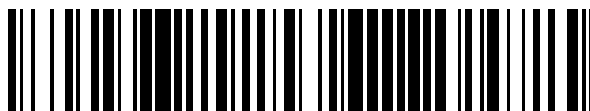


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 420 687**

51 Int. Cl.:

C08G 63/85 (2006.01)

C08G 63/12 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.08.2008 E 08792581 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.06.2013 EP 2184309**

54 Título: **Proceso para producir un catalizador de policondensación para producir poliéster**

30 Prioridad:

20.08.2007 JP 2007214204

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

26.08.2013

73 Titular/es:

**SAKAI CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD. (100.0%)
5-2, Ebisujima-cho, Sakai-ku
Sakai, Osaka 590-8502, JP**

72 Inventor/es:

**SHIMIZU, HIROMITSU;
TABATA, KEIICHI y
KAMON, AKIHIRO**

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 420 687 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

Proceso para producir un catalizador de policondensación para producir poliéster

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere a métodos para producir catalizadores de policondensación para producir poliéster.

10 **Técnica anterior**

Los poliésteres tipificados por medio de poli(tereftalato de etileno), poli(tereftalato de butileno) y poli(naftalato de etileno) destacan en propiedades mecánicas y propiedades químicas y se usan en una amplia variedad de campos incluyendo fibras para prendas de ropa y materiales industriales, películas o láminas para materiales de envasado o cintas magnéticas, botellas, que son artículos moldeados huecos, carcasas de aparatos eléctricos o electrónicos, y otros tipos de artículos moldeados o componentes.

Determinados poliésteres representativos, concretamente, los poliésteres formados por componentes de ácido dicarboxílico aromático y los componentes de alquilenglicol como componentes principales, tales como poli(tereftalato de etileno), se producen en primer lugar preparando bis-(2-hidroxietil)tereftalato (BHET) y un oligómero que contiene el mismo por medio de una reacción de esterificación entre ácido tereftálico y etilen glicol o transesterificación de tereftalato de dimetilo y etilen glicol, y posteriormente sometidos a policondensación en masa fundida a vacío a temperaturas elevadas en presencia de un catalizador de policondensación.

Como dicho catalizador de policondensación para producir poliéster, hasta la fecha se ha usado ampliamente trióxido de antimonio como se divulga en el documento JP9-291141 A. El trióxido de antimonio es un catalizador que no es caro y es de excelente actividad catalítica, sin embargo, tiene algunos problemas. Por ejemplo, se forma metal de antimonio al tiempo que se usa en la policondensación, provocando el oscurecimiento del poliéster resultante, o el poliéster resultante se contamina con sustancias extrañas. Además, el trióxido de antimonio es por sí mismo venenoso. En los últimos años, por tanto, se ha esperado el desarrollo de catalizadores libres de antimonio.

Por ejemplo, se conoce un catalizador formado por un compuesto de germanio como catalizador que tiene una excelente actividad catalítica y que puede proporcionar un poliéster excelente en cuanto a color y estabilidad térmica. No obstante, este catalizador es problemático debido a que es muy caro y debido a que el contenido de catalizador en el sistema de reacción cambia con el tiempo y se hace difícil controlar la polimerización, ya que el catalizador se destila fácilmente a partir del sistema de reacción durante la polimerización.

Por otra parte, tal y como se divulga en el documento JP-46-3395 B, se sabe que los compuestos de titanio tales como titanato de glicol se pueden usar como catalizador de policondensación para producir poliéster por medio de transesterificación de tereftalato de dimetilo y etilen glicol. Además, tal y como se divulga en el documento JP49-57092 B, por ejemplo, se conocen los catalizadores de policondensación que comprenden tetralcoxi titanato. No obstante, tienen problemas de que el poliéster resultante es susceptible de ser coloreado debido a la degradación térmica durante su moldeo en masa fundida.

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

No obstante, de acuerdo con los métodos anteriormente mencionados para producir catalizadores de policondensación, los catalizadores se obtienen por medio de etapas que comprenden secado y machacado, y como resultado de ello, el catalizador no contiene partículas poco agregadas. Dichos catalizadores son pobres en cuanto a dispersabilidad en un sistema de reacción de manera que existe tendencia al fallo en cuanto al hecho de exhibir el citado rendimiento de catalizador que originalmente poseen, y el poliéster resultante es susceptible de ser coloreado debido a la degradación térmica durante el proceso de moldeo en masa fundida. Existe también tendencia a que el poliéster resultante sea pobre en cuanto a transparencia.

60 **Divulgación de la invención**

Problemas a resolver por medio de la invención

Los presentes inventores han desarrollado una intensa investigación con el fin de solucionar los problemas anteriormente mencionados presentes en los catalizadores convencionales de policondensación para producir poliéster. Como resultado de ello, han alcanzado la presente invención encontrando que cuando se forma la capa de revestimiento de ácido titánico sobre la superficie de las partículas de una base sólida por medio de hidrólisis de un

compuesto orgánico de titanio en un disolvente orgánico, preferentemente al menos uno seleccionado entre el grupo que consiste en alcoholes monohídricos y alcoholes dihidricos alifáticos, en los cuales se han dispersado las partículas de una base sólida, para formar de este modo una capa de revestimiento de ácido titánico sobre la superficie de las partículas de una base sólida, y se usa dicho producto como catalizador de policondensación para producir poliéster, se controla la descomposición del poliéster durante la producción de poliéster y se forma un poliéster de alto peso molecular a una elevada actividad de polimerización por unidad de peso del elemento de metal (titanio) que constituye el catalizador, y el poliéster resultante apenas sufre coloración debida a la degradación térmica durante el moldeo en masa fundida.

Por tanto, es un objeto de la invención proporcionar un método para producir un catalizador de policondensación para producir poliéster que exhiba elevada actividad catalítica y proporcionar un poliéster con excelente tono de color y transparencia, incluso en ausencia de antimonio.

Medio para solucionar los problemas

La invención proporciona un método para producir un catalizador para producir poliéster por medio de reacción de esterificación o reacción de transesterificación entre un ácido dicarboxílico o uno de sus derivados formador de éster y un glicol, comprendiendo el método hidrolizar un compuesto orgánico de titanio en un disolvente orgánico donde se dispersan las partículas de una base sólida para, de este modo, formar una capa de revestimiento de ácido titánico sobre la superficie de las partículas de una base sólida. Este método es denominado en lo sucesivo primer método de la invención.

La invención además proporciona un método para producir un catalizador para producir poliéster por medio de reacción de esterificación o reacción de transesterificación entre un ácido dicarboxílico o uno de sus derivados formador de éster y un glicol, comprendiendo el método hidrolizar un compuesto orgánico de silicio y/o un compuesto orgánico de aluminio y/o un compuesto orgánico de circonio en un disolvente orgánico donde se dispersan las partículas de una base sólida para formar una capa interna de revestimiento bien de un óxido de al menos un elemento seleccionado entre silicio, aluminio y circonio o de un óxido compuesto de al menos dos elementos seleccionados entre silicio, aluminio y circonio sobre la superficie de las partículas de una base sólida, y posteriormente hidrolizar un compuesto orgánico de titanio en el disolvente orgánico donde se dispersan las partículas de una base sólida que tiene una capa interna de revestimiento sobre las mismas, para formar de este modo una capa externa de revestimiento de ácido titánico sobre la capa interna de revestimiento de las partículas de una base sólida. Este método es denominado en lo sucesivo segundo método de la invención.

De acuerdo con la invención, preferentemente la base sólida es hidróxido de magnesio o hidrotalcita. Más de acuerdo con la invención, preferentemente el disolvente orgánico es al menos uno seleccionado entre el grupo que consiste en alcoholes alifáticos monohídricos y alcoholes alifáticos dihidricos, y del modo más preferido el disolvente orgánico es etilen glicol.

Efecto de la invención

De acuerdo con el método de la invención, se obtiene un catalizador de policondensación para producir poliéster en la forma de una dispersión formada por un disolvente y el catalizador de policondensación dispersado en la misma a partir del primero. En particular, cuando se usa etilen glicol como disolvente, se puede usar el catalizador obtenido como tal para la reacción de policondensación para la producción de poliéster donde etilen glicol es una de las materias primas usadas. Además, el uso del catalizador obtenido por medio del método de la invención hace posible obtener un poliéster de peso molecular elevado excelente en cuanto a color y transparencia a una elevada actividad de polimerización sin hacer que el poliéster se oscurezca o se contamine con sustancias extrañas o sin provocar la descomposición del poliéster durante la producción del mismo.

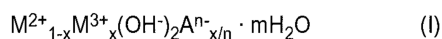
Mejor modo de llevar a cabo la invención

De acuerdo con la invención, se mencionan, como base sólida, óxidos o hidróxidos de un metal alcalino y un metal alcalino térreo, que incluyen una variedad de sus óxidos compuestos, óxidos de aluminio, cinc, lantano, circonio, torio, entre otros, y sus óxidos compuestos. Una parte de estos óxidos y óxidos compuestos se puede sustituir con una sal tal como carbonato. Por consiguiente, preferentemente la base sólida usada en la invención incluye óxidos e hidróxidos de magnesio, calcio, estroncio, bario, aluminio y cinc, y un ejemplo de dichos óxidos e hidróxidos incluye, por ejemplo, hidróxido de magnesio, óxido de calcio, óxido de estroncio, óxido de bario, óxido de cinc y un óxido compuesto tal como hidrotalcita. Entre estos, se prefiere particularmente hidróxido de magnesio o hidrotalcita.

Se obtienen partículas de hidróxido de magnesio, por ejemplo, por medio de neutralización de una disolución acuosa de una sal de magnesio soluble en agua tal como cloruro de magnesio o nitrato de magnesio con un álcali tal como hidróxido de sodio o amoníaco, precipitando de este modo hidróxido de magnesio. Cuando se obtienen partículas de hidróxido de magnesio por medio de neutralización de una disolución acuosa de una sal de magnesio soluble en agua con un álcali de este modo, se puede neutralizar la disolución acuosa de una sal de magnesio soluble en agua y un álcali al mismo tiempo, o se puede añadir una de ellas sobre la otra.

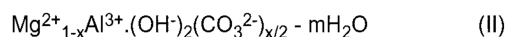
Las partículas de hidróxido de magnesio pueden proceder de cualquier fuente. Por ejemplo, pueden ser polvo obtenido por medio de pulverización de un mineral natural o polvo obtenido por medio de neutralización de una disolución de sal de magnesio acuosa con un álcali.

5 Preferentemente, la hidrotalcita usada en la invención está representada por medio de la fórmula general siguiente (II):



10 donde M^{2+} indica al menos un ión metálico divalente seleccionado entre Mg^{2+} , Zn^{2+} y Cu^{2+} ; M^{3+} indica al menos un ión metálico trivalente seleccionado entre Al^{3+} , Fe^{3+} y Ti^{3+} ; A^{n-} indica al menos un anión seleccionado entre SO_4^{2-} , Cl^- , CO_3^{2-} y OH^- ; n indica la valencia del anión, x es un número que satisface la condición $0 < x < 0,5$; y m es un número que satisface la condición $0 \leq m < 2$.

15 En particular, preferentemente la hidrotalcita usada en la invención es una hidrotalcita donde M^{2+} es Mg^{2+} , M^{3+} es Al^{3+} y A^{n-} es CO_3^{2-} , es decir, se usa preferentemente una hidrotalcita representada por medio de la fórmula general (II):



20 donde x y m tienen los mismos significados que se han mencionado anteriormente. Aunque se puede obtener dicha hidrotalcita fácilmente como producto en el mercado, también se puede producir, si resulta necesario, por medio de un método convencionalmente conocido, por ejemplo, un método hidrotérmico, usando materiales apropiados.

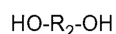
25 Se forma una capa de revestimiento de ácido titánico sobre la superficie de las partículas de una base sólida en un disolvente orgánico, es decir, un disolvente de reacción, de acuerdo con el primer método de la invención, y se forman una capa interna de revestimiento de un óxido de al menos un elemento seleccionado entre silicio, aluminio y circonio de un óxido compuesto de al menos dos elementos seleccionados entre silicio, aluminio y circonio, y posteriormente una capa externa de revestimiento de ácido titánico sobre la capa interna de revestimiento de las partículas de una base sólida, en un disolvente orgánico, es decir, un disolvente de reacción, de acuerdo con el
30 segundo método de la invención. De acuerdo con la invención, el disolvente orgánico es al menos uno seleccionado entre el grupo que consiste en alcoholes monohídricos alifáticos y alcoholes dihídricos alifáticos.

Preferentemente, el alcohol monohídrico alifático está representado por medio de la fórmula general (I):



donde R_1 es un grupo alquilo de 1-4 átomos de carbono. Por consiguiente, ejemplos de dichos alcoholes monohídricos alifáticos incluyen, por ejemplo, alcohol metílico, alcohol etílico, alcohol propílico, alcohol isopropílico y alcohol butílico.

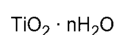
40 Por otra parte, preferentemente el alcohol dihídrico alifático está representado por medio de la fórmula general (II)



45 donde R_2 es un grupo alqueno de 1-4 átomos de carbono. Por consiguiente, los ejemplos de dichos alcoholes dihídricos alifáticos incluyen, por ejemplo, etilen glicol, propilen glicol, trimetilen glicol y tetrametilen glicol.

El catalizador de policondensación de la invención se obtiene en forma de una dispersión formada por un disolvente orgánico y el catalizador bien dispersado en la misma. Como disolvente orgánico, se prefiere un alcohol dihídrico alifático, y etilen glicol es el más preferido. No obstante, el disolvente orgánico no está específicamente limitado a los
50 ejemplificados anteriormente.

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



55 donde n es un número que satisface la condición $0 < n \leq 2$. Se puede obtener dicho ácido titánico, por ejemplo, por medio de hidrólisis de un determinado tipo de compuesto de titanio como se describe a continuación.

60 El primer método de la invención comprende hidrolizar un compuesto orgánico de titanio en un disolvente orgánico donde las partículas de base sólida se dispersan para formar de este modo una capa de revestimiento de ácido

titánico sobre la superficie de las partículas de base sólida, proporcionando de este modo un catalizador para producir poliéster por medio de una reacción de esterificación o una reacción de transesterificación entre un ácido dicarboxílico o uno de sus derivados formador de éster y un glicol.

- 5 El compuesto orgánico de titanio usado no está específicamente limitado con tal de que tenga un grupo orgánico hidrolizable. De este modo, no está limitado a unos específicos, sino que preferentemente se usa tetralcóxido de titanio entre otros. Algunos ejemplos de tetralcóxido de titanio que se puede usar incluyen, por ejemplo, titanato de tetraisopropilo, titanato de tetrabutilo, titanato de tetraciclohexilo y titanato de tetrafenilo.
- 10 Los métodos y medios para hidrolizar el compuesto orgánico de titanio tampoco están específicamente limitados, sino que se hidrolizan de forma sencilla con agua.

15 Cuando se hidroliza el compuesto orgánico de titanio con agua, la cantidad de agua es tal que sea suficiente para hidrolizar el grupo orgánico que tiene el compuesto orgánico de titanio. Debido a que la valencia del titanio en el compuesto orgánico de titanio es cuatro, la cantidad teórica de agua necesaria para hidrolizar el compuesto orgánico de titanio es de cuatro veces en moles la cantidad usada del compuesto orgánico de titanio. De este modo, en la invención, la cantidad usada de agua para hidrolizar el compuesto orgánico de titanio debería ser al menos cuatro veces en moles la cantidad usada del compuesto orgánico de titanio o más. No obstante, si se usa agua en cantidad excesiva, aumenta innecesariamente la cantidad de agua restante en la dispersión obtenida de catalizador de policondensación. Por consiguiente, el agua se usa normalmente en una cantidad de cuatro veces en moles la cantidad usada del compuesto orgánico de titanio.

20 De acuerdo con el primer método de la invención, se prefiere que las partículas de una base sólida se dispersen en un disolvente orgánico, y mientras la mezcla resultante se mantiene a una temperatura de 5-100 °C, preferentemente a una temperatura de 25-85 °C, se añade a la mezcla un compuesto orgánico de titanio en una cantidad de 0,1-50 partes en peso en términos de TiO₂ en una relación de 100 partes en peso de base sólida y agua, y si fuese necesario, se añade a la misma un catalizador de ácido o un catalizador de base, de manera que el compuesto orgánico de titanio se hidrolice para formar una capa de revestimiento de ácido titánico sobre las superficies de las partículas de la base sólida. De este modo, el catalizador de policondensación de la invención para producir poliéster se obtiene en forma de una dispersión donde el disolvente orgánico es un medio de dispersión. De acuerdo con dicho método mencionado anteriormente, se obtienen las partículas de una base sólida que tienen una capa de revestimiento formada por ácido titánico en una cantidad de 0,1-50 partes en peso en términos de TiO₂ con relación a 100 partes en peso de las partículas de base sólida. Como catálisis ácida para la hidrólisis, se usa ácido nítrico o ácido acético, por ejemplo, y como catalizador alcalino, se usa amoníaco, cuando sea necesario.

35 El catalizador de policondensación para producir poliéster obtenido de este modo es denominado en lo sucesivo primer catalizador de policondensación de la invención. En el primer catalizador de policondensación de la invención, cuando la cantidad de la capa de revestimiento de ácido titánico sea menor de 0,1 partes en peso en términos de TiO₂ por cada 100 partes en peso de base sólida, el catalizador de policondensación resultante tiene una actividad de polimerización baja y falla a la hora de proporcionar un poliéster de alto peso molecular con productividad satisfactoria. Por otra parte, cuando la cantidad de la capa de revestimiento de ácido titánico es mayor de 50 partes en peso en términos de TiO₂ por cada 100 partes en peso de la base sólida, tiene lugar la descomposición del poliéster fácilmente durante la producción del poliéster y tiene lugar el coloreado del poliéster resultante debido a la degradación térmica fácilmente durante el moldeo en masa fundida del poliéster.

45 El segundo método de la invención comprende hidrolizar un compuesto orgánico de silicio y/o un compuesto orgánico de aluminio y/o un compuesto orgánico de circonio en un disolvente orgánico donde se dispersan las partículas de una base sólida para formar, de este modo, una capa interna de revestimiento bien de un óxido de al menos un elemento seleccionado entre silicio, aluminio y circonio o bien de un óxido compuesto de al menos dos elementos seleccionados entre silicio, aluminio y circonio sobre la superficie de las partículas de la base sólida, y posteriormente hidrolizar un compuesto orgánico de titanio en el disolvente orgánico donde se dispersan las partículas de una base sólida que tienen una capa interna de revestimiento sobre las mismas, para formar una capa externa de revestimiento de ácido titánico sobre la capa interna de revestimiento de las partículas de una base sólida, proporcionando de este modo un catalizador para producir poliéster por medio de una reacción de esterificación o una reacción de transesterificación entre un ácido dicarboxílico o uno de sus derivados formador de éster y un glicol.

50 El compuesto orgánico de silicio, el compuesto orgánico de aluminio y el compuesto de circonio usados no están específicamente limitados con tal de que tengan grupos orgánicos hidrolizables. No obstante, a modo de ejemplo, es preferible usar ortosilicato de tetraetilo como compuesto orgánico de silicio; isopropóxido de aluminio o butóxido de aluminio secundario como compuesto orgánico de aluminio; y n-propóxido de aluminio o n-butóxido de circonio.

60 También en el segundo método de la invención, los medios y los métodos para hidrolizar el compuesto orgánico de silicio, el compuesto orgánico de aluminio o el compuesto orgánico de circonio no están específicamente limitados, sino que estos compuestos orgánicos metálicos se hidrolizan de forma sencilla por medio de reacción con agua de la misma forma que el compuesto orgánico de titanio mencionado anteriormente.

5 Cuando se hidrolizan el compuesto orgánico de silicio, el compuesto orgánico de aluminio o el compuesto orgánico de circonio con agua, la cantidad de agua es tal que es suficiente para hidrolizar el grupo orgánico de los compuestos orgánicos metálicos que tienen. La cantidad teórica de agua necesaria para hidrolizar el compuesto orgánico de silicio o el compuesto orgánico de circonio es cuatro veces en moles la cantidad usada de compuesto orgánico metálico. De este modo, en la invención, la cantidad de agua a usar para hidrolizar el compuesto orgánico de silicio o el compuesto orgánico de circonio debería ser normalmente de cuatro veces en moles la cantidad usada de compuesto orgánico metálico o más. De la misma manera, la cantidad teórica de agua necesaria para hidrolizar el compuesto orgánico de aluminio debería ser normalmente tres veces en moles la cantidad usada del compuesto orgánico metálico o más. No obstante, en el caso de cualesquiera compuestos orgánicos metálicos, incluso si se usa agua en cantidad excesiva, la cantidad de agua restante en la dispersión de catalizador de policondensación obtenida aumenta innecesariamente. Por consiguiente, en el caso del compuesto orgánico de silicio y del compuesto orgánico de circonio, normalmente se usa agua en una cantidad de cuatro veces en moles la cantidad del compuesto orgánico metálico, y en el caso del compuesto orgánico de aluminio, normalmente se usa agua en una cantidad de tres veces en moles la cantidad usada de compuesto orgánico metálico.

20 De acuerdo con el segundo método de la invención, es preferible que las partículas de una base sólida se dispersen en dicho disolvente orgánico que se ha mencionado anteriormente, y mientras se mantiene la mezcla resultante a una temperatura de 5-100 °C, preferentemente a una temperatura de 25-85 °C, se añaden a la mezcla un compuesto orgánico de silicio en una cantidad de 1-20 partes en peso en términos de SiO₂ en relación con 100 partes en peso de la base sólida y/o un compuesto orgánico de aluminio en una cantidad de 1-20 partes en peso en términos de Al₂O₃ en relación con 100 partes en peso de la base sólida y/o un compuesto orgánico de circonio en una cantidad de 1-20 partes en peso en términos de ZrO₂ en relación con 100 partes en peso de la base sólida y agua, si fuese necesario, junto con dicho catalizador ácido o un catalizador alcalino que se han descrito anteriormente, para hidrolizar el compuesto orgánico de silicio y/o el compuesto orgánico de aluminio y/o el compuesto orgánico de circonio, formando de este modo una capa interna de revestimiento bien formada por un óxido de al menos un elemento seleccionado entre silicio, aluminio y circonio o de un óxido compuesto de al menos dos elementos seleccionados entre silicio, aluminio y circonio, sobre la superficie de las partículas de una base sólida, y posteriormente se forma una capa externa de revestimiento sobre dichas partículas de una base sólida que tienen de este modo la capa interna de revestimiento de la misma forma que en el primer método de la invención descrito anteriormente. Se obtiene el catalizador de policondensación para producir poliéster de este modo de acuerdo con la invención.

35 Es decir, se forma la capa interna de revestimiento bien a partir de un óxido de al menos un elemento seleccionado entre silicio, aluminio y circonio o a partir de un óxido compuesto de al menos dos elementos seleccionados entre silicio, aluminio y circonio sobre la superficie de las partículas de una base sólida en un disolvente orgánico, y posteriormente mientras se mantiene el disolvente orgánico a una temperatura de 5-100 °C, preferentemente a una temperatura de 25-85 °C, se añaden a la mezcla un compuesto orgánico de titanio en una cantidad de 0,1-50 partes en peso en términos de TiO₂ con relación a 100 partes en peso de la base sólida y agua, y si fuese necesario, se añade además un catalizador ácido o un catalizador de base a la mezcla, se hidroliza de este modo el compuesto orgánico de titanio para formar una capa externa de revestimiento de ácido titánico sobre la capa interna de revestimiento de las partículas de una base sólida.

45 Como se ha mencionado anteriormente, se usa un primer disolvente cuando se forma una capa interna de revestimiento sobre partículas de una base sólida y se usa un segundo disolvente orgánico cuando se forma una capa externa de revestimiento sobre la capa interna de revestimiento por medio de hidrólisis de un compuesto orgánico de titanio. El segundo disolvente orgánico no es necesariamente el mismo que el primer disolvente orgánico.

50 De este modo, se obtiene un catalizador de policondensación para producir poliéster en forma de una dispersión que está formada por un disolvente orgánico y partículas de una base sólida que tiene 1-20 partes en peso de una capa interna de revestimiento bien de un óxido de al menos un elemento seleccionado entre silicio, aluminio y circonio o de un óxido compuesto de al menos dos elementos seleccionados entre silicio, aluminio y circonio, en relación a 100 partes en peso de la base sólida, y de 0,1-50 partes en peso de la capa externa de revestimiento formada por ácido titánico sobre la capa interna de revestimiento de las partículas de una base sólida con relación a 100 partes en peso de la base sólida.

60 El catalizador de policondensación para producir poliéster obtenido de este modo es denominado en lo sucesivo segundo catalizador para producir poliéster. Cuando el segundo catalizador tiene una capa interna de revestimiento formada bien por un óxido de al menos un elemento seleccionado entre silicio, aluminio y circonio o de un óxido compuesto de al menos dos elementos seleccionados entre silicio, aluminio y circonio en una cantidad menor de una parte en peso en relación con 100 partes en peso de base sólida, el catalizador tiene una elevada actividad de policondensación, no obstante, no se mejora el poliéster resultante en cuanto a color. Cuando la cantidad de la capa interna de revestimiento es mayor de 20 partes en peso en relación a 100 partes en peso de la base sólida, de manera indeseable el catalizador resultante tiene una baja actividad catalítica.

Por otra parte, cuando la cantidad de capa interna de revestimiento es menor que 0,1 partes en peso en términos de TiO_2 en relación a 100 partes en peso de base sólida, el catalizador resultante tiene una actividad catalítica de manera que falla para proporcionar un poliéster de alto peso molecular con una productividad elevada. Cuando la cantidad de la capa interna de revestimiento es de más de 50 partes en peso en términos de TiO_2 con relación a 100 partes en peso de la base sólida, con frecuencia ocurre que el poliéster resultante se descompone durante la policondensación, y además con frecuencia ocurre que el poliéster resultante es coloreado debido al deterioro térmico durante el moldeo en masa fundida.

El método para producir poliéster de acuerdo con la invención comprende llevar a cabo una reacción de esterificación o una reacción de transesterificación entre un ácido dicarboxílico o uno de sus derivados formador de éster y un glicol en presencia del primer o segundo catalizador de policondensación descrito anteriormente. De acuerdo con la invención, se obtiene bien el primer o segundo catalizador de policondensación en forma de una dispersión formada por un disolvente orgánico y el catalizador dispersado en el mismo, de manera que se pueda usar el catalizador para la reacción de policondensación como tal o después de dilución hasta una concentración apropiada.

En la invención, ejemplos de ácido dicarboxílico incluyen ácidos dicarboxílicos alifáticos ejemplificados por medio de ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico y ácido dodecanodicarboxílico y sus derivados formadores de éster tales como ésteres de dialquilo; y ácidos dicarboxílicos aromáticos ejemplificados por medio de ácido tereftálico, ácido isoftálico y ácido naftalen dicarboxílico y sus derivados formadores de éster tales como ésteres de dialquilo. En la presente invención, ejemplos de glicol incluyen etilen glicol, propilen glicol, dietilen glicol, trietilen glicol, butilen glicol y 1,4-ciclohexanodimetanol.

Entre los ejemplos proporcionados anteriormente, por ejemplo, preferentemente se usan ácidos dicarboxílicos aromáticos tales como ácido tereftálico, ácido isoftálico y ácido naftalen dicarboxílico como ácido dicarboxílico; y preferentemente se usan alquilen glicoles tales como etilen glicol, propilen glicol y butilen glicol como glicol.

Por tanto, en la invención, ejemplos específicos de poliésteres preferidos incluyen poli(tereftalato de etileno), poli(tereftalato de butileno), poli(tereftalato de propileno), poli(naftalato de etileno), poli(naftalato de butileno), poli(naftalato de propileno) y poli(tereftalato de 1,4-ciclohexanodimetileno).

En la presente invención, no obstante, ni el ácido dicarboxílico ni su derivado formador de éster ni el glicol ni su derivado formador de éster están limitados a los ejemplos listados anteriormente. Además, el poliéster resultante no está limitado a los ejemplos mostrados anteriormente.

En general, se ha producido el poliéster representado por medio de poli(tereftalato de etileno) por medio de cualesquiera de los siguientes métodos: un método que comprende producir un oligómero de bajo peso molecular que contiene el BHET anteriormente mencionado por medio de esterificación directa de un ácido dicarboxílico representado por medio de ácido tereftálico y un glicol representado por etilen glicol, y someter el oligómero a polimerización en masa fundida en presencia de un catalizador de polimerización en condiciones de alto vacío, a temperatura elevada, para dar lugar al poliéster con un peso molecular deseado; y un método que comprende producir, igual que el método anterior, un oligómero de peso molecular reducido que contiene el BHET anteriormente mencionado por medio de transesterificación de tereftalato de dialquilo representado por medio de tereftalato de dimetilo y un glicol representado por etilen glicol, y someter el oligómero a policondensación en masa fundida en presencia de un catalizador de policondensación en condiciones de alto vacío, a temperatura elevada, para dar lugar a un poliéster con un peso molecular deseado.

También en la invención, se puede obtener un poliéster que tenga el peso molecular deseado por medio de producción de un oligómero de bajo peso molecular que contiene el BHET anterior por medio de la reacción de esterificación directa o la reacción de transesterificación anteriormente mencionadas, y posteriormente sometiendo el oligómero a policondensación en masa fundida en presencia del primer o segundo catalizador de policondensación de la invención, en condiciones de alto vacío, a temperatura elevada, de manera convencionalmente conocida como se ha descrito anteriormente.

Por ejemplo, se produce poli(tereftalato de etileno) como se muestra a continuación. De acuerdo con un método ordinario, como se conoce convencionalmente, se puede obtener un oligómero de peso molecular reducido que contiene BHET alimentando tereftalato de dimetilo y etilen glicol juntos con un catalizador tal como acetato de calcio en el interior de un reactor, calentando a presión normal para hacerlos reaccionar juntos a una temperatura de reflujo al tiempo que se destila metanol a partir del sistema de reacción. El grado de polimerización del oligómero es normalmente de hasta aproximadamente 10. Si fuese necesario, la reacción se puede llevar a cabo bajo presión. La reacción se puede rastrear midiendo la cantidad destilada de metanol. La relación de esterificación es normalmente de aproximadamente un 95 %.

Cuando se emplea una reacción de esterificación directa, se puede obtener un oligómero de bajo peso molecular que contiene BHET alimentando ácido tereftálico y etilen glicol en el interior de un reactor y calentando, si fuese necesario bajo presión, al tiempo que se destila el agua formada. En la reacción de esterificación directa, es preferible añadir un oligómero de bajo peso molecular preparado con anterioridad que contiene BHET junto con

materias primas en el interior de un reactor y llevar a cabo la reacción de esterificación directa en presencia del oligómero de bajo peso molecular.

5 Posteriormente, se transfiere el oligómero de bajo peso molecular obtenido a un reactor de polimerización y se calienta a presión reducida hasta una temperatura no menor que el punto de fusión del poli(tereftalato de etileno) (normalmente de 240 a 280 °C). De este modo, se somete el oligómero a policondensación en masa fundida al tiempo que se destilan el etilen glicol que no ha reaccionado y el etilen glicol procedente de la reacción, a partir del sistema de reacción, bajo el control de la viscosidad de los reaccionantes en masa fundida. De acuerdo con la necesidad, la reacción de policondensación se puede llevar a cabo usando una pluralidad de reactores y modificando la temperatura de reacción y la presión óptimamente en cada reactor. Cuando la viscosidad de la mezcla de reacción alcanza un valor predeterminado, se detiene la reducción de presión y se ajusta de nuevo la presión del reactor de polimerización hasta presión normal con gas de nitrógeno. Entonces, se descarga el poliéster resultante del reactor, por ejemplo, en forma de hebra, enfriada en agua, y se corta para formar microgránulos. De acuerdo con la invención, de este modo se puede obtener el poliéster que tiene una viscosidad intrínseca $[\eta]$ de 0,4 a 1,0 dL/g.

20 Se pueden añadir el primer o el segundo catalizadores de policondensación para producir poliéster de la invención a un sistema de reacción cuando se lleva a cabo la reacción de esterificación directa o la reacción de transesterificación para la producción del oligómero que contiene BHET, o alternativamente se puede añadir al sistema de reacción cuando el oligómero se somete además a reacción de policondensación una vez que se ha obtenido el oligómero. Como se ha mencionado anteriormente, se obtiene el catalizador de policondensación de la invención en forma de dispersión formada por un disolvente tal como etilen glicol y el catalizador dispersado en el mismo, y por consiguiente se puede añadir el catalizador al sistema de reacción como tal o después de dilución apropiada. De acuerdo con la invención, en particular, preferentemente se añade dicho catalizador en forma de una dispersión formada por un disolvente tal como etilen glicol y el catalizador disperso en la misma, a un sistema de reacción cuando se lleva a cabo la reacción de esterificación directa o la reacción de transesterificación para la producción del oligómero que contiene BHET.

30 Normalmente, bien el primer o bien el segundo catalizador de policondensación de la invención se usan en una cantidad dentro del intervalo de 1×10^{-5} a 1×10^{-1} partes por mol por cada 100 partes por mol del ácido dicarboxílico o su derivado formador de éster. Cuando la cantidad de catalizador de policondensación es menor que 1×10^{-5} partes por mol por cada 100 partes por mol de ácido dicarboxílico usado o de su derivado formador de éster, la actividad del catalizador no es suficientemente elevada y por tanto, puede resultar imposible obtener el poliéster deseado de peso molecular elevado. Por otra parte, cuando es más de 1×10^{-1} partes por mol, el poliéster resultante puede ser pobre en cuanto a estabilidad térmica.

40 El catalizador de policondensación de la invención puede exhibir actividad de catalizador en polimerización en estado sólido y polimerización en disolución así como en polimerización en masa fundida. En cada caso, por tanto, se puede usar el catalizador para la producción de poliéster.

Los catalizadores de policondensación de la invención no contienen antimonio como ingrediente. Por tanto, no oscurecen los poliésteres resultantes o no contaminan los poliésteres resultantes como sustancias extrañas. Además, tienen una actividad de catalizador igual o mayor que la de los catalizadores que contienen antimonio como ingrediente y pueden proporcionar poliésteres con excelente color y transparencia. Además, los catalizadores de policondensación de la invención no son venenosos y además son seguros.

50 De acuerdo con la invención, en particular, se obtiene el catalizador de policondensación de la invención a partir del primero en forma de dispersión formada por un disolvente y el catalizador dispersado en la misma. De este modo, se puede añadir al sistema de reacción como tal o después de dilución hasta una concentración apropiada.

En la producción de poliéster por medio de 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 titánico es para coordinar, como ácido de Lewis, a un grupo carbonilo de un ácido dicarboxílico o de su derivado formador de éster, para facilitar el ataque del glicol al carbono del carbonilo y simultáneamente acelerar la disociación del glicol para aumentar su carácter nucleófilo. No obstante, cuando la catálisis ácida es demasiado intensa, probablemente ocurren reacciones secundarias no deseadas para provocar la reacción de descomposición o la coloración del poliéster resultante.

60 Se presume que debido a que el catalizador de policondensación de la invención tiene una capa de revestimiento formada por ácido titánico sobre la superficie de las partículas de una base sólida, es decir, hidróxido de magnesio o hidrotalcita, la catálisis ácida del ácido titánico se convierte en moderada, y como resultado de ello, se obtiene un poliéster de peso molecular elevado excelente en cuanto a color y transparencia.

65 Además de acuerdo con la invención, debido a que el segundo catalizador de policondensación tiene una capa interna de revestimiento bien de un óxido de al menos un elemento seleccionado entre silicio, aluminio y circonio o de un óxido compuesto de al menos dos elementos seleccionados entre silicio, aluminio y circonio y una capa externa de revestimiento de ácido titánico sobre la superficie de las partículas de base sólida, y se supone que se

evita la catálisis excesiva de la base sólida al tiempo que se mejora más la catálisis ácida del ácido titánico, como resultado de ello, se obtiene un poliéster de peso molecular elevado más excelente en cuanto a color y más transparencia.

- 5 No obstante, se puede usar cualquier catalizador de policondensación convencionalmente conocido tal como los compuestos de antimonio, germanio, titanio, estaño o aluminio junto con el catalizador de policondensación de la invención en la producción de poliéster, a menos que el mérito del catalizador de policondensación de la invención se vea afectado. Además, si fuese necesario, se puede usar un compuesto metálico alcalino junto con el catalizador de policondensación de la invención, o se puede usar un compuesto de fósforo junto con el catalizador de policondensación de la invención con el fin de mejorar la estabilidad térmica.

Ejemplos

- 15 A continuación se describe la invención con referencia a los ejemplos siguientes; no obstante, la invención no está limitada a esos ejemplos. En los siguientes Ejemplos y Ejemplos Comparativos, se midió la viscosidad intrínseca del poliéster obtenido de acuerdo con ISO 1628-1, y se midió el color usando un medidor de diferencia de color de tipo difusión de 45° (SC2-CH, fabricado por Suga Test Instruments Co., Ltd). Se midió el valor de color del poliéster obtenido en una parte de 5 mm de espesor de una placa rectangular con las etapas de acuerdo con JIS K-7136.

- 20 Se midió la tasa de sedimentación η de una dispersión de catalizador de policondensación obtenida como se muestra a continuación. Se colocó una cantidad predeterminada de la dispersión de catalizador y se dejó reposar en un tubo de ensayo de 50 cc de capacidad durante 30 días, y se midió posteriormente la altura del sobrenadante resultante en el tubo de ensayo. Se dividió la altura del sobrenadante de la dispersión entre la altura de la superficie de la dispersión a partir de la parte inferior del tubo de ensayo cuando comenzó el ensayo, y se tomó el valor obtenido como la tasa de sedimentación. Es decir, $\eta = \text{altura del sobrenadante (cm)} : \text{altura de la superficie de la dispersión desde la parte inferior del tubo de ensayo cuando se comienza el ensayo (cm)} \times 100$.

- Se midió Δb como se muestra a continuación. Se colocó el poliéster objeto de ensayo en un horno de secado con aire caliente a una temperatura de 205 °C durante 16 horas y se midió Δb tras el cambio de color (valor b) antes y después del ensayo.

Producción de Hidróxido de Magnesio e Hidrotalcita

Ejemplo de Referencia 1

- 35 (Preparación de hidróxido de magnesio)

- Se colocaron 5 l de agua en un reactor, y posteriormente se añadieron simultáneamente 16,7 l de disolución acuosa de cloruro de magnesio de 4 mol/l y 8,4 l de disolución acuosa de hidróxido de sodio de 14,3 mol/l con agitación. Posteriormente, se llevó a cabo una reacción hidrotérmica a 170 °C durante 0,5 horas. Se recogió el hidróxido de magnesio obtenido de este modo por medio de filtración, se lavó con agua, y se secó, para proporcionar hidróxido de magnesio.

Ejemplo de Referencia 2

- 45 (Preparación de hidrotalcita)

- Se añadieron simultáneamente una disolución mixta de 2,6 l de disolución acuosa de sulfato de magnesio de 3,8 mol/l y 2,6 l de disolución acuosa de sulfato de aluminio de 0,85 mol/l y una disolución mixta de 2,8 l de disolución acuosa de hidróxido de sodio de 9,3 mol/l y 2,6 l de disolución acuosa de carbonato de sodio de 2,54 mol/l, a un reactor con agitación, y posteriormente se llevó a cabo la reacción hidrotérmica a 180 °C durante 2 horas. Tras completar la reacción, se filtró la suspensión resultante, y se lavó el sólido obtenido con agua, se secó y se pulverizó para proporcionar hidrotalcita que tenía una composición de $\text{Mg}_{0,7}\text{Al}_{0,3}(\text{OH})_2(\text{CO}_3)_{0,15} \cdot 0,48\text{H}_2\text{O}$.

- 55 Preparación de Primeros Catalizadores de Policondensación y Ejemplos de Producción de Poliéster que Usa los Catalizadores

Ejemplo 1

- 60 (Preparación del catalizador de policondensación A)

- Se dispersaron 1107 g de hidróxido de magnesio obtenido en el Ejemplo de Referencia 1 en 2,5 l de etilen glicol mantenido a una temperatura de 75-85 °C para proporcionar una dispersión. Se añadieron gota a gota 395,0 g de tetraisopropóxido de titanio ($\text{Ti}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4$) a la dispersión con agitación durante un período de 2 horas. Tras la adición, se envejeció la mezcla resultante durante una hora para proporcionar una disolución. Posteriormente, se añadieron a la disolución 100 g de agua, una cantidad cuatro veces en moles la cantidad de tetraisopropóxido de titanio, seguido

de envejecimiento durante 4 horas, proporcionando de este modo una dispersión de partículas de hidróxido de magnesio que tenía una capa de revestimiento sobre las mismas (catalizador de policondensación A) en etilen glicol de acuerdo con la invención.

- 5 La proporción de catalizador de policondensación en la dispersión de etilen glicol fue de 30 partes en peso por cada 100 partes en peso de la dispersión de etilen glicol. La tasa de sedimentación de esta dispersión de etilen glicol se muestra en la Tabla 1. La proporción de revestimiento de ácido titánico en el catalizador de policondensación fue de 10 partes en peso en términos de TiO_2 por cada 100 partes en peso de hidróxido de magnesio.

10 (Producción del poliéster a)

Se introdujeron 13,6 g (0,070 mol) de tereftalato de dimetilo, 10,0 g (0,16 mol) de etilen glicol, 0,022 g de acetato de calcio dihidratado y 0,0045 g de dispersión de etilen glicol de catalizador de policondensación A (0,00135 g como catalizador de policondensación, es decir, 2×10^{-5} mol; 0,03 partes por mol por cada 100 partes por mol de tereftalato de dimetilo) en un reactor de vidrio con tubería lateral. Posteriormente, se sumergió una parte del reactor en un baño de aceite a 197 °C de manera que se disolviera el tereftalato de dimetilo en etilen glicol. Se insertó un capilar en el interior de un tubo de reacción de manera que alcanzara la parte inferior del reactor. Al tiempo que se destilaba la mayoría del metanol resultante por medio de insuflado de nitrógeno en el interior del reactor durante 1 hora usando este capilar, se continuó el calentamiento durante 2 horas para dar lugar a un oligómero que contenía BHET.

Posteriormente, cuando se calentó la mezcla de reacción resultante hasta 222 °C durante 15 minutos, el etilen glicol comenzó a destilar y comenzó la policondensación. Posteriormente, se aumentó la temperatura hasta 283 °C. Cuando se mantuvo esta temperatura, se destiló más etilen glicol y la policondensación avanzó. Diez minutos más tarde, se comenzó la reducción de presión y se redujo la presión hasta 27 Pa o menos durante 15 minutos. A continuación, se terminó la policondensación en 3 horas. Tras terminar la reacción de policondensación, se ajustó de nuevo la presión del reactor hasta un valor de presión normal con gas de nitrógeno. Se descargó el poliéster resultante con forma de hebra a través de una abertura de salida en la parte inferior del reactor. Se enfrió la hebra y se cortó, dando lugar a microgránulos de poliéster. La Tabla 1 muestra la viscosidad intrínseca, el color, el brillo y Δb del poliéster obtenido de este modo.

30 Ejemplo 2

(Producción de poliéster b)

- 35 Se colocaron 43 g (0,26 mol) de ácido tereftálico y 19 g (0,31 mol) de etilen glicol en un reactor y se agitó bajo atmósfera de nitrógeno para preparar una suspensión. Se llevó a cabo la reacción de esterificación durante 4 horas al tiempo que se mantuvo la temperatura del reactor en 250 °C y se mantuvo la presión relativa basada en la presión atmosférica en $1,2 \times 10^5$ Pa. Se transfirieron 50 g del oligómero de peso molecular reducido obtenido a un reactor de policondensación mantenido a 250 °C y presión normal bajo atmósfera de gas de nitrógeno.

40 Se dispersaron 0,0083 g de dispersión de etilen glicol de catalizador de policondensación A (0,0025 g de catalizador de policondensación, es decir, $3,9 \times 10^{-5}$ mol; 0,015 partes por mol por cada 100 partes por mol del componente de ácido tereftálico usado en la policondensación) en etilen glicol para preparar una suspensión, y se añadió esta suspensión al reactor de policondensación. Posteriormente, se aumentó la temperatura del reactor desde 250 °C hasta 280 °C durante 3 horas. Se mantuvo esta temperatura y se redujo la presión desde presión normal hasta una presión absoluta de 40 Pa. Al tiempo que se mantuvo esta presión, se continuó el calentamiento durante dos horas, para llevar a cabo la policondensación. Tras terminar la reacción de policondensación, se ajustó de nuevo la presión del reactor hasta presión normal con gas de nitrógeno. Se descargó el poliéster resultante en forma de hebra a través de la abertura de salida en la parte inferior del reactor. Se enfrió la hebra y se cortó, proporcionando microgránulos de poliéster. La Tabla 1 muestra la viscosidad intrínseca, el color y el valor de brillo y Δb del poliéster obtenido de este modo.

Ejemplo 3

- 55 (Preparación de catalizador de policondensación B)

Se dispersaron 500 g de hidrotalcita obtenida en el Ejemplo de Referencia 2 en 1,1 l de etilen glicol mantenido a una temperatura de 75-85 °C para proporcionar una suspensión. Se añadieron gota a gota 177,8 g de tetraisopropóxido de titanio ($\text{Ti}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4$) a la dispersión con agitación durante un período de 2 horas. Tras la adición, se envejeció la mezcla resultante durante una hora para proporcionar una disolución. Posteriormente, se añadieron 45 g de agua, una cantidad cuatro veces en moles la cantidad de tetraisopropóxido de titanio, a la disolución, seguido de envejecimiento durante 4 horas para formar una capa de revestimiento de ácido titánico sobre la superficie de las partículas de hidrotalcita, proporcionando de este modo una dispersión de partículas de hidrotalcita que tenía una capa de revestimiento sobre las mismas (catalizador de policondensación B) en etilen glicol de acuerdo con la invención.

65

La proporción de catalizador de policondensación en la dispersión de etilen glicol fue de 30 partes en peso por cada 100 partes en peso de la dispersión de etilen glicol. La tasa de sedimentación de esta dispersión de etilen glicol se muestra en la Tabla 1. La proporción de revestimiento de ácido titánico en el catalizador de policondensación fue de 10 partes en peso en términos de TiO_2 por cada 100 partes en peso de hidrotalcita.

5

(Producción de poliéster c)

Se introdujeron 13,6 g (0,070 mol) de tereftalato de dimetilo, 10,0 (0,16 mol) de etilen glicol, 0,022 g de acetato de calcio dihidratado y 0,0039 g de dispersión de etilen glicol de catalizador de policondensación B (0,0117 g de catalizador de policondensación, es decir, $2,1 \times 10^{-5}$ mol, 0,03 partes por mol por cada 100 partes por mol de tereftalato de dimetilo) en un reactor de vidrio con una tubería lateral. Posteriormente, se sumergió una parte del reactor en un baño de aceite a 197 °C de manera que se disolvió el tereftalato de dimetilo en etilen glicol. Se insertó un capilar en el interior de un tubo de reacción de manera que alcanzó la parte inferior del reactor. Al tiempo que se destilaba la mayoría del metanol resultante por medio de insuflado de nitrógeno en el interior del reactor durante 1 hora usando este capilar, se continuó el calentamiento durante 2 horas para dar lugar a un oligómero que contenía BHET.

Posteriormente, cuando se calentó la mezcla de reacción resultante a 222 °C durante 15 minutos, el etilen glicol comenzó a destilar y comenzó la policondensación. Posteriormente, se aumentó la temperatura hasta 283 °C. Cuando se mantuvo esta temperatura, se destiló más etilen glicol y avanzó la policondensación. Diez minutos más tarde, comenzó la reducción de presión y la presión se redujo hasta 27 Pa o menos durante 15 minutos. Posteriormente, la policondensación concluyó en 3 horas. Tras terminar la reacción de policondensación, se ajustó de nuevo la presión del reactor hasta una valor de presión normal con gas de nitrógeno. Se descargó el poliéster resultante en forma de hebra a través de una abertura de salida en la parte inferior del reactor. Se enfrió la hebra y se cortó, dando lugar a microgránulos de poliéster. La Tabla 1 muestra la viscosidad intrínseca, el color, el brillo y Δb del poliéster obtenido de este modo.

Ejemplo 4

30 (Preparación del poliéster d)

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

Se dispersaron 0,073 g de dispersión de etilen glicol de catalizador de policondensación B (0,0218 g de catalizador de policondensación, es decir, $3,9 \times 10^{-5}$ mol; 0,015 partes en moles por cada 100 partes en moles de componente de ácido tereftálico usado en la policondensación) en etilen glicol para preparar una suspensión, y se añadió la suspensión resultante al reactor de policondensación. Posteriormente, se aumentó la temperatura del reactor desde 250 °C hasta 280 °C durante 3 horas. Se mantuvo esta temperatura y se redujo la presión desde presión normal hasta una presión absoluta de 40 Pa. Al tiempo que se mantuvo esta presión, se continuó el calentamiento durante dos horas adicionales, para llevar a cabo la reacción de policondensación. Tras concluir la reacción de policondensación, se ajustó de nuevo la presión del reactor hasta presión normal con gas de nitrógeno. Se descargó el poliéster resultante en forma de hebra a través de una abertura de salida en la parte inferior del reactor. Se enfrió la hebra y se cortó, proporcionando microgránulos de poliéster. La Tabla 1 muestra la viscosidad intrínseca, el color, valor de brillo y Δb del poliéster obtenido de este modo.

50 Preparación de los Segundos Catalizadores de Policondensación y Ejemplos de Producción de Poliéster que Usan los Catalizadores

Ejemplo 5

55 (Preparación del catalizador de policondensación C)

Se dispersaron 1107 g de hidróxido de magnesio del Ejemplo de Referencia 1 en 2,5 l de etilen glicol mantenidos a una temperatura de 75-85 °C para proporcionar una dispersión. Se añadieron gota a gota 191,7 g de ortosilicato de tetraetilo ($\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$) a la dispersión con agitación durante un período de 2 horas. Tras la adición, se envejeció la mezcla resultante durante una hora para proporcionar una disolución. Posteriormente, se añadieron 66 g de agua, una cantidad cuatro veces en moles la cantidad de ortosilicato de tetraetilo, a la disolución, seguido de un envejecimiento durante 6 horas, formando de este modo una capa interna de revestimiento de óxido de silicio sobre la superficie de las partículas de hidróxido de magnesio.

65 Mientras se agitó la dispersión resultante de etilen glicol de hidróxido de magnesio que tenía la capa interna de revestimiento, se añadieron gota a gota 395,0 g de tetraisopropóxido de titanio ($\text{Ti}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4$) a la dispersión durante

un período de 2 horas. Tras la adición, se envejeció la mezcla resultante durante una hora. Posteriormente, se añadieron al mezcla 100 g de agua, una cantidad de cuatro veces en moles la cantidad de tetraisopropóxido de titanio, seguido de envejecimiento durante 4 horas para formar una capa externa de revestimiento de ácido titánico sobre la capa interna de revestimiento, proporcionando de este modo una dispersión de partículas de hidróxido de magnesio que tenía la capa interna y la capa externa de revestimiento sobre las mismas (catalizador de policondensación C) en etilen glicol de acuerdo con la invención.

En el catalizador de policondensación obtenido de este modo, la proporción de la capa interna de revestimiento formada por óxido de silicio fue de 5 partes en peso en términos de SiO_2 por cada 100 partes en peso de hidróxido de magnesio y la proporción de capa externa de revestimiento formada por ácido titánico fue de 10 partes en peso en términos de TiO_2 por cada 100 partes en peso de hidróxido de magnesio. La tasa de sedimentación de la dispersión de etilen glicol de catalizador de policondensación se muestra en la Tabla 1.

(Producción de poliéster e)

Se usó el catalizador de policondensación C, y de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster. La Tabla 1 muestra la viscosidad intrínseca, el color, el valor de brillo y Δb del poliéster obtenido de este modo.

Ejemplo 6

(Preparación de catalizador de policondensación D)

Se dispersaron 1107 g de hidróxido de magnesio obtenido en el Ejemplo de Referencia 1 en 2,5 l de etilen glicol mantenido a una temperatura de 75-85 °C para proporcionar una dispersión. Se añadieron gota a gota 221,4 g de isopropóxido de aluminio ($\text{Al}(\text{OC}_3\text{H}_7)_3$) a la dispersión con agitación durante un período de 2 horas. Tras la adición, se envejeció la mezcla resultante durante una hora para proporcionar una disolución. Posteriormente, se añadieron 78,2 g de agua, una cantidad tres veces en moles la cantidad del isopropóxido de aluminio, a la disolución, seguido de envejecimiento durante 6 horas, formándose de este modo una capa interna de revestimiento de óxido de aluminio sobre las superficie de las partículas de hidróxido de magnesio.

Mientras se agitó la dispersión resultante de etilen glicol de hidróxido de magnesio que tenía la capa interna de revestimiento, se añadieron gota a gota 395,0 g de tetraisopropóxido de titanio ($\text{Ti}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4$) a la dispersión durante un período de 2 horas. Tras la adición, se envejeció la mezcla resultante durante una hora. Posteriormente, se añadieron 100 g de agua a la mezcla, una cantidad cuatro veces en moles la cantidad de tetraisopropóxido de titanio, seguido de envejecimiento durante 4 horas para formar una capa externa de revestimiento de ácido titánico sobre la capa interna de revestimiento, proporcionando de este modo una dispersión de partículas de hidróxido de magnesio que tenían la capa interna y externa de revestimiento sobre las mismas (catalizador de policondensación D) en el etilen glicol de acuerdo con la invención.

En el catalizador de policondensación obtenido de este modo, la proporción de la capa interna de revestimiento formada por óxido de aluminio fue de 5 partes en peso en términos de Al_2O_3 por cada 100 partes en peso de hidróxido de magnesio y la proporción de la capa externa de revestimiento formada por ácido titánico fue de 10 partes en peso en términos de TiO_2 por cada 100 partes en peso de hidróxido de magnesio. La tasa de sedimentación de la dispersión de etilen glicol del catalizador de policondensación se muestra en la Tabla 1.

(Producción del poliéster f)

Se usó el catalizador de policondensación D, y de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo poliéster. La Tabla 1 muestra la viscosidad intrínseca, el color, el valor de brillo y Δb del poliéster obtenido de este modo.

Ejemplo 7

(Preparación del catalizador de policondensación E)

Se dispersaron 1107 g de hidróxido de magnesio obtenido en el Ejemplo de Referencia 1 en 2,5 l de etilen glicol mantenido a una temperatura de 75-85 °C para proporcionar una dispersión. Se añadieron gota a gota 147,0 g de n-propóxido de circonio ($\text{Zr}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4$) a la dispersión con agitación durante un período de 2 horas. Tras la adición, se envejeció la mezcla resultante durante una hora para proporcionar una disolución. Posteriormente, se añadieron 85,9 g de agua, una cantidad cuatro veces en moles la cantidad del n-propóxido de circonio, a la disolución, seguido de envejecimiento durante 6 horas, formando de este modo una capa interna de revestimiento de óxido de circonio sobre la superficie de las partículas de hidróxido de magnesio.

Mientras se agitó la dispersión resultante de etilen glicol de hidróxido de magnesio que tenía la capa interna de revestimiento, se añadieron gota a gota 395,0 g de tetraisopropóxido de titanio ($\text{Ti}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4$) a la dispersión durante un período de 2 horas. Tras la adición, se envejeció la mezcla resultante durante una hora. Posteriormente, se añadieron 100 g de agua a la mezcla, una cantidad cuatro veces en moles la cantidad de tetraisopropóxido de

titanio, seguido de envejecimiento durante 4 horas para formar una capa externa de revestimiento de ácido titánico sobre la capa interna de revestimiento, proporcionando de este modo una dispersión de partículas de hidróxido de magnesio que tenían la capa interna y externa de revestimiento sobre las mismas (catalizador de policondensación E) en el etilen glicol de acuerdo con la invención.

5 En el catalizador de policondensación obtenido de este modo, la proporción de la capa interna de revestimiento formada por óxido de circonio fue de 5 partes en peso en términos de ZrO_2 por cada 100 partes en peso de hidróxido de magnesio y la proporción de la capa externa de revestimiento formada por ácido titánico fue de 10 partes en peso en términos de TiO_2 por cada 100 partes en peso de hidróxido de magnesio. La tasa de sedimentación de la dispersión de etilen glicol del catalizador de policondensación se muestra en la Tabla 1.

(Producción de poliéster g)

15 Se usó el catalizador de policondensación E, y de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo poliéster. La Tabla 1 muestra la viscosidad intrínseca, el color, el valor de brillo y Δb del poliéster obtenido de este modo.

Ejemplo 8

(Preparación del catalizador de policondensación F)

20 Se dispersaron 1107 g de hidróxido de magnesio obtenido en el Ejemplo de Referencia 1 en 2,5 l de etilen glicol mantenido a una temperatura de 75-85 °C para proporcionar una dispersión. Se añadió gota a gota una disolución mixta de 64,0 g de ortosilicato de tetraetilo ($Si(OC_2H_5)_4$), 74,0 g de isopropóxido de aluminio ($Al(OC_3H_7)_3$) y 49,1 g de n-propóxido de circonio ($Zr(OC_3H_7)_4$) a la dispersión con agitación durante un período de 2 horas. Tras la adición, se envejeció la mezcla resultante durante una hora para proporcionar una disolución. Posteriormente, se añadieron 52,5 g de agua a la disolución, seguido de envejecimiento durante 6 horas, formando de este modo una capa interna de revestimiento de óxido compuesto de silicio, aluminio y circonio sobre la superficie de las partículas de hidróxido de magnesio.

30 Mientras se agitó la dispersión resultante de etilen glicol de hidróxido de magnesio que tenía la capa interna de revestimiento, se añadieron gota a gota 395,0 g de tetraisopropóxido de titanio ($Ti(OC_3H_7)_4$) a la dispersión durante un período de 2 horas. Tras la adición, se envejeció la mezcla resultante durante una hora. Posteriormente, se añadieron 100 g de agua a la mezcla, una cantidad cuatro veces en moles la cantidad de tetraisopropóxido de titanio, seguido de envejecimiento durante 4 horas para formar una capa externa de revestimiento de ácido titánico sobre la capa interna de revestimiento, proporcionando de este modo una dispersión de partículas de hidróxido de magnesio que tenían la capa interna y externa de revestimiento sobre las mismas (catalizador de policondensación F) en el etilen glicol de acuerdo con la invención.

40 En el catalizador de policondensación obtenido de este modo, la proporción de la capa interna de revestimiento formada por óxido compuesto de silicio, aluminio y circonio fue de 5 partes en peso en términos de SiO_2 , Al_2O_3 y ZrO_2 , respectivamente, por cada 100 partes en peso de hidróxido de magnesio y la proporción de capa externa de revestimiento de ácido titánico fue de 10 partes en peso en términos de TiO_2 por cada 100 partes en peso de hidróxido de magnesio. La tasa de sedimentación de la dispersión de etilen glicol del catalizador de policondensación se muestra en la Tabla 1.

45 (Producción de poliéster h)

50 Se usó el catalizador de policondensación F, y de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo poliéster. La Tabla 1 muestra la viscosidad intrínseca, el color, el valor de brillo y Δb del poliéster obtenido de este modo.

Ejemplo 9

(Preparación del catalizador de policondensación G)

55 Se dispersaron 500 g de hidrotalcita obtenida en el Ejemplo de Referencia 2 en 1,1 l de etilen glicol mantenido a una temperatura de 75-85 °C para proporcionar una dispersión. Se añadieron gota a gota 86,7 g de ortosilicato de tetraetilo a la dispersión con agitación durante un período de 2 horas. Tras la adición, se envejeció la mezcla durante una hora para proporcionar una disolución. Posteriormente, se añadieron 30 g de agua a la disolución, una cantidad cuatro veces en moles la cantidad de ortosilicato de tetraetilo, seguido de envejecimiento durante 6 horas, formando de este modo una capa interna de revestimiento de óxido de silicio sobre la superficie de las partículas de hidrotalcita.

65 Mientras se agitó la dispersión resultante de etilen glicol de hidrotalcita que tenía la capa interna de revestimiento, se añadieron gota a gota 177,8 g de tetraisopropóxido de titanio ($Ti(OC_3H_7)_4$) a la dispersión durante un período de 2 horas. Tras la adición, se envejeció la mezcla resultante durante una hora. Posteriormente, se añadieron 45 g de agua a la mezcla, una cantidad cuatro veces en moles la cantidad de tetraisopropóxido de titanio, seguido de

envejecimiento durante 4 horas para formar una capa externa de revestimiento de ácido titánico sobre la capa interna de revestimiento, proporcionando de este modo una dispersión de partículas de hidrotalcita que tenían la capa interna y externa de revestimiento sobre las mismas (catalizador de policondensación G) en el etilen glicol de acuerdo con la invención.

5 En el catalizador de policondensación obtenido de este modo, la proporción de la capa interna de revestimiento formada por óxido de silicio fue de 5 partes en peso en términos de SiO_2 por cada 100 partes en peso de hidrotalcita y la proporción de capa externa de revestimiento de ácido titánico fue de 10 partes en peso en términos de TiO_2 por cada 100 partes en peso de hidrotalcita. La tasa de sedimentación de la dispersión de etilen glicol del catalizador de policondensación (G) se muestra en la Tabla 1.

(Producción de poliéster i)

15 Se usó el catalizador de policondensación G, y de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo poliéster. La Tabla 1 muestra la viscosidad intrínseca, el color, el valor de brillo y Δb del poliéster obtenido de este modo.

Ejemplo 10

(Preparación del catalizador de policondensación H)

20 Se dispersaron 500 g de hidrotalcita obtenida en el Ejemplo de Referencia 2 en 1,1 l de etilen glicol mantenido a una temperatura de 75-85 °C para proporcionar una dispersión. Se añadieron gota a gota 100,0 g de isopropóxido de aluminio ($\text{Al}(\text{OC}_3\text{H}_7)_3$) a la dispersión con agitación durante un período de 2 horas. Tras la adición, se envejeció la mezcla durante una hora para proporcionar una disolución. Posteriormente, se añadieron 26,5 g de agua a la disolución, una cantidad tres veces en moles la cantidad de isopropóxido de aluminio, seguido de envejecimiento durante 6 horas, formando de este modo una capa interna de revestimiento de óxido de aluminio sobre la superficie de las partículas de hidrotalcita.

30 Mientras se agitó la dispersión resultante de etilen glicol de hidrotalcita que tenía la capa interna de revestimiento, se añadieron gota a gota 177,8 g de tetraisopropóxido de titanio ($\text{Ti}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4$) a la dispersión durante un período de 2 horas. Tras la adición, se envejeció la mezcla resultante durante una hora. Posteriormente, se añadieron 45 g de agua a la mezcla, una cantidad cuatro veces en moles la cantidad de tetraisopropóxido de titanio, seguido de envejecimiento durante 4 horas para formar una capa externa de revestimiento de ácido titánico sobre la capa interna de revestimiento, proporcionando de este modo una dispersión de partículas de hidrotalcita que tenían la capa interna y externa de revestimiento sobre las mismas (catalizador de policondensación H) en el etilen glicol de acuerdo con la invención.

35 En el catalizador de policondensación obtenido de este modo, la proporción de la capa interna de revestimiento formada por óxido de aluminio fue de 5 partes en peso en términos de Al_2O_3 por cada 100 partes en peso de hidrotalcita y la proporción de capa externa de revestimiento de ácido titánico fue de 10 partes en peso en términos de TiO_2 por cada 100 partes en peso de hidrotalcita. La tasa de sedimentación de la dispersión de etilen glicol del catalizador de policondensación (H) se muestra en la Tabla 1.

(Producción de poliéster j)

45 Se usó el catalizador de policondensación H, y de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo poliéster. La Tabla 1 muestra la viscosidad intrínseca, el color, el valor de brillo y Δb del poliéster obtenido de este modo.

Ejemplo 11

(Preparación del catalizador de policondensación I)

50 Se dispersaron 500 g de hidrotalcita obtenida en el Ejemplo de Referencia 2 en 1,1 l de etilen glicol mantenido a una temperatura de 75-85 °C para proporcionar una dispersión. Se añadieron gota a gota 66,4 g de n-propóxido de circonio ($\text{Zr}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4$) a la dispersión con agitación durante un período de 2 horas. Tras la adición, se envejeció la mezcla resultante durante una hora para proporcionar una disolución. Posteriormente, se añadieron 14,6 g de agua a la disolución, una cantidad tres veces en moles la cantidad de n-propóxido de circonio, seguido de envejecimiento durante 6 horas, formando de este modo una capa interna de revestimiento de óxido de circonio sobre la superficie de las partículas de hidrotalcita.

60 Mientras se agitó la dispersión resultante de etilen glicol de hidrotalcita que tenía la capa interna de revestimiento sobre la misma, se añadieron gota a gota 177,8 g de tetraisopropóxido de titanio ($\text{Ti}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4$) a la dispersión durante un período de 2 horas. Tras la adición, se envejeció la mezcla resultante durante una hora. Posteriormente, se añadieron 45 g de agua a la mezcla, una cantidad cuatro veces en moles la cantidad de tetraisopropóxido de titanio, seguido de envejecimiento durante 4 horas para formar una capa externa de revestimiento de ácido titánico sobre la capa interna de revestimiento de las partículas de hidrotalcita, proporcionando de este modo una dispersión de

partículas de hidrotalcita que tenían la capa interna y externa de revestimiento sobre las mismas (catalizador de policondensación H) en el etilen glicol de acuerdo con la invención.

5 En el catalizador de policondensación obtenido de este modo, la proporción de la capa interna de revestimiento formada por óxido de circonio fue de 5 partes en peso en términos de ZrO_2 por cada 100 partes en peso de hidrotalcita y la proporción de capa externa de revestimiento formada por ácido titánico fue de 10 partes en peso en términos de TiO_2 por cada 100 partes en peso de hidrotalcita. La tasa de sedimentación de la dispersión de etilen glicol del catalizador de policondensación (I) se muestra en la Tabla 1.

10 (Producción de poliéster k)

Se usó el catalizador de policondensación I, y de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo poliéster. La Tabla 1 muestra la viscosidad intrínseca, el color, el valor de brillo y Δb del poliéster obtenido de este modo.

15 Ejemplo 12

(Preparación del catalizador de policondensación J)

20 Se dispersaron 500 g de hidrotalcita obtenida en el Ejemplo de Referencia 2 en 1,1 l de etilen glicol mantenido a una temperatura de 75-85 °C para proporcionar una dispersión. Se añadieron gota a gota 29,0 g de ortosilicato de tetraetilo ($Si(OC_2H_5)_4$), 33,4 g de isopropóxido de aluminio ($Al(OC_3H_7)_3$) y 22,2 g de n-propóxido de circonio ($Zr(OC_3H_7)_4$) a la dispersión con agitación durante un período de 2 horas. Tras la adición, se envejeció la mezcla resultante durante una hora para proporcionar una disolución. Posteriormente, se añadieron 23,7 g de agua a la disolución, seguido de envejecimiento durante 6 horas, formando de este modo una capa interna de revestimiento de

25 óxido de silicio, aluminio y circonio sobre la superficie de las partículas de hidrotalcita.

Mientras se agitó la dispersión resultante de etilen glicol de partículas de hidrotalcita que tenía la capa interna de revestimiento sobre la misma, se añadieron gota a gota 177,8 g de tetraisopropóxido de titanio ($Ti(OC_3H_7)_4$) a la dispersión durante un período de 2 horas. Tras la adición, se envejeció la mezcla resultante durante una hora.

30 Posteriormente, se añadieron 45 g de agua a la mezcla, una cantidad cuatro veces en moles la cantidad de tetraisopropóxido de titanio, seguido de envejecimiento durante 4 horas para formar una capa externa de revestimiento de ácido titánico sobre la capa interna de revestimiento de las partículas de hidrotalcita, proporcionando de este modo una dispersión de partículas de hidrotalcita que tenían la capa interna y externa de revestimiento sobre las mismas (catalizador de policondensación J) en el etilen glicol de acuerdo con la invención.

35 En el catalizador de policondensación obtenido de este modo, la proporción de la capa interna de revestimiento formada por óxido de silicio, aluminio y circonio fue de 5 partes en peso en términos de SiO_2 , Al_2O_3 y ZrO_2 , respectivamente, por cada 100 partes en peso de hidrotalcita y la proporción de capa externa de revestimiento formada por ácido titánico fue de 10 partes en peso en términos de TiO_2 por cada 100 partes en peso de hidrotalcita.

40 La tasa de sedimentación de la dispersión de etilen glicol del catalizador de policondensación (J) se muestra en la Tabla 1.

(Producción de poliéster 1)

45 Se usó el catalizador de policondensación J, y de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo poliéster. La Tabla 1 muestra la viscosidad intrínseca, el color, el valor de brillo y Δb del poliéster obtenido de este modo.

Ejemplo Comparativo 1

50 (Preparación del catalizador de policondensación K)

Se prepararon 1,6 l de la disolución acuosa de tetracloruro de titanio (69,2 g/l en términos de TiO_2) y 1,6 l de disolución acuosa de hidróxido de sodio (99,6 g/l en términos de NaOH). Se introdujeron 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 posteriormente se añadió gota a gota la disolución acuosa de tetracloruro de titanio y la disolución acuosa de hidróxido de sodio al mismo tiempo durante un período de dos horas a la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio de tal forma que la suspensión resultante tuvo un pH de 10,0. Tras la adición, se envejeció la suspensión durante 1 hora para formar una capa interna de revestimiento de ácido titánico sobre la superficie de las partículas de hidróxido de magnesio.

55

60 Se filtró la suspensión acuosa obtenida de este modo de partículas de hidróxido de magnesio que tenía la capa interna de revestimiento de ácido titánico sobre la misma, y se lavaron con agua las partículas obtenidas, se secaron y se pulverizaron para proporcionar un catalizador de policondensación K.

65 En el catalizador de policondensación obtenido de este modo, la proporción de capa de revestimiento de ácido titánico fue de 10 partes en peso en términos de TiO_2 por cada 100 partes en peso de hidróxido de magnesio. La

tasa de sedimentación de la suspensión acuosa del catalizador de policondensación se muestra en la Tabla 1. (Producción de poliéster m)

5 Se usó el catalizador de policondensación K, y de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo poliéster. La Tabla 1 muestra la viscosidad intrínseca, el color, el valor de brillo y Δb del poliéster obtenido de este modo.

Ejemplo Comparativo 2

10 (Preparación del catalizador de policondensación L)

15 Se prepararon 0,72 l de la disolución acuosa de tetracloruro de titanio (69,2 g/l en términos de TiO_2) y 0,72 l de disolución acuosa de hidróxido de sodio (100 g/l en términos de NaOH). Se introdujeron 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 posteriormente se añadió gota a gota la disolución acuosa de tetracloruro de titanio y la disolución acuosa de hidróxido de sodio al mismo tiempo durante un período de dos horas a la suspensión acuosa de hidrotalcita de tal forma que la suspensión resultante tuvo un pH de 9,0. Tras la adición, se envejeció la suspensión durante 1 hora para formar una capa interna de revestimiento de ácido titánico sobre la superficie de las partículas de hidrotalcita.

20 Se recogió la hidrotalcita tratada por medio de filtración a partir de la suspensión acuosa, se lavó con agua, se secó y se pulverizó para proporcionar un catalizador de policondensación L.

25 En el catalizador de policondensación obtenido de este modo, la proporción de capa de revestimiento formada por ácido titánico fue de 10 partes en peso en términos de TiO_2 por cada 100 partes en peso de hidrotalcita. La tasa de sedimentación de la suspensión acuosa del catalizador de policondensación se muestra en la Tabla 1.

(Producción de poliéster n)

30 Se usó el catalizador de policondensación L, y de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo poliéster. La Tabla 1 muestra la viscosidad intrínseca, el color, el valor de brillo y Δb del poliéster obtenido de este modo.

Ejemplo Comparativo 3

(Producción de poliéster o)

35 Se obtuvo poliéster de la misma forma que en el Ejemplo 1 exceptuando el uso de 0,0061 g ($2,1 \times 10^{-5}$ mol, 0,03 partes por mol por cada 100 partes por mol de tereftalato de dimetilo) de trióxido de antimonio en lugar del catalizador de policondensación A. La Tabla 1 muestra la viscosidad intrínseca, el color y el valor de brillo del poliéster obtenido de este modo.

40 Ejemplo Comparativo 4

(Producción de poliéster p)

45 Se obtuvo poliéster de la misma forma que en el Ejemplo 1 exceptuando el uso de 0,0114 g ($3,9 \times 10^{-5}$ mol, 0,015 partes por mol por cada 100 partes por mol de tereftalato de dimetilo) de trióxido de antimonio en lugar del catalizador de policondensación A. La Tabla 1 muestra la viscosidad intrínseca, el color y el valor de brillo del poliéster obtenido de este modo.

TABLA 1

	Poliéster	Catalizador	Viscosidad intrínseca (dL/g)	Color			Brillo (%)	Tasa de sedimentación (%)	Δb
				L	a	b			
Ejemplo 1	a	A	0,67	94,2	-2,0	+1,5	4,0	12	8,5
Ejemplo 2	b	A	0,67	94,1	-2,2	+1,9	4,3		8,6
Ejemplo 3	c	B	0,70	91,0	-1,8	+1,1	3,8	15	8,9
Ejemplo 4	d	B	0,68	90,0	-1,9	+1,1	3,9		8,7
Ejemplo 5	e	C	0,70	93,0	-1,7	+1,6	3,6	18	8,8
Ejemplo 6	f	D	0,64	88,9	-2,0	+1,9	4,3	20	9,2
Ejemplo 7	g	E	0,68	91,0	-1,9	+1,7	4,2	22	9,1
Ejemplo 8	h	F	0,65	89,6	-2,2	+1,6	3,9	21	8,9
Ejemplo 9	i	G	0,65	90,3	-2,3	+1,2	4,1	19	8,4
Ejemplo 10	j	H	0,71	91,2	-2,1	+1,7	4,3	20	8,7
Ejemplo 11	k	I	0,64	90,5	-2,4	+1,3	4,0	22	8,8
Ejemplo 12	l	J	0,66	91,5	-2,3	+1,2	4,5	21	8,7
Comparativo 1	m	K	0,68	94,4	-2,0	+1,4	4,2	45	10,3
Comparativo 2	n	L	0,72	91,3	-1,9	+1,1	3,8	43	10,7
Comparativo 3	o	Sb_2O_3	0,72	91,0	-2,2	+1,9	4,0	..	8,5
Comparativo 4	p	Sb_2O_3	0,69	90,3	-2,3	+1,9	4,3	..	8,4

50

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un método para producir un catalizador para producir poliéster por medio de una reacción de esterificación o una reacción de transesterificación entre un ácido dicarboxílico o uno de sus derivados formadores de éster y un glicol, comprendiendo el método hidrolizar un compuesto orgánico de titanio en un disolvente orgánico donde se dispersan partículas de una base sólida para formar, de este modo, una capa de revestimiento de ácido titánico sobre la superficie de las partículas de una base sólida.
- 10 2. Un método de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende una primera etapa de hidrolizar un compuesto orgánico de silicio y/o un compuesto orgánico de aluminio y/o un compuesto orgánico de circonio en un disolvente orgánico donde se dispersan partículas de una base sólida para formar una capa interna de revestimiento bien de un óxido de al menos un elemento seleccionado entre silicio, aluminio y circonio o de un óxido compuesto de al menos dos elementos seleccionados entre silicio, aluminio y circonio, y posteriormente hidrolizar un compuesto orgánico de titanio en el disolvente orgánico donde se dispersan las partículas de una base sólida que tienen la capa interna de revestimiento sobre las mismas para formar una capa externa de revestimiento de ácido titánico sobre la capa interna de revestimiento de las partículas de una base sólida.
- 15 3. El método de acuerdo con 1 ó 2, donde el disolvente orgánico es al menos uno seleccionado entre alcoholes monohídricos alifáticos y alcoholes dihídricos alifáticos.
- 20 4. El método de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, donde el disolvente orgánico es etilen glicol.
- 5 5. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicación 1 a 4, donde la base sólida es hidróxido de magnesio.
- 25 6. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, donde la base sólida es hidrotalcita.