

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 391 587**

51 Int. Cl.:

B29B 9/16 (2006.01)

B29B 13/02 (2006.01)

B29B 13/06 (2006.01)

C08G 63/88 (2006.01)

C08G 64/40 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **07845615 .9**

96 Fecha de presentación: **05.12.2007**

97 Número de publicación de la solicitud: **2101972**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **23.09.2009**

54 Título: **Procedimiento para la producción de gránulos de policondensado cristalizados de manera homogénea**

30 Prioridad:
11.12.2006 DE 102006058642

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
28.11.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
28.11.2012

73 Titular/es:
**BÜHLER AG (100.0%)
BAHNHOFSTRASSE
9240 UZWIL, CH**

72 Inventor/es:
**EUSEBIO, FERNANDO;
CULBERT, BRENT ALLAN;
CHRISTEL, ANDREAS y
LOCKER, PETER**

74 Agente/Representante:
CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 391 587 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la producción de gránulos de policondensado cristalizados de manera homogénea

La invención se refiere a un procedimiento para la producción continua de un gránulo de policondensado parcialmente cristalino según el preámbulo de la reivindicación 1.

5 En el estado de la técnica se conocen procedimientos, que permiten a partir de policondensados cristalizables fundidos producir mediante enfriamiento, corte y tratamiento térmico gránulos parcialmente cristalinos. Habitualmente el policondensado se enfría hasta una temperatura por debajo de su temperatura de transición vítrea y se calienta de nuevo para la cristalización. Alternativamente, el enfriamiento también puede tener lugar hasta una temperatura de cristalización adecuada, con lo que puede conseguirse a continuación una cristalización sin aporte
10 de calor externo.

(Documento DE 103 49 016, Bruckmann; documento DE 10 2004 015 515, Otto *et al.*). Sin embargo, estos procedimientos tienen la desventaja de que no pueden cumplir los requisitos de una calidad de salida homogénea y que puede ajustarse de manera flexible, con respecto a la temperatura y al grado de cristalización. Además es desventajoso que en la región inicial de la zona de cristalización se formen a menudo aglomerados, que no se
15 disgregan completamente en cualquier caso.

Se consigue un mejor control de la temperatura cuando la cristalización de los gránulos aún calientes tiene lugar con una alimentación adicional de un gas de tratamiento en lecho turbulento, tal como se describe en los documentos US 3.544.525 (Balint *et al.*) o WO 01/12698 (Borer *et al.*). El control y la homogeneidad de la cristalización son además insuficientes.

20 El documento WO 01/12698 (Borer *et al.*) da a conocer un procedimiento según el preámbulo de la reivindicación 1 y propone además usar una combinación de lecho de chorro y lecho fluidizado, con lo que puede conseguirse un mejor control y homogeneidad de la cristalización. Sin embargo, existe la desventaja de que deben usarse grandes cantidades de gas de tratamiento, para poder transportar de manera turbulenta los gránulos de policondensado a lo largo de un tramo de tratamiento largo.

25 En el documento EP-A 0 379 684 se realiza la cristalización de poliésteres que tienden a una fuerte adhesión en un procedimiento continuo, económico, en condiciones de capa turbulenta, usándose dos lechos turbulentos conectados sucesivamente, a través de los que se guía el material de poliéster. Las capas turbulentas conectadas sucesivamente tienen diferentes características. Esto conduce sorprendentemente a un grado de cristalinidad uniforme, aunque siga habiendo un espectro de tiempo de residencia ampliado del material de poliéster en la
30 cámara de tratamiento.

Ante esto, el objetivo de la presente invención es poner a disposición un procedimiento, con el que puedan producirse gránulos de policondensado cristalizados de manera homogénea con temperatura controlada y sin formación de aglomerados de manera sencilla y energéticamente favorable.

35 El objetivo se soluciona según la reivindicación 1, produciendo una masa fundida de policondensado, conformándola en un medio de enfriamiento líquido para dar gránulos y enfriándola, tras lo cual se transportan los gránulos en el medio de enfriamiento líquido a un dispositivo de separación y se separan del medio de enfriamiento líquido. A continuación se tratan los gránulos en un dispositivo de cristalización con un espectro de tiempo de residencia estrecho a contracorriente con un gas de tratamiento, que hace fluir los gránulos por encima de su velocidad de fluidización.

40 Según una realización preferida el gas de tratamiento presenta una temperatura, que se encuentra por encima de la temperatura de gránulo media, de lo que resulta la ventaja de que pueden ajustarse los gránulos de policondensado a una temperatura de salida constante y definida.

45 Los policondensados adecuados comprenden policondensados termoplásticos cristalizables, tales como por ejemplo poliamidas, poliésteres, policarbonatos, polihidroxicanoatos, polilactidas o sus copolímeros, que se obtienen mediante una reacción de policondensación con la separación de un producto de reacción de bajo peso molecular. A este respecto, la policondensación puede tener lugar directamente entre los monómeros o a través de una etapa intermedia, que se sustituye a continuación por una transesterificación, pudiendo tener lugar la transesterificación a su vez con la separación de un producto de reacción de bajo peso molecular o mediante una polimerización de apertura de anillo. Esencialmente el policondensado así obtenido es lineal, pudiendo generarse una cantidad
50 reducida de ramificaciones.

En el caso de la poliamida se trata a este respecto de un polímero, que se obtiene mediante policondensación a partir de sus monómeros, o bien de un componente de diamina y un componente de ácido dicarboxílico o bien un

monómero bifuncional con un grupo terminal ácido carboxílico y uno amina.

5 En el caso del poliéster se trata en este sentido de un polímero, que se obtiene mediante policondensación a partir de sus monómeros, un componente de diol y un componente de ácido dicarboxílico. Se utilizan diferentes componentes de diol, en la mayoría de los casos lineales o cíclicos. También pueden utilizarse diferentes componentes de ácido dicarboxílico, en la mayoría de los casos aromáticos. En lugar del ácido dicarboxílico puede utilizarse también su éster dimetilico correspondiente.

Ejemplos típicos de los poliésteres son poli(tereftalato de etileno) (PET), poli(tereftalato de butileno) (PBT) y poli(naftalato de etileno) (PEN) que se utilizan o bien como homopolímero o bien como copolímeros.

10 El poli(tereftalato de etileno) se obtiene a partir de sus monómeros, un componente de diol y un componente de ácido dicarboxílico, estando constituidos los componentes de diol como monómero principal por etilenglicol (1,2 etanodiol) y los componentes de ácido dicarboxílico como monómero principal por ácido tereftálico. Como comonómeros se tienen en cuenta compuestos de diol y ácido carboxílico lineales, cíclicos o aromáticos adicionales. Comonómeros típicos son dietilenglicol (DEG), ácido isoftálico (IPA) o 1,4-bishidroximetil-ciclohexano (CHDM).

15 En el caso de los polihidroxicanoatos se trata de polímeros, que se obtienen mediante policondensación a partir de sus monómeros, con la fórmula general $\text{HO-CH(R)-(CH}_2\text{)}_n\text{-COOH}$, representando R habitualmente un hidrocarburo alifático con de 1 a 15 átomos de carbono y siendo n = de 1 a 10, habitualmente de 1 a 3. Un ejemplo típico es polihidroxibutirato con R = CH_3 y n = 1.

20 En el caso de las polilactidas (conocidas como *polylactic acid*, PLA) se trata de polímeros, que pueden obtenerse directamente con separación de agua a partir de ácido láctico o mediante polimerización de apertura de anillo a partir de sus dímeros (lactidas) cíclicos.

En el caso del policondensado puede tratarse de un material nuevo o de un material reciclado. Como material reciclado se designan los polímeros recuperados a partir de procedimientos de producción y procesamiento (postindustriales) o polímeros acumulados y recuperados tras su uso por parte del consumidor (postconsumidor).

25 Al polímero se le pueden añadir aditivos. Como aditivos son adecuados por ejemplo catalizadores, colorantes y pigmentos, bloqueadores de UV, adyuvantes de procesamiento, estabilizadores, modificadores de la resistencia al impacto, agentes de espumación de tipo químico y físico, cargas, agentes de nucleación, retardadores de la llama, plastificantes, partículas que mejoran las propiedades mecánicas o de barrera, cuerpos de refuerzo, tales como esferas o fibras, así como sustancias reactivas, tales como por ejemplo absorbedores de oxígeno, absorbedores de acetaldehído o sustancias que aumentan el peso molecular, etc.

30 La producción de una masa fundida de polímero tiene lugar por medio de aparatos o reactores conocidos en el estado de la técnica. Básicamente se tienen en cuenta reactores de polimerización, en los que se producen polímeros en fase líquida, tales como por ejemplo calderas con agitación, reactores de jaula o reactores de discos, o si no aparatos, en los que se funden polímeros producidos previamente, tales como por ejemplo prensas extrusoras o amasadoras. La producción de masa fundida de polímero puede tener lugar de manera continua o discontinua. Sin embargo, para el procesamiento adicional se prefieren procedimientos continuos.

35 En un dispositivo de salida, en particular una boquilla o placa de boquillas, se conforman a partir de la masa fundida de policondensado barras de policondensado individuales. Para la producción de gránulos a partir de las barras de policondensado pueden usarse las técnicas de granulación conocidas en el estado de la técnica, tales como granulación por extrusión, granulación por anillo hidráulico, granulación bajo el agua o granulación en cabezal (también granulación *hot face*). A este respecto las barras de policondensado que salen de los canales de masa fundida se solidifican y se separan en una pluralidad de gránulos individuales, pudiendo tener lugar la separación antes o después de la solidificación.

A pesar de usar el término "agua" en la denominación de las unidades de granulación, también pueden usarse otros medios líquidos.

45 La separación tiene lugar por ejemplo mediante una formación de gotas autónoma, mediante la utilización de un medio de cizalladura líquido o mediante una separación mecánica, en particular corte.

50 Mientras tiene lugar una formación de gotas autónoma o forzada mediante un medio de cizalladura en la salida de boquilla, puede tener lugar un corte tanto directamente en la salida de boquilla como no hasta después de haber pasado por un tramo de tratamiento. La solidificación de la masa fundida de policondensado tiene lugar mediante enfriamiento con ayuda de uno o varios fluidos de enfriamiento, pudiendo tratarse de medios de enfriamiento gaseosos (por ejemplo aire, nitrógeno o CO_2) o líquidos (por ejemplo agua o etilenglicol) o una combinación de los mismos. Según la invención se usa al menos un medio de enfriamiento líquido. El policondensado, en particular

como barras de policondensado o como gotas, puede atravesar por ejemplo antes de la entrada en el medio de enfriamiento líquido un tramo, que contiene un gas de procedimiento, en particular aire o agua nebulizada.

El tamaño de gránulo medio debe encontrarse entre 0,1 mm y 10 mm, preferiblemente entre 0,5 mm y 3 mm y en particular entre 0,85 mm y 2,5 mm.

- 5 Los gránulos deben presentar preferiblemente una forma de gránulo definida, tal como por ejemplo cilíndrica, esférica, de gota, similar a una esfera o una forma de diseño, tal como se propone por ejemplo en el documento EP 0 541 674 (Yau).

10 El enfriamiento de los gránulos de policondensado puede tener lugar hasta una temperatura promedio, que se encuentra por debajo del intervalo de temperatura de cristalización del policondensado. Sin embargo, el enfriamiento de los gránulos de policondensado tiene lugar preferiblemente hasta una temperatura promedio, que se encuentra dentro del intervalo de temperatura de cristalización del policondensado. Para ello es posible aumentar la temperatura del medio de enfriamiento y/o elegir el tiempo de residencia en el medio de enfriamiento correspondientemente corto. Al mismo tiempo con el enfriamiento, los gránulos de policondensado pueden transportarse a una etapa de procedimiento adicional.

15 El intervalo de temperatura de cristalización adecuado resulta evidente cuando se representa el tiempo de semicristalización ($t_{1/2}$) como una función de la temperatura. Está limitado por arriba y por debajo por la temperatura a la que el tiempo de semicristalización alcanza aproximadamente 10 veces el tiempo de semicristalización mínimo. Puesto que los tiempos de semicristalización ($t_{1/2}$) muy cortos sólo pueden determinarse difícilmente, se utiliza como valor mínimo $t_{1/2} = 1$ minuto. En el caso del poli(tereftalato de etileno) el intervalo de temperatura se encuentra entre
20 110 y 220°C.

El tiempo de semicristalización se determina para ello por medio de cristalización isotérmica en CDB, correspondiente $t_{1/2}$ al tiempo necesario a la temperatura dada tras el tiempo de inducción para alcanzar el 50% de la cristalinidad que puede conseguirse.

25 Tras el enfriamiento se separa el medio de enfriamiento de los gránulos. Opcionalmente tiene lugar un tratamiento adicional (acondicionamiento) de los gránulos en un medio líquido, para lo que puede usarse directamente el medio de enfriamiento u otro líquido.

30 La separación de los gránulos de un medio de enfriamiento líquido tiene lugar por medio de dispositivos de separación conocidos en el estado de la técnica. A este respecto puede tratarse únicamente de dispositivos de separación pasivos, tales como por ejemplo rejillas o tamices, a través de los que puede pasar el medio de enfriamiento, pero no el gránulo. Sin embargo, habitualmente se usan dispositivos de separación activos al menos para una parte de la separación, teniendo lugar la separación por ejemplo debido a una circulación de gas, una fuerza centrífuga o un choque. Tales dispositivos se conocen por ejemplo como dispositivos de aspiración, secadores por choque o secadores centrífugos. También puede tener lugar una parte de la separación por medio de una corriente de gas insaturado, opcionalmente calentado, mediante la evaporación del medio de enfriamiento.

35 Tras la separación de los gránulos de policondensado del medio de enfriamiento líquido puede tener lugar una transferencia directa a la cámara de tratamiento siguiente para la cristalización. Sin embargo, opcionalmente los gránulos de policondensado pueden guiarse también a través de un tramo de transporte, debiendo garantizarse un movimiento relativo constante entre los gránulos individuales. El movimiento relativo puede conseguirse por ejemplo mediante una velocidad de flujo elevada en un conducto tubular (superior a 0,3 m/min., en particular superior a
40 1 m/min.), mediante una circulación con un gas de transporte, mediante movimiento mecánico, por ejemplo por medio de un mecanismo de agitación o husillo de transporte, o mediante la generación de una oscilación o vibración.

45 Según la invención, los gránulos de policondensado atraviesan la cámara de tratamiento para la cristalización esencialmente de arriba abajo, mientras que un gas de tratamiento atraviesa la cámara de tratamiento de abajo arriba. El gas de tratamiento presenta para ello una velocidad de tubo vacío, que se encuentra por encima del punto de fluidización de los gránulos de policondensado en la cámara de tratamiento.

Los gránulos de policondensado atraviesan la cámara de tratamiento con un espectro de tiempo de residencia estrecho.

50 Para garantizar en las condiciones dadas un espectro de tiempo de residencia estrecho, debe evitarse al menos en partes de la cámara de tratamiento una fuerte turbulencia. Esto puede conseguirse evitando una formación de burbujas en la cámara de tratamiento mediante la utilización de capas de elementos deflectores, tal como se propone en la solicitud de Bühler AG "Vorrichtung und Verfahren zur thermischen Behandlung von Schüttgutmaterialien" (presentada el 8/12/2006), o ajustándose con una velocidad de sedimentación al mismo tiempo elevada de los gránulos de policondensado la velocidad de gas del gas de tratamiento sólo ligeramente por

encima del punto de fluidización de los gránulos de policondensado.

5 La cámara de tratamiento para la cristalización está rodeada por una carcasa. La sección transversal horizontal de la cámara de tratamiento puede presentar una forma cualquiera, pero es preferiblemente redonda o rectangular. La cámara de tratamiento está dispuesta esencialmente en vertical, de modo que el gránulo pueda atravesar el dispositivo de arriba abajo. A este respecto es importante que pueda alcanzarse un flujo de producto uniforme. La cámara de tratamiento está delimitada lateralmente por una camisa. La pared de camisa puede estar compuesta a este respecto por segmentos cilíndricos, cónicos o por una combinación de segmentos cónicos y cilíndricos, con lo que puede influirse en la distribución de velocidad de gas a través de la altura del dispositivo. Un ensanchamiento en la zona de cubierta permite a este respecto una reducción de la velocidad de gas, lo que impide la descarga de gránulo.

10 Un estrechamiento en la zona de cubierta permite un aumento de la velocidad de gas, lo que conduce a una turbulencia más intensa, con lo que pueden impedirse adhesiones eventuales.

15 Una realización especial prevé una camisa de carcasa con al menos aproximadamente simetría de rotación, lo que da como resultado ventajas desde el punto de vista de la técnica de fabricación, así como ventajas para un flujo de producto regular.

En el interior de la cámara de tratamiento puede estar dispuesto un cuerpo de desplazamiento, que no atraviesa el gránulo y por consiguiente reduce la cámara de tratamiento. Tales cuerpos de desplazamiento pueden utilizarse por ejemplo para hacer pasar gas de tratamiento, para adaptar la superficie de sección transversal libre o para mejorar el flujo de gránulo.

20 Al menos una abertura de llenado desemboca en la región de cubierta de la cámara de tratamiento y posibilita la introducción del gránulo que va a tratarse en la cámara de tratamiento. En el caso de la abertura de llenado puede tratarse por ejemplo de una abertura en la carcasa o de la salida de un tubo, que se guía al interior de la carcasa. La abertura de llenado puede estar dividida en varios segmentos, lo que permite una distribución de los gránulos en la cámara de tratamiento.

25 Al menos una abertura de descarga desemboca en la parte inferior de la cámara de tratamiento, mediante la que puede descargarse gránulo tratado fuera de la cámara de tratamiento. En el caso de la abertura de descarga puede tratarse por ejemplo de una abertura en la carcasa o de la entrada en un tubo, que se guía fuera de la carcasa. Habitualmente se alimenta el gránulo a través de una región cónica de la abertura de descarga. El ángulo del cono de salida asciende, con respecto a la horizontal, preferiblemente a 50 - 80°, cuando el gránulo no se fluidiza ni se hace vibrar en el cono de descarga, y a 15 - 60°, en particular a 30 - 50°, cuando el gránulo se fluidiza o se hace vibrar en el cono de descarga.

30 Alternativamente el gránulo también puede alimentarse por medio de un dispositivo de descarga mecánico, tal como por ejemplo un husillo, a la abertura de descarga. Por debajo de la abertura de descarga puede encontrarse un elemento de bloqueo, tal como por ejemplo una esclusa de rueda celular, un rodillo de descarga dispuesto horizontalmente o una compuerta automática, con cuya ayuda se regula el flujo de salida de gránulo fuera de la cámara de tratamiento. Como magnitud de regulación puede servir a este respecto por ejemplo la altura de llenado del gránulo en la cámara de tratamiento o el peso de los gránulos en el dispositivo.

35 En la región de fondo de la cámara de tratamiento se encuentra al menos una unidad de alimentación para un gas de tratamiento. La unidad de alimentación presenta al menos una abertura de entrada, a través de la que fluye el gas de tratamiento al interior de la cámara de tratamiento.

40 La unidad de alimentación para un gas de tratamiento puede comprender dispositivos, tal como por ejemplo series de coberturas o conos abiertos hacia abajo así como conductos o chapas con perforaciones de salida, siempre que tenga lugar una distribución suficientemente uniforme del gas de tratamiento. Una realización especial prevé que la cámara de tratamiento esté delimitada hacia abajo por una unidad de cierre al menos parcialmente permeable a los gases, en particular una chapa perforada con una pluralidad de aberturas de entrada, que puede atravesarse por el gas de tratamiento al menos en algunas partes, pero no por los gránulos. Para ello las aberturas son más pequeñas que el diámetro de los gránulos. La superficie de paso presenta preferiblemente entre el 1% y el 30%. Se prefieren aberturas de entre el 20 y el 90%, en particular entre el 30 y el 80% del diámetro de los gránulos. El número, el tamaño y la disposición de las aberturas pueden ser a este respecto uniformes o no uniformes. La unidad de cierre está dispuesta de manera cónica u horizontal.

45 Por debajo de la unidad de cierre puede encontrarse una cámara de distribución, a través de la que se guía el gas de tratamiento hacia el dispositivo de cierre. En esta cámara de distribución desemboca al menos una abertura de alimentación para gas de tratamiento. Además pueden estar dispuestos dispositivos para la distribución del gas de tratamiento, tales como deflectores, válvulas o trampillas, así como también canales separados para la alimentación

individual de gas de tratamiento.

5 Alternativamente la cámara de tratamiento puede estar delimitada hacia abajo por una unidad de cierre no permeable a los gases. En este caso puede tratarse para la al menos una unidad de alimentación para un gas de tratamiento, de una abertura en la carcasa, de la salida de un tubo o varios tubos, que se guían al interior de la carcasa, o de una cobertura individual o una serie de coberturas, que o bien están dotadas de orificios o bien están abiertas hacia abajo. A este respecto puede usarse un cuerpo de desplazamiento eventual para la alimentación de gas.

10 Una realización especial de la presente invención prevé que además de la al menos una unidad de alimentación para gas de tratamiento en la región de fondo de la cámara de tratamiento al menos una unidad de alimentación para gas de tratamiento adicional desemboque en la cámara de tratamiento, con lo que puede conseguirse un aporte de calor de varias etapas, así como un perfil de velocidad de gas de varias etapas.

15 En la región de cubierta de la cámara de tratamiento se encuentra al menos una unidad de evacuación para el gas de tratamiento. En el caso de la unidad de evacuación puede tratarse por ejemplo de una abertura en la carcasa o de la entrada en un tubo, que se guía fuera de la carcasa. La unidad de evacuación puede encontrarse a este respecto en la camisa o la cubierta de la cámara de tratamiento.

20 En o por debajo de la unidad de evacuación pueden encontrarse dispositivos, de permiten el paso del gas de tratamiento, pero impiden el paso de los gránulos. Esto puede tener lugar por ejemplo mediante un canal de flujo curvado o articulado o con ayuda de elementos de construcción de desvío, tal como por ejemplo un separador en zigzag. Entre la unidad de evacuación y la unidad de alimentación para el gas de tratamiento puede haber un circuito cerrado o parcialmente cerrado.

25 Preferiblemente el gas de tratamiento se guía al interior de la cámara de tratamiento con una temperatura, que se encuentra por encima de la temperatura de gránulo media de los gránulos de policondensado en la entrada en la cámara de tratamiento. Para ello el gas de tratamiento se hace circular al menos parcialmente, alimentándose y evacuándose en cada caso una cantidad reducida de gas de intercambio. En el circuito pueden encontrarse además unidades, tales como por ejemplo unidades de compresión (por ejemplo ventiladores, sopladores o compresores), intercambiadores de calor o unidades de depuración (por ejemplo filtros, ciclones, lavadores o unidades de combustión catalítica). Puesto que una gran parte de la energía de compactación se transmite como calor a la corriente de gas, la temperatura de gas de tratamiento aumentada puede mantenerse también con poca potencia de calentamiento adicional. Sin embargo, si varía la temperatura de entrada de los gránulos de policondensado, entonces esto puede compensarse por medio de la potencia de calentamiento adicional.

30

35 Una velocidad de sedimentación elevada de los gránulos de policondensado en la cámara de tratamiento impide la formación de un canal, a través del que grandes cantidades de gas de tratamiento con sólo un intercambio de calor reducido entre el gas y el gránulo pueden atravesar el volumen de gránulos. Velocidades de sedimentación suficientes son superiores a 0,05 m/min., en particular superiores a 0,15 m/min. Habitualmente la velocidad de sedimentación debe permanecer por debajo de 5 m/min., en particular por debajo de 2 m/min., puesto que si no resultan tiempos de tratamiento muy reducidos o cámaras de tratamiento muy altas.

40 Un espectro de tiempo de residencia suficientemente estrecho existe entonces cuando un espectro de tiempo de residencia presenta una característica inicial, que es mejor que aquélla de una cascada de calderas con agitación de tres o más, en particular cuatro o más, calderas con agitación. La característica inicial describe a este respecto el espectro desde el momento cero hasta el tiempo de residencia medio. Con ello se garantiza que al menos el 95%, en particular al menos el 97%, del gránulo de policondensado en la cámara de tratamiento presenten un tiempo de residencia mínimo superior al 20% del tiempo de residencia medio.

45 El tiempo de residencia medio resulta del caudal de gránulos y del volumen de la cámara de tratamiento. El mínimo del tiempo de residencia medio se alcanza cuando en el procedimiento se produce formación de aglomerados. El máximo del tiempo de residencia medio resulta de una altura máxima admisible de la cámara de tratamiento, estando ésta dada por la alimentación del gas de tratamiento. Son convenientes tiempos de residencia medios de desde 0,2 hasta 60 minutos, siendo suficientes por ejemplo para el tratamiento de poli(tereftalato de etileno) con un contenido en comonomeros inferior al 6% en moles tiempos de residencia medios de 1 -15 minutos, en particular de 2 a 8 minutos.

50 Como punto de fluidización se denomina la velocidad de flujo, a la que el volumen se encuentra en el estado más suelto. La determinación del punto de fluidización a partir de una medición de una evolución de la pérdida de presión se expone en VDI Wärmeatlas 5ª edición 1988, en el capítulo Lf, imagen 4. Un cálculo aproximado puede extraerse de "Wärme und Stoffübertragung in der Wirbelschicht; H. Martin; Chem. Ing. Tech 52 (1980) n.º 3, págs. 199 - 209". Para la porosidad (P) se emplea un cálculo de la geometría de partículas, siendo aplicable

$$P = (1/14/Os)^{1/3} \text{ y}$$

O_s = superficie de la esfera de igual volumen / superficie de partícula.

Para partículas a granel no esféricas puede utilizarse el diámetro de la esfera de igual volumen.

5 Alternativamente puede calcularse la porosidad también a partir del peso a granel en el punto de fluidización y de la densidad de producto $P = 1 - \text{densidad a granel/densidad de producto}$.

Si se producen fuertes desviaciones de los valores de porosidad según los dos tipos de cálculo, entonces debe realizarse en cualquier caso una medición.

En el caso de los gránulos con un diámetro medio de desde 1,4 hasta 5 mm y una temperatura de entre 0°C y 300°C se alcanza el punto de fluidización a una velocidad de tubo vacío de aproximadamente 0,6 a 2 m/s.

10 El diámetro de gránulo medio corresponde a este respecto al diámetro promedio de las esferas de igual volumen de los gránulos.

La velocidad de tubo vacío corresponde a este respecto a la velocidad de gas en la cámara de tratamiento sin llenar y se calcula a partir de la cantidad de gas por tiempo dividido entre la sección transversal de la cámara de tratamiento.

15 Ventajas, características y posibilidades de aplicación de la invención resultan de la descripción que sigue ahora de dos formas de realización de la invención mediante el dibujo, en el que:

la figura 1 muestra una primera realización de la presente invención; y

la figura 2 muestra una segunda realización de la presente invención.

20 La figura 1 muestra una realización de la presente invención, descargándose material de policondensado por medio de una bomba (2) de masa fundida y opcionalmente un filtro de masa fundida (no mostrado) de un reactor (1) de masa fundida y presionándose a través de una boquilla (3) en forma de barra. Las barras de policondensado se enfrían en un dispositivo (8) de enfriamiento y se cortan por medio de un granulador (4) en gránulos. Tras el granulador (4) los gránulos atraviesan un tramo (5) de transporte hasta un secador (6) de gránulos. En el conducto (5b) de transporte pueden estar dispuestos opcionalmente una bomba (5a), piezas de ramificación, tales como
25 bifurcaciones tubulares cerrables, separadores de aglomerado o dispositivos de dosificación para medios de enfriamiento y/o transporte alternativos. El medio de enfriamiento separado se transporta a un sistema (9) de circulación, que está compuesto en este caso por conductos (9a) tubulares, al menos un tanque (9b), al menos un intercambiador (9c) de calor y al menos una bomba (9d), con lo que se garantiza un impacto dirigido del medio de enfriamiento atemperado sobre las barras de policondensado.

30 Tras la separación del medio de enfriamiento, los gránulos llegan a través de un tramo (7) de transporte adicional y la abertura de llenado para gránulos (13) en la región (18) de cubierta a la cámara (12) de tratamiento. Allí se trata el gránulo a contracorriente con un gas de tratamiento, llegando el gas de tratamiento a través de una abertura (19) de alimentación a una cámara (20) de distribución y guiándose mediante una unidad (15) de alimentación para gas de tratamiento, en este caso una chapa perforada, a la región (16) de fondo de la cámara (12) de tratamiento y
35 guiándose en la región (18) de cubierta mediante una unidad (17) de evacuación para gas de tratamiento de nuevo fuera de la cámara (12) de tratamiento.

Mediante el ajuste de la cantidad de gas por encima del punto de fluidización del volumen de gránulos, el gránulo atraviesa la cámara (12) de tratamiento esencialmente en un flujo en pistón como lecho fijo suelto y abandona la cámara (12) de tratamiento a través de la abertura (14) de descarga, regulándose la cantidad de descarga mediante
40 un dispositivo de cierre (no mostrado), tal como una esclusa de rueda celular o una compuerta neumática.

La figura 2 muestra una realización adicional de la presente invención, sin embargo con la diferencia de que se usa una granulación bajo el agua y no una granulación por extrusión, cortándose las barras de policondensado directamente en la salida de boquilla por medio de un dispositivo (4) de corte bajo el agua. Como diferencias
45 adicionales se representan dos aberturas de llenado para gránulos (13) en la cámara (12) de tratamiento. La alimentación de tratamiento tiene lugar por un lado a través de una abertura (19) de alimentación a una unidad (15) de alimentación para gas de tratamiento, en este caso una pluralidad de canales de admisión, a la región (16) de fondo de la cámara de tratamiento. Por otro lado la alimentación de tratamiento tiene lugar a través de una abertura (21) de alimentación adicional a una unidad (22) de alimentación para gas de tratamiento adicional, en este caso un cono invertido, abierto hacia abajo, en una región por encima de la región (16) de fondo de la cámara (12) de
50 tratamiento.

De este modo la cámara (12) de tratamiento se divide en dos zonas, encontrándose la cantidad de gas en ambas regiones por encima del punto de fluidización del volumen de gránulos. Sin embargo, en la región superior se genera una turbulencia intensa y un nuevo mezclado, lo que conduce a una rápida unificación de la temperatura entre el gránulo y el gas de tratamiento. En la región inferior existe de nuevo entonces una zona de tratamiento con un espectro de tiempo de residencia estrecho.

Las ventajas del procedimiento según la invención se ilustran en un caso de aplicación a modo de ejemplo, encontrándose el tiempo de residencia para la producción de gránulos homogéneos, libre de aglomerados, por debajo del de procedimientos convencionales.

Ejemplo 1

Se procesó un copolímero de poli(tereftalato de etileno) con modificación de IPA al 2% en moles y un valor de VI de 0,6 dl/g en una construcción de ensayo según la figura 2, teniendo lugar la producción de masa fundida en una extrusora de doble árbol y no utilizándose ninguna bomba (5a). El caudal ascendía a 200 kg/h, la temperatura de masa fundida en la salida de boquilla se encontraba a 290°C. Mediante granulación bajo el agua tuvo lugar una granulación para dar un peso de gránulos de 18 mg. Como medio de enfriamiento líquido se usó agua a 90°C. En la entrada en la cámara de tratamiento la temperatura de gránulo media ascendía a aproximadamente 140°C. La cámara de tratamiento estaba dividida mediante los dos dispositivos de entrada de gas en dos zonas, alimentándose en la zona inferior aire con 170°C, de modo que resultó una velocidad de gas (velocidad de tubo vacío) de aproximadamente 1 m/s, y alimentándose en la zona superior aire adicional con 180°C, de modo que resultó una velocidad de gas de aproximadamente 2 m/s. En la zona superior resultaba una turbulencia intensa por encima de una altura de lecho de 30 cm con un tiempo de residencia de aproximadamente 2 minutos. En la zona inferior resultaba un lecho fijo en movimiento con 90 mm/min. de velocidad de sedimentación por encima de una altura de lecho de 100 cm con un tiempo de residencia de aproximadamente 9 minutos. Mediante la adición de gránulos de PET de color resultó un espectro de tiempo de residencia de desde 4 hasta 25 minutos, no saliendo ningún gránulo con menos de 4 minutos de tiempo de residencia. La temperatura de salida de los gránulos ascendía a 175°C. Los gránulos eran completamente blancos sin presentar un porcentaje de gránulos (claros) amorfos. El calor de fusión por CDB ascendía a 41,8 J/g, lo que corresponde a un 36% de cristalinidad. No se formaba ningún grumo ni aglomerado.

Números de referencia

- 1 reactor
- 2 dispositivo de transporte para masa fundida de policondensado
- 3 boquilla
- 4 dispositivo de corte (granulador)
- 5 dispositivo de transporte para el transporte de los gránulos de policondensado en un medio de enfriamiento líquido
- 6 dispositivo de separación para la separación de los gránulos de policondensado del medio de enfriamiento líquido
- 7 dispositivo de transporte para gránulo de policondensado
- 8 dispositivo de enfriamiento para enfriar las barras de policondensado
- 9 sistema de recirculación para medio de enfriamiento líquido
- 11 camisa de carcasa
- 12 cámara de tratamiento
- 13 abertura de llenado para gránulo
- 14 abertura de descarga para gránulo
- 15 unidad de alimentación para gas de tratamiento
- 16 región de fondo de la cámara de tratamiento

17 unidad de evacuación para gas de tratamiento

18 región de cubierta de la cámara de tratamiento

19 abertura de alimentación para gas de tratamiento

20 cámara de distribución para la admisión de gas

5 21 abertura de alimentación adicional

22 unidad de alimentación para gas de tratamiento adicional

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la producción continua de un gránulo de policondensado parcialmente cristalino, que presenta las siguientes etapas:

5 - producir una masa fundida de policondensado;

- formar gránulos de policondensado y solidificar la masa fundida de policondensado en un medio de enfriamiento líquido, pudiendo tener lugar la formación de los gránulos antes o después de la solidificación;

10 - separar los gránulos del medio de enfriamiento líquido, en cuanto haya tenido lugar el enfriamiento de los gránulos de policondensado hasta una temperatura promedio, que se encuentra dentro del intervalo de temperatura de cristalización del policondensado;

- cristalizar los gránulos en una cámara de tratamiento, guiándose en la cámara de tratamiento el gas de tratamiento a contracorriente con respecto a los gránulos de policondensado,

caracterizado porque

15 la velocidad de flujo del gas de tratamiento se encuentra por encima del punto de fluidización del gránulo de policondensado, el gránulo de policondensado en la cámara de tratamiento presenta un espectro de tiempo de residencia estrecho y porque al menos el 95% del gránulo de policondensado en la cámara de tratamiento presenta un tiempo de residencia mínimo superior al 20% del tiempo de residencia medio.

20 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se alimenta gas de tratamiento con una temperatura, que se encuentra por encima de la temperatura de entrada media de los gránulos de policondensado en la cámara de tratamiento.

3. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el medio de enfriamiento líquido puede hacerse circular al menos parcialmente y calentarse.

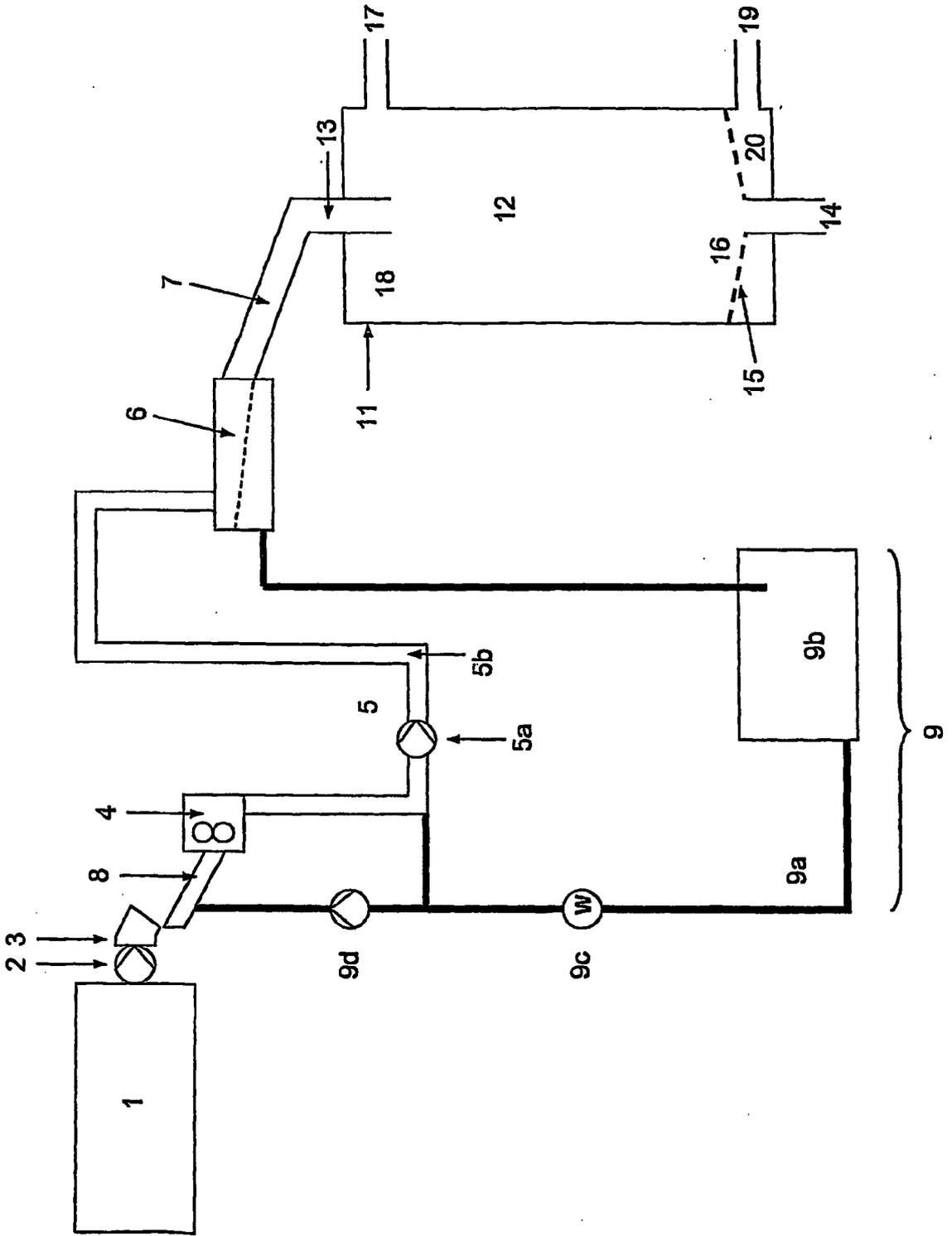
4. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque en el caso del policondensado se trata de poliamida, policarbonato, polihidroxialcanoato, polilactida o poliéster y sus copolímeros y/o sus mezclas.

25 5. Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque en el caso del poliéster se trata de poli(tereftalato de etileno) (PET), poli(tereftalato de butileno) (PBT) o poli(naftalato de etileno) (PEN).

6. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la velocidad de sedimentación de los gránulos de policondensado en la cámara de tratamiento es superior a 0,05 m/min.

30 7. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la velocidad de sedimentación de los gránulos de policondensado en la cámara de tratamiento es superior a 0,15 m/min.

Fig. 1



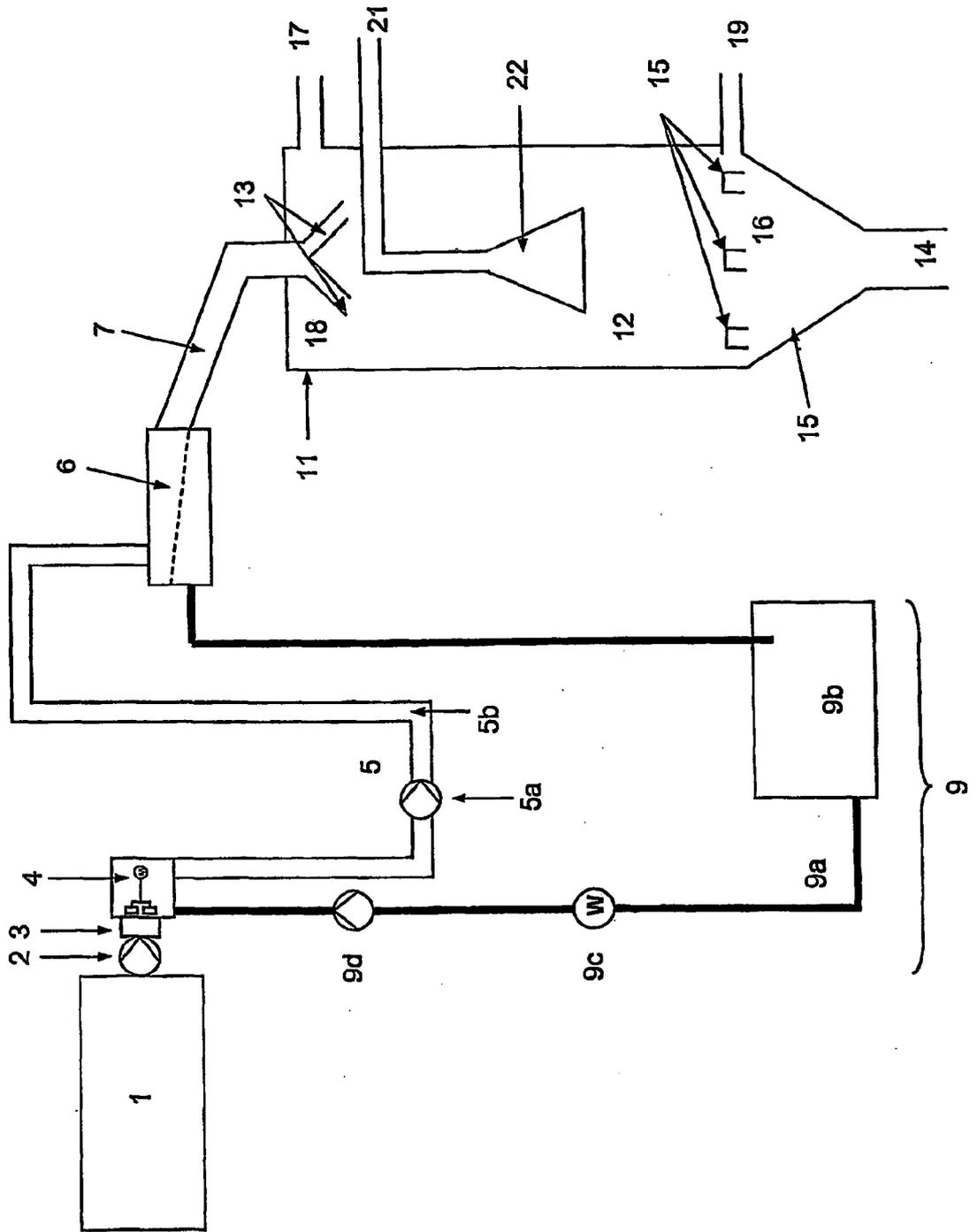


Fig. 2