de calcio dihidrato y 0,0013 g ( $2,1 \times 10^{-5}$  mol; 0,03 partes en mol por 100 partes en mol de dimetil tereftalato) y después una parte del reactor se empapó en un baño de aceite a 197 °C de manera que el dimetil tereftalato se disolvió en el etilenglicol. Se insertó un capilar en un tubo de reacción de manera que alcanzó el fondo del reactor. Mientras se destilaba la mayor parte del metanol resultante soplando nitrógeno al interior del reactor durante 1 hora usando este capilar, el calentamiento continuó durante 2 horas para proporcionar un oligómero que contenía BHET.

Posteriormente, cuando el calentamiento a 222 °C continuó durante 15 minutos, el etilenglicol empezó a destilarse y comenzó la policondensación. Posteriormente, la temperatura aumentó a 283 °C. Cuando se mantuvo esta temperatura, el etilenglicol se destiló adicionalmente y la policondensación progresó. Diez minutos después, la reducción de presión comenzó y la presión se redujo a 27 Pa o menor durante 15 minutos. Después, la policondensación se terminó en 3 horas.

Después de la terminación de la reacción de policondensación, la presión en el reactor volvió a la presión normal con gas nitrógeno. El poliéster resultante se descargó en una forma de hebra a través de una abertura de salida en el fondo del reactor. La hebra se enfrió y se cortó, proporcionando gránulos de poliéster.

Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 2

(Producción del poliéster b)

Se pusieron 43 g (0,26 mol) de ácido tereftálico y 19 g (0,31 mol) de etilenglicol en un reactor y se agitaron en una atmósfera de nitrógeno para preparar una suspensión. Una reacción de esterificación se realizó durante 4 horas mientras la temperatura en el reactor se mantenía a 250 °C y la presión relativa basada en la presión atmosférica se mantuvo a  $1,2 \times 10^5$  Pa. 50 g del oligómero de bajo peso molecular obtenido de esta manera se transfirieron a un reactor de policondensación mantenido a 250 °C y presión normal en una atmósfera de gas nitrógeno.

Se preparó una suspensión dispersando 0,0024 g ( $3,9 \times 10^{-5}$  mol, 0,015 partes en mol por 100 partes en mol del componente de ácido tereftálico sometido a la policondensación) en etilenglicol, y la suspensión se cargó después en el reactor de policondensación. Posteriormente, la temperatura en el reactor se aumentó de 250 °C a 280 °C durante 3 horas. Esta temperatura se mantuvo y la presión se redujo de presión normal a una presión absoluta de 40 Pa durante 1 hora. Mientras se mantenía esta presión, el calentamiento continuó durante dos horas más. De esta manera, se realizó una reacción de policondensación. Después de la terminación de la reacción de policondensación, la presión en el reactor volvió a la presión normal con gas nitrógeno. El poliéster resultante se descargó en una forma de hebra a través de una abertura de salida en el fondo del reactor. La hebra se enfrió y se cortó, produciendo gránulos de poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 3

(Preparación del catalizador de policondensación B)

Se pusieron 9,0 l de la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio (123 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 1 en un reactor de 25 l de capacidad y después la temperatura se aumentó a 60 °C. Mientras se mantenía la temperatura, se añadieron 381,8 g de la solución acuosa de silicato sódico (29% en peso en términos de  $\text{SiO}_2$ ). Adicionalmente, se añadió ácido sulfúrico hasta que el pH de la suspensión alcanzó 8,5, seguido de envejecimiento durante 1 hora. La suspensión resultante se filtró y se lavó con agua, formando de esta manera una capa de recubrimiento interna de óxido de silicio sobre la superficie de las partículas de hidróxido de magnesio.

A la suspensión de las partículas de hidróxido de magnesio que tenían una capa de recubrimiento interna sobre las mismas, se le añadieron gota a gota 0,016 l de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,2 g/l en términos de  $\text{TiO}_2$ ) y 0,016 l de solución acuosa de hidróxido sódico (99,6 g/l en términos de NaOH) simultáneamente durante

0,02 horas, de manera que el pH de la suspensión alcanzó 10,0. Después de completarse la adición, el envejecimiento se realizó durante 1 hora y, de esta manera, se formó una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la capa de recubrimiento interna.

5 La suspensión acuosa obtenida de esta manera de las partículas de hidróxido de magnesio que tenían una capa de recubrimiento interna y externa sobre las mismas se filtró, se lavó con agua, se secó y después se pulverizó. De esta manera, se obtuvo catalizador de policondensación B de la invención que tenía una capa de recubrimiento interna de óxido de silicio en una cantidad de 10 partes en peso y una capa de recubrimiento externa de ácido titánico en una cantidad de 0,1 partes en peso, por 100 partes en peso de hidróxido de magnesio, respectivamente.

10 (Producción del poliéster c)

Se usó el catalizador de policondensación B y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 4

20 (Producción del poliéster d)

Se usó el catalizador de policondensación B y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 2, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

25 Ejemplo 5

(Preparación del catalizador de policondensación C)

30 Se pusieron 9,0 l de la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio (123 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 1 en un reactor de 25 l de capacidad y después la temperatura se aumentó a 60 °C. Mientras se mantenía la temperatura, se añadieron 190,9 g de la solución acuosa de silicato sódico (29% en peso en términos de SiO<sub>2</sub>). Adicionalmente, se añadió ácido sulfúrico hasta que el pH de la suspensión alcanzó 8,5, seguido de envejecimiento durante 1 hora. La suspensión resultante se filtró y se lavó con agua, formando de esta manera una capa de recubrimiento interna de óxido de silicio sobre la superficie de las partículas de hidróxido de magnesio.

35 A la suspensión de las partículas de hidróxido de magnesio que tenían una capa de recubrimiento interna sobre las mismas, se le añadieron 0,16 l de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,2 g/l en términos de TiO<sub>2</sub>) y 0,16 l de solución acuosa de hidróxido sódico (99,6 g/l en términos de NaOH) gota a gota simultáneamente durante 0,2 horas, de manera que el pH de la suspensión alcanzó 10,0. Después de completarse la adición, el envejecimiento se realizó durante 1 hora y, de esta manera, se formó una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la capa de recubrimiento interna.

45 La suspensión acuosa obtenida de esta manera de las partículas de hidróxido de magnesio que tenían una capa de recubrimiento interna y externa sobre las mismas se filtró, se lavó con agua, se secó y después se pulverizó. De esta manera, se obtuvo el catalizador de policondensación C de la invención que tenía una capa de recubrimiento interna de óxido de silicio en una cantidad de 5 partes en peso y una capa de recubrimiento externa de ácido titánico en una cantidad de 1 parte en peso, por 100 partes en peso de hidróxido de magnesio, respectivamente.

50 (Producción del poliéster e)

Se usó el catalizador de policondensación C y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

55 Ejemplo 6

(Producción del poliéster f)

60 Se usó el catalizador de policondensación C y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 2, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 7

65 (Preparación del catalizador de policondensación D)

Se pusieron 9,0 l de la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio (123 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 1 en un reactor de 25 l de capacidad y después la temperatura se aumentó a 60 °C. Mientras se mantenía la temperatura, se añadieron 381,8 g de la solución acuosa de silicato sódico (29% en peso en términos de SiO<sub>2</sub>). Adicionalmente, se añadió ácido sulfúrico hasta que el pH de la suspensión alcanzó 8,5, seguido de envejecimiento durante 1 hora. La suspensión resultante se filtró y se lavó con agua, formando de esta manera una capa de recubrimiento interna de óxido de silicio sobre la superficie de las partículas de hidróxido de magnesio.

A la suspensión de las partículas de hidróxido de magnesio que tenían una capa de recubrimiento interna sobre las mismas, se le añadieron 0,16 l de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,2 g/l en términos de TiO<sub>2</sub>) y 0,16 l de solución acuosa de hidróxido sódico (99,6 g/l en términos de NaOH) gota a gota simultáneamente durante 0,2 horas, de manera que el pH de la suspensión alcanzó 10,0. Después de completarse la adición, el envejecimiento se realizó durante 1 hora y, de esta manera, se formó una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la capa de recubrimiento interna.

La suspensión acuosa obtenida de esta manera de las partículas de hidróxido de magnesio que tenían una capa de recubrimiento interna y externa sobre las mismas se filtró, se lavó con agua, se secó y después se pulverizó. De esta manera, se obtuvo el catalizador de policondensación D de la invención que tenía una capa de recubrimiento interna de óxido de silicio en una cantidad de 10 partes en peso y una capa de recubrimiento externa de ácido titánico en una cantidad de 1 parte en peso, por 100 partes en peso de hidróxido de magnesio, respectivamente.

(Producción del poliéster g)

Se usó el catalizador de policondensación D y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 8

(Producción del poliéster h)

Se usó el catalizador de policondensación D y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 2, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 9

(Preparación del catalizador de policondensación E)

Se pusieron 9,0 l de la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio (123 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 1 en un reactor de 25 l de capacidad y después la temperatura se aumentó a 60 °C. Mientras se mantenía la temperatura, se añadieron 38,2 g de la solución acuosa de silicato sódico (29% en peso en términos de SiO<sub>2</sub>). Adicionalmente, se añadió ácido sulfúrico hasta que el pH de la suspensión alcanzó 8,5, seguido de envejecimiento durante 1 hora. La suspensión resultante se filtró y se lavó con agua, formando de esta manera una capa de recubrimiento interna de óxido de silicio sobre la superficie de las partículas de hidróxido de magnesio.

A la suspensión de las partículas de hidróxido de magnesio que tenían una capa de recubrimiento interna sobre las mismas, se le añadieron 1,6 l de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,2 g/l en términos de TiO<sub>2</sub>) y 1,6 l de solución acuosa de hidróxido sódico (99,6 g/l en términos de NaOH) gota a gota simultáneamente durante 2 horas, de manera que el pH de la suspensión alcanzó 10,0. Después de completarse la adición, el envejecimiento se realizó durante 1 hora y, de esta manera, se formó una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la capa de recubrimiento interna.

La suspensión acuosa obtenida de esta manera de las partículas de hidróxido de magnesio que tenían una capa de recubrimiento interna y externa sobre las mismas se filtró, se lavó con agua, se secó y después se pulverizó. De esta manera, se obtuvo el catalizador de policondensación E de la invención que tenía una capa de recubrimiento interna de óxido de silicio en una cantidad de 1 parte en peso y una capa de recubrimiento externa de ácido titánico en una cantidad de 10 partes en peso, por 100 partes en peso de hidróxido de magnesio, respectivamente.

(Producción del poliéster i)

Se usó el catalizador de policondensación E y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 10

(Producción del poliéster j)

- 5 Se usó el catalizador de policondensación E y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 2, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 11

10

(Preparación del catalizador de policondensación F)

- 15 Se pusieron 9,0 l de la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio (123 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 1 en un reactor de 25 l de capacidad y después la temperatura se aumentó a 60 °C. Mientras se mantenía la temperatura, se añadieron 190,9 g de la solución acuosa de silicato sódico (29% en peso en términos de SiO<sub>2</sub>). Adicionalmente, se añadió ácido sulfúrico hasta que el pH de la suspensión alcanzó 8,5, seguido de envejecimiento durante 1 hora. La suspensión resultante se filtró y se lavó con agua, formando de esta manera una capa de recubrimiento interna de óxido de silicio sobre la superficie de las partículas de hidróxido de magnesio.

- 20 A la suspensión de las partículas de hidróxido de magnesio que tenían una capa de recubrimiento interna sobre las mismas, se le añadieron 1,6 l de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,2 g/l en términos de TiO<sub>2</sub>) y 1,6 l de solución acuosa de hidróxido sódico (99,6 g/l en términos de NaOH) gota a gota simultáneamente durante 2 horas, de manera que el pH de la suspensión alcanzó 10,0. Después de completarse la adición, el envejecimiento se realizó durante 1 hora y, de esta manera, se formó una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la
- 25 capa de recubrimiento interna.

- La suspensión acuosa obtenida de esta manera de las partículas de hidróxido de magnesio que tenían una capa de recubrimiento interna y externa sobre las mismas se filtró, se lavó con agua, se secó y después se pulverizó. De esta manera, se obtuvo el catalizador de policondensación F de la invención que tenía una capa de recubrimiento interna
- 30 de óxido de silicio en una cantidad de 5 partes en peso y una capa de recubrimiento externa de ácido titánico en una cantidad de 10 partes en peso, por 100 partes en peso de hidróxido de magnesio, respectivamente.

(Producción del poliéster k)

- 35 Se usó el catalizador de policondensación F y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 12

40

(Producción del poliéster l)

- 45 Se usó el catalizador de policondensación F y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 2, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 13

(Preparación del catalizador de policondensación G)

50

- Se pusieron 9,0 l de la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio (123 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 1 en un reactor de 25 l de capacidad y después la temperatura se aumentó a 60 °C. Mientras se mantenía la temperatura, se añadieron 381,8 g de la solución acuosa de silicato sódico (29% en peso en términos de SiO<sub>2</sub>). Adicionalmente, se añadió ácido sulfúrico hasta que el pH de la suspensión alcanzó 8,5, seguido de envejecimiento
- 55 durante 1 hora. La suspensión resultante se filtró y se lavó con agua, formando de esta manera una capa de recubrimiento interna de óxido de silicio sobre la superficie de las partículas de hidróxido de magnesio.

- A la suspensión de las partículas de hidróxido de magnesio que tenían una capa de recubrimiento interna sobre las mismas, se le añadieron 1,6 l de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,2 g/l en términos de TiO<sub>2</sub>) y 1,6 l de solución acuosa de hidróxido sódico (99,6 g/l en términos de NaOH) gota a gota simultáneamente durante 2 horas, de manera que el pH de la suspensión alcanzó 10,0. Después de completarse la adición, el envejecimiento se realizó durante 1 hora y, de esta manera, se formó una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la
- 60 capa de recubrimiento interna.

- 65 La suspensión acuosa obtenida de esta manera de las partículas de hidróxido de magnesio que tenían una capa de recubrimiento interna y externa sobre las mismas se filtró, se lavó con agua, se secó y después se pulverizó. De esta

manera, se obtuvo el catalizador de policondensación G de la invención que tenía una capa de recubrimiento interna de óxido de silicio en una cantidad de 10 partes en peso y una capa de recubrimiento externa de ácido titánico en una cantidad de 10 partes en peso, por 100 partes en peso de hidróxido de magnesio, respectivamente

5 (Producción del poliéster m)

Se usó el catalizador de policondensación G y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

10

Ejemplo 14

(Producción del poliéster n)

15 Se usó el catalizador de policondensación G y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 2, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

20 Ejemplo 15

(Preparación del catalizador de policondensación H)

25 Se pusieron 9,0 l de la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio (123 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 1 en un reactor de 25 l de capacidad y después la temperatura se aumentó a 60 °C. Mientras se mantenía la temperatura, se añadieron 763,6 g de la solución acuosa de silicato sódico (29% en peso en términos de SiO<sub>2</sub>). Adicionalmente, se añadió ácido sulfúrico hasta que el pH de la suspensión alcanzó 8,5, seguido de envejecimiento durante 1 hora. La suspensión resultante se filtró y se lavó con agua, formando de esta manera una capa de recubrimiento interna de óxido de silicio sobre la superficie de las partículas de hidróxido de magnesio.

30 A la suspensión de las partículas de hidróxido de magnesio que tenían una capa de recubrimiento interna sobre las mismas, se le añadieron 1,6 l de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,2 g/l en términos de TiO<sub>2</sub>) y 1,6 l de solución acuosa de hidróxido sódico (99,6 g/l en términos de NaOH) gota a gota simultáneamente durante 2 horas, de manera que el pH de la suspensión alcanzó 10,0. Después de completarse la adición, el envejecimiento se realizó durante 1 hora y, de esta manera, se formó una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la  
35 capa de recubrimiento interna.

40 La suspensión acuosa obtenida de esta manera de las partículas de hidróxido de magnesio que tenían una capa de recubrimiento interna y externa sobre las mismas se filtró, se lavó con agua, se secó y después se pulverizó. De esta manera, se obtuvo el catalizador de policondensación H de la invención que tenía una capa de recubrimiento interna de óxido de silicio en una cantidad de 20 partes en peso y una capa de recubrimiento externa de ácido titánico en una cantidad de 10 partes en peso, por 100 partes en peso de hidróxido de magnesio, respectivamente.

(Producción del poliéster o)

45 Se usó el catalizador de policondensación H y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

50 Ejemplo 16

(Producción del poliéster p)

55 Se usó el catalizador de policondensación H y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 2, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 17

(Preparación del catalizador de policondensación I)

60

Se pusieron 9,0 l de la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio (123 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 1 en un reactor de 25 l de capacidad y después la temperatura se aumentó a 60 °C. Mientras se mantenía la temperatura, se añadieron 190,9 g de la solución acuosa de silicato sódico (29% en peso en términos de SiO<sub>2</sub>). Adicionalmente, se añadió ácido sulfúrico hasta que el pH de la suspensión alcanzó 8,5, seguido de envejecimiento  
65 durante 1 hora. La suspensión resultante se filtró y se lavó con agua, formando de esta manera una capa de recubrimiento interna de óxido de silicio sobre la superficie de las partículas de hidróxido de magnesio.

5 A la suspensión de las partículas de hidróxido de magnesio que tenían una capa de recubrimiento interna sobre las mismas, se le añadieron 3,2 l de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,2 g/l en términos de  $TiO_2$ ) y 3,2 l de solución acuosa de hidróxido sódico (99,6 g/l en términos de NaOH) gota a gota simultáneamente durante 4 horas, de manera que el pH de la suspensión alcanzó 10,0. Después de completarse la adición, el envejecimiento se realizó durante 1 hora y, de esta manera, se formó una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la capa de recubrimiento interna.

10 La suspensión acuosa obtenida de esta manera de las partículas de hidróxido de magnesio que tenían una capa de recubrimiento interna y externa sobre las mismas se filtró, se lavó con agua, se secó y después se pulverizó. De esta manera, se obtuvo el catalizador de policondensación I de la invención que tenía una capa de recubrimiento interna de óxido de silicio en una cantidad de 5 partes en peso y una capa de recubrimiento externa de ácido titánico en una cantidad de 20 partes en peso, por 100 partes en peso de hidróxido de magnesio, respectivamente.

15 (Producción del poliéster q)

Se usó el catalizador de policondensación I y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

20 Ejemplo 18

(Producción del poliéster r)

25 Se usó el catalizador de policondensación I y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 2, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

30 Ejemplo 19

(Preparación del catalizador de policondensación J)

35 Se pusieron 9,0 l de la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio (123 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 1 en un reactor de 25 l de capacidad y después la temperatura se aumentó a 60 °C. Mientras se mantenía la temperatura, se añadieron 190,9 g de la solución acuosa de silicato sódico (29% en peso en términos de  $SiO_2$ ). Adicionalmente, se añadió ácido sulfúrico hasta que el pH de la suspensión alcanzó 8,5, seguido de envejecimiento durante 1 hora. La suspensión resultante se filtró y se lavó con agua, formando de esta manera una capa de recubrimiento interna de óxido de silicio sobre la superficie de las partículas de hidróxido de magnesio.

40 A la suspensión de las partículas de hidróxido de magnesio que tenían una capa de recubrimiento interna sobre las mismas, se le añadieron 8,0 l de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,2 g/l en términos de  $TiO_2$ ) y 8,0 l de solución acuosa de hidróxido sódico (99,6 g/l en términos de NaOH) gota a gota simultáneamente durante 10 horas, de manera que el pH de la suspensión alcanzó 10,0. Después de completarse la adición, el envejecimiento se realizó durante 1 hora y, de esta manera, se formó una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la capa de recubrimiento interna.

50 La suspensión acuosa obtenida de esta manera de las partículas de hidróxido de magnesio que tenían una capa de recubrimiento interna y externa sobre las mismas se filtró, se lavó con agua, se secó y después se pulverizó. De esta manera, se obtuvo el catalizador de policondensación J de la invención que tenía una capa de recubrimiento interna de óxido de silicio en una cantidad de 5 partes en peso y una capa de recubrimiento externa de ácido titánico en una cantidad de 50 partes en peso, por 100 partes en peso de hidróxido de magnesio, respectivamente.

(Producción del poliéster s)

55 Se usó el catalizador de policondensación J y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

60 Ejemplo 20

(Producción del poliéster t)

65 Se usó el catalizador de policondensación J y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 2, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

## Ejemplo 21

(Preparación del catalizador de policondensación K)

- 5 Se pusieron 9,0 l de la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio (123 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 1 en un reactor de 25 l de capacidad y después la temperatura se aumentó a 60 °C. Mientras se mantenía la temperatura, se añadieron 495,3 g de la solución acuosa de aluminato sódico (19% en peso en términos de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Adicionalmente, se añadió ácido sulfúrico hasta que el pH de la suspensión alcanzó 8,5, seguido de envejecimiento durante 1 hora. La suspensión resultante se filtró y se lavó con agua, formando de esta manera una capa de recubrimiento interna de óxido de aluminio sobre la superficie de las partículas de hidróxido de magnesio.

- 10 A la suspensión de las partículas de hidróxido de magnesio que tenían una capa de recubrimiento interna sobre las mismas, se le añadieron 1,6 l de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,2 g/l en términos de  $\text{TiO}_2$ ) y 1,6 l de solución acuosa de hidróxido sódico (99,6 g/l en términos de NaOH) gota a gota simultáneamente durante 2 horas, de manera que el pH de la suspensión alcanzó 10,0. Después de completarse la adición, el envejecimiento se realizó durante 1 hora y, de esta manera, se formó una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la capa de recubrimiento interna.

- 15 La suspensión acuosa obtenida de esta manera de las partículas de hidróxido de magnesio que tenían una capa de recubrimiento interna y externa sobre las mismas se filtró, se lavó con agua, se secó y después se pulverizó. De esta manera, se obtuvo el catalizador de policondensación K de la invención que tenía una capa de recubrimiento interna de óxido de aluminio en una cantidad de 5 partes en peso y una capa de recubrimiento externa de ácido titánico en una cantidad de 10 partes en peso, por 100 partes en peso de hidróxido de magnesio, respectivamente.

- 20 (Producción del poliéster u)

Se usó el catalizador de policondensación K y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

- 30 Ejemplo 22

(Preparación del catalizador de policondensación L)

- 35 Se pusieron 9,0 l de la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio (123 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 1 en un reactor de 25 l de capacidad y después la temperatura se aumentó a 60 °C. Mientras se mantenía la temperatura, se añadieron 1136,7 g de la solución acuosa de oxiclورو de zirconio (10% en peso en términos de  $\text{ZrO}_2$ ). Adicionalmente, se añadió hidróxido sódico hasta que el pH de la suspensión alcanzó 8,5, seguido de envejecimiento durante 1 hora. La suspensión resultante se filtró y se lavó con agua, formando de esta manera una capa de recubrimiento interna de óxido de zirconio sobre la superficie de las partículas de hidróxido de magnesio.

- 40 A la suspensión de las partículas de hidróxido de magnesio que tenían una capa de recubrimiento interna sobre las mismas, se le añadieron 1,6 l de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,2 g/l en términos de  $\text{TiO}_2$ ) y 1,6 l de solución acuosa de hidróxido sódico (99,6 g/l en términos de NaOH) gota a gota simultáneamente durante 2 horas, de manera que el pH de la suspensión alcanzó 10,0. Después de completarse la adición, el envejecimiento se realizó durante 1 hora y, de esta manera, se formó una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la capa de recubrimiento interna.

- 45 La suspensión acuosa obtenida de esta manera de las partículas de hidróxido de magnesio que tenían una capa de recubrimiento interna y externa sobre las mismas se filtró, se lavó con agua, se secó y después se pulverizó. De esta manera, se obtuvo catalizador de policondensación L de la invención que tenía una capa de recubrimiento interna de óxido de zirconio en una cantidad de 5 partes en peso y una capa de recubrimiento externa de ácido titánico en una cantidad de 10 partes en peso, por 100 partes en peso de hidróxido de magnesio, respectivamente.

- 50 (Producción del poliéster v)

Se usó el catalizador de policondensación L y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

- 60 Ejemplo 23

(Preparación del catalizador de policondensación M)

- 65 Se pusieron 9,0 l de la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio (123 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 1 en un reactor de 25 l de capacidad y después la temperatura se aumentó a 60 °C. Mientras se mantenía la

temperatura, se añadieron 95,5 g de la solución acuosa de silicato sódico (29% en peso en términos de  $\text{SiO}_2$ ) y 247,6 g de la solución acuosa de aluminato sódico (19% en peso en términos de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Adicionalmente, se añadió ácido sulfúrico hasta que el pH de la suspensión alcanzó 8,5, seguido de envejecimiento durante 1 hora. La suspensión resultante se filtró y se lavó con agua, formando de esta manera una capa de recubrimiento interna de óxido compuesto de silicio y aluminio sobre la superficie de las partículas de hidróxido de magnesio.

A la suspensión de las partículas de hidróxido de magnesio que tenían una capa de recubrimiento interna sobre las mismas, se le añadieron 1,6 l de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,2 g/l en términos de  $\text{TiO}_2$ ) y 1,6 l de solución acuosa de hidróxido sódico (99,6 g/l en términos de  $\text{NaOH}$ ) gota a gota simultáneamente durante 2 horas, de manera que el pH de la suspensión alcanzó 10,0. Después de completarse la adición, el envejecimiento se realizó durante 1 hora y, de esta manera, se formó una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la capa de recubrimiento interna.

La suspensión acuosa obtenida de esta manera de las partículas de hidróxido de magnesio que tenían una capa de recubrimiento interna y externa sobre las mismas se filtró, se lavó con agua, se secó y después se pulverizó. De esta manera, se obtuvo el catalizador de policondensación M de la invención que tenía una capa de recubrimiento interna compuesta de óxido compuesto de silicio y aluminio en una cantidad de 5 partes en peso y una capa de recubrimiento externa de ácido titánico en una cantidad de 10 partes en peso, por 100 partes en peso de hidróxido de magnesio, respectivamente.

(Producción del poliéster w)

Se usó el catalizador de policondensación M y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 24

(Preparación del catalizador de policondensación N)

Se pusieron 9,0 l de la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio (123 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 1 en un reactor de 25 l de capacidad y después la temperatura se aumentó a 60 °C. Mientras se mantenía la temperatura, se añadieron 95,5 g de la solución acuosa de silicato sódico (29% en peso en términos de  $\text{SiO}_2$ ) y 568,4 g de la solución acuosa de oxocloruro de zirconio (10% en peso en términos de  $\text{ZrO}_2$ ), seguido de envejecimiento a un pH de 8,5 durante 1 hora. La suspensión resultante se filtró y se lavó con agua, formando de esta manera una capa de recubrimiento interna compuesta de óxido compuesto de silicio y zirconio sobre la superficie de las partículas de hidróxido de magnesio.

A la suspensión de las partículas de hidróxido de magnesio que tenían una capa de recubrimiento interna sobre las mismas, se le añadieron 1,6 l de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,2 g/l en términos de  $\text{TiO}_2$ ) y 1,6 l de solución acuosa de hidróxido sódico (99,6 g/l en términos de  $\text{NaOH}$ ) gota a gota simultáneamente durante 2 horas, de manera que el pH de la suspensión alcanzó 10,0. Después de completarse la adición, el envejecimiento se realizó durante 1 hora y, de esta manera, se formó una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la capa de recubrimiento interna.

La suspensión acuosa obtenida de esta manera de las partículas de hidróxido de magnesio que tenían una capa de recubrimiento interna y externa sobre las mismas se filtró, se lavó con agua, se secó y después se pulverizó. De esta manera, se obtuvo el catalizador de policondensación N de la invención que tenía una capa de recubrimiento interna compuesta de óxido compuesto de silicio y zirconio en una cantidad de 5 partes en peso y una capa de recubrimiento externa de ácido titánico en una cantidad de 10 partes en peso, por 100 partes en peso de hidróxido de magnesio, respectivamente.

(Producción del poliéster x)

Se usó el catalizador de policondensación N y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 25

(Preparación del catalizador de policondensación O)

Se pusieron 9,0 l de la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio (123 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 1 en un reactor de 25 l de capacidad y después la temperatura se aumentó a 60 °C. Mientras se mantenía la temperatura, se añadieron 247,6 g de la solución acuosa de aluminato sódico (19% en peso en términos de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) y 568,4 g de la solución acuosa de oxocloruro de zirconio (10% en peso en términos de  $\text{ZrO}_2$ ), seguido de

envejecimiento a un pH de 8,5 durante 1 hora. La suspensión resultante se filtró y se lavó con agua, formando de esta manera una capa de recubrimiento interna de óxido compuesto de aluminio y zirconio sobre la superficie de las partículas de hidróxido de magnesio.

- 5 A la suspensión de las partículas de hidróxido de magnesio que tenían una capa de recubrimiento interna sobre las mismas, se le añadieron 1,6 l de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,2 g/l en términos de  $TiO_2$ ) y 1,6 l de solución acuosa de hidróxido sódico (99,6 g/l en términos de NaOH) gota a gota simultáneamente durante 2 horas, de manera que el pH de la suspensión alcanzó 10,0. Después de completarse la adición, el envejecimiento se realizó durante 1 hora y, de esta manera, se formó una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la
- 10 capa de recubrimiento interna.

- La suspensión acuosa obtenida de esta manera de las partículas de hidróxido de magnesio que tenían una capa de recubrimiento interna y externa sobre las mismas se filtró, se lavó con agua, se secó y después se pulverizó. De esta manera, se obtuvo el catalizador de policondensación O de la invención que tenía una capa de recubrimiento interna
- 15 compuesta de óxido compuesto de aluminio y zirconio en una cantidad de 5 partes en peso y una capa de recubrimiento externa de ácido titánico en una cantidad de 10 partes en peso, por 100 partes en peso de hidróxido de magnesio, respectivamente.

(Producción del poliéster y)

- 20 Se usó el catalizador de policondensación O y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

25 Ejemplo 26

(Preparación del catalizador de policondensación P)

- 30 Se pusieron 9,0 l de la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio (123 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 1 en un reactor de 25 l de capacidad y después la temperatura se aumentó a 60 °C. Mientras se mantenía la temperatura, se añadieron 63,6 g de la solución acuosa de silicato sódico (29% en peso en términos de  $SiO_2$ ) 165,1 g de la solución acuosa de aluminato sódico (19% en peso en términos de  $Al_2O_3$ ) y 378,9 g de la solución acuosa de oxiclорuro de zirconio (10% en peso en términos de  $ZrO_2$ ), seguido de envejecimiento a un pH de 8,5 durante 1 hora. La suspensión resultante se filtró y se lavó con agua, formando de esta manera una capa de recubrimiento interna
- 35 de óxido compuesto de silicio, aluminio y zirconio sobre la superficie de las partículas de hidróxido de magnesio.

- A la suspensión de las partículas de hidróxido de magnesio que tenían una capa de recubrimiento interna sobre las mismas, se le añadieron 1,6 l de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,2 g/l en términos de  $TiO_2$ ) y 1,6 l de solución acuosa de hidróxido sódico (99,6 g/l en términos de NaOH) gota a gota simultáneamente durante 2 horas, de manera que el pH de la suspensión alcanzó 10,0. Después de completarse la adición, el envejecimiento se realizó durante 1 hora y, de esta manera, se formó una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la
- 40 capa de recubrimiento interna.

- La suspensión acuosa obtenida de esta manera de las partículas de hidróxido de magnesio que tenían una capa de recubrimiento interna y externa sobre las mismas se filtró, se lavó con agua, se secó y después se pulverizó. De esta manera, se obtuvo el catalizador de policondensación P de la invención que tenía una capa de recubrimiento interna
- 45 compuesta de óxido compuesto de silicio, aluminio y zirconio en una cantidad de 5 partes en peso y una capa de recubrimiento externa de ácido titánico en una cantidad de 10 partes en peso, por 100 partes en peso de hidróxido de magnesio, respectivamente.

50 (Producción del poliéster z)

- Se usó el catalizador de policondensación P y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se
- 55 muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 27

(Preparación del catalizador de policondensación Q)

- 60 Se pusieron 5,0 l de la suspensión acuosa de hidrotalcita (100 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 2 en un reactor de 25 l de capacidad y después la temperatura se aumentó a 60 °C. Mientras se mantenía la temperatura, se añadieron 86,2 g de la solución acuosa de silicato sódico (29% en peso en términos de  $SiO_2$ ). Adicionalmente, se añadió ácido sulfúrico hasta que el pH de la suspensión alcanzó 8,5, seguido de envejecimiento durante 1 hora. La
- 65 suspensión resultante se filtró y se lavó con agua, formando de esta manera una capa de recubrimiento interna compuesta de óxido de silicio sobre la superficie de las partículas de hidrotalcita.

A la suspensión de partículas de hidrotalcita que tenían una capa de recubrimiento interna sobre las mismas, se le añadieron 0,07 l de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,4 g/l en términos de  $TiO_2$  y 0,07 l de solución acuosa de hidróxido sódico (100 g/l en términos de NaOH) gota a gota simultáneamente durante 0,2 horas, de manera que el pH de la suspensión alcanzó 9,0. Después de completarse la adición, el envejecimiento se realizó durante 1 hora y, de esta manera, se formó una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la capa de recubrimiento interna.

La suspensión acuosa obtenida de esta manera de partículas de hidrotalcita que tenían una capa de recubrimiento interna y externa sobre las mismas se filtró, se lavó con agua, se secó y después se pulverizó. De esta manera, se obtuvo el catalizador de policondensación Q de la invención que tenía una capa de recubrimiento interna compuesta de óxido de silicio en una cantidad de 5 partes en peso y una capa de recubrimiento externa de ácido titánico en una cantidad de 1 parte en peso, por 100 partes en peso de hidrotalcita, respectivamente.

(Producción del poliéster aa)

Se usó el catalizador de policondensación Q y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 28

(Producción del poliéster ab)

Se usó el catalizador de policondensación Q y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 2, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 29

(Preparación del catalizador de policondensación R)

Se pusieron 5,0 l de la suspensión acuosa de hidrotalcita (100 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 2 en un reactor de 25 l de capacidad y después la temperatura se aumentó a 60 °C. Mientras se mantenía la temperatura, se añadieron 172,4 g de la solución acuosa de silicato sódico (29% en peso en términos de  $SiO_2$ ). Adicionalmente, se añadió ácido sulfúrico hasta que el pH de la suspensión alcanzó 8,5, seguido de envejecimiento durante 1 hora. La suspensión resultante se filtró y se lavó con agua, formando de esta manera una capa de recubrimiento interna compuesta de óxido de silicio sobre la superficie de las partículas de hidrotalcita.

A la suspensión de partículas de hidrotalcita que tenían una capa de recubrimiento interna sobre las mismas, se le añadieron 0,07 l de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,4 g/l en términos de  $TiO_2$  y 0,07 l de solución acuosa de hidróxido sódico (100 g/l en términos de NaOH) gota a gota simultáneamente durante 0,2 horas, de manera que el pH de la suspensión alcanzó 9,0. Después de completarse la adición, el envejecimiento se realizó durante 1 hora y, de esta manera, se formó una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la capa de recubrimiento interna.

La suspensión acuosa obtenida de esta manera de partículas de hidrotalcita que tenían una capa de recubrimiento interna y externa sobre las mismas se filtró, se lavó con agua, se secó y después se pulverizó. De esta manera, se obtuvo el catalizador de policondensación R de la invención que tenía una capa de recubrimiento interna compuesta de óxido de silicio en una cantidad de 10 partes en peso y una capa de recubrimiento externa de ácido titánico en una cantidad de 1 parte en peso, por 100 partes en peso de hidrotalcita, respectivamente.

(Producción del poliéster ac)

Se usó el catalizador de policondensación R y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 30

(Producción del poliéster ad)

Se usó el catalizador de policondensación R y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 2, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

## Ejemplo 31

(Preparación del catalizador de policondensación S)

- 5 Se pusieron 5,0 l de la suspensión acuosa de hidrotalcita (100 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 2 en un reactor de 25 l de capacidad y después la temperatura se aumentó a 60 °C. Mientras se mantenía la temperatura, se añadieron 17,2 g de la solución acuosa de silicato sódico (29% en peso en términos de SiO<sub>2</sub>). Adicionalmente, se añadió ácido sulfúrico hasta que el pH de la suspensión alcanzó 8,5, seguido de envejecimiento durante 1 hora. La suspensión resultante se filtró y se lavó con agua, formando de esta manera una capa de recubrimiento interna compuesta de óxido de silicio sobre la superficie de las partículas de hidrotalcita.

- 15 A la suspensión de partículas de hidrotalcita que tenían una capa de recubrimiento interna sobre las mismas, se le añadieron 0,7 l de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,4 g/l en términos de TiO<sub>2</sub> y 0,7 l de solución acuosa de hidróxido sódico (100 g/l en términos de NaOH) gota a gota simultáneamente durante 2 horas, de manera que el pH de la suspensión alcanzó 9,0. Después de completarse la adición, el envejecimiento se realizó durante 1 hora y, de esta manera, se formó una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la capa de recubrimiento interna.

- 20 La suspensión acuosa obtenida de esta manera de partículas de hidrotalcita que tenían una capa de recubrimiento interna y externa sobre las mismas se filtró, se lavó con agua, se secó y después se pulverizó. De esta manera, se obtuvo el catalizador de policondensación S de la invención que tenía una capa de recubrimiento interna compuesta de óxido de silicio en una cantidad de 1 parte en peso y una capa de recubrimiento externa de ácido titánico en una cantidad de 10 partes en peso, por 100 partes en peso de hidrotalcita, respectivamente.

- 25 (Producción del poliéster ae)

Se usó el catalizador de policondensación S y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

- 30 Ejemplo 32

(Producción del poliéster af)

- 35 Se usó el catalizador de policondensación S y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 2, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

- 40 Ejemplo 33

(Preparación del catalizador de policondensación T)

- 45 Se pusieron 5,0 l de la suspensión acuosa de hidrotalcita (100 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 2 en un reactor de 25 l de capacidad y después la temperatura se aumentó a 60 °C. Mientras se mantenía la temperatura, se añadieron 86,2 g de la solución acuosa de silicato sódico (29% en peso en términos de SiO<sub>2</sub>). Adicionalmente, se añadió ácido sulfúrico hasta que el pH de la suspensión alcanzó 8,5, seguido de envejecimiento durante 1 hora. La suspensión resultante se filtró y se lavó con agua, formando de esta manera una capa de recubrimiento interna compuesta de óxido de silicio sobre la superficie de las partículas de hidrotalcita.

- 50 A la suspensión de partículas de hidrotalcita que tenían una capa de recubrimiento interna sobre las mismas, ) se le añadieron 0,7 l de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,4 g/l en términos de TiO<sub>2</sub>) y 0,7 l de solución acuosa de hidróxido sódico (100 g/l en términos de NaOH) gota a gota simultáneamente durante 2 horas, de manera que el pH de la suspensión alcanzó 9,0. Después de completarse la adición, el envejecimiento se realizó durante 1 hora y, de esta manera, se formó una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la capa de recubrimiento interna.

- 60 La suspensión acuosa obtenida de esta manera de partículas de hidrotalcita que tenían una capa de recubrimiento interna y externa sobre las mismas se filtró, se lavó con agua, se secó y después se pulverizó. De esta manera, se obtuvo el catalizador de policondensación T de la invención que tenía una capa de recubrimiento interna compuesta de óxido de silicio en una cantidad de 5 partes en peso y una capa de recubrimiento externa de ácido titánico en una cantidad de 10 partes en peso, por 100 partes en peso de hidrotalcita, respectivamente.

(Producción del poliéster ag)

- 65 Se usó el catalizador de policondensación T y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se

muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 34

5 (Producción del poliéster ah)

Se usó el catalizador de policondensación T y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 2, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

10

Ejemplo 35

(Preparación del catalizador de policondensación U)

15 Se pusieron 5,0 l de la suspensión acuosa de hidrotalcita (100 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 2 en un reactor de 25 l de capacidad y después la temperatura se aumentó a 60 °C. Mientras se mantenía la temperatura, se añadieron 172,4 g de la solución acuosa de silicato sódico (29% en peso en términos de SiO<sub>2</sub>). Adicionalmente, se añadió ácido sulfúrico hasta que el pH de la suspensión alcanzó 8,5, seguido de envejecimiento durante 1 hora. La suspensión resultante se filtró y se lavó con agua, formando de esta manera una capa de recubrimiento interna compuesta de óxido de silicio sobre la superficie de las partículas de hidrotalcita.

20

A la suspensión de partículas de hidrotalcita que tenían una capa de recubrimiento interna sobre las mismas, se le añadieron 0,7 l de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,4 g/l en términos de TiO<sub>2</sub> y 0,7 l de solución acuosa de hidróxido sódico (100 g/l en términos de NaOH) gota a gota simultáneamente durante 2 horas, de manera que el pH de la suspensión alcanzó 9,0. Después de completarse la adición, el envejecimiento se realizó durante 1 hora y, de esta manera, se formó una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la capa de recubrimiento interna.

25

La suspensión acuosa obtenida de esta manera de partículas de hidrotalcita que tenían una capa de recubrimiento interna y externa sobre las mismas se filtró, se lavó con agua, se secó y después se pulverizó. De esta manera, se obtuvo el catalizador de policondensación U de la invención que tenía una capa de recubrimiento interna compuesta de óxido de silicio en una cantidad de 10 partes en peso y una capa de recubrimiento externa de ácido titánico en una cantidad de 10 partes en peso, por 100 partes en peso de hidrotalcita, respectivamente.

30

35 (Producción del poliéster ai)

Se usó el catalizador de policondensación U y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

40

Ejemplo 36

(Producción del poliéster aj)

45 Se usó el catalizador de policondensación U y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 2, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

50

Ejemplo 37

(Preparación del catalizador de policondensación V)

55 Se pusieron 5,0 l de la suspensión acuosa de hidrotalcita (100 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 2 en un reactor de 25 l de capacidad y después la temperatura se aumentó a 60 °C. Mientras se mantenía la temperatura, se añadieron 86,2 g de la solución acuosa de silicato sódico (29% en peso en términos de SiO<sub>2</sub>). Adicionalmente, se añadió ácido sulfúrico hasta que el pH de la suspensión alcanzó 8,5, seguido de envejecimiento durante 1 hora. La suspensión resultante se filtró y se lavó con agua, formando de esta manera una capa de recubrimiento interna compuesta de óxido de silicio sobre la superficie de las partículas de hidrotalcita.

60

A la suspensión de partículas de hidrotalcita que tenían una capa de recubrimiento interna sobre las mismas, se le añadieron 3,5 l de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,4 g/l en términos de TiO<sub>2</sub>) y 3,5 l de solución acuosa de hidróxido sódico (100 g/l en términos de NaOH) gota a gota simultáneamente durante 10 horas, de manera que el pH de la suspensión alcanzó 9,0. Después de completarse la adición, el envejecimiento se realizó durante 1 hora y, de esta manera, se formó una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la capa de recubrimiento interna.

65

La suspensión acuosa obtenida de esta manera de partículas de hidrotalcita que tenían una capa de recubrimiento interna y externa sobre las mismas se filtró, se lavó con agua, se secó y después se pulverizó. De esta manera, se obtuvo el catalizador de policondensación V de la invención que tenía una capa de recubrimiento interna compuesta de óxido de silicio en una cantidad de 5 partes en peso y una capa de recubrimiento externa de ácido titánico en una cantidad de 50 partes en peso, por 100 partes en peso de hidrotalcita, respectivamente.

(Producción del poliéster ak)

Se usó el catalizador de policondensación V y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 38

(Producción del poliéster al)

Se usó el catalizador de policondensación V y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 2, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 39

(Preparación del catalizador de policondensación W)

Se pusieron 5,0 l de la suspensión acuosa de hidrotalcita (100 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 2 en un reactor de 25 l de capacidad y después la temperatura se aumentó a 60 °C. Mientras se mantenía la temperatura, se añadieron 223,7 g de la solución acuosa de aluminato sódico (19% en peso en términos de  $Al_2O_3$ ). Adicionalmente, se añadió ácido sulfúrico hasta que el pH de la suspensión alcanzó 8,5, seguido de envejecimiento durante 1 hora. La suspensión resultante se filtró y se lavó con agua, formando de esta manera una capa de recubrimiento interna compuesta de óxido de aluminio sobre la superficie de las partículas de hidrotalcita.

A la suspensión de partículas de hidrotalcita que tenían una capa de recubrimiento interna sobre las mismas, se le añadieron 0,7 l de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,4 g/l en términos de  $TiO_2$ ) y 0,7 l de solución acuosa de hidróxido sódico (100 g/l en términos de NaOH) gota a gota simultáneamente durante 2 horas, de manera que el pH de la suspensión alcanzó 9,0. Después de completarse la adición, el envejecimiento se realizó durante 1 hora y, de esta manera, se formó una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la capa de recubrimiento interna.

La suspensión acuosa obtenida de esta manera de partículas de hidrotalcita que tenían una capa de recubrimiento interna y externa sobre las mismas se filtró, se lavó con agua, se secó y después se pulverizó. De esta manera, se obtuvo el catalizador de policondensación W de la invención que tenía una capa de recubrimiento interna compuesta de óxido de aluminio en una cantidad de 5 partes en peso y una capa de recubrimiento externa de ácido titánico en una cantidad de 10 partes en peso, por 100 partes en peso de hidrotalcita, respectivamente.

(Producción del poliéster am)

Se usó el catalizador de policondensación W y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 40

(Preparación del catalizador de policondensación X)

Se pusieron 5,0 l de la suspensión acuosa de hidrotalcita (100 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 2 en un reactor de 25 l de capacidad y después la temperatura se aumentó a 60 °C. Mientras se mantenía la temperatura, se añadieron 513,3 g de la solución acuosa de oxiclورو de zirconio (10% en peso en términos de  $ZrO_2$ ). Adicionalmente, se añadió hidróxido sódico hasta que el pH de la suspensión alcanzó 8,5, seguido de envejecimiento durante 1 hora. La suspensión resultante se filtró y se lavó con agua, formando de esta manera una capa de recubrimiento interna compuesta de óxido de zirconio sobre la superficie de las partículas de hidrotalcita.

A la suspensión de partículas de hidrotalcita que tenían una capa de recubrimiento interna sobre las mismas, se le añadieron 0,7 l de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,4 g/l en términos de  $TiO_2$ ) y 0,7 l de solución acuosa de hidróxido sódico (100 g/l en términos de NaOH) gota a gota simultáneamente durante 2 horas, de manera que el pH de la suspensión alcanzó 9,0. Después de completarse la adición, el envejecimiento se realizó durante 1 hora y, de esta manera, se formó una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la capa de recubrimiento

interna.

5 La suspensión acuosa obtenida de esta manera de partículas de hidrotalcita que tenían una capa de recubrimiento interna y externa sobre las mismas se filtró, se lavó con agua, se secó y después se pulverizó. De esta manera, se obtuvo catalizador de policondensación X de la invención que tenía una capa de recubrimiento interna compuesta de óxido de zirconio en una cantidad de 5 partes en peso y una capa de recubrimiento externa de ácido titánico en una cantidad de 10 partes en peso, por 100 partes en peso de hidrotalcita, respectivamente.

10 (Producción del poliéster an)

Se usó el catalizador de policondensación X y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

15 Ejemplo 41

(Preparación del catalizador de policondensación Y)

20 Se pusieron 5,0 l de la suspensión acuosa de hidrotalcita (100 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 2 en un reactor de 25 l de capacidad y después la temperatura se aumentó a 60 °C. Mientras se mantenía la temperatura, se añadieron 43,1 g de la solución acuosa de silicato sódico (29% en peso en términos de  $\text{SiO}_2$ ) y 111,8 g de la solución acuosa de aluminato sódico (19% en peso en términos de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Adicionalmente, se añadió ácido sulfúrico hasta que el pH de la suspensión alcanzó 8,5, seguido de envejecimiento durante 1 hora. La suspensión resultante se filtró y se lavó con agua, formando de esta manera una capa de recubrimiento interna compuesta de óxido compuesto de silicio y aluminio sobre la superficie de las partículas de hidrotalcita.

30 A la suspensión de partículas de hidrotalcita que tenían una capa de recubrimiento interna sobre las mismas, se le añadieron 0,7 l de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,4 g/l en términos de  $\text{TiO}_2$ ) y 0,7 l de solución acuosa de hidróxido sódico (100 g/l en términos de NaOH) gota a gota simultáneamente durante 2 horas, de manera que el pH de la suspensión alcanzó 9,0. Después de completarse la adición, el envejecimiento se realizó durante 1 hora y, de esta manera, se formó una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la capa de recubrimiento interna.

35 La suspensión acuosa obtenida de esta manera de partículas de hidrotalcita que tenían una capa de recubrimiento interna y externa sobre las mismas se filtró, se lavó con agua, se secó y después se pulverizó. De esta manera, se obtuvo catalizador de policondensación Y de la invención que tenía una capa de recubrimiento interna compuesta de óxido compuesto de silicio y aluminio en una cantidad de 5 partes en peso y una capa de recubrimiento externa de ácido titánico en una cantidad de 10 partes en peso, por 100 partes en peso de hidrotalcita, respectivamente.

40 (Producción del poliéster ao)

Se usó el catalizador de policondensación Y y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

45 Ejemplo 42

(Preparación del catalizador de policondensación Z)

50 Se pusieron 5,0 l de la suspensión acuosa de hidrotalcita (100 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 2 en un reactor de 25 l de capacidad y después la temperatura se aumentó a 60 °C. Mientras se mantenía la temperatura, se añadieron 43,1 g de la solución acuosa de silicato sódico (29% en peso en términos de  $\text{SiO}_2$ ) y 256,7 g de la solución acuosa de oxiclорuro de zirconio (10% en peso en términos de  $\text{ZrO}_2$ ), seguido de envejecimiento a un pH de 8,5 durante 1 hora. La suspensión resultante se filtró y se lavó con agua, formando de esta manera una capa de recubrimiento interna compuesta de óxido compuesto de silicio y zirconio sobre la superficie de las partículas de hidrotalcita.

60 A la suspensión de partículas de hidrotalcita que tenían una capa de recubrimiento interna sobre las mismas, se le añadieron 0,7 l de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,4 g/l en términos de  $\text{TiO}_2$ ) y 0,7 l de solución acuosa de hidróxido sódico (100 g/l en términos de NaOH) gota a gota simultáneamente durante 2 horas, de manera que el pH de la suspensión alcanzó 9,0. Después de completarse la adición, el envejecimiento se realizó durante 1 hora y, de esta manera, se formó una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la capa de recubrimiento interna. La suspensión acuosa obtenida de esta manera de partículas de hidrotalcita que tenían una capa de recubrimiento interna y externa sobre las mismas se filtró, se lavó con agua, se secó y después se pulverizó.

65

De esta manera, se obtuvo catalizador de policondensación Z de la invención que tenía una capa de recubrimiento interna compuesta de óxido compuesto de silicio y zirconio en una cantidad de 5 partes en peso y una capa de recubrimiento externa de ácido titánico en una cantidad de 10 partes en peso, por 100 partes en peso de hidrotalcita, respectivamente.

5  
(Producción del poliéster ap)

Se usó el catalizador de policondensación Z y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

10

Ejemplo 43

(Preparación del catalizador de policondensación AA)

15

Se pusieron 5,0 l de la suspensión acuosa de hidrotalcita (100 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 2 en un reactor de 25 l de capacidad y después la temperatura se aumentó a 60 °C. Mientras se mantenía la temperatura, se añadieron 111,9 g de la solución acuosa de aluminato sódico (19% en peso en términos de  $Al_2O_3$ ) y 256,6 g de la solución acuosa de oxiclورو de zirconio (10% en peso en términos de  $ZrO_2$ ), seguido de envejecimiento a un pH de 8,5 durante 1 hora. La suspensión resultante se filtró y se lavó con agua, formando de esta manera una capa de recubrimiento interna compuesta de óxido compuesto de aluminio y zirconio sobre la superficie de las partículas de hidrotalcita.

20

A la suspensión de partículas de hidrotalcita que tenían una capa de recubrimiento interna sobre las mismas, se le añadieron 0,7 l de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,4 g/l en términos de  $TiO_2$ ) y 0,7 l de solución acuosa de hidróxido sódico (100 g/l en términos de NaOH) gota a gota simultáneamente durante 2 horas, de manera que el pH de la suspensión alcanzó 9,0. Después de completarse la adición, el envejecimiento se realizó durante 1 hora y, de esta manera, se formó una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la capa de recubrimiento interna.

25

30

La suspensión acuosa obtenida de esta manera de partículas de hidrotalcita que tenían una capa de recubrimiento interna y externa sobre las mismas se filtró, se lavó con agua, se secó y después se pulverizó. De esta manera, se obtuvo el catalizador de policondensación AA de la invención que tenía una capa de recubrimiento interna compuesta de óxido compuesto de aluminio y zirconio en una cantidad de 5 partes en peso y una capa de recubrimiento externa de ácido titánico en una cantidad de 10 partes en peso, por 100 partes en peso de hidrotalcita, respectivamente.

35

(Producción del poliéster aq)

Se usó el catalizador de policondensación AA y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

40

Ejemplo 44

45

(Preparación del catalizador de policondensación AB)

Se pusieron 5,0 l de la suspensión acuosa de hidrotalcita (100 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 2 en un reactor de 25 l de capacidad y después la temperatura se aumentó a 60 °C. Mientras se mantenía la temperatura, se añadieron 28,7 g de la solución acuosa de silicato sódico (29% en peso en términos de  $SiO_2$ ), 74,6 g de la solución acuosa de aluminato sódico (19% en peso en términos de  $Al_2O_3$ ) y 171,1 g de la solución acuosa de oxiclورو de zirconio (10% en peso en términos de  $ZrO_2$ ), seguido de envejecimiento a un pH de 8,5 durante 1 hora. La suspensión resultante se filtró y se lavó con agua, formando de esta manera una capa de recubrimiento interna compuesta de óxido compuesto de silicio, aluminio y zirconio sobre la superficie de las partículas de hidrotalcita.

50

55

A la suspensión de partículas de hidrotalcita que tenían una capa de recubrimiento interna sobre las mismas, se le añadieron 0,7 l de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,4 g/l en términos de  $TiO_2$ ) y 0,7 l de solución acuosa de hidróxido sódico (100 g/l en términos de NaOH) gota a gota simultáneamente durante 2 horas, de manera que el pH de la suspensión alcanzó 9,0. Después de completarse la adición, el envejecimiento se realizó durante 1 hora y, de esta manera, se formó una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la capa de recubrimiento interna. La suspensión acuosa obtenida de esta manera de partículas de hidrotalcita que tenían una capa de recubrimiento interna y externa sobre las mismas se filtró, se lavó con agua, se secó y después se pulverizó.

60

De esta manera, se obtuvo el catalizador de policondensación AB de la invención que tenía una capa de recubrimiento interna compuesta de óxido compuesto de silicio, aluminio y zirconio en una cantidad de 5 partes en peso y una capa de recubrimiento externa de ácido titánico en una cantidad de 10 partes en peso, por 100 partes en

65

peso de hidrotalcita, respectivamente.

(Producción del poliéster ar)

- 5 Se usó el catalizador de policondensación AB y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo Comparativo 1

- 10 (Preparación de la mezcla de ácido titánico e hidróxido de magnesio)

- 15 Se prepararon 7,2 l de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,4 g/l en términos de  $\text{TiO}_2$ ). Después de que la solución acuosa de tetracloruro de titanio se pusiera en un reactor de 25 l de capacidad, una solución acuosa de hidróxido sódico se añadió gota a gota a la solución acuosa de tetracloruro de titanio con agitación, de manera que la solución resultante tuviera un pH de de 7,0. Después de completarse la adición, se recogió ácido titánico de la suspensión por filtración, se lavó con agua, y se volvió a filtrar. De esta manera, se obtuvo una torta de ácido titánico (33% en peso en términos de  $\text{TiO}_2$ ).

- 20 Se pusieron 9,0 l de la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio (123 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 1 en un reactor de 25 l de capacidad. Después, se añadieron 335 g de la torta de ácido titánico (33% en peso en términos de  $\text{TiO}_2$ ) y se agitó durante 2 horas. Después de completarse la agitación, el envejecimiento se realizó durante 1 hora. Una mezcla se recogió de la suspensión por filtración, se lavó con agua, se secó y se pulverizó. De esta manera, se obtuvo una mezcla de ácido titánico e hidróxido de magnesio. El contenido de ácido titánico en esta mezcla, en términos de  $\text{TiO}_2$ , era de 10 partes en peso por 100 partes en peso de hidróxido de magnesio.

(Producción del poliéster as)

- 30 El poliéster se obtuvo de la misma manera que en el Ejemplo 1 excepto porque se usaron 0,0013 g ( $2,1 \times 10^{-5}$  mol, 0,03 partes en mol por 100 partes en mol de dimetil tereftalato) de la mezcla anterior de ácido titánico e hidróxido de magnesio en lugar del catalizador de policondensación A. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 3.

Ejemplo Comparativo 2

- 35 (Producción del poliéster at)

- 40 El poliéster se obtuvo de la misma manera que en el Ejemplo 2 excepto porque se usaron 0,0024 g ( $3,9 \times 10^{-5}$  mol, 0,015 partes en mol por 100 partes en mol del componente de ácido tereftálico sometido a policondensación) de la mezcla de ácido titánico e hidróxido de magnesio obtenida en Ejemplo Comparativo 1 en lugar del catalizador de policondensación A. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 3.

Ejemplo Comparativo 3

- 45 (Preparación de la mezcla de ácido titánico e hidrotalcita)

- 50 Se pusieron 11,0 l de la suspensión acuosa de hidrotalcita (100 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 2 en un reactor de 25 l de capacidad. Después, se añadieron 334 g de la torta de ácido titánico obtenida en el Ejemplo Comparativo 1 (33% en peso en términos de  $\text{TiO}_2$ ) y se agitó durante 2 horas. Después de completarse la agitación, el envejecimiento se realizó durante 1 hora. Una mezcla se recogió de la suspensión por filtración, se lavó con agua, se secó y se pulverizó. De esta manera, se obtuvo una mezcla de ácido titánico e hidrotalcita. El contenido de ácido titánico en esta mezcla, en términos de  $\text{TiO}_2$ , era de 10 partes en peso por 100 partes en peso de hidrotalcita.

- 55 (Producción del poliéster au)

- 60 El poliéster se obtuvo de la misma manera que en el Ejemplo 1 excepto porque se usaron 0,012 g ( $2,1 \times 10^{-5}$  mol, 0,030 partes en mol por 100 partes en mol del componente de ácido tereftálico sometido a policondensación) de la mezcla de ácido titánico e hidrotalcita en lugar del catalizador de policondensación A. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 3.

Ejemplo Comparativo 4

- 65 (Producción del poliéster av)

El poliéster se obtuvo de la misma manera que en el Ejemplo 2 excepto porque se usaron 0,022 g ( $3,9 \times 10^{-5}$  mol,

0,015 partes en mol por 100 partes en mol del componente de ácido tereftálico sometido a policondensación) de la mezcla de ácido titánico e hidrotalcita obtenida en el Ejemplo Comparativo 3 en lugar del catalizador de policondensación A. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 3.

5 Ejemplo Comparativo 5

(Preparación de la mezcla de ácido titánico, óxido de silicio e hidróxido de magnesio)

10 Se pusieron 9,0 l de la suspensión de hidróxido de magnesio (123 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 1 en un reactor de 25 l de capacidad. Después, se añadieron 110 g de sílice (producida por Wako Junyaku Kogyo K.K.) y 335 g de la torta de ácido titánico obtenida en el Ejemplo Comparativo 1 (33% en peso en términos de TiO<sub>2</sub>) y se agitó durante 2 horas. Después de completarse la agitación, el envejecimiento se realizó durante 1 hora. Una mezcla se recogió de la suspensión por filtración, se lavó con agua, se secó y se pulverizó. De esta manera, se obtuvo una

15 mezcla de ácido titánico, sílice e hidróxido de magnesio.

(Producción del poliéster aw)

20 El poliéster se obtuvo de la misma manera que en el Ejemplo 1 excepto porque se usaron 0,0013 g ( $2,1 \times 10^{-5}$  mol, 0,03 partes en mol por 100 partes en mol de dimetil tereftalato) de la mezcla de ácido titánico, sílice e hidróxido de magnesio en lugar del catalizador de policondensación A. El valor de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 3.

25 Ejemplo Comparativo 6

(Preparación de la mezcla de ácido titánico, óxido de silicio e hidrotalcita)

30 Se pusieron 11,0 l de la suspensión de hidrotalcita (100 g/l) obtenida en el Ejemplo de Referencia 2 en un reactor de 25 l de capacidad. Después, se añadieron 110 g de sílice (producida por Wako Junyaku Kogyo K.K.) y 334 g de la torta de ácido titánico obtenida en el Ejemplo Comparativo 1 (33% en peso en términos de TiO<sub>2</sub>) y se agitó durante 2 horas. Después de completarse la agitación, el envejecimiento se realizó durante 1 hora. Una mezcla se recogió de la suspensión por filtración, se lavó con agua, se secó y se pulverizó. De esta manera, se obtuvo una mezcla de ácido titánico, óxido de silicio e hidrotalcita.

35 (Producción del poliéster ax)

40 El poliéster se obtuvo de la misma manera que en el Ejemplo 1 excepto porque se usaron 0,012 g ( $2,1 \times 10^{-5}$  mol, 0,030 partes en mol por 100 partes en mol del componente de ácido tereftálico sometido a policondensación) de la mezcla de ácido titánico, sílice e hidrotalcita en lugar del catalizador de policondensación A. Los valores de viscosidad intrínseca, tonalidad y turbidez del poliéster obtenido de esta manera se muestran en la Tabla 3.

TABLA 2

	Poliéster	Catalizador de Policondensación	Viscosidad Intrínseca (dl/g)	Tonalidad			Valor de turbidez (%)
				valor L	valor a	valor b	
Ejemplo 1	a	A	0,68	91,5	-2,5	+1,4	4,1
Ejemplo 2	b	A	0,70	90,2	-2,5	+1,6	4,0
Ejemplo 3	c	B	0,59	89,4	-2,1	+1,4	3,8
Ejemplo 4	d	B	0,59	93,5	-2,0	+1,3	3,7
Ejemplo 5	e	C	0,69	90,3	-2,4	+1,3	3,7
Ejemplo 6	f	C	0,70	93,5	-2,3	+1,5	4,2
Ejemplo 7	g	D	0,66	92,4	-1,9	+1,5	4,0
Ejemplo 8	h	D	0,64	93,8	-2,1	+1,3	3,9
Ejemplo 9	i	E	0,73	92,8	-2,5	+1,6	3,8
Ejemplo 10	j	E	0,72	89,0	-2,6	+1,5	4,2
Ejemplo 11	k	F	0,68	92,7	-2,1	+1,7	4,1
Ejemplo 12	l	F	0,72	94,0	-2,0	+1,5	3,8
Ejemplo 13	m	G	0,65	90,9	-2,4	+1,5	4,0
Ejemplo 14	n	G	0,64	92,9	-2,5	+1,7	3,8
Ejemplo 15	o	H	0,71	91,9	-2,1	+1,6	4,1
Ejemplo 16	p	H	0,67	93,8	-2,1	+1,2	4,0
Ejemplo 17	q	I	0,73	94,4	-2,1	+1,3	3,7
Ejemplo 18	r	I	0,71	89,0	-2,2	+1,5	4,0
Ejemplo 19	s	J	0,59	93,3	-2,0	+1,6	4,1
Ejemplo 20	t	J	0,67	89,7	-2,4	+1,3	3,8
Ejemplo 21	u	K	0,64	89,7	-2,1	+1,6	4,1
Ejemplo 22	v	L	0,66	90,7	-1,9	+1,7	4,1

ES 2 383 701 T3

	Poliéster	Catalizador de Policondensación	Viscosidad Intrínseca (dl/g)	Tonalidad			Valor de turbidez (%)
				valor L	valor a	valor b	
Ejemplo 23	w	M	0,68	90,3	-2,0	+1,8	3,9
Ejemplo 24	x	N	0,61	89,2	-2,4	+1,8	4,1
Ejemplo 25	y	O	0,64	91,4	-1,9	+1,7	4,0
Ejemplo 26	z	P	0,65	89,4	-2,1	+1,7	4,2
Ejemplo 27	aa	Q	0,73	89,9	-2,4	+1,3	4,0
Ejemplo 28	ab	Q	0,68	93,9	-2,4	+1,4	3,9
Ejemplo 29	ac	R	0,61	90,3	-1,9	+1,2	3,8
Ejemplo 30	ad	R	0,59	89,3	-2,0	+1,3	4,1
Ejemplo 31	ae	S	0,70	89,0	-2,1	+1,1	4,4
Ejemplo 32	af	S	0,61	91,9	-2,4	+1,2	4,1
Ejemplo 33	ag	T	0,62	90,9	-2,3	+1,1	4,2
Ejemplo 34	ah	T	0,67	90,5	-2,5	+1,1	3,9
Ejemplo 35	ai	U	0,60	92,3	-2,2	+1,3	3,9
Ejemplo 36	aj	U	0,61	89,8	-2,5	+1,4	3,7
Ejemplo 37	ak	V	0,73	90,7	-2,1	+1,2	4,0
Ejemplo 38	al	V	0,64	89,4	-2,4	+1,3	3,8
Ejemplo 39	am	W	0,67	90,5	-2,3	+1,5	4,1
Ejemplo 40	an	X	0,66	90,2	-2,5	+1,4	3,9
Ejemplo 41	ao	Y	0,67	89,5	-2,5	+1,1	3,9
Ejemplo 42	ap	Z	0,65	90,1	-2,2	+1,1	3,9
Ejemplo 43	aq	AA	0,61	89,7	-2,1	+1,7	4,2
Ejemplo 44	ar	AB	0,62	91,0	-2,5	+1,4	4,3

TABLA 3

	Poliéster	Catalizador de Policondensación	Viscosidad Intrínseca (dl/g)	Tonalidad			Valor de turbidez (%)
				valor L	valor a	valor b	
Comparativo 1	as	*1)	0,35	63,0	-2,9	+10,5	13,3
Comparativo 2	at	*1)	0,40	62,0	-2,4	+10,2	12,7
Comparativo 3	au	*2)	0,65	72,3	-2,7	+9,5	9,9
Comparativo 4	av	*2)	0,59	75,3	-3,1	+9,2	10,6
Comparativo 5	aw	*3)	0,34	60,0	-2,5	+10,7	13,1
Comparativo 6	ax	*4)	0,64	72,4	-2,6	+9,4	9,5

(Notas) \*1) Mezcla de ácido titánico e hidróxido de magnesio  
\*2) Mezcla de ácido titánico e hidrotalcita  
\*3) Mezcla de ácido titánico, compuesto de silicio e hidróxido de magnesio  
\*4) Mezcla de ácido titánico, compuesto de silicio e hidrotalcita

## REIVINDICACIONES

1. Un catalizador de policondensación para producir poliéster mediante una reacción de esterificación o una reacción de transesterificación entre un ácido dicarboxílico, o un derivado formador de éster del mismo, y un glicol, comprendiendo el catalizador de policondensación partículas de una base sólida que tienen sobre sus superficies una capa de recubrimiento de ácido titánico en una cantidad de 0,1 a 50 partes en peso, en términos de  $\text{TiO}_2$  por 100 partes en peso de la base sólida, y en el que la base sólida es hidróxido de magnesio o hidrotalcita.
2. Un catalizador de policondensación para producir poliéster mediante una reacción de esterificación o una reacción de transesterificación entre un ácido dicarboxílico, o un derivado formador de éster del mismo, y un glicol, comprendiendo el catalizador de policondensación partículas de una base sólida que tienen sobre sus superficies una capa de recubrimiento interna de un óxido de al menos un elemento seleccionado entre silicio, aluminio y zirconio, o de un óxido compuesto de al menos dos elementos seleccionados entre silicio, aluminio y zirconio, en una cantidad de 1 a 20 partes en peso por 100 partes en peso de la base sólida, y una capa de recubrimiento externa de ácido titánico en una cantidad de 0,1 a 50 partes en peso, en términos de  $\text{TiO}_2$  por 100 partes en peso de la base sólida, y en la que la base sólida es hidróxido de magnesio o hidrotalcita.
3. Un método para producir un catalizador de policondensación de acuerdo con la reivindicación 1, método que comprende añadir una solución acuosa de haluro de titanio y una solución acuosa alcalina a una suspensión acuosa de partículas de la base sólida a una temperatura de 25 a 40 °C de manera que el pH de la suspensión acuosa se haga de 5 a 12, de manera que se forma una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre las superficies de las partículas de la base sólida, secar las partículas de la base sólida con la capa de recubrimiento externa y pulverizar las partículas.
4. Un método para producir un catalizador de policondensación de acuerdo con la reivindicación 2, método que comprende, mientras se mantiene una suspensión acuosa de las partículas de la base sólida a una temperatura de 5 a 100 °C, añadir a la suspensión acuosa un silicato soluble en agua en una cantidad de 1 a 20 partes en peso, en términos de  $\text{SiO}_2$  por 100 partes en peso de la base sólida y/o un aluminato soluble en agua en una cantidad de 1 a 20 partes en peso, en términos de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  por 100 partes en peso de la base sólida y un ácido, para formar una capa de recubrimiento interna de un óxido de al menos un elemento seleccionado entre silicio y aluminio, o un óxido compuesto de silicio y aluminio, sobre la superficie de las partículas de la base sólida; añadir una solución acuosa de haluro de titanio y una solución acuosa alcalina a la suspensión acuosa resultante de las partículas de la base sólida a una temperatura de 25 a 40 °C, de manera que el pH de la suspensión acuosa se haga de 5 a 12, de manera que se forme una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la capa de recubrimiento interna; y secar y pulverizar las partículas de la base sólida con las capas de recubrimiento interna y externa.
5. Un método para producir un catalizador de policondensación de acuerdo con la reivindicación 2, método que comprende, mientras se mantiene una suspensión acuosa de las partículas de la base sólida a una temperatura de 5 a 100 °C, añadir a la suspensión acuosa una sal de zirconio soluble en agua en una cantidad de 1 a 20 partes en peso, en términos de  $\text{ZrO}_2$  por 100 partes en peso de la base sólida, y un álcali, para formar una capa de recubrimiento interna de un óxido de zirconio sobre las superficies de las partículas de la base sólida; añadir una solución acuosa del haluro de titanio y una solución acuosa alcalina a la suspensión acuosa resultante de las partículas de la base sólida a una temperatura de 25 a 40 °C, de manera que el pH de la suspensión acuosa se haga de 5 a 12, de manera que se forme una capa de recubrimiento externa del ácido titánico sobre la capa de recubrimiento interna; y secar y pulverizar las partículas de la base sólida con las capas de recubrimiento interna y externa.
6. Un método para producir un catalizador de policondensación de acuerdo con la reivindicación 2, método que comprende, mientras se mantiene una suspensión acuosa de las partículas de la base sólida a una temperatura de 5 a 100 °C, añadir a la suspensión acuosa una sal de zirconio soluble en agua en una cantidad de 1 a 20 partes en peso por 100 partes en peso de la base sólida y un silicato soluble en agua en una cantidad de 1 a 20 partes en peso, en términos de  $\text{SiO}_2$  por 100 partes en peso de la base sólida y/o aluminato acuoso en una cantidad de 1 a 20 partes en peso, en términos de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  por 100 partes en peso de la base sólida para formar una capa de recubrimiento interna de un óxido compuesto de zirconio y, al menos, un elemento seleccionado entre silicio y aluminio sobre las superficies de las partículas de la base sólida; añadir una solución acuosa de haluro de titanio y una solución acuosa alcalina a la suspensión acuosa resultante de las partículas de la base sólida a una temperatura de 25 a 40 °C, de manera que el pH de la suspensión acuosa sea de 5 a 12, de manera que se forme una capa de recubrimiento externa de ácido titánico sobre la capa de recubrimiento interna; y secar y pulverizar las partículas de la base sólida con las capas de recubrimiento interna y externa.
7. Un método de acuerdo con la reivindicación 3, en el que la suspensión acuosa de las partículas de la base sólida que tienen sobre sus superficies una capa de recubrimiento de ácido titánico, obtenida después de completarse la adición de una solución acuosa de haluro de titanio y una solución acuosa alcalina, se filtra, se lava con agua, se seca y después se pulveriza.

8. Un método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 4 a 6, en el que la suspensión acuosa de partículas de la base sólida que tienen capas de recubrimiento interna y externa, obtenida después de completarse la adición de una solución acuosa de haluro de titanio y una solución acuosa alcalina, se filtra, se lava con agua, se seca y después se pulveriza.
- 5
9. Un método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 3 a 8, en el que el haluro de titanio es tetracloruro de titanio.
10. Un método para producir un poliéster que comprende someter un ácido dicarboxílico, o un derivado formador de éster del mismo, y un glicol a una reacción de esterificación o una reacción de transesterificación en presencia del catalizador de policondensación de acuerdo con la reivindicación 1 o la reivindicación 2.
- 15
11. Un método para producir un poliéster que comprende preparar un oligómero que comprende bis(hidroxiálquil) éster de un ácido dicarboxílico aromático mediante una reacción de esterificación o una reacción de transesterificación del ácido dicarboxílico aromático, o un derivado formador de éster del mismo, y un alquilenglicol, y después policondensar en estado fundido el oligómero a un alto vacío, a una alta temperatura, en presencia del catalizador de policondensación de acuerdo con la reivindicación 1 o la reivindicación 2.